



HAL
open science

Contribution à l'amélioration de la productivité du procédé de fusion laser sur lit de poudre à l'aide de mélanges de poudres

Paul Bourot

► **To cite this version:**

Paul Bourot. Contribution à l'amélioration de la productivité du procédé de fusion laser sur lit de poudre à l'aide de mélanges de poudres. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine, 2023. Français. NNT : 2023LORR0301 . tel-04688730

HAL Id: tel-04688730

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-04688730v1>

Submitted on 5 Sep 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



**UNIVERSITÉ
DE LORRAINE**

**BIBLIOTHÈQUES
UNIVERSITAIRES**

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr
(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THESE

Pour l'obtention du titre de
DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE
Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :

Paul BOUROT

Sous la direction de **M. Pascal LAHEURTE** et **M. Laurent WEISS**

Contribution à l'amélioration de la productivité du procédé de fusion laser sur lit de poudre à l'aide de mélanges de poudres

Thèse soutenue publiquement le 18 décembre 2023 à Metz, devant le jury composé de :

Mme. Salima BOUVIER	Professeure des Universités, Université de Technologie de Compiègne, Laboratoire Robertval	Présidente
M. Geoffroy LUMAY	Professeur, Université de Liège, GRASP, Belgique	Rapporteur
M. Etienne PESSARD	Maître de conférences HDR, Arts et Métiers Sciences et Technologies, LAMPA, Angers	Rapporteur
M. Robin KROMER	Maître de conférences, Université de Bordeaux, I2M	Examineur
M. Pascal LAHEURTE	Professeur des Universités, Université de Lorraine, LEM3, Metz	Directeur de thèse
M. Laurent WEISS	Maître de conférences, Université de Lorraine, LEM3, Metz	Co-directeur de thèse
M. Didier BOISSELIER	Expert Fabrication Additive, IREPA LASER, Illkirch-Graffenstaden	Invité
M. Aurélien NEVEU	Docteur / Responsable laboratoire et applications, GRANUTOOLS, Awans, Belgique	Invité

Université de Lorraine

Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux, 7 rue Félix Savart, 57070 Metz
IREPA LASER, 320 Boulevard Sébastien Brant, 67400 Illkirch-Graffenstaden

Remerciements

Durant ces quelques années de thèse, j'ai eu l'opportunité de me plonger dans un sujet passionnant au sein de deux institutions : la société IREPA LASER (Industrialisation des Recherches Et Procédés des Applications LASER) et le laboratoire de recherche LEM3 (Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux). Je tiens à remercier leur directeur respectif, Messieurs Jean-Paul Gauffillet et El Mostafa Daya, pour m'y avoir accueilli au sein de leurs équipes.

Tout d'abord, je souhaite exprimer toute ma gratitude à mes encadrants de thèse pour leur disponibilité et la confiance qu'ils m'ont accordée. Mes sincères remerciements vont à mes directeurs de thèse, Messieurs Pascal Laheurte et Laurent Weiss, pour leurs conseils éclairés dans la conduite de ce projet, ainsi que pour le partage de leur expérience de la recherche, tant sur le plan scientifique qu'humain.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance envers M. Didier Boisselier, mon encadrant industriel chez IREPA LASER, sans qui ce projet de thèse n'aurait pas vu le jour. Je le remercie d'avoir partagé avec moi son expérience de la fabrication additive et plus généralement des procédés laser.

J'exprime ma gratitude à l'ensemble des membres le jury, pour avoir accepté d'évaluer mes travaux et pour leur examen attentif ainsi que leurs questions critiques à l'égard de ce manuscrit, dans leurs rapports et lors de la soutenance. Je remercie Mme. Salima Bouvier d'avoir présidé ce jury, ainsi qu'à Messieurs Etienne Pessard et Geoffroy Lumay en leur qualité de rapporteurs. Merci également à M. Robin Kromer d'en avoir été examinateur et à M. Aurélien Neveu pour avoir accepté l'invitation à cette soutenance.

Je tiens à remercier des institutions avec qui j'ai eu l'opportunité de travailler. Je remercie MetaFensch (IRT M2P) et tout particulièrement Mme. Agathe Deborde et M. Jimmy Dardinier, pour leur gentillesse et leur précieuse aide sur les mesures effectuées au morphogranulomètre. Mes remerciements vont également à la société Aubert et Duval et spécialement à M. Peter Vikner, pour la fourniture de la poudre utilisée dans le cadre de ces travaux. Je souhaite également remercier l'équipe procédés laser du laboratoire PIMM, et plus précisément Messieurs Patrice Peyre et Mohamed Chérif Sow, pour m'avoir accueilli et aidé avec les campagnes expérimentales menées sur le banc FAIR.

Je remercie tous les membres de l'équipe d'IREPA LASER, pour la bienveillance et l'aide qu'ils ont su m'apporter. Je remercie tout particulièrement des collègues avec qui j'ai eu plaisir de travailler plus directement : Eric Bernard, Thierry Engel, Pierre-Alain Vetter, merci pour votre aide car j'ai beaucoup appris à votre contact. Je remercie également Maxime Dimanche et Benjamin Campo, que j'ai eu l'occasion d'encadrer pour leur stage et alternance, pour leur implication et leur travail sur la mise en place de la machine FormUp.

Au sein du LEM3 j'ai eu le plaisir de faire des rencontres qui m'ont beaucoup apporté, tant sur le plan professionnel que personnel. Je tiens à remercier Jérôme Slowensky, Auriane Mandrelli, Olivier Perroud et Luc Morhain pour leur aide avec les différentes caractérisations que j'ai pu mener au laboratoire. Je remercie le personnel administratif du laboratoire et plus précisément Carole Tusseau, Kévin Galach, Laura Litscher et Aurore Hanson pour leur aide précieuse. Enfin, je tiens à remercier l'ensemble de mes collègues du CIRAM : Laurent, Gaël, Marie, Paul Di., Paul Loh., Toto, Boris, Pauline, Léo, Pascal, Rabii, Paul Via., Francis, Pierre, pour leur sympathie, leur assistance et l'atmosphère conviviale dans laquelle j'ai pu évoluer à leurs côtés. Je remercie particulièrement Paul Lohmuller, pour les échanges que nous avons eus sur des sujets importants, à des moments où j'ai pu en avoir besoin, ainsi que pour son aide précieuse dans la réalisation des campagnes d'essais sur la SLM 280 du LEM3.

Je conclurai cette série de remerciements par les personnes qui me sont proches et par mes amis : Éléonore, Sophie, Maxime, Vaibhav, Guillaume, Jean-Michel, Ela, Ronny. Les moments agréables que nous avons partagés et votre soutien indéfectible ont une grande importance pour moi.

Enfin, je remercie ma famille, mes parents Isabelle et Jean-Paul, pour leur amour et soutien infailible, sans lequel je n'aurais pu entreprendre de si longues études.

Pour terminer, je remercie ma compagne Sylvie, avec qui je partage mon chemin, et qui a su me soutenir aux moments où j'en avais le plus besoin. Un immense merci, car sans toi, je n'y serais jamais arrivé.

Abréviations

Acronyme	Signification	Traduction française
FA	Fabrication Additive	
AM	Additive Manufacturing	Fabrication Additive
PBF-LB	Powder Bed Fusion – Laser Beam (terme normé suivant l'ISO/ASTM 52900:2021)	
LPBF	Laser Powder Bed Fusion (terme d'usage courant)	Fusion laser sur lit de poudre
SLM	Selective Laser Melting (terme d'usage courant)	
PBF-EB	Powder Bed Fusion – Electron Beam (terme normé suivant l'ISO/ASTM 52900:2021)	
EBM	Electron Beam Melting (terme d'usage courant)	Fusion sur lit de poudre par faisceau d'électron
PSD	Particle Size Distribution	Distribution de taille des particules
AOR	Angle Of Repose	Angle de repos
LOF	Lack Of Fusion	Manque de fusion
TA6V	Ti-6Al-4V	
HIP	Hot Isostatic Pressing	Compaction isostatique à chaud
CIC	Compaction Isostatique à Chaud	
WA	Water Atomization	Atomisation par eau
GA	Gas Atomization	Atomisation par gaz
PREP	Plasma Rotating Electrode Process	
EIGA	Electrode Inert Gas Atomization	
VIGA	Vacuum Inert Gas Atomization	
PA	Plasma Atomization	

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre 1 : Etat de l'Art	5
1.1 Généralités sur la fabrication additive et le procédé PBF-LB	5
1.1.1 La fabrication additive métallique	5
1.1.2 Le procédé de fusion laser sur lit de poudre (PBF-LB)	7
1.2 Les poudres pour la fabrication additive	22
1.2.1 La production des poudres	22
1.2.2 Caractérisation des poudres pour la fabrication additive	28
1.2.3 Mise en œuvre des poudres au travers du procédé PBF-LB	32
1.3 Productivité	40
1.3.1 Définition de la productivité du procédé PBF-LB	41
1.3.2 Innovations machine	41
1.3.3 Optimisation du procédé PBF-LB	43
1.3.4 Optimisations et innovations concernant la chaîne de valeur du procédé PBF-LB	51
1.4 L'utilisation de mélanges de poudres	51
1.4.1 Métallurgie des poudres	52
1.4.2 Utilisation des mélanges de poudres dans les procédés de fabrication additive	52
1.5 Conclusion partielle	54
Chapitre 2 : Caractérisation et comportement des mélanges de poudres	57
2.1 Introduction	57
2.2 Matériel et méthodes	57
2.2.1 Description des lots de poudre et préparation des mélanges	57
2.2.2 Moyens de caractérisation des poudres	59
2.3 Propriétés physiques des poudres	68
2.3.1 Distribution de taille et homogénéité des lots à réception	68
2.3.1 Homogénéité de taille des mélanges de poudres	72
2.3.2 Morphologie des particules	75
2.3.3 Implications pour le procédé PBF-LB	77
2.4 Propriétés comportementales des poudres	77
2.4.1 Étude de la compaction des poudres	77
2.4.2 Étude de l'écoulement des poudres	87
2.4.3 Implications pour le procédé PBF-LB	91
2.5 Conclusion partielle	93
Chapitre 3 : Étalement des mélanges de poudres	95
3.1 Introduction	95
3.2 Matériel et méthodes	96

3.2.1	Description des poudres testées _____	96
3.2.2	Banc expérimental FAIR _____	97
3.2.3	Caractérisation du taux de couverture du plateau _____	101
3.2.4	Caractérisation de la hauteur du lit de poudre _____	105
3.2.5	Observation du lit de poudre avec un objectif de microscope _____	109
3.3	Étude de l'étalement _____	110
3.3.1	Étude des biais opératoires _____	110
3.3.2	Impact des biais opératoires sur l'exploitation des conditions testées. _____	114
3.3.3	Impact des paramètres d'épaisseur de couche et de vitesse d'étalement sur la couverture du plateau _____	116
3.3.4	Exploitation des images issues du Contact Image Sensor (CIS) _____	119
3.3.5	Analyse du taux de couverture du plateau à partir des images du CIS _____	123
3.4	Conclusion partielle _____	130
Chapitre 4 : Fabrication à partir de mélanges de poudres _____		133
4.1	Introduction _____	133
4.2	Matériel et méthodes _____	133
4.2.1	Fabricabilité de l'alliage AISI 420 en PBF-LB _____	133
4.2.2	Banc expérimental FAIR du laboratoire PIMM _____	136
4.2.3	Machine SLM Solutions 280 HL _____	137
4.2.4	Démarche de fabrication _____	137
4.2.5	Caractérisation de la densité _____	141
4.1	Fabrication des monocordons _____	143
4.2	Première fabrication : recherche d'une combinaison paramétrique pertinente et étude de l'influence des paramètres de fabrication. _____	149
4.2.1	Préparation de la fabrication _____	149
4.2.2	Exploitation des résultats _____	150
4.3	Etude de l'impact de l'épaisseur de couche _____	158
4.3.1	Préparation des fabrications _____	158
4.3.2	Observation à la suite de la fabrication _____	159
4.3.3	Exploitation des résultats _____	161
4.4	Influence de la vitesse du flux de gaz _____	163
4.5	Comparaison des fabrications avec une poudre standard _____	166
4.6	Conclusion partielle _____	167
Conclusion générale et perspectives _____		169
ANNEXES _____		173
Références bibliographiques _____		180
Liste des tableaux _____		191
Liste des figures _____		193

Introduction générale

La fabrication additive (FA) permet de produire des pièces de géométrie complexe, capables d'assurer des fonctions mécaniques au sein d'un ensemble de composants. Grâce aux procédés additifs et aux libertés de conception qu'ils offrent, la matière est ajoutée uniquement là où elle est nécessaire, et les pièces peuvent être optimisées au regard de leur fonctions mécaniques. Les démarches d'optimisation topologique permettent en particulier une distribution optimisée de la masse pour un chargement mécanique donné. Ainsi, l'allégement de ces pièces permet de concevoir des systèmes mécaniques toujours plus performants. Aujourd'hui, dans un contexte de préoccupation croissante d'économie de ressources et d'énergie, il est impératif de rechercher l'efficacité des systèmes qui nous entourent, et le recours à la fabrication additive apparaît d'autant plus pertinent.

Parmi les procédés de fabrication additive métallique, le procédé de fusion laser sur lit de poudre (PBF-LB) offre de nombreuses opportunités d'application pour des pièces dont les dimensions peuvent atteindre le mètre. Ce procédé, développé dans les années 1990 est désormais une technologie reconnue et utilisée par de nombreux secteurs industriels. Les fabricants de machine répondent aux besoins de ces industriels en proposant depuis plusieurs années des machines dotées de volumes de construction de plus en plus importants, avec des développements en cours devant atteindre jusqu'à 3862 litres pour la machine Farsoon FS1521M-U. Cette augmentation du volume de construction permet de répondre aux besoins de production en série, ainsi qu'à la fabrication de pièces de grandes dimensions. Cependant, toutes les applications ne voient pas le jour, notamment en raison d'un coût final par pièce pouvant être trop élevé pour justifier les avantages offerts par ce procédé additif. Ces coûts de fabrication résultent d'un ensemble de facteurs inhérents à chaque étape de la chaîne de fabrication. Cependant deux obstacles sont le plus souvent évoqués concernant le procédé lui-même : une vitesse de construction trop faible et un coût de la matière première, à savoir la poudre métallique, trop élevé.

En ce qui concerne la vitesse de construction, elle est étroitement liée à la productivité et entraîne des temps de fabrication importants, immobilisant ainsi la machine pendant l'opération. Historiquement, ce procédé a été utilisé pour la fabrication de pièces de petites à moyennes dimensions avec une résolution spatiale élevée ($\sim 100 \mu\text{m}$), généralement appelées pièces *Near Net Shape* (proche des cotes finales). Pour satisfaire ces exigences géométriques, le processus de fabrication repose sur la fusion d'une fine couche de poudre (~ 20 à $50 \mu\text{m}$) à l'aide d'un faisceau laser fin (~ 50 à $80 \mu\text{m}$ de diamètre focalisé), le plus souvent associé à l'utilisation d'une poudre de granulométrie fine (particules de 10 à $60 \mu\text{m}$ de diamètre). Aujourd'hui, l'application de ces mêmes exigences à des volumes de construction pouvant atteindre plusieurs centaines de litres entraîne des temps de fabrication de plusieurs dizaines, voire centaines d'heures.

Afin de réduire les temps d'impression, des démarches d'amélioration de la productivité sont développées, notamment en utilisant simultanément plusieurs sources laser. De nos jours, il existe des machines commerciales intégrant entre 12 et 20 sources laser opérant simultanément pour la production de plusieurs pièces ou sur une même pièce de grandes dimensions (BLT-S800 par exemple).

Le gain de productivité est indéniable pour ces machines multi laser, mais intervient au prix d'un investissement très important et d'une complexification considérable des systèmes.

Une autre approche conduisant à d'importants gains de productivité consiste à une adaptation des paramètres de fabrication pour une épaisseur de couche plus importante. Cette méthode peut être associée à l'utilisation de sources laser de puissance élevée, tel que le propose par exemple le fabricant SLM Solutions avec des sources laser de puissance 1 kW permettant de fusionner une épaisseur de couche de 90 μm contre les 20 à 50 μm usuels. Cependant, cette innovation intervient, elle aussi, au prix d'un investissement supplémentaire.

Les coûts liés à la poudre métallique proviennent également des exigences imposées au procédé PBF-LB. En effet, la fraction granulométrique exploitée pour le procédé représente une petite partie de la gamme de tailles des particules obtenues par le procédé de production des poudres, généralement par atomisation gazeuse. Cette sélection précise des tailles de particules entraîne un coût au kilogramme de poudre pouvant dépasser la centaine d'euros pour certains alliages. Cela, associé aux grandes quantités de poudre à mobiliser pour des fabrications de pièces de grande taille, représente un investissement financier considérable.

Ce travail de thèse CIFRE a été réalisé au sein d'IREPA LASER en collaboration avec le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3 de l'Université de Lorraine). Il vient en appui à l'intégration de la technologie PBF-LB au sein de l'activité de l'entreprise. La société IREPA LASER cherche à développer la fabrication de pièces de grandes dimensions par le procédé PBF-LB, en complément de l'offre déjà existante de pièces de grande taille réalisées par le procédé CLAD. Ainsi, afin de soutenir ces développements, la société IREPA LASER a fait l'acquisition d'une machine de grande capacité auprès du fabricant français ADDUP. Cette machine est équipée de quatre sources laser d'une puissance de 500 W et possède un volume de fabrication maximum de 700 x 350 x 500 mm, équivalent à un volume de poudre de 122,5 L.

Afin de soutenir ces développements, l'objectif global de cette thèse est de rechercher une démarche de fabrication visant à réduire le temps de fabrication tout en adaptant le matériau poudre dans le but d'en réduire les coûts.

Pour ce faire, une approche visant à augmenter l'épaisseur de couche sera explorée, ce qui laisse l'opportunité d'utiliser des poudres de taille plus importante. Cette approche présente l'avantage de valoriser davantage la poudre produite par atomisation. Cependant, l'utilisation de granulométries plus importantes entraîne des problèmes en cours de fabrication bien connus de la littérature. Cela entraîne notamment une porosité excessive du lit de poudre, conduisant à des défauts volumiques dans les pièces. Afin de limiter ces problèmes, l'utilisation de mélanges de poudre est proposée pour augmenter la densité du matériau poudre.

Ce changement de matériau poudre soulève un ensemble de questions concernant leur caractérisation et leur utilisation dans le procédé. Ainsi, les objectifs de ces travaux de thèse sont multiples :

- Évaluer l'impact de la taille et de la proportion des poudres constitutives d'un mélange sur ses propriétés de compaction et d'écoulement, afin de juger de leur adéquation au procédé PBF-LB.
- Étudier l'étalement des poudres au cours du procédé et l'impact de leur propriétés sur la qualité de la couche de poudre.
- Examiner la mise en œuvre des mélanges de poudres par le procédé PBF-LB pour la fabrication d'échantillons, et évaluer les conséquences de leur utilisation sur la qualité du matériau fabriqué, sur la formation de défaut ainsi que sur les gains en termes de vitesse de construction.

Afin de répondre à ces objectifs, ce manuscrit sera divisé en quatre chapitres dont l'objet est décrit ci-dessous. Afin d'en faciliter la lecture le choix a été fait de décrire les méthodes employées au cours de ces travaux dans les chapitres de résultats correspondant.

Le **premier chapitre** présente un état de l'Art décrivant tout d'abord le procédé PBF-LB, les méthodes de production des poudres, et les différents facteurs influençant la génération de défauts lors du procédé. Ensuite, il aborde le cœur du sujet qui correspond aux méthodes actuellement étudiées pour l'amélioration de la productivité, pour la caractérisation du lit de poudre, ainsi que l'utilisation de poudres mélangées dans le procédé PBF-LB.

Le **second chapitre** se consacre à la caractérisation des propriétés des poudres et des mélanges de poudres, dans le but de définir des recommandations pour la conception des mélanges de poudres adaptés à une utilisation dans le procédé PBF-LB.

Le **troisième chapitre** propose une démarche de caractérisation de la couche de poudre, destinée à étudier les différents comportements d'étalement des poudres et des mélanges de poudres.

Le **quatrième chapitre** se penche sur l'étude de la mise en œuvre d'un mélange de poudres par le procédé PBF-LB et sur les conséquences d'une telle démarche sur la santé matière et la vitesse de construction.

La partie de conclusion générale et de perspectives reprendra les éléments importants de ces travaux afin d'apporter une réponse synthétique aux problématiques initiales. Elle sera complétée par une partie sur les perspectives envisageables pour la poursuite de la démarche d'amélioration de la productivité.

Chapitre 1 : Etat de l'Art

1.1 Généralités sur la fabrication additive et le procédé PBF-LB

La fabrication additive (FA), aussi appelée impression 3D, correspond au « terme général pour les technologies qui joignent successivement du matériau pour créer des objets physiques tels que spécifiés par des données d'un modèle 3D » selon la norme ISO/ASTM 52900:2021. Cet ensemble de technologies, en développement depuis les 40 dernières années, présente des opportunités de design et de développement de nouveaux produits dans tous les domaines industriels, à tel point que la fabrication additive a pu être qualifiée de « révolution industrielle » [1].

1.1.1 La fabrication additive métallique

La conception moderne de la fabrication additive remonte aux années 80, avec en 1984 deux brevets portant sur le procédé de stéréolithographie. Un premier brevet fût déposé en France par Jean-Claude André, Olivier de Witte et Alain le Méhauté [2] puis un second, un mois après, aux États-Unis par Charles W. Hull [3]. Ce dernier fondera en 1986 la société 3D Systems, qui commercialisera la machine SLA-1, première machine de stéréolithographie, en réponse au besoin croissant de réalisation rapide de prototypes de pièces en plastique [4]. La société 3D Systems est encore aujourd'hui l'un des principaux constructeurs de machine de fabrication additive industrielle.

Le principe général de la fabrication additive repose sur la fabrication successive de couches correspondant aux sections d'une pièce. Au-delà de la stéréolithographie, qui permet d'imprimer des pièces à l'aide d'une résine photo polymérisable, le principe général de la FA été appliqué au dépôt de différents types de matériaux, menant à la diversification des procédés dits « additifs ». Le standard ISO/ASTM 52900:2021 définit sept catégories de procédés :

- La projection de liant sur un lit de poudre (Binder Jetting abrégé BJT) ;
- Le dépôt de matière sous énergie concentrée (Directed Energy Deposition abrégé DED) ;
- L'extrusion de matière (Material Extrusion abrégé MEX) ;
- La projection de matériau (Material Jetting abrégé MJT) ;
- La fusion sur lit de poudre (Powder Bed Fusion abrégé PBF) ;
- La stratification de couches (Sheet Lamination abrégé SHL) ;
- La polymérisation en cuve (Photopolymerization abrégé VPP).

Ces différents procédés permettent de mettre en forme des matériaux tels que des métaux, polymères, composites ou encore des céramiques. Concernant les procédés permettant la fabrication de métaux, la distinction est faite entre les procédés directs et indirects d'obtention d'une pièce. Parmi les procédés directs, le procédé de fusion laser sur lit de poudre (*PBF-LB* pour *Powder Bed Fusion – Laser Beam*), développé depuis le début des années 90, utilise une source d'énergie concentrée pour la réalisation de structures avec une résolution spatiale fine, de l'ordre de la centaine de microns. Ce procédé rend possible la réalisation de formes complexes (structures lattices, optimisation topologique, canaux de refroidissement conformes, etc.). Pour la mise en œuvre de métaux, d'autres procédés de fabrication additive métallique se basant également sur l'emploi d'une source d'énergie concentrée se sont développés aux mêmes périodes que le procédé *PBF-LB*. Les procédés de

Construction Laser Additive Directe (CLAD) et *Laser Engineered Net Shaping (LENS)*, se basent sur des procédés de rechargement par faisceau laser (*Laser Cladding*) pour construire des formes 3D. Ces procédés sont plus adaptés à la réalisation de pièces de grande taille et intégrant des géométries plus simples que le procédé PBF-LB.

Aujourd'hui, les procédés métalliques sont hiérarchisés dans la norme ISO/ASTM 52900 :2021 suivant la classification présentée dans la Figure 1-1. La distinction y est faite pour les technologies lit de poudre, et notamment le procédé PBF-LB qui fait l'objet de cette thèse.

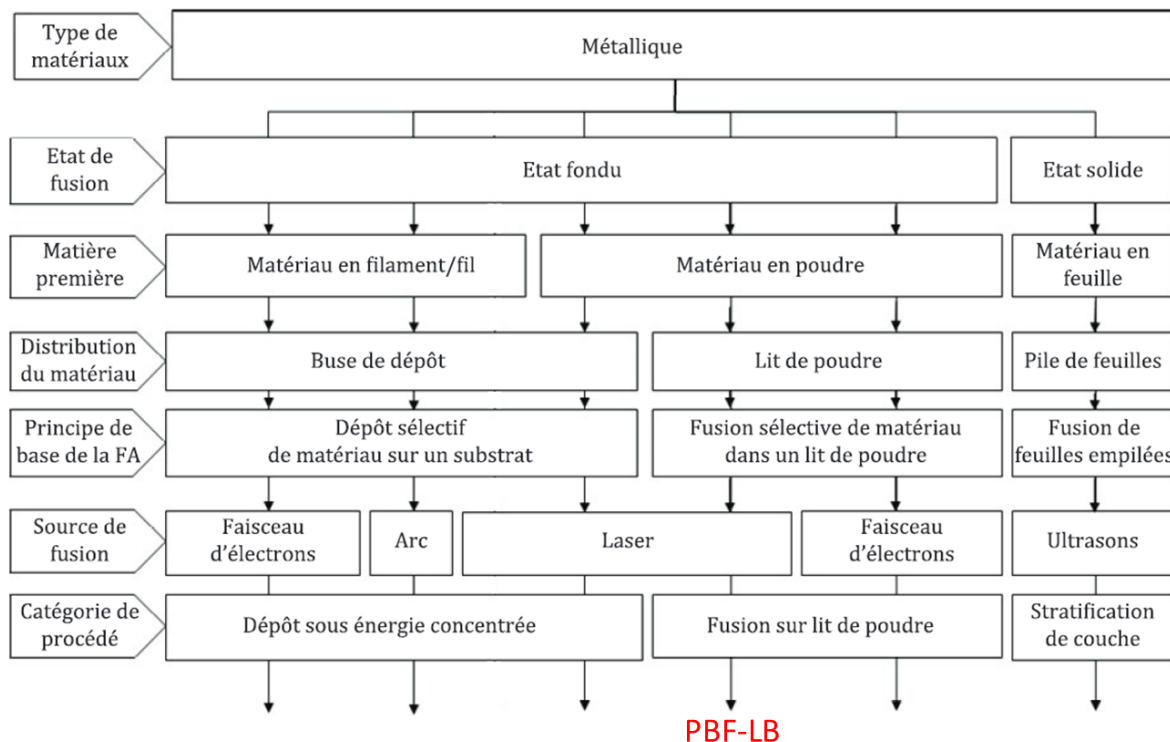


Figure 1-1 : Vue d'ensemble des principes des procédés de FA directs pour les matériaux métalliques. Identification du procédé de fusion laser sur lit de poudre, Laser Beam Powder Bed Fusion (PBF-LB) au sein de cette classification. Figure issue de la norme ISO/ASTM 52900 :2021.

La fabrication additive métallique, malgré ses avantages en termes de liberté de conception, peine encore à entrer dans une dynamique de production de pièces en série, hormis pour des applications bien ciblées. Cette faible adoption peut s'expliquer par la différence entre la destination initiale des procédés, qui correspondait à un besoin de prototypage rapide, et le besoin actuel de production en série. Le prototypage rapide présente des contraintes en termes de coût de production moins importantes que celles de la production en série [5]. De plus, il subsiste un manque de certitude sur l'impact positif de l'intégration de moyens de production dans le business modèle d'entreprises de toutes tailles. Ceci est notamment lié aux investissements, à la reproductibilité des résultats, aux contraintes d'hygiène sécurité environnement, etc. La fabrication additive rassemble de nouvelles technologies qui doivent encore lever un certain nombre de verrous afin d'être parfaitement intégrés dans l'industrie [6].

1.1.2 Le procédé de fusion laser sur lit de poudre (PBF-LB)

1.1.2.1 Principe du procédé

Le procédé de fusion laser sur lit de poudre, permet de réaliser une pièces 3D en fusionnant successivement des fines couches de poudre à l'aide d'un faisceau laser.

Dans un premier temps, la matière première, qui est une poudre métallique fine de granulométrie comprise entre 15 et 63 μm , est étalée en une fine couche de poudre à l'aplomb d'un plateau de fabrication. Ensuite, un faisceau laser de forte intensité est balayé à la surface de la couche de poudre suivant une trajectoire représentant une section de la pièce à fabriquer. Lors du passage du laser, la poudre constituant la couche est fondue afin de former un cordon de soudure. La trajectoire du laser définit ainsi une succession de cordons de soudure adjacents, formant la section de pièce. La surface fusionnée nouvellement formée est ensuite abaissée d'une hauteur programmée appelée « épaisseur de couche ». L'opération d'étalement est renouvelée afin de former la couche de poudre suivante. La formation de la section suivante de pièce peut alors être réalisée par le balayage du laser. Ces opérations d'abaissement du plateau, d'étalement puis de fusion sont répétée jusqu'à la formation totale de la pièce.

1.1.2.1.1 Configuration laser des machines PBF-LB

Le procédé PBF-LB correspond au principe général de fabrication. Il existe cependant plusieurs technologies liées aux machines PBF-LB, souvent propres aux différents constructeurs de machine. Ces différences technologiques peuvent avoir un impact sur l'opération lors du procédé et sur ses capacités de production. L'une des principales différences entre les constructeurs réside dans le type de source laser utilisée.

Afin de balayer le faisceau laser dans le plan de construction, un scanner est utilisé. Ce scanner se compose de deux miroirs galvanométriques, permettant d'assurer le positionnement du point d'interaction suivant l'axe X et Y et d'une lentille de focalisation permettant d'adapter la distance focale pour maintenir le point d'interaction dans le plan de construction. Ce scanner fait partie de la chaîne optique du laser, qui permet au rayonnement de circuler depuis la source d'émission laser jusqu'à son lieu d'utilisation. Les éléments de la chaîne optique servent aussi à la mise en forme du faisceau laser. Il existe plusieurs systèmes optiques permettant d'obtenir un faisceau focalisé en tous points du plan de construction. Une solution répandue est l'usage d'une lentille f-theta (optique à champ plan), permettant d'adapter la distance focale en fonction de l'incidence du faisceau sur cette dernière, ce qui présente l'avantage d'être un dispositif passif. Une autre solution, de plus en plus présente dans les machines industrielles, consiste à utiliser un système de focalisation dynamique (Dynamic Focusing Module). Ce module se compose d'une lentille de focalisation mobile, positionnée avant le scanner, et pilotée au même titre que les miroirs du scanner, elle permet d'adapter dynamiquement la distance focale en fonction de la position du point d'interaction dans le plan de construction.

Parmi les technologies correspondant au procédé PBF-LB, il existe deux principales technologies de laser : les laser à émission continue et les lasers à impulsions (principalement portés par le fabricant *Renishaw, UK*). Cependant, les lasers à émission continue sont les plus répandus, et les travaux présentés dans ce manuscrit porteront sur l'utilisation de sources laser tombant sous cette catégorie.

Les lasers continus utilisés pour le procédé ont évolué avec les avancées des technologies du laser. Le procédé consistait initialement à fritter les particules de poudre entre elles plus qu'à les

fusionner et créer un bain de fusion. Les lasers CO₂ ont été progressivement remplacés par des lasers à fibre de quelques dizaines de watt, en allant jusqu'au lasers de puissance aujourd'hui utilisés allant de 400 à 1000 W sur des machines industrielles. Ces sources lasers permettent de fusionner des éléments chimiques ayant de températures de fusion élevées, tels que le tungstène, ou encore le niobium.

1.1.2.1.2 Paramètres du procédé

Le procédé PBF-LB est un procédé complexe à maîtriser et comporte un nombre important de paramètres qui influencent directement l'interaction entre le laser et la matière [7]. La maîtrise de cet ensemble de paramètres, et leurs interactions, est de ce fait essentielle pour la qualité des pièces produites. Les principaux paramètres de fabrication sont résumés en Figure 1-2 :

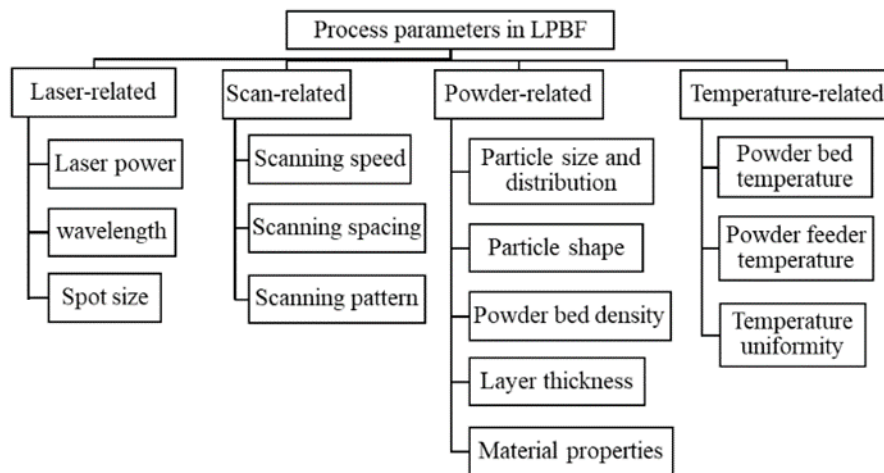


Figure 1-2 : Principaux paramètres du procédé PBF-LB. Figure issue de Zhang *et al.* [8].

Parmi les principaux paramètres du procédé, les suivants sont de premier ordre :

- La **puissance laser P** en W, qui correspond à la puissance délivrée par le laser dans le plan de construction.
- La **vitesse de balayage du faisceau laser V** en mm/s, qui correspond à la vitesse à laquelle le point d'interaction du faisceau laser est déplacé dans le plan de construction.
- L'**écart vecteur h** en mm (hatch spacing), qui correspond à la distance latérale entre deux cordons adjacents, *cf.* Figure 1-3.
- L'**épaisseur de couche e_c** en mm (layer thickness), définissant l'abaissement du plateau de fabrication à chaque couche, *cf.* Figure 1-3.
- Le **diamètre focalisé du laser dans le plan de construction D_s** en mm (*spot diameter*), qui définit la surface sur laquelle l'énergie du faisceau laser est apportée, *cf.* Figure 1-3.

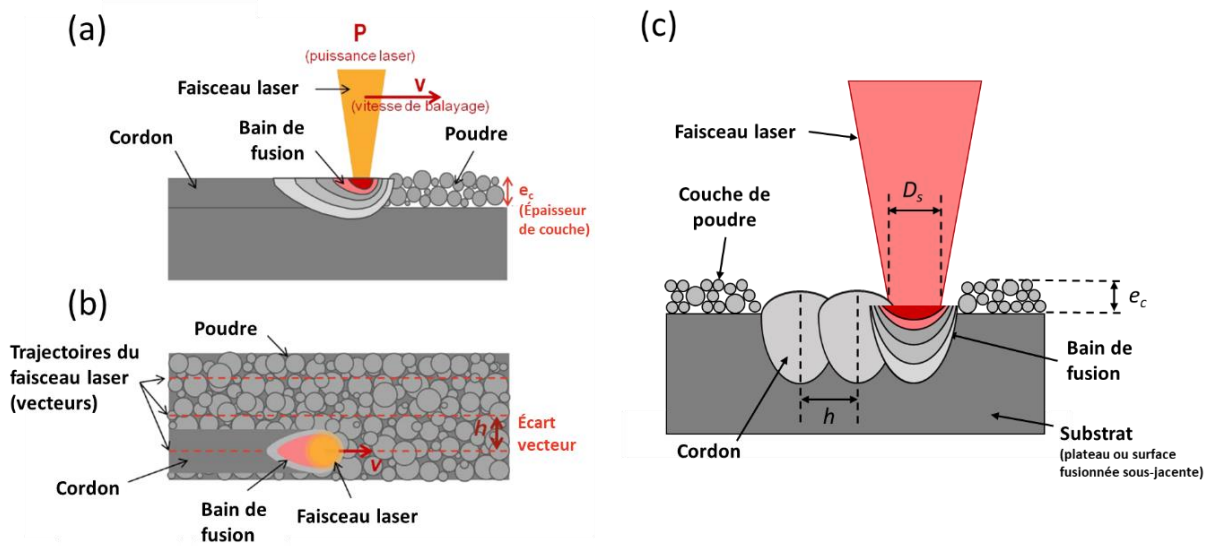


Figure 1-3 : Schéma de principe regroupant les principaux paramètres de l'interaction entre le faisceau laser et la couche de poudre. (a) Coupe longitudinale du cordon en cours de formation. (b) Vue du dessus. (c) Coupe transversale de trois cordons adjacents en cours de formation. Figure (a) et (b) issues et adaptées de Fischer [9].

Tableau 1-1 : Principaux paramètres combinatoires utilisés pour le procédé PBF-LB.

Paramètre combinatoire	Formule	Références associées
Densité d'énergie linéique (DEL)	$DEL = \frac{P}{V}$ (Équation 1 – 1)	[11]
Densité d'énergie surfacique (DES)	$DES_1 = \frac{P}{V * h}$ (Équation 1 – 2)	[12,13]
	$DES_2 = \frac{P}{V * D_s}$ (Équation 1 – 3)	[14]
Densité d'énergie volumique (DEV)	$DEV_1 = \frac{4 * P}{V * \pi * D_s^2}$ (Équation 1 – 4)	[15]
	$DEV_2 = \frac{P}{V * D_s * e_c}$ (Équation 1 – 5)	[16]
	$DEV_3 = \frac{P}{V * h * e_c}$ (Équation 1 – 6)	[17,18]

Afin de combiner ces paramètres, une notion de densité d'énergie est utilisée. Elle permet de définir la quantité d'énergie fournie à la matière. Ce paramètre combinatoire permet d'étudier des plages de stabilité et de génération de défauts lors du procédé. D'après Peng *et al.* [10], elle présente un sens commun à la notion de consommation d'énergie (kJ/cm^3) utilisée en fabrication soustractive. Différentes combinaisons des paramètres précédemment cités peuvent être utilisées en fonction de la géométrie construite (fabrication d'un monocordon, d'une surface ou d'un empilement de couches). Les formules liées à ces différentes fabrications types sont présentées dans le Tableau 1-1. Des formulations issues du procédé de soudage par laser peuvent être utilisées pour le procédé PBF-LB car ce dernier est analogue à de la microsoudure laser.

Parmi ces paramètres combinatoires, les utilisations suivantes sont distinguées :

- Pour la réalisation d'un cordon de soudure, l'apport énergétique peut être qualifié au travers de la densité d'énergie linéique (*DEL*) (Équation 1-1) qui est utilisée en soudage laser pour définir l'énergie à fournir par unité de longueur de cordon. La formation d'un cordon peut aussi faire appel à un calcul intégrant la surface de la tâche laser focalisée, la densité d'énergie surfacique (*DES*) est alors utilisée (Équation 1-3). En soudage laser il est possible de définir une densité d'énergie volumique locale, pouvant être reliée à la profondeur fondue (Équation 1-4). Une formulation, proposée par Scipioni *et al.* pour la réalisation de monocordons en PBF-LB, prend en compte l'épaisseur de couche (Équation 1-5)[16].
- Pour la réalisation d'une surface, l'écart vecteur est utilisé pour définir la zone de répartition de l'énergie (Équation 1-2). Dans ce cas, le recouvrement entre les cordons adjacents est considéré comme nul.
- Pour la réalisation d'une géométrie 3D, l'épaisseur de la couche de poudre est prise en compte. Cette dimension additionnelle est intégrée dans la densité d'énergie volumique (*DEV*) (Équation 1-6). C'est le paramètre combinatoire le plus communément rencontré pour qualifier la fabrication d'échantillons 3D par le procédé PBF-LB.

Ces densités d'énergie, et particulièrement la densité d'énergie volumique (*DEV*) reposent sur des approximations du volume auquel l'énergie du laser est transmise. Elle permet cependant la recherche de zones de stabilités du procédé au travers d'une démarche de recherche paramétrique, ce qui permet une meilleure compréhension du procédé. Il n'est cependant pas possible de prédire la stabilité de la fabrication en se basant sur une *DEV* comme seule information, comme ont pu le montrer Prashanth *et al.* [19]. Des paramètres importants du procédé ne sont pas considérés dans les calculs présentés dans le Tableau 1-1, tels que les paramètres de génération des trajectoires du laser, la direction du flux de gaz, les paramètres d'allumage et d'extinction du laser, les propriétés optiques du matériau pour la longueur d'onde du laser, *ect.* Cependant, ces paramètres doivent être pris en compte afin de définir des modèles prédictifs représentatifs de la physique du procédé [19]. De plus, la vitesse de refroidissement rapide, propre au procédé PBF-LB n'est pas considérée.

Une alternative à l'utilisation de la densité d'énergie volumique consiste à établir le bilan énergétique entre l'énergie apportée au matériau par le faisceau laser et l'énergie dissipée pour la formation du bain de fusion. Cette démarche, proposée par King *et al.* [20] en fabrication additive fût initialement développée dans le cadre du soudage laser [21]. Dans cadre du soudage laser, Hann *et al.* [21] ont montré la corrélation entre l'enthalpie normalisée (Équation 1-7) et la profondeur du bain de fusion normalisée (Équation 1-8).

$$\overline{\Delta H} = \frac{\Delta H}{\Delta h} = \frac{\alpha * P}{\rho * (C * \Delta T + L_m) \sqrt{\pi * \omega^3 * V * D}} \quad (\text{Équation 1 – 7})$$

$$\bar{d} = \frac{d}{\omega} \quad (\text{Équation 1 – 8})$$

Avec α l'absorptivité du matériau brut, P la puissance laser (W), ρ la densité du matériau brut (kg/m^3), C la chaleur spécifique ($\text{J}/(\text{kg.K})$), ΔT la différence entre la température initiale et la température de fusion, L_m la chaleur latente de fusion (kJ/kg), ω le rayon du spot laser (m), V la vitesse de balayage du faisceau laser (m/s), D la diffusivité thermique (m^2/s) et d la profondeur du bain de fusion (m).

Les travaux de Hann *et al.* [21] ont permis d'obtenir une courbe de référence valide pour plusieurs matériaux en traçant la profondeur normalisée du bain de fusion \bar{d} en fonction de l'enthalpie normalisée $\overline{\Delta H}$. Cette relation permet de définir une valeur d'enthalpie normalisée marquant la transition entre le mode de soudage par conduction et le mode de soudage par *keyhole* (voir Section 1.1.2.1.3.2). Le *keyhole* étant une configuration valable dans le cadre du soudage laser, car il permet d'atteindre une profondeur du bain de fusion importante, il n'est cependant pas souhaitable en PBF-LB, car il est à l'origine de porosités gazeuses. King *et al.* ont appliqué ce modèle au procédé PBF-LB, permettant de mettre en évidence un seuil d'enthalpie normalisé plus élevé que dans le cas du soudage laser. Ceci est en partie expliqué par la présence de la couche de poudre. Ghasemi-Tabasi *et al.* ont quant à eux adapté l'expression de l'absorptivité afin de rendre compte de son augmentation en lien avec les multi réflexions du faisceau laser dans la couche de poudre [22]. Leur étude sur trois matériaux différents a permis d'identifier des seuils de transition en régime de *keyhole* semblables. Ces études permettent d'envisager le développement d'une règle de transfert des paramètres entre les matériaux, se basant sur la mesure de l'absorptivité des poudres.

1.1.2.1.3 Physique du procédé et instabilité du bain de fusion

1.1.2.1.3.1 Régimes de soudage rencontrés

En fusion laser sur lit de poudre, la dynamique du bain de fusion est complexe et dépend des conditions d'exposition au faisceau laser, de l'interaction entre ce dernier et la poudre, des propriétés du matériau, *ect.* La dynamique du bain de fusion est influencée par différents phénomènes résumés dans la Figure 1-4.

Bien que le procédé PBF-LB soit relativement récent, les phénomènes physiques liés à la dynamique du bain de fusion sont connus car ils ont été étudiés dans le cadre du soudage par faisceau laser (régimes de stabilité similaires). Pour le procédé PBF-LB, deux régimes de stabilités sont le plus souvent rencontrés :

- Le régime de soudage par "*keyhole*" qui est un régime instable menant à une zone fondue de section en forme de "trou de serrure" et dont la profondeur est supérieure à sa largeur, *cf.* Figure 1-5a.
- Le régime de soudage par conduction, qui mène à une zone fondue de section hémisphérique, où le bain de fusion est stable *cf.* Figure 1-5b.

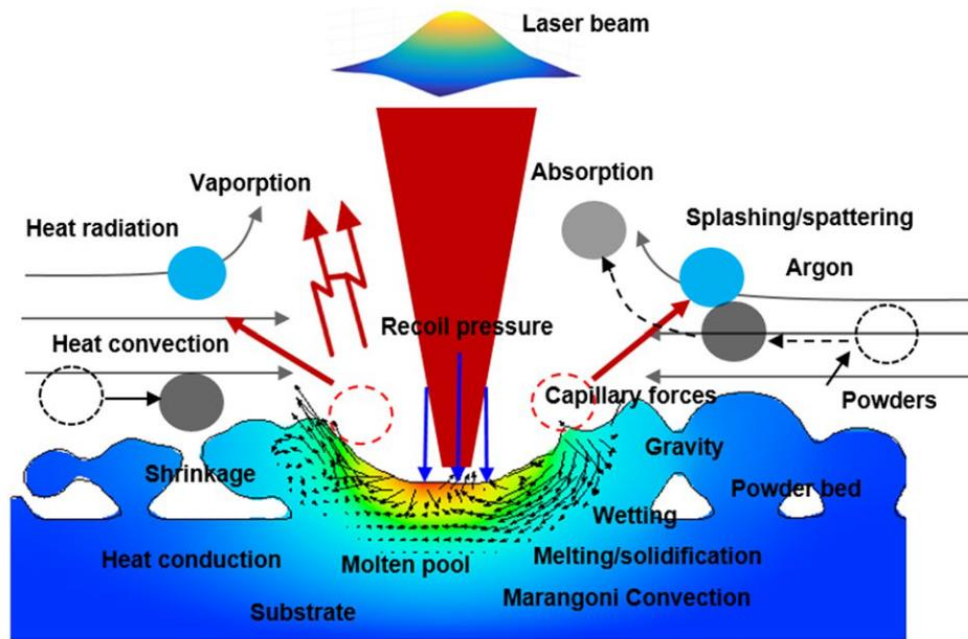


Figure 1-4 : Schéma des phénomènes physiques en jeu au niveau du bain de fusion et à sa périphérie. Figure issue de Chen *et al.* [23].

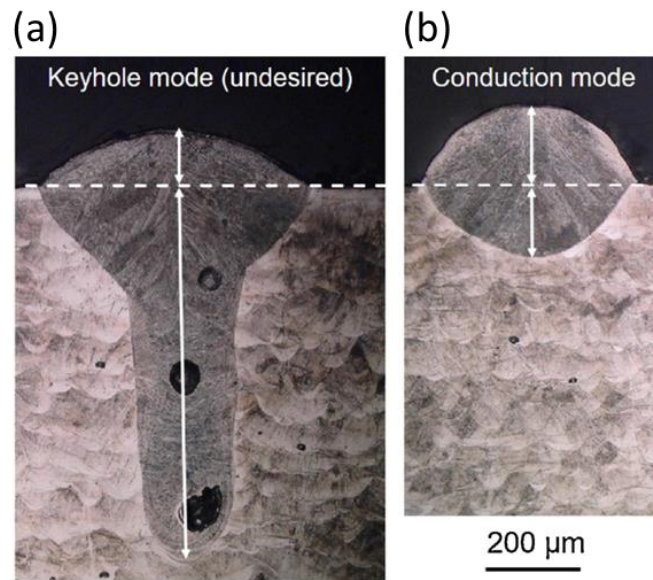


Figure 1-5 : Vue transversale d'un cordon de 316L formé dans un régime de soudage par (a) *keyhole* et (b) par conduction. Figure issue de Metelkova *et al.* [24].

Comme il a été abordé précédemment, dans le cadre du soudage laser, le régime de *keyhole* est exploité pour augmenter la pénétration du bain de fusion pour souder sur des épaisseurs importantes. Or, dans le cas du procédé PBF-LB, le régime de *keyhole* n'est pas souhaité, car il correspond à un apport énergétique excessif, et est à l'origine de porosités gazeuses dont le mécanisme de formation sera présenté plus en détail dans la Section 1.1.2.2.1.

Le domaine de stabilité souhaité pour le procédé PBF-LB se situe dans la zone proche de la transition entre le régime de conduction et de *keyhole*, comme il est représenté sur la Figure 1-6. Le régime de conduction est caractérisé par une morphologie stable du bain de fusion et favorise un transfert énergétique efficace. Cependant, si l'apport énergétique est trop faible, une fusion incomplète

de la couche de poudre et des particules mène à des défauts de manque de fusion (*Lack Of Fusion, LOF*), dont le mécanisme de formation sera présenté plus en détails dans la Section 1.1.2.2.2.

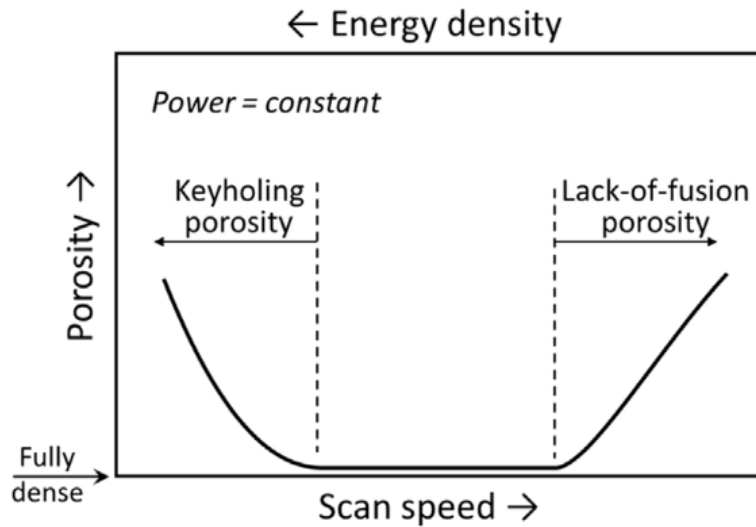


Figure 1-6 : Profil typique de porosité pour une variation de la vitesse de balayage. Figure issue de Tang *et al.* [25].

1.1.2.1.3.2 Instabilités du bain de fusion

Dans une démarche de recherche paramétrique, il est usuel de réaliser un ensemble de monocordons en variant les paramètres de puissance laser et de vitesse de balayage du faisceau [26]. Cette démarche permet dans une première approche d'identifier une fenêtre paramétrique de stabilité du procédé. Pour ce faire, la morphologie des cordons ainsi que les dimensions du bain de fusion sont mesurées au travers de coupes métallographiques. Cette démarche permet d'établir une carte de la stabilité du procédé rendant compte des principales instabilités du bain de fusion :

- Le « *balling* » est caractérisé par un cordon discontinu, formé de billes métalliques faiblement soudées à la couche sous-jacente [11,27]. Ce phénomène intervient suite à la segmentation du bain de fusion, ce qui est due à la perturbation du bain de fusion associée à l'instabilité de Rayleigh-Plateau [11,28], et survient pour une densité d'énergie trop faible. C'est notamment le cas lorsqu'une vitesse de balayage trop élevée est employée. Dans ces conditions le bain de fusion a une morphologie allongée, ce qui favorise l'instabilité. Ce phénomène est aussi favorisé par une dilution trop faible et un angle de contact élevé du bain de fusion avec la couche sous-jacente. Ce phénomène perturbe la rugosité des surfaces fusionnées et lorsque les billes sont d'une dimension équivalente à l'épaisseur de couche elles perturbent l'étalement de la poudre [29]. Cela favorise aussi la formation de défauts de manque de fusion [30], cf. Section 1.1.2.2.2.
- Le « *keyhole* » apparaît dans le cas d'une forte intensité laser ($> 10^6 \text{ W/cm}^2$), menant à une température du bain de fusion suffisamment élevée pour vaporiser des éléments de l'alliage, une vapeur métallique est alors produite. L'expansion de cette vapeur métallique exerce une pression sur le bain de fusion, formant un creux à sa surface. Ce creux génère des réflexions multiples du faisceau laser à la surface du bain de fusion, augmentant de ce fait l'énergie qui lui est transmise. Si l'intensité laser le permet, ce creux peut se propager verticalement, formant un « capillaire ». Le faisceau laser se retrouve canalisé le long des parois de ce capillaire, augmentant la quantité d'énergie absorbée par le bain de fusion [31]. La

propagation verticale du capillaire a pour effet d'augmenter la profondeur du bain de fusion, donnant la morphologie caractéristique de "clou" visible en Figure 1-5a. Lors de la formation du capillaire, deux phénomènes sont en compétition : l'ouverture du capillaire et la pénétration du capillaire. L'équilibre entre ces deux phénomènes influence la stabilité du *keyhole*. Lorsque le capillaire est instable, il peut s'effondrer sur lui-même, ce qui mène à l'emprisonnement de poches de gaz, cf. Figure 1-5a [32].

- Le « *humping* » est caractérisé par un cordon continu formé d'alternance de creux et de bosses. Sous l'effet de la pression exercée sur le bain par la vapeur métallique, le métal liquide est repoussé vers l'arrière du bain de fusion. Ce phénomène se produit pour une combinaison de puissance laser et de vitesse de balayage élevées. Les points hauts du cordon peuvent atteindre des altitudes équivalentes à l'épaisseur de couche, et les points bas peuvent atteindre à une altitude inférieure à celle de la couche sous-jacente. Malgré la continuité des cordons, ces variations d'altitude amènent à former des surfaces rugueuses et à générer des défauts de recouvrement entre les cordons adjacents. Ceci mène à des variations de l'épaisseur de couche locale lors des étalements suivant, ce qui n'est pas souhaitable. Ce phénomène est accentué par une mauvaise mouillabilité du bain de fusion avec la couche sous-jacente [33].

Ainsi, la stabilité du bain de fusion dépend des paramètres de fabrication et exerce une forte influence sur la formation de défauts volumiques. Le domaine de stabilité recherché est caractérisé par un régime de conduction permettant d'obtenir le plus faible taux de porosité [25].

1.1.2.1.3.3 Génération de vapeur métallique

Lors de l'interaction laser-matière, une vapeur métallique est dégagée par le bain de fusion, formant la « plume laser ». L'expansion de cette plume génère un champ de vitesse dans le gaz aux alentours du bain de fusion et de ce fait une zone de basse pression [34]. Cela entraîne des mouvements de convection dans le gaz environnant, qui mènent, comme il sera abordé dans la Section 1.1.2.1.3.4, à l'entraînement de particules du lit de poudre. L'interaction entre le faisceau laser incident et la vapeur métallique forme un plasma absorbant. Lors de leur interaction, une partie de l'énergie du faisceau laser est absorbée par ce plasma, limitant l'énergie transmise au bain de fusion [35]. La plume est orientée en fonction de la direction du flux de gaz de balayage (*cross-jet*), qui a pour but de limiter l'accumulation de vapeur et la formation d'un plasma, mais est aussi influencée par les paramètres de fabrication [26,36]

1.1.2.1.3.4 Projections en cours de fabrication

Lors de la fusion, des projections (*spatter*) issues du bain de fusion peuvent être observées. Ces dernières peuvent être de différentes natures (cf. Figure 1-7), et peuvent provenir de :

- Des particules de poudre issues du lit de poudre et entraînées par les effets de convection du gaz aux alentours du bain de fusion. Lors de leur trajectoire dans l'enceinte, ces particules peuvent être affectées thermiquement à la suite de leur interaction avec le faisceau laser incident, dans le cas des particules les plus fines ces dernières peuvent atteindre leur point de fusion. En raison de leur échauffement ces particules peuvent s'oxyder au cours de leur trajet dans le gaz environnant. Ces particules retombent ensuite sur le lit de poudre ou sur une zone précédemment fusionnée.

- Des projections issues du bain de fusion, expulsées sous l'effet des instabilités de ce dernier. Ces projections, sous forme de gouttelettes de métal fondu, se solidifient ensuite en vol, avant de retomber sur le lit de poudre ou une zone précédemment fusionnée [37]. Ces projections sont le plus souvent recouvertes d'oxydes à la suite de leur interaction avec l'atmosphère de l'enceinte et sont de dimensions supérieures aux particules de la poudre. Les paramètres de fabrication ont une influence sur la trajectoire, la quantité et la taille de ces projections, cf. Figure 1-8 [15,36,38].

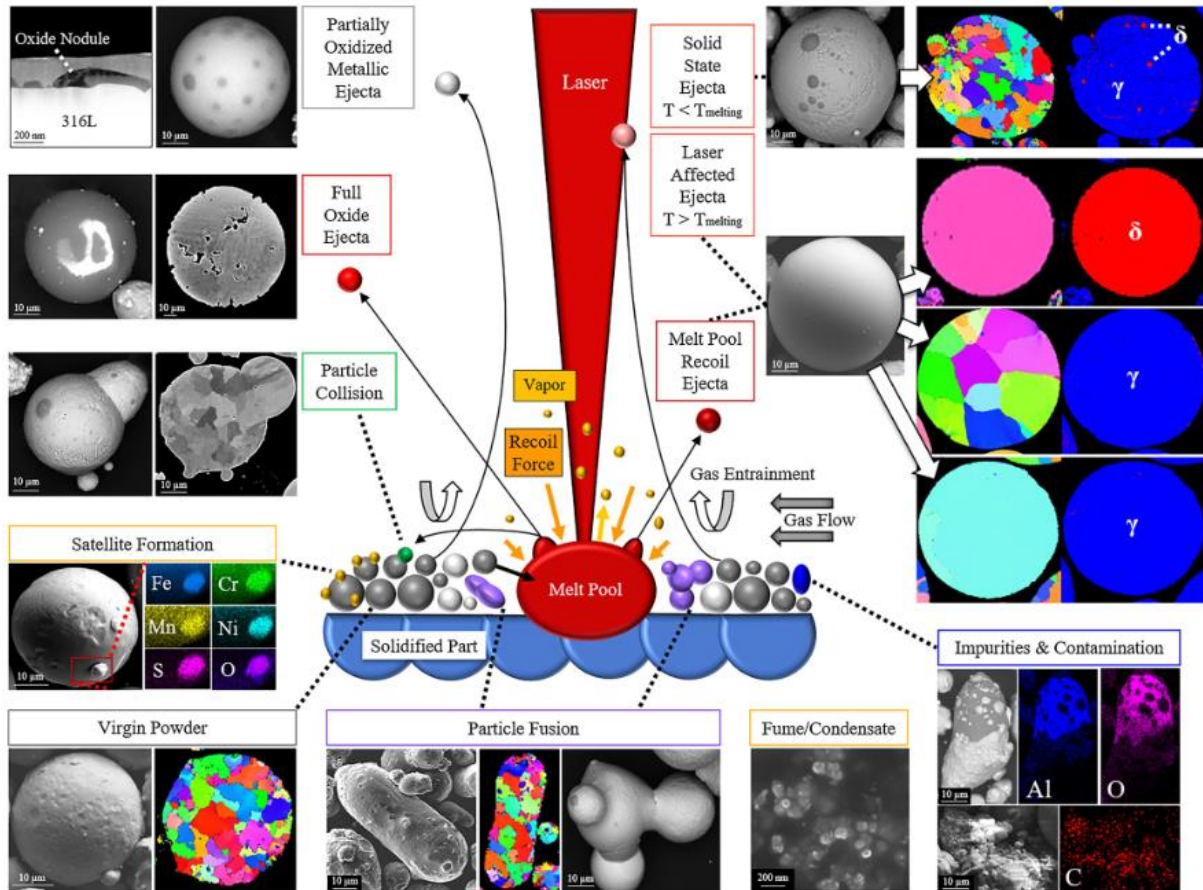


Figure 1-7 : Schéma des interactions du bain de fusion avec la poudre environnante et des différents types de projections survenant lors du procédé avec leur caractéristiques chimiques et morphologique pour le cas du 316L. Figure issue de Heiden *et al.* [39].

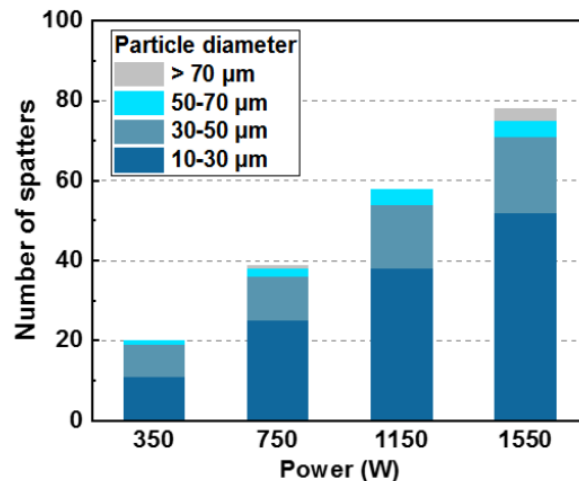


Figure 1-8 : Mesure à l'aide d'une caméra rapide du nombre de projections et de leur répartition de taille pour des puissances laser de 350, 750, 1150 et 1550 W. Fusion d'un alliage d'Inconel 718 avec une vitesse de balayage du faisceau de 1000 mm/s et une épaisseur de couche de 40 μm. Figure issue de Yin *et al.* [36].

1.1.2.1.3.5 Dénudation du lit de poudre

Lors de la formation d'un cordon, une zone de dénudation se forme à sa périphérie et correspond à une région où la poudre a été déplacée soit par un effet capillaire pour alimenter le bain de fusion, soit par les effets de convection du gaz en périphérie du bain de fusion, *cf.* Figure 1-9a. La taille de cette zone peut être influencée par la taille, la morphologie des particules et les paramètres de fabrication liés à la dynamique du bain de fusion [40]. La pression du gaz environnant dans l'enceinte de fabrication influence le phénomène de dénudation par entrainement des particules dans le flux de gaz. En effet, une pression plus élevée permet de diriger la direction de l'expansion de la vapeur métallique directement à la verticale du bain de fusion, favorisant la convection du gaz vers le bain de fusion [40]. Après le passage du faisceau laser, la zone de dénudation peut être comblée par l'écoulement du lit de poudre situé aux alentours, ce qui permet d'homogénéiser le lit de poudre avant la fabrication du cordon adjacent [41]. Dans le cas d'une poudre présentant une coulabilité limitée, l'entrainement des particules par le flux de gaz peut se faire par paquet, générant un débit irrégulier dans l'alimentation du bain de fusion, ce qui favorise une dynamique instable du bain. Afin de limiter le phénomène de dénudation, l'usage de faisceau laser de distribution non-gaussienne (*top-hat* et gaussienne inverse) a pu montrer un intérêt [14]. L'effet sur la dénudation pourrait être liée à la stabilisation du bain de fusion obtenue à l'aide de ces types de profil de faisceau laser.

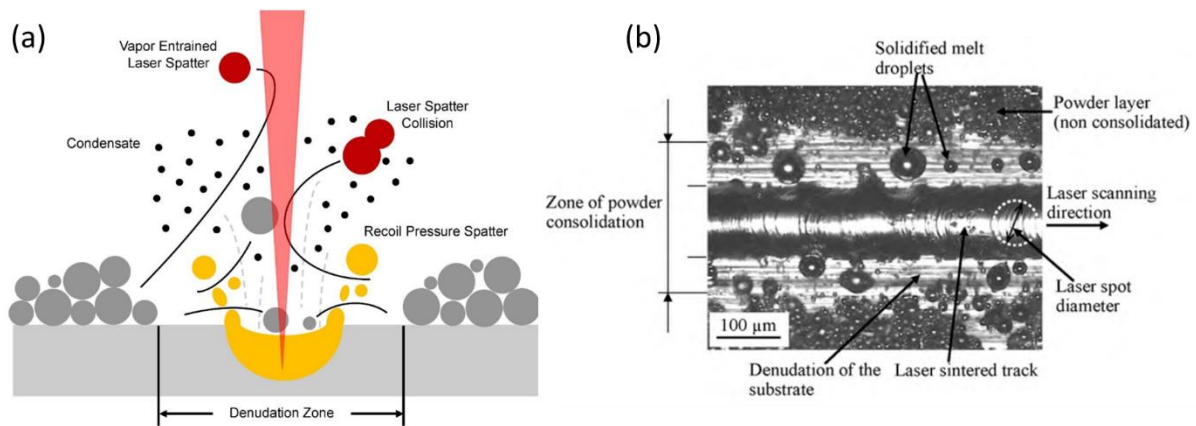


Figure 1-9 : (a) Schéma de formation des différents types d'éjectas (spatter) et leur interaction avec la plume laser et le faisceau laser, identification de la zone dénudée. (b) Vue du dessus d'un cordon et des zones latérales dénudées du lit de poudre. Figures issues de (a) Sutton *et al.* [42] et (b) Yadroitsev *et al.* [11]

1.1.2.1.4 Rôle du recyclage des poudres

À la suite d'une fabrication, la poudre n'ayant pas été fusionnée pour réaliser la pièce peut être traitée afin d'être réemployée pour des fabrications ultérieures, il s'agit alors de « recyclage » de la poudre. Pour ce faire, la poudre est collectée puis tamisée pour exclure les particules de taille supérieure à la granulométrie initiale de la poudre. Les particules filtrées de grande taille correspondent à des projections décrites dans la Section 1.1.2.1.3.4, des agrégats de particules pouvant survenir au voisinage de la zone fusionnée (*cf.* Figure 1-7), ou encore des morceaux de pièce/supports pouvant être décrochés/emportés lors de la fabrication et du dépoufrage. Une fois tamisée, la poudre peut être réutilisée, soit seule, soit mélangée à une certaine quantité de poudre neuve (*virgin powder*) suivant les pratiques de qualité de l'utilisateur de la machine.

Dans les procédés impliquant une opération de fusion (PBF-LB, PBF-EB), la granulométrie de la poudre évolue après les cycles de recyclage. En effet, les particules proches des zones fusionnées peuvent se fritter avec des particules voisines et former des agrégats de particules pouvant ne pas être filtrées lors du tamisage, ce qui va entraîner une augmentation de la proportion de particules de grande taille [39]. De plus, en absolu, la proportion de particules fines a tendance à diminuer drastiquement après les premiers cycles de recyclage. Ceci est lié à la consommation des particules fines lors de la fabrication et à leur entraînement par le flux de gaz vers les filtres de la machine. De plus, la présence de particules affectées thermiquement pollue graduellement la poudre, augmentant le taux moyen d'oxygène dans celle-ci [43]. À la suite du recyclage, une amélioration de coulabilité est observée en raison de la diminution de la proportion de particules fines [44,45].

1.1.2.2 Défauts générés lors de la fabrication

L'une des principales différences en termes de caractérisation entre un matériau usiné, obtenu à partir d'un brut coulé, et un matériau fabriqué à partir de poudre correspond à la présence de défauts volumiques [46]. Ces défauts internes, de morphologie et de taille variable vont impacter négativement les propriétés mécaniques des pièces fabriquées et notamment leur tenue en fatigue [47].

1.1.2.2.1 Porosités gazeuses

Les porosités sont des défauts correspondant à des poches de gaz occlus dans la pièce après la solidification de cette dernière [48]. Elles ont différentes origines [49,50] :

- Lors d'un régime de *keyhole*, le capillaire peut s'effondrer sur lui-même, piégeant ainsi une poche de gaz dans le bain de fusion [51]. Cette poche de gaz pourra être déplacée par les courants du bain liquide, jusqu'à entrer en contact avec le front de solidification, menant à son inclusion dans la pièce. La présence de ce défaut peut être lié à la trajectoire du laser. En effet lors d'un changement de direction rapide du faisceau laser dans le cas d'une stratégie de hachure, une accumulation thermique peut avoir lieu au point de rebroussement, accentuant localement la pénétration du bain de fusion et menant à la génération de porosités, cf. Figure 1-10. Le début et la fin d'un cordon sont elles aussi des zones d'accumulation de défauts, notamment en raison des rampes d'accélération et de décélération des miroirs galvanométriques, menant à une accumulation de chaleur dans ces zones. Ce phénomène peut cependant être réduit grâce à une stratégie de *sky-writing* permettant à la vitesse de balayage d'être stabilisée lorsque le laser est allumé.
- Des porosités initialement présentes dans les particules de poudre peuvent se transférer dans le bain de fusion et être piégé par le front de solidification sous forme de pores de petite taille [52].
- Une nucléation gazeuse dans le bain de fusion, comme c'est le cas de l'hydrogène pour les alliages d'aluminium en réaction avec l'humidité adsorbée sur la poudre [53].

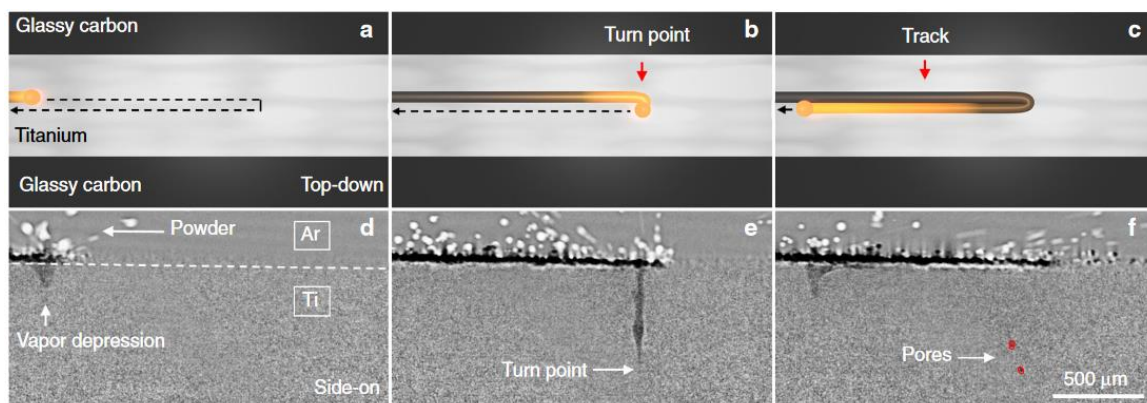


Figure 1-10 : Tomographie rayon X de la formation d'un capillaire lors du changement de direction du faisceau laser, menant à la formation de porosités. Issue de Martin *et al.* [54].

Lorsque qu'une poche de gaz est présente dans le bain de fusion, elle s'y déplace sous l'effet de la dynamique du bain de fusion. Il lui est alors possible de remonter à la surface du bain de fusion sous certaines conditions. Une voie pour favoriser la sortie des porosités du bain de fusion est d'augmenter le temps d'interaction, pour ainsi dire la durée de vie du bain de fusion, en abaissant la vitesse de balayage du faisceau laser. Dans des conditions moins favorables, la poche de gaz se déplace dans le bain de fusion au point d'entrer en contact avec le front de solidification ce qui la piège dans la pièce sous forme de porosité. Ceci est favorisé par des conditions paramétriques où une énergie importante est apportée au bain de fusion, générant des forts effets hydrodynamiques [51].

Comme il peut être observé sur la Figure 1-11b et c, les porosités gazeuses peuvent présenter des tailles allant du micron à la dizaine de microns en fonction de leur origine et présentent une morphologie régulière et quasi-sphérique [52]. Ces porosités peuvent être caractérisées par différentes méthodes de contrôle destructif ou non destructif. Il est courant de caractériser les pièces finales par des méthodes de tomographie à rayon X. Cependant, la taille des défauts peut être inférieure à la taille du *voxel* employé. Ceci, couplé à la taille et à la géométrie complexe des pièces, peut rendre ce contrôle

difficile et/ou couteux. C'est pour cette raison que dans un scénario de production, des éprouvettes suiveuses de géométrie simple sont employées. Ces éprouvettes peuvent ensuite être caractérisées en laboratoire par des méthodes de pycnométrie à l'hélium, de double pesée, ou de coupe transversale et microscopie optique/électronique. Ce sont les techniques le plus souvent employées pour définir le taux de porosité, dont la réduction est l'un des objectifs de l'optimisation de paramètres [52].

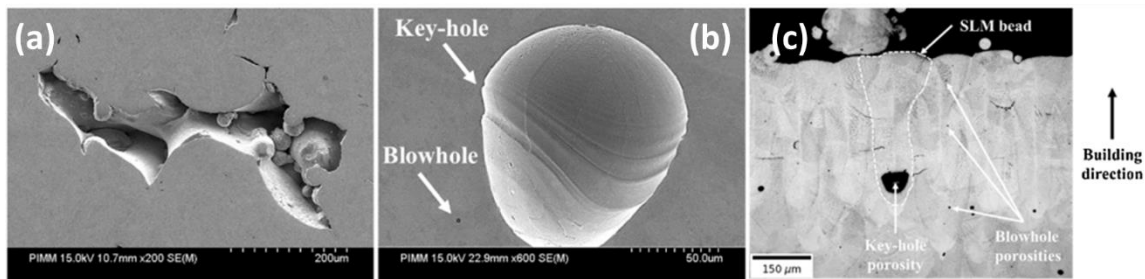


Figure 1-11 : Différents types de porosités, (a) manque de fusion, (b) et (c) porosités gazeuses due au gaz occlus lors du procédé soit sous forme de micropores, soit de pores liés au régime de *keyhole*. Figure issue de de Terris *et al.* [52].

La présence de porosités impacte les propriétés du matériau fabriqué, notamment les propriétés mécaniques. Les porosités peuvent être présentes dans la masse de la pièce (porosité fermée) ou à la surface de la pièce (porosité ouverte). Leur effet ne sera alors pas le même, notamment sur les propriétés en fatigue.

Afin de limiter la présence de porosité, il est possible de réaliser une refusion de la couche qui aura pour effet de permettre aux porosités, générées lors de la fusion initiale, de s'échapper du bain de fusion [53]. Pour cette opération, des conditions énergétiques menant à un bain de fusion stable sont recherchées afin de ne pas induire de porosités supplémentaires.

1.1.2.2.2 Manques de fusion

Les manques de fusion proviennent d'une fusion incomplète de la couche de poudre. Ils correspondent à des cavités pouvant contenir des particules de poudre partiellement fondues, à la différence d'une porosité gazeuse (cf. Figure 1-11a). Ces cavités sont en général de taille importante, allant de la dizaine à la centaine de microns, et de morphologie irrégulière.

Les manques de fusion peuvent notamment être observés entre deux cordons adjacents, lorsque le recouvrement entre ces deux derniers n'est pas suffisant, cf. Figure 1-12a. Ils peuvent aussi être dus aux particules partiellement fondues présentes de chaque côté d'un cordon, laissant des cavités pouvant ne pas être refusionnées lors du balayage d'un vecteur adjacent [51]. Ils peuvent aussi se trouver à l'interface entre deux couches, si les paramètres de fusion ne permettent pas d'assurer, à minima, une pénétration du bain dans la couche sous-jacente.

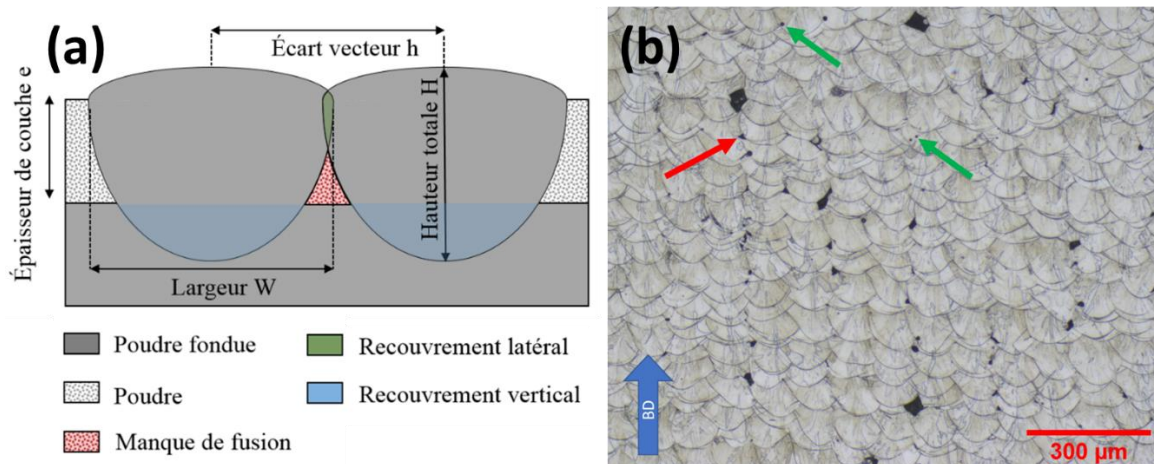


Figure 1-12 : (a) Schéma de la formation d'un manque de fusion, (b) présence de manque de fusion (flèche rouge) entre deux cordons adjacents en raison d'un recouvrement insuffisant dans le cas d'une impression de 316L. Figure (a) issue de Andreau [55].

Hormis l'utilisation de paramètres de fusion (puissance laser et de vitesse de balayage) non adaptés, le déficit d'énergie menant au manque de fusion peut avoir pour origine :

- Une occultation du faisceau laser par des projections en vol ;
- Une occultation du faisceau laser par des projections étant retombées sur le lit de poudre ou une surface fusionnée, générant un phénomène d'ombrage pour la couche sous-jacente [37] ;
- Une absorption d'une partie du rayonnement par la plume laser ;
- Une épaisseur locale de la couche de poudre trop élevée.

De la même manière que les porosités gazeuses, les manques de fusion sont préjudiciables aux propriétés mécaniques des pièces, notamment en raison de leur taille importante et de leur morphologie irrégulière, favorisant les concentrations de contraintes au sein du matériau.

1.1.2.2.3 Fissuration

Les différences locales de composition chimique, les migrations d'éléments dans le bain de fusion et les conditions de refroidissement rapide dans le procédé sont des sources de fissuration [56]. Par exemple, les alliages d'aluminium de la série 6000, présentent un phénomène de fissuration à chaud se produisant dans la zone interdendritique lors de la solidification, qui est dépendant des paramètres de fabrication [49]. La fissuration en cours de fabrication, peut être favorisée par la présence d'autres défauts volumiques tels que les porosités, les manques de fusion ou encore par une rugosité élevée des pièces. Les cycles thermiques que subit la pièce lors de la fabrication induisent des phénomènes localisés d'expansion et de contraction pouvant mener à la propagation des fissures et mener à une rupture de la pièce en cours de fabrication, ou, le plus souvent des structures de support maintenant la pièce sur le plateau.

La composition chimique initiale de la poudre constitue aussi une source de fissuration, comme ont pu le montrer Engeli *et al.* [57] en comparant la fabrication d'échantillons d'Inconel 718LC à partir de huit poudres de fournisseurs différents et de méthodes d'atomisation différentes. Malgré le fait que la composition chimique de chaque poudre répondait au cahier des charges de l'alliage In 718LC, des résultats très différents en termes de fissuration ont été obtenus, *cf.* Figure 1-13.

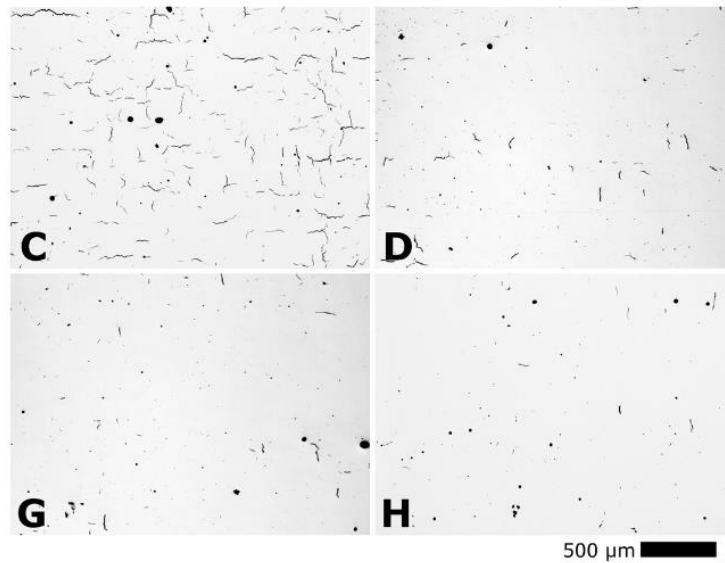


Figure 1-13 : Micrographies d'échantillons d'Inconel 718LC fabriqués à iso-paramètres avec des poudres provenant de différents fournisseurs (C, D, G, H). La propension à la fissuration à chaud est liée aux faibles variations de la chimie de chaque poudre, qui reste cependant dans le standard de définition de l'alliage. Figure adaptée de Engeli *et al.* [57].

Le post-traitement de Compaction Isostatique à Chaud (CIC) (*Hot Isostatic Pressing, HIP*) permet de refermer les microfissures présentes dans le matériau [58]. Ce traitement permet ainsi d'améliorer la tenue mécanique des pièces [59,60]. Cependant, il présente un intérêt moins marqué pour traiter des défauts volumiques tels que les porosités, car ces dernières sont remplies de gaz qui ne peut s'échapper de la pièce lors du traitement CIC [61]. Certains procédés de traitement de surface, tel que le grenailage par exemple, permettent aussi de refermer les aspérités et les porosités de surface afin de limiter l'amorçage de fissures.

1.1.2.2.4 Inclusions de projections

Comme il a été abordé dans la Section 1.1.2.1.3.4, des projections peuvent être émises du bain de fusion. Ces projections forment des gouttelettes de métal qui interagissent avec l'environnement de la chambre de fabrication lors de leur vol, pouvant ainsi s'oxyder en surface. Ces projections peuvent ensuite retomber sur une surface précédemment fusionnée. Lors de la fusion de la couche suivante, ces projections se retrouvent partiellement ou totalement fondues. L'oxygène présent dans ces projections se retrouve ainsi dans la pièce, modifiant localement la composition chimique de l'alliage et la microstructure. Aussi, ces projections peuvent avoir un effet occultant pour le faisceau laser, limitant la fusion de la couche sous-jacente, amenant à des manques de fusion, *cf.* Figure 1-14 [37].

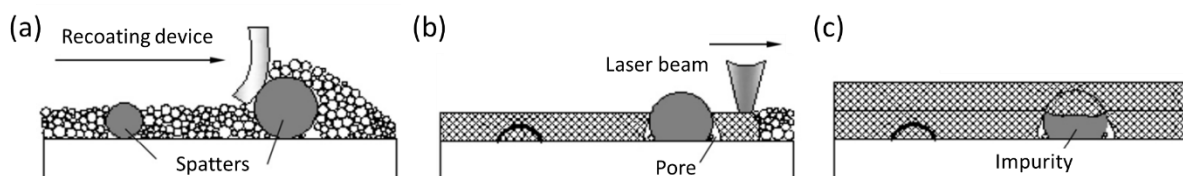


Figure 1-14 : Schéma de principe représentant l'inclusion des projections dans la pièce, avec l'effet de leur taille sur les défauts générés. Figure adaptée de Wang *et al.* [37].

1.2 Les poudres pour la fabrication additive

Les matériaux sous forme granulaire sont employés au travers de nombreuses industries, et les poudres désignent plus particulièrement les matériaux dont les particules sont de taille inférieure au millimètre. Ces matériaux sont aussi bien utilisés dans l'agroalimentaire, que dans la pharmacologie ou encore dans le génie civil. Les matériaux granulaires présentent la particularité de posséder des propriétés dépendantes de leur état de dispersion, d'agitation, de charge électrostatique dans des conditions environnementales données.

1.2.1 La production des poudres

La division d'un matériau précurseur en particules pour former une poudre peut être obtenue par différents moyens avec les plus courants étant le broyage, la formulation en solution ou encore l'atomisation. Le choix de la méthode de production dépend notamment de la nature du matériau, de son état ainsi que des caractéristiques attendues pour la poudre.

En ce qui concerne les poudres métalliques, c'est le secteur industriel de la métallurgie des poudres qui a porté les développements de méthodes de production et de caractérisation. Le développement des technologies de fabrication additive utilisant des poudres métalliques s'est alors appuyé sur ces méthodes de production. Ce sont les procédés d'atomisation qui se sont imposés comme étant les plus adaptées aux procédés de fabrication additive, notamment en raison de la morphologie des particules générées [62]. En effet, certains de ces procédés d'atomisation permettent d'obtenir des particules de morphologie sphérique, qui est souhaitée pour assurer une bonne coulabilité.

1.2.1.1 Procédés d'atomisation

Il est admis, et comme il sera précisé dans la Section 1.2.2.2, que la morphologie et la taille des particules influencent grandement la coulabilité de cette dernière. Le consensus actuel amène à favoriser l'usage de poudres de distribution granulométrique resserrée (faible étendue) et de morphologie sphérique.

Il existe une variété de procédés d'atomisation pour les matériaux métalliques reposant tous sur trois phases communes : la fusion, l'atomisation, la solidification (cf. Figure 1-15). Les trois principaux procédés d'atomisation adaptés aux poudres métalliques sont :

- L'atomisation par eau :

Avec cette méthode, la matière première mise en fusion est déversé au travers d'un orifice permettant de réguler le débit de matière fondue. Le filet de métal fondu passe ensuite au travers d'une buse d'atomisation où il est dispersé par plusieurs jets d'eau à haute pression. La segmentation du métal liquide amène à la formation de gouttelettes métalliques se solidifiant rapidement au contact de l'eau. Les particules ainsi formées refroidissent rapidement lors de leur chute dans la colonne d'atomisation et sont collectées en partie basse de la colonne. Des étapes de séchage sont ensuite nécessaires. En raison du refroidissement rapide en contact avec l'eau, les particules produites par cette méthode présentent une morphologie irrégulière, comme il peut être observé sur la Figure 1-16b.

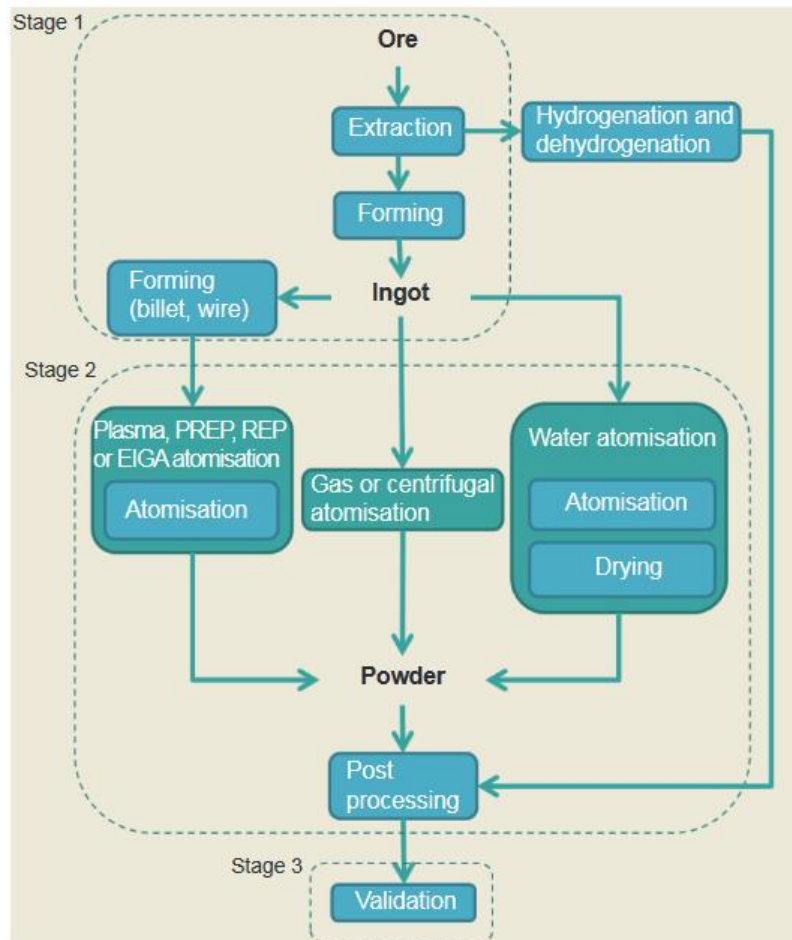


Figure 1-15 : Processus de production de poudre par différents procédés d'atomisation. Figure issue de Dawes *et al.* [62].

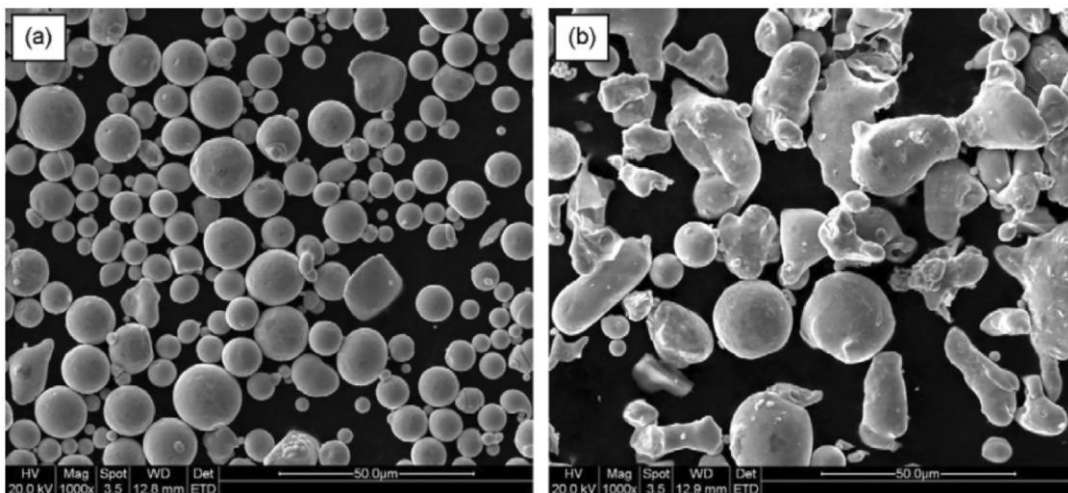


Figure 1-16 : Différence de morphologie pour une poudre d'acier inoxydable 316L (a) atomisée au gaz et (b) atomisée à l'eau. Figure issue de Li *et al.* [30]

- L'atomisation par gaz :

Le procédé repose sur le même principe que l'atomisation par eau, avec l'usage d'une buse d'atomisation intégrant des jets de gaz à haute pression. Pour limiter les phénomènes d'oxydation, l'atomisation est réalisée sous une atmosphère inerte. Le gaz utilisé pour l'atomisation est en général un gaz neutre (argon, azote). En raison de la conductivité thermique du gaz d'atomisation, et en

comparaison avec l'atomisation par eau, les gouttelettes de métal fondu disposent de plus de temps pour se solidifier lors de leur chute, formant ainsi des particules de morphologie plus sphérique, cf. Figure 1-16a. La taille des particules va être influencée par la technologie d'atomisation utilisée et notamment par le type de buse utilisée [63]. Pour améliorer la pureté de l'alliage, l'élaboration peut être réalisée dans un four à induction sous vide (*Vacuum Induction Melting, VIM*). Le procédé *Electrode Inert Gas Atomization (EIGA)* a été développé pour l'atomisation des matériaux incompatibles avec une fusion en creuset, et pour limiter les impuretés liées à l'usage d'un creuset [64]. Ce procédé a la particularité d'être sans contact. La matière première, sous forme de barre appelée "crayon" étant donné sa pointe conique, est mise en rotation suivant son axe et avancée à mesure qu'elle est fondue par induction en un filet de métal fondu. Cette technique d'atomisation est notamment utilisée pour produire des poudres avec des exigences élevées concernant le taux d'oxygène, tels que les poudres de titane qui ne doivent pas dépasser les 1500 ppm d'O₂ dans la poudre pour maintenir les propriétés mécaniques dans les pièces finales [63,65]. Pour l'opération d'atomisation par gaz, l'un des paramètres prépondérant est le rapport des débits de gaz d'atomisation et de métal fondu G/M [63]. L'adaptation des paramètres d'atomisation permet d'affiner la distribution de taille, la valeur de la médiane d_{50} de la distribution de taille des particules étant la grandeur cible lors de l'atomisation. Le d_{50} est généralement modélisé au travers de modèles empiriques tels que le modèle de Lubanska [63,66,67]. Tandis qu'une étude plus récente a pu montrer que le modèle de Kishidaka, initialement développé pour l'atomisation par eau et modifié pour l'atomisation au gaz, serait plus adapté pour prédire cette valeur médiane [68].

- L'atomisation plasma :

Ces technologies d'atomisation utilisent des torches plasma comme source de chaleur, afin de faire fondre la matière première qui peut être sous forme de fil, de barre ou de poudre. L'énergie apportée par les torches plasma permet d'atteindre des températures de surfusion plus importantes que pour les procédés présentés plus haut, ce qui favorise la formation de particules de morphologie sphériques lors du refroidissement. La technologie *PREP (Plasma Rotating Electrode Process)*[69], qui utilise une matière première sous forme de barre mise en rotation avant être fondue par les torches plasma, éjectant des gouttelettes de métal fondu par effet centrifuge. La sphéroïdisation est une autre technologie plasma permettant d'utiliser une matière première sous forme de poudre, avec des particules non sphériques et de les traiter afin de les refondre, ce qui leur permet de prendre une morphologie sphérique lors de leur refroidissement. La sphéroïdisation est aussi adaptée au recyclage des poudres non-conformes.

Les avantages et inconvénients de ces différentes technologies sont listés dans le Tableau 1-2 ci-dessous.

Tableau 1-2 : Liste des principaux procédés d'atomisation pour les poudres métalliques à destination de la fabrication additive lit de poudre. Tableau issu et traduit de Dawes *et al.* et Anderson *et al.* [62,70].

Méthode de production	Taille des particules produites, μm	Avantages	Inconvénients	Utilisation courante
Atomisation à l'eau	0 – 500	Débit élevé Large gamme de taille de particules Nécessite uniquement de la matière première sous forme de lingots	Post-traitement nécessaire pour retirer l'eau Morphologie des particules irrégulière Présence de satellites Distribution granulométrique élargie Faible rendement pour la poudre dans la fraction 20 – 150 μm	Matériaux non réactifs
Atomisation au gaz (EIGA inclus)	0 – 500	Large choix de matériaux compatibles Adapté aux matériaux réactifs Nécessite uniquement de la matière première sous forme de lingots Débit élevé Large gamme de taille de particules Utilisation de la technologie EIGA permet la production de poudres réactives Morphologie sphérique	Présence de satellites Distribution granulométrique élargie Faible rendement pour la poudre dans la fraction 20 – 150 μm	Alliages de base Ni, Co, Fe, Ti (EIGA), Al
Atomisation plasma	0 – 200	Morphologie très sphérique Adapté aux matériaux à haut point de fusion	Nécessite de la matière première sous forme de fil ou de poudre Coût élevé	Alliages Ti (Ti-6Al-4V le plus courant)
PREP (Plasma Rotating Electrode Process)	50 – 350	Pureté élevée Morphologie très sphérique Adapté aux matériaux à haut point de fusion	Faible rendement pour les fractions granulométrique adaptées aux procédé PBF Coût élevé	Alliages Ti, exotiques
Atomisation centrifuge	0 – 600	Large gamme de taille de particules avec des distributions de taille resserrées	Difficulté à produire des fines particules, à moins de travailler à de très hautes vitesses de rotation	

1.2.1.2 Limite du rendement pour les fractions utiles

Parmi les procédés cités dans le Tableau 1-2, aucun ne produit 100 % de particules de taille utile pour les procédés de fabrication additive et il est donc nécessaire de procéder *a minima* à un tamisage afin d'isoler les fractions granulométriques recherchées [62]. Les fractions granulométriques les plus fréquemment utilisées pour le procédé PBF-LB sont obtenues par un tamisage entre 15 et 45 μm , 20 et 53 μm ou encore 20 et 63 μm en fonction de l'alliage considéré.

L'atomisation par gaz, qui est la méthode de production la plus répandue pour les poudres à destination du procédé PBF-LB permet de produire une fraction 15 – 63 μm correspondant à entre 10 et 30 % de la masse totale produite, *cf.* Figure 1-17 [63,70]. Comme évoqué plus haut, même si il est possible d'optimiser les conditions d'atomisation afin d'ajuster la taille médiane des particules [68], le volume correspondant aux fractions utiles au procédé PBF-LB reste faible [67]. Ce faible rendement

pour les fractions granulométriques utiles au procédé contribue au coût élevé des poudres qui lui sont destinées.

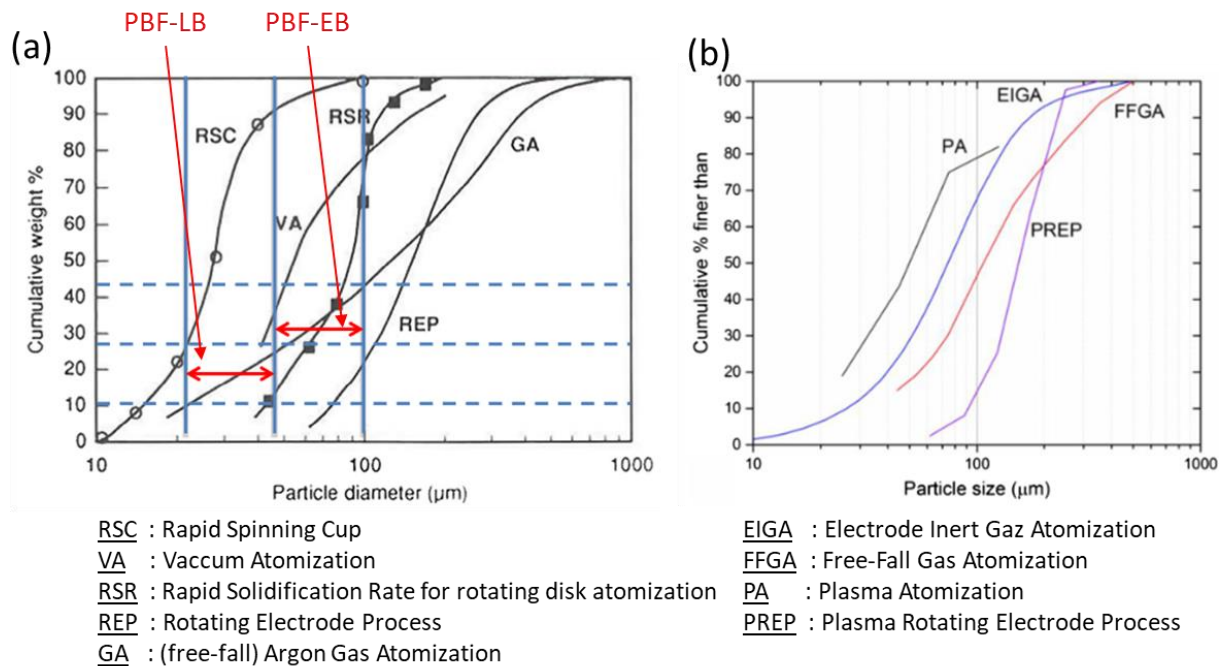


Figure 1-17 : Courbes typiques de distribution de taille des particules pour des poudres (a) d'alliage de Nickel MAR-M-246 et (b) de Ti produites par différents procédés d'atomisation. Les bornes indiquées sur (a) correspondent aux fractions granulométriques utilisées dans les procédés PBF-LB et PBF-EB. Figures issues de (a) Anderson *et al.* [70] et (b) Sun *et al.* [63].

1.2.1.3 Réduction des coûts liés à la poudre

La recherche de réduction des coûts des poudres à destination du procédé PBF-LB passe par une meilleure compréhension de l'impact des propriétés des poudres sur le procédé, afin d'envisager des autres voies d'approvisionnement.

L'atomisation à l'eau, qui n'est pas la méthode la plus répandue en fabrication additive pourrait cependant permettre un approvisionnement bon marché de certains matériaux, principalement en raison de la différence de prix entre l'eau et les gaz utilisés pour l'atomisation [71]. Rogalsky *et al.* montrent qu'il est possible d'utiliser une poudre de fer atomisée à l'eau pour le procédé PBF-LB sous certaines conditions [72]. Pour ce faire les auteurs mettent en lumière la nécessité d'adapter certains éléments du procédé : adapter l'angle des trémies pour assurer la bonne coulabilité de la poudre ; modifier le système d'étalement pour assurer la compaction du lit de poudre ; augmenter l'épaisseur de couche pour compenser la variation de compacité du lit de poudre dans le direction d'étalement ; intégrer à la conception une contrainte de taille minimale des canaux internes pour en assurer le dépoufrage [72].

L'utilisation de poudres atomisées à l'eau ne fait pas consensus, avec des auteurs tels que Engeli *et al.* montrant un taux de porosité élevé en comparaison à une poudre atomisée au gaz [57] et à contrario des auteurs tels que Hoeges *et al.* montrent la possibilité d'imprimer du 316L avec une densité de 99% en adaptant les paramètres de fabrication [73]. Fedina *et al.* montrent que les cordons fabriqués avec une poudre atomisée à l'eau présentent une section plus faible que dans le cas d'une poudre atomisée au gaz, ce qui est attribué à la réduction de la densité du lit de poudre associée à la

morphologie irrégulière des particules [71]. Letenneur *et al.* ont montré que l'usage de poudres atomisées à l'eau, de morphologie irrégulière, mène à une densité de l'ordre de 99 à 99.5% qui peut ensuite être augmentée à 99.8 – 99.9 % à l'aide de post traitements de détentes et de HIP tout en ayant augmenté la vitesse de construction par le procédé PBF-LB [74].

Récemment, Asherloo *et al.* ont étudié l'effet de l'usage de poudre de Ti-6Al-4V issues d'un procédé d'hydrogénation-déshydrogénation (HDH), comportant une étape de broyage [75]. Cette méthode de production pourrait, selon les auteurs, réduire les coûts liés à la production de la poudre jusqu'à 50% en comparaison à une poudre de morphologie sphérique. Malgré la morphologie irrégulière des particules, l'étude montre que la coulabilité des poudres est équivalente voir même meilleure que celle des poudres sphériques. Elle montre aussi qu'il est possible de fabriquer des échantillons avec une vitesse de construction accrue tout en conservant une densité supérieure à 99.5%.

Pour certains alliages, des méthodes des revêtements peuvent être mises en œuvre afin de valoriser, ou d'améliorer l'usage, de certaines fractions granulométriques dans le procédé PBF-LB. Karg *et al.* démontrent la possibilité de revêtir par voie sèche une poudre d'Al-Si avec des nanoparticules d'oxyde de silicium (SiOx) [76]. Ils démontrent la possibilité d'améliorer la coulabilité d'une poudre dont les particules sont de taille < 20 µm et de morphologie irrégulière, ce qui permet leur utilisation dans des machines de PBF-LB et d'atteindre des taux de porosités acceptables [76].

Des méthodes de post-traitement sont aussi explorées, comme le procédé de sphéroïdisation. Cette méthode de traitement, connexe à l'atomisation plasma, est utile pour traiter des poudres provenant de procédés de broyage, afin de leur conférer une morphologie sphérique, comme c'est le cas pour des poudres de titane issues de HDH [77]. Cette méthode permet aussi de recycler des poudres issues des filières industrielles de fabrication additive.

1.2.1.4 Scénarios d'approvisionnement

Le choix du scénario d'approvisionnement de la poudre à lui aussi une influence sur les coûts, tout en offrant des niveaux de risque variables pour l'utilisateur final [62]. Les différents scénarios, ainsi que les risques et bénéfices associés sont présentés dans le Tableau 1-3 ci-dessous.

Tableau 1-3 : Synthèse des scénarios d'approvisionnement en poudre pour un utilisateur final. Tableau issu et traduit de Dawes *et al.* [62].

Source de l'approvisionnement en poudre	Bénéfices / Avantages	Risques / Inconvénients
Fournisseur de la machine PBF-LB utilisée (<i>OEM Original Equipment Manufacturer</i>)	Poudre qualifiée pour l'usage sur la machine cible. Contrôle qualité de la poudre en amont. Matériaux spécifiques pour le PBF-LB Possibilité de support technique par l' <i>OEM</i> .	Choix des matériaux limité. Prix élevés. Prix fixés par l' <i>OEM</i> . Granulométrie fixée. Dépendance à un seul fournisseur de poudre.
Producteur de poudre, atomiseurs	Prix réduit. Choix des matériaux. Possibilité de réaliser des atomisation spécifiques (composition chimique).	Possibles non-conformités avec un cahier des charges spécifique FA. Pas de garantie de performance une fois dans la machine. Pas de support de la part du fabricant de machine. Contrôle qualité pouvant être non spécifique à la fabrication additive. Petits volumes difficiles à approvisionner (pour atomisation sur-mesure).
Fournisseur tiers, grossiste, intermédiaire spécialisé FA	Caractérisation pour la FA chez le fournisseur. Petites quantités possibles. Prix intermédiaire. Choix des matériaux. Matériaux spécifiques pour le PBF-LB.	Pas de support de la part du fabricant de machine. Besoin de qualifier l'usage de la poudre chez l'utilisateur final.

Le consensus actuel veut que la méthode de production de poudre soit spécifique aux procédés de fabrication additive, afin de qualifier la méthode pour produire les fractions utiles à la FA, suivant un cahier des charges spécifique. Lors d'achat directement aux producteurs de poudre, la fraction utile à la FA peut être extraite d'une atomisation plus globale, dont la destination première n'est pas spécifiquement la FA, ce qui mène à une qualité non optimale pour le procédé PBF-LB [62]. Ceci est notamment lié à la faible part de marché que représente, encore aujourd'hui, la fabrication additive pour les producteurs de poudre, en comparaison aux procédés de métallurgie des poudres et de Metal Injection Moulding (MIM).

1.2.2 Caractérisation des poudres pour la fabrication additive

La description des poudres est un domaine d'expertise partagé par les différentes industries utilisatrices de cette forme de matériau. Le matériau poudre étant particulier au regard de sa forme de solide divisé, des méthodes de caractérisation spécifiques ont été développées pour en décrire les propriétés physiques et comportementales. Pour les poudres métalliques, ces méthodes de caractérisation se sont développées pour des applications de métallurgie des poudres. Cependant, le comportement d'une poudre dépend, entre autre, de la contrainte qui lui est appliquée [78]. Ainsi, il semble nécessaire d'utiliser des méthodes de caractérisation représentatives de l'utilisation de la poudre, et notamment des spécificités des procédés de fabrication additive.

Dans le cas des procédés de fabrication additive lit de poudre, les poudres sont manipulées, puis étalées avant d'être fusionnées par une source d'énergie. Deux périmètres peuvent être définis :

- Les étapes de transport de la poudre au sein de la machine, entre un lieu de stockage et le lieu d'utilisation, telles que l'écoulement par gravité dans le cas d'une trémie à gravité ou encore un transport par suspension dans un gaz porteur dans le cas de systèmes de stockage déportés.
- L'étape d'étalement de la couche de poudre à l'aide d'un système de mise en couche, cf. Section 1.2.3.2.

Les spécificités de ces étapes sont liées aux technologies de machine PBF-LB et à chaque fabricant de machine.

Afin de caractériser les poudres pour la PBF-LB, il est important de comprendre quelles en sont les caractéristiques clés pour le procédé. Les éléments ayant suscités le plus d'attention correspondent à l'impact de la distribution granulométrique et de la morphologie des particules sur la qualité des pièces fabriquées (porosité, propriétés mécaniques, *ect.*), sans pour autant considérer l'état d'étalement [79]. Cette partie vise à faire état des caractéristiques clé des poudres pour le procédé PBF-LB et les méthodes de caractérisation qui leur sont associées.

1.2.2.1 Propriétés physiques

Les propriétés physiques des poudres regroupent les caractéristiques propres aux particules composant une poudre.

1.2.2.1.1 Taille des particules / distribution de taille

L'une des premières caractéristiques observées est la granulométrie, qui correspond à la distribution de taille des particules. Afin de décrire une poudre utilisée en fabrication additive, des grandeurs caractéristiques de cette distribution sont utilisées, tels que les déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} [80].

La norme ISO 3252:1999 définit la répartition granulométrique d'un lot de poudre comme étant « le pourcentage en masse, en nombre ou en volume, de chaque fraction dans laquelle un échantillon de poudre a été classifié selon la taille ». Cependant, en raison de la morphologie variable des particules, cf. Section 1.2.1.1, il est important de définir ce qui est mesuré en tant que taille d'une particule.

Il existe un ensemble de méthodes de mesure, basées soit sur un tri physique des particules de différentes tailles, avec une succession de tamisages, soit sur une mesure optique de la taille individuelle des particules, avec des méthodes de diffraction laser ou de d'analyse d'images statiques ou dynamiques. En fonction de la méthode de mesure employée, la distribution de taille peut être le plus souvent tracée avec une fréquence en volume de l'échantillon (p_3) ou en nombre de particules (p_0). La définition de la taille est spécifique à la méthode de mesure, mais correspond le plus souvent à un diamètre équivalent dans le cas des poudres métalliques. Il est important de préciser la grandeur mesurée ainsi que le moyen de mesure utilisé pour comparer des poudres. Les principaux diamètres sont les suivantes :

- d_{area} : Le **diamètre équivalent en surface** qui correspond au diamètre équivalent en surface d'une sphère de même surface projetée que celle mesurée pour la particule.
- d_{cmin} : Le **diamètre de corde minimum** qui correspond à la distance minimale entre deux points du contour projeté d'une particule.
- d_{Feret} : Le **diamètre de Feret** qui correspond à la distance entre deux tangentes sur des côtés opposés de la surface projetée de la particule.

- d_{Martin} : Le **diamètre de Martin** qui correspond à la longueur moyenne de corde sur la surface projetée de la particule.

1.2.2.1.2 Morphologie des particules

La morphologie des particules est définie par le procédé d'atomisation et les conditions de refroidissement lors de ce dernier. Elle est une caractéristique importante de la poudre, car elle influence fortement l'interaction entre les particules, et leur interaction avec le faisceau laser.

La caractérisation de la morphologie des particules est le plus couramment effectué par un examen visuel au Microscope Electronique à Balayage (*MEB*), en microscopie optique ou encore par tomographie rayons-X. À partir de ces observations, la morphologie des particules peut être catégorisée (aciculaires, flocon, angulaire, sphérique, cf. ASTM B243), puis quantifiée à l'aide de descripteurs morphologiques appelés facteurs de forme. La sphéricité en surface (Équation 1-9) est une caractéristique importante des poudres à destination de la fabrication additive. En effet, une forme des particules s'approchant d'une sphère permettra une amélioration de la compacité et de la rhéologie de la poudre [79]. D'autres descripteurs sont pertinents pour les poudres à destination de la fabrication additive tels que la rondeur [81](Équation 1-10) et le rapport d'allongement (Équation 1-11), [82].

$$\text{Sphéricité } SPHT = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (\text{Équation 1 – 9})$$

$$\text{Rondeur } R = \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n r_i \right) / r_{\text{max}} \quad (\text{Équation 1 – 10})$$

$$\text{Rapport d'allongement : } B/L \quad (\text{Équation 1 – 11})$$

Avec A , l'aire projetée de la particule (en m^2) ; P , le périmètre projeté de la particule (en m) ; r_i , le rayon de courbure de l'aspérité n de la surface de la particule (en m) ; r_{max} le rayon du cercle inscrit à la surface projetée (en m) ; B la largeur et L la longueur de la particule (en m).

L'un des éléments exerçant une influence sur la morphologie des particules est la présence de satellites, formés lors du procédé d'atomisation. Ces satellites proviennent de la recirculation des particules fines dans la colonne d'atomisation. Ces dernières peuvent alors entrer en collision avec des particules de plus grand diamètre lors de la chute dans la colonne d'atomisation [68]. Les particules sont à ce moment en cours de refroidissement, pouvant mener à la liaison métallurgique entre les deux particules. Les satellites participent à la variété morphologique au sein d'une poudre, ce qui n'est pas recherché pour le procédé PBF-LB (voir Section 1.2.3.1).

1.2.2.2 Propriétés comportementales

La poudre, en tant qu'ensemble de particules, présente des propriétés provenant des interactions entre ces dernières. Le comportement de cet ensemble évolue en fonction de son état de sollicitation. L'ensemble des forces inter-particulaires forment ce qui est décrit comme la « cohésion ». On peut distinguer trois catégories de propriétés comportementales :

- **Propriétés statiques** : elles correspondent aux caractéristiques de la poudre au repos. L'angle de repos statique (*Angle of Repose, AOR*) est couramment utilisé pour qualifier les propriétés d'écoulement d'une poudre, au travers d'une échelle qualitative présentée dans le Tableau 1-4. La densité de la poudre est une propriété importante de la poudre, car elle est le reflet de

l'empilement et de l'imbrication des particules entre elles. Des poudres de distribution granulométrique fines peuvent atteindre des densités relativement élevées, mais pour autant présenter une coulabilité faible car les particules sont imbriquées les unes avec les autres et forment des structures rigides bloquant l'écoulement. Les phénomènes d'imbrication sont aussi en lien avec la morphologie des particules. La densité de la poudre est un paramètre dynamique, et va dépendre de son état de dispersion, ou de compaction.

- Propriétés quasi-statiques : ce sont les propriétés correspondant aux réorganisations à courte distance, correspondant notamment au processus de compaction.
- Propriétés dynamiques : ces propriétés correspondent à l'écoulement de la poudre, qui est définie par des méthodes directes en observant la poudre dans un état dynamique, ou indirectes en estimant la coulabilité d'une poudre à partir de grandeurs statiques. L'angle d'avalanche semble être lié à la densité du lit de poudre généré lors de l'étalement. Plus cet angle est faible, moins la poudre est cohésive, et plus la densité du lit de poudre pouvant être atteinte est élevée [83]. Une poudre avec une bonne coulabilité présentera une compaction rapide [84].

La coulabilité de la poudre utilisée en fabrication additive est une propriété essentielle, impactant la mise en œuvre de la poudre dans le procédé PBF-LB. Il existe différentes méthodes de mesure de la coulabilité d'une poudre mais il est nécessaire de sélectionner une méthode de caractérisation reflétant les mécanismes mis en jeu dans le procédé. Concernant le procédé PBF-LB, le processus d'étalement des poudres, bien que commun à toutes les technologies, peut solliciter la poudre différemment en fonction de l'organe d'étalement. Les technologies d'étalement par racleur (joint polymère, racleur métallique, racleur céramique) et d'étalement par rouleau ne confèrent pas les mêmes propriétés au lit de poudre car l'effort appliqué à la poudre lors de l'étalement est différent. Dans le cas de ce processus d'étalement, la notion de coulabilité n'est pas bien établie, car les efforts mis en œuvre ne sont pas les mêmes que ceux observés lors de l'écoulement d'une poudre au sens conventionnel du terme, dans une trémie ou au travers d'un orifice par exemple. Cependant la coulabilité doit rester un critère important de sélection de la poudre, car, en dehors de l'étalement, il est nécessaire que la poudre circule dans la machine, jusqu'à son lieu d'utilisation sans générer d'irrégularités de débit.

La coulabilité est évaluée à partir de différents indicateurs, notamment l'indice d'Hausner calculé comme le rapport des densités apparente et tassée [85]. Le Tableau 1-4 présente la relation empirique entre la valeur du ratio d'Hausner et la coulabilité de la poudre.

Tableau 1-4 : Relation empirique entre la coulabilité et deux caractéristiques d'une poudre, l'angle de repos et le ratio d'Hausner. Tableau issu de European Pharmacopeia [86]

Flow property	Angle of repose (°)	Hausner ratio
Excellent	25 – 30	1,00 – 1,11
Good	31 – 35	1,12 – 1,18
Fair	36 – 40	1,19 – 1,25
Passable	41 – 45	1,26 – 1,34
Poor	46 – 55	1,35 – 1,45
Very poor	56 – 65	1,46 – 1,59
Very very poor	> 66	> 1,60

Il est nécessaire, afin d'assurer la qualité des pièces fabriquées par PBF-LB, de caractériser la couche de poudre formée lors de l'étalement, et ceci passe notamment par l'étude de la dynamique d'écoulement de la poudre [87].

1.2.3 Mise en œuvre des poudres au travers du procédé PBF-LB

1.2.3.1 Impacts des poudres sur le procédé

Comme il a été précisé dans la Section 1.2.2, les caractéristiques de la poudre ont des effets sur le procédé, aussi bien en termes d'étalement que de fusion. Il est donc important d'identifier quelles sont les propriétés impactant le procédé PBF-LB. La poudre, lorsqu'elle est étalée en fine couche, forme l'état initial, c'est-à-dire un volume de matière disponible, à partir duquel la section de la pièce pourra être formée. La majeure partie des études portent sur le lien entre les caractéristiques de la poudre (taille, morphologie, chimie), caractérisées *ex situ*, et les propriétés finales des pièces fabriquées [88,89].

1.2.3.1.1 Impact sur la formation du lit de poudre

La couche de poudre à fusionner est formée par une opération d'étalement. Cette opération, qui sera détaillée plus amplement dans la Section 1.2.3.2, peut être réalisée par différents moyens, dont la géométrie aura une influence importante sur la qualité de la couche de poudre [90]. Les deux principaux systèmes utilisés dans les machines industrielles sont :

- Utilisation d'un système de mise en couche par un racleur, qui consiste en un élément linéique pouvant être flexible (joint en caoutchouc) ou rigide (lame métallique ou céramique). Le tas de poudre est poussé par ce racleur suivant la direction d'étalement. L'espace entre l'arête inférieure du racleur et la surface sous-jacente (plateau pour la première couche, surface précédemment fusionnée ou lit de poudre pour les couches suivantes) correspond à l'espace laissé aux particules de poudre pour s'arranger et/ou s'imbriquer afin de former la couche de poudre.
- Utilisation d'un système de mise en couche par rouleau, qui consiste en un rouleau dont l'axe est perpendiculaire à la direction d'étalement. Ce rouleau permet de pousser le tas de poudre dans la direction d'étalement. En plus de ce mouvement de translation, le rouleau est mis en rotation suivant son axe, le plus souvent en contre rotation, c'est-à-dire de manière à

repousser le tas de poudre lors du déplacement. L'utilisation d'un rouleau présente l'avantage de compacter le lit de poudre à la différence d'un racleur [91]. Ce système de mise en couche génère un effort, par une transmission au travers de la couche de poudre, sur la surface sous-jacente plus important qu'un système de racleur [90]. Ce système de mise en couche est notamment adapté pour l'étalement de poudres de granulométrie fines $< 20 \mu\text{m}$. Le gain de compacité du lit de poudre permet notamment de fabriquer des parties de pièce en surplomb avec un angle faible, ce qui permet de limiter la quantité de support de fabrication. Ce système de mise en couche génère un effort sur la surface sous-jacente plus important qu'un système de racleur [90].

Concernant la formation du lit de poudre, l'épaisseur de couche utilisée est liée à la distribution granulométrique de la poudre. Plusieurs auteurs ont proposé des critères de sélection de l'épaisseur de couche, basés sur les grandeurs caractéristiques de la distribution granulométrique, ces critères sont résumés dans le Tableau 1-5.

Tableau 1-5 : Critères proposés pour la sélection d'une épaisseur de couche en fonction de la poudre utilisée.

Référence	Critères	Remarques
Karapatis et Egger [92]	$d_{90} < e_c ; \frac{d_{50}}{d_{10}} \geq 10 ; \frac{d_{90}}{d_{10}} \leq 19$	
Spierings <i>et al.</i> [80]	$\frac{e_{effective}}{d_{90}} \approx 1,5 ; \frac{d_{90}}{d_{10}} \approx 5$	
Spierings <i>et al.</i> [80]	$d_{10} > 5 - 6 \mu\text{m}$	Afin de limiter l'agglomération des particules

Dans une étude récente, Li *et al.* [87] proposent des critères basés sur la taille maximale des particules dans la distribution d_{max} , à savoir :

- $e_c > d_{max}$ permet d'assurer une distribution homogène des particules sur la surface à couvrir.
- $e_c < 2 \times d_{max}$ permet de réduire significativement les vides dans la couche de poudre.

En effet, si la taille des particules et la hauteur de couche ne sont pas compatibles, des particules pourraient être emportées par le système de mise en couche et générer des défauts dans la couche de poudre, tel qu'un sillon. Ces inhomogénéités du lit de poudre peuvent favoriser des instabilités du bain de fusion et des défauts dans la pièce finale [93,94]. Des inhomogénéités peuvent être liées à la granulométrie de la poudre. Avec une part trop importante de particules fines dans la distribution de taille et la formation d'agrégats de particules, la densité du lit de poudre peut-être réduite et présenter des hétérogénéités [80].

La coulabilité est influencée par la taille des particules, la morphologie et les forces de cohésion. Le consensus est que la présence d'une proportion trop importante de particules fines ($< 10 \mu\text{m}$) dans la poudre dégrade la coulabilité et mène à la formation de lit de poudre hétérogène. La coulabilité influence la compacité du lit de poudre, comme ont pu le montrer Haferkamp *et al.* avec une poudre atomisée par plasma, de circularité supérieure à une poudre atomisée au gaz, permettant d'atteindre une densité du lit de poudre entre 10 et 20 % plus élevée que la poudre atomisée au gaz [41]. Pour les

procédés de FA lit de poudre, une morphologie sphérique est préférée car elle favorise de bonnes propriétés d'écoulement.

1.2.3.1.2 Impact sur l'interaction laser-matière

Le matériau poudre absorbe le faisceau laser par multiple réflexions car il s'agit d'un solide divisé ayant une surface spécifique importante [95]. En effet, les réflexions multiples dans la couche de poudre permettent d'absorber le faisceau de manière plus efficace qu'un matériau en plaque. Cependant, lorsque la poudre fond, et qu'un bain de fusion se forme, l'interaction du faisceau laser se fait ensuite essentiellement avec le bain fusion. L'absorption tombe alors à une valeur comparable à celle d'un bain de fusion formé lors de la fusion d'un matériau brut sous forme de plaque [31].

La granulométrie de la poudre influence la régularité de l'alimentation du bain de fusion. En effet, comme il a été vu dans le paragraphe précédent, une fois le bain de fusion amorcé, le laser n'interagit que très peu avec la poudre. L'alimentation du bain de fusion se fait alors par la poudre se trouvant à l'avant et en latéral du bain de fusion par les flux de convection dans le gaz environnant, voir Section 1.1.2.1.3.5. Une poudre de granulométrie fine pourra présenter une quantité d'agglomérats de particules importante, ce qui entrainera une alimentation irrégulière du bain de fusion. De plus, des tailles de particules faibles favorise la formation d'agglomérats de particules et la formation d'un lit de poudre de compacité réduite et hétérogène [80].

Le lit de poudre environnant la pièce conduit une partie du flux thermique issu de la pièce lors de son refroidissement. La conductivité thermique de la poudre dépend de sa distribution de taille et de son état de compaction comme ont pu le montrer Alkahari *et al.* [96] pour une poudre d'acier inoxydable 316L, cf. Figure 1-18.

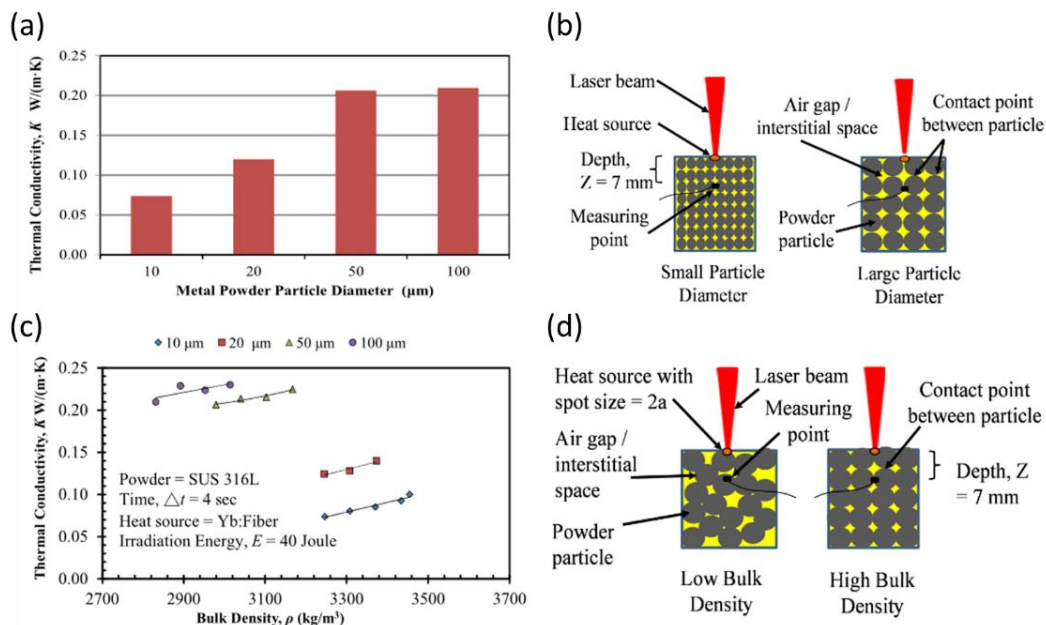


Figure 1-18 : (a) Évolution de la conductivité thermique d'une poudre de d'acier inoxydable 316L en fonction de son diamètre moyen. (b) Schéma de principe expliquant la différence entre deux tailles de particules. (c) Effet de l'état de compaction de la poudre sur la conductivité thermique. (d) Schéma illustrant l'augmentation des points de contacts dans le cas d'un état compact. Figures issues de Alkahari *et al.* [96].

1.2.3.1.3 Impact sur la pièce finale

Plusieurs études ont montré que la distribution de taille des particules a un effet direct sur la qualité des pièces fabriquées. L'utilisation de particules de grande dimension peut mener à des défauts de manques de fusion, car les particules ne sont pas entièrement fusionnées. Weaver *et al.* montrent que l'utilisation d'une distribution de taille plus importante présente les mêmes résultats de porosité et de propriétés mécaniques qu'une poudre très fine [97]. Une diminution de la taille des poudres permet de maintenir une densité élevée des pièces pour des vitesses de balayage plus importantes tout en améliorant l'état de surface (diminution du R_a et R_t) [98].

La densité de la poudre a une influence sur la densité des pièces, notamment au travers de la densité du lit de poudre qui peut être généré [99]. Une densité du lit de poudre élevée favorise la formation de pièces denses [83].

Les porosités présentes dans la poudre peuvent se transférer à la pièce finale si la durée de l'interaction ne permet pas aux porosités de s'échapper du bain de fusion [100]. Les porosités retrouvées dans la pièce sont de taille équivalente à 10 – 90 % du diamètre des particules poreuses. Les particules de diamètre $> 70 \mu\text{m}$ sont susceptibles de comporter des porosités [70,101]

Deux études menées par Irrinki *et al.* [102,103] montrent que pour des faibles densités de puissance ($64 - 84 \text{ J/mm}^3$), les poudres atomisées au gaz produisent des pièces plus denses que les poudres atomisées à l'eau. Mais pour des densités d'énergie volumique suffisamment élevées ($> 104 \text{ J/mm}^3$), les densités des pièces obtenues sont équivalentes. A noter que la présence plus importante d'oxydes dans les poudres atomisées à l'eau peut ne pas convenir à certaines applications.

Comme il a pu être abordé dans cette section, la poudre a un impact significatif sur le procédé, car elle définit les conditions initiales permettant de former la pièce. Le procédé PBF-LB est sensible à la qualité de la poudre, mais aussi au matériau mis en œuvre. Pour ces raisons, il est aujourd'hui difficile d'exprimer des critères nets quant aux caractéristiques d'une poudre pour son utilisation dans le procédé. Ceci est renforcé par le fait que chaque étude utilise des poudres provenant de différents fournisseurs et l'utilise au travers de différentes technologies, ce qui rend difficile la comparaison directe entre deux lots de poudre.

1.2.3.2 Étalement des poudres

1.2.3.2.1 Mécanismes en jeu lors de l'étalement

Lors de l'étalement, les efforts appliqués à l'ensemble granulaire dépendent notamment du système de mise en couche utilisé. En effet, comme abordés dans la Section 1.2.3.1.1, les deux principaux systèmes de mise en couche, par racleur et par rouleau n'appliquent pas la même charge sur la poudre à étaler. La géométrie du système de mise en couche a notamment été étudiée par Wang *et al.*, dans le cadre de simulations numériques [90]. Les auteurs ont pu mettre en évidence les différents phénomènes rentrant en jeu lors de l'étalement. Il a été conclu que l'effort appliqué par le système de mise en couche sur la poudre passant sous lui et sur la surface sous-jacente permet d'obtenir un meilleur dépôt des particules. C'est notamment le cas pour la géométrie n°4 sur la Figure 1-19a, où une couverture importante du plateau est observée et sur la Figure 1-19b où une accumulation des particules dans la zone à l'avant du racleur est observée. Dans cette zone, la poudre est contrainte entre le racleur et la couche sous-jacente, ce qui est visible sur la Figure 1-19c pour la géométrie n°4. Le système de rouleau, ici le système n°3 ne permet pas d'obtenir une mise en couche

homogène, en raison d'efforts périodiques importants entre le rouleau, la poudre et la surface sous-jacente, menant à une dénudation de la couche de poudre par un phénomène d'expulsion des particules (*burst*) [90]. Les auteurs indiquent aussi que les efforts appliqués sur la surface sous-jacente diminuent avec une augmentation de l'épaisseur de couche. Ce résultat est confirmé par une étude récente de *Nan et al.* [104] avec l'utilisation d'un dispositif expérimental de mesure de force spécialement conçu à cet effet. Les auteurs montrent une diminution des pics d'efforts appliqués à la surface sous-jacente avec une augmentation de l'épaisseur de couche [104]. De plus, ces pics d'effort sont identifiés comme liés à des effets de blocage de particules au moment de leur passage sous le racleur (*spreading induced jamming*).

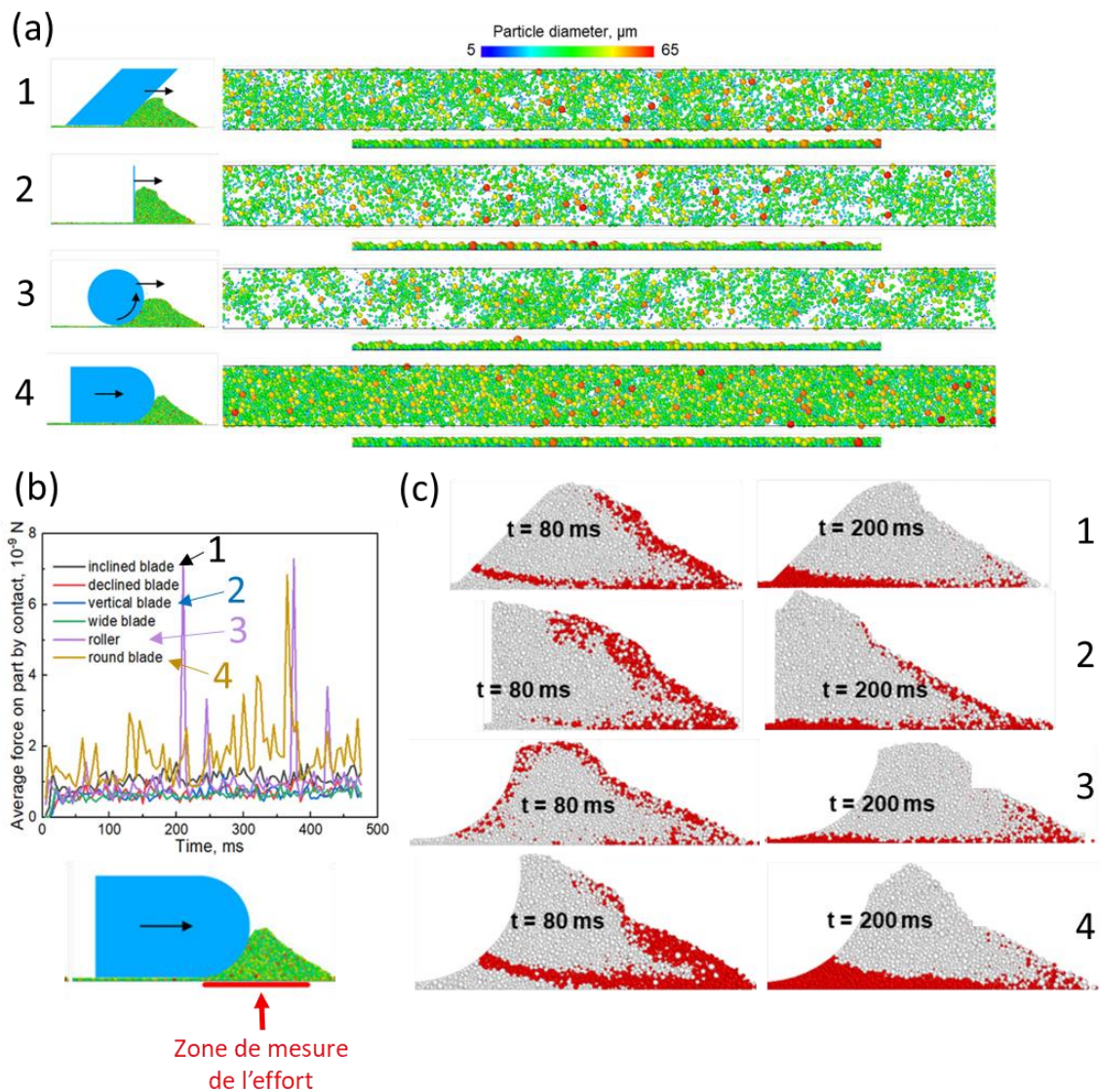


Figure 1-19 : Simulation de l'étalement d'une couche de poudre pour différentes géométries de système de mise en couche. (a) Vue latérale et du dessus de l'étalement. (b) Effort appliqué par le système de mise en couche sur la surface sous-jacente. (c) Suivi d'un ensemble de particules pour visualiser la migration dans le tas de poudre en cours d'étalement. Figures issues de Wang *et al.* [90].

Les mécanismes en jeu lors de l'étalement sont difficiles à évaluer expérimentalement. Seules quelques études ont été menées sur le sujet de la caractérisation expérimentale de l'étalement. Dans leurs travaux, Snow et al. [105] ont développé un banc de caractérisation permettant de réaliser un étalement sur une grande surface et une analyse du taux de couverture du plateau par la poudre. Le banc, équipé d'une caméra latérale, permet de mesurer l'évolution de l'angle d'avalanche du tas de poudre poussé par le racleur au cours de l'étalement, cf. Figure 1-20c.

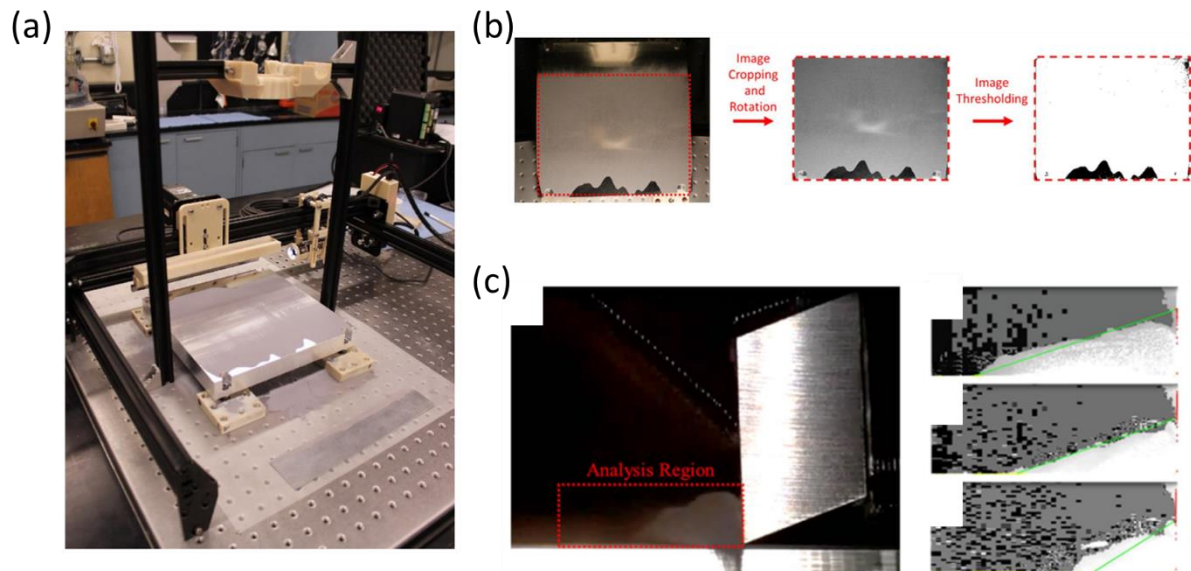


Figure 1-20 : (a) Banc d'étalement développé par Snow et al. (b) Méthode de mesure du taux de couverture par seuillage. (c) mesure de l'angle d'avalanche avec une caméra positionnée sur le côté du plateau. Figures issues de Snow *et al.* [105].

1.2.3.2.2 Application au procédé PBF-LB

Dans le procédé PBF-LB, l'épaisseur de couche programmée ne correspond pas à l'épaisseur de couche réellement fusionnée à chaque couche [80,93,106]. En effet, les trois valeurs à considérer sont :

- Le déplacement vertical de la plateforme de fabrication. Cette valeur correspond à l'**épaisseur de couche programmée**, prévue lors du tranchage et de la préparation du fichier de fabrication. C'est le plus souvent de cette épaisseur de couche dont il est question dans les études paramétriques, sous l'appellation générale d'**épaisseur de couche**. Cependant elle ne correspond pas à la hauteur réelle de poudre à fusionner.
- L'**épaisseur de couche réelle**, aussi appelée **épaisseur de couche effective** correspond à la hauteur de poudre à l'aplomb de la surface fusionnée à la couche précédente [107]. C'est cette hauteur de poudre qui doit être fusionnée par le laser afin de relier la couche nouvellement formée à la couche sous-jacente.
- L'**épaisseur de couche consolidée**, il s'agit de la hauteur de matière consolidée lors de la fusion de la couche.

Ces différentes valeurs sont liées avec la compacité de la couche de poudre réelle η_{couche} . En effet le volume de matière disponible pour former une couche de matière dense dépend de l'arrangement des particules dans la couche. Selon Wischeropp *et al.* [106], l'Équation 1-12 correspond à une première estimation de cette relation.

$$e_{c\text{effective}} = \frac{e_{c\text{programmée}}}{\eta_{\text{couche}}} \quad (\text{Équation 1 – 12})$$

Pour une épaisseur de couche programmée constante et en faisant l'hypothèse d'une compacité de la couche de poudre homogène à chaque couche, la valeur de l'épaisseur de couche effective évolue au début de la fabrication avant de se stabiliser aux alentours de la septième couche, cf. Figure 1-21a [93]. La compacité a pour effet de faire varier l'écart entre l'épaisseur de couche programmée et l'épaisseur de couche effective, retardant ainsi un régime établi, cf. Figure 1-21b.

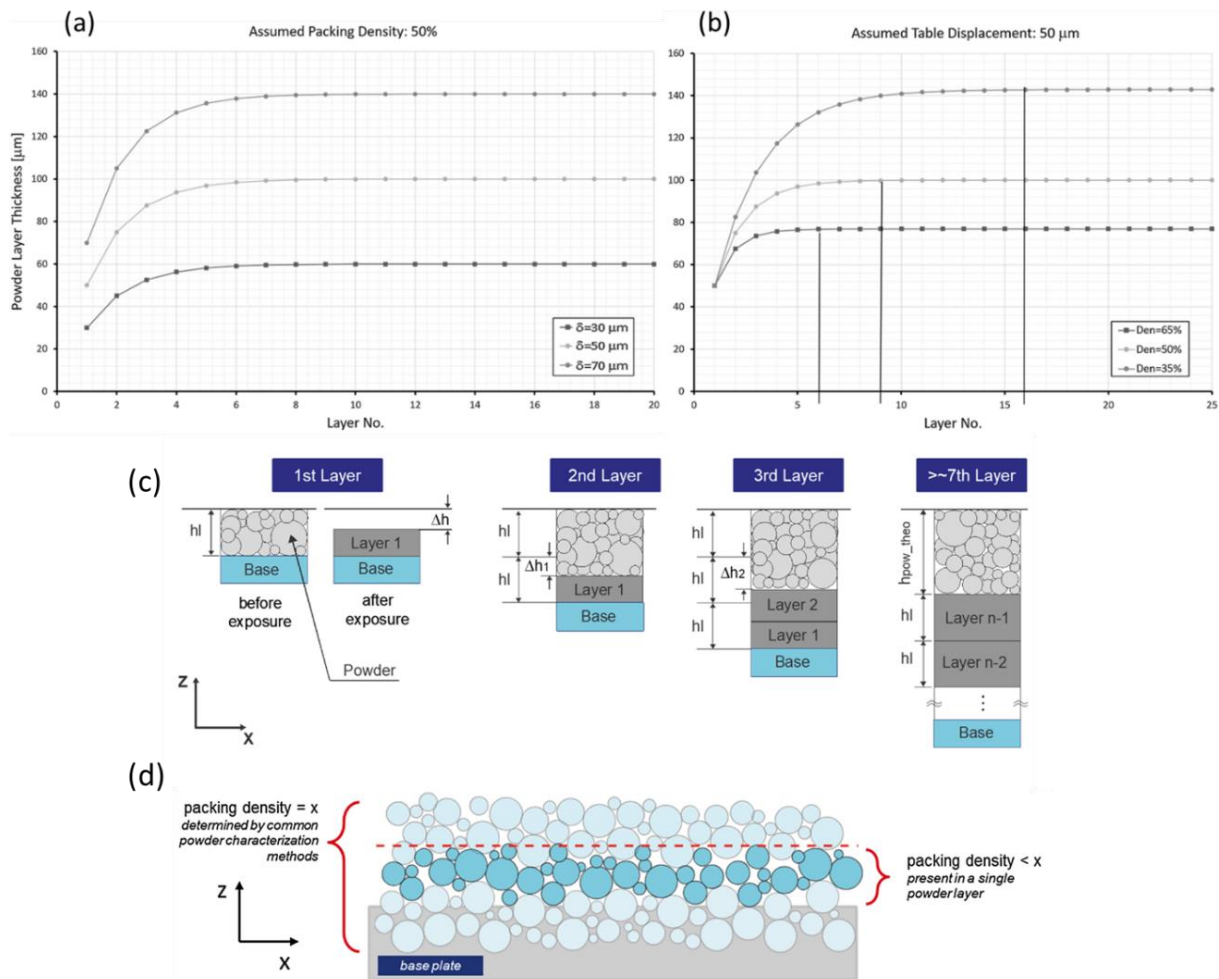


Figure 1-21 : Impact de (a) l'épaisseur de couche programmée et (b) de la compacité sur l'épaisseur de couche effective. (c) Schéma de principe de l'évolution de l'épaisseur de couche effective lors de la fabrication. (d) Schéma de principe de la densité d'une couche de poudre et des effets de murs. Figures (a) et (b) issues de Mindt *et al.* [93], Figures (c) et (d) issues de Wischeropp *et al.* [107].

Cependant cette relation est idéalisée, et plusieurs auteurs ont cherché à mesurer expérimentalement l'épaisseur de couche effective. Parmi eux, Wischeropp *et al.* [107] mesurent des épaisseurs de couche effectives égales à 4 – 5,5 fois l'épaisseur de couche programmée, pour des poudres de granulométrie comprises entre 20 et 48 μm et des épaisseurs de couche de 30 et 50 μm. Ce résultat a pu être confirmé par Mahmoodkhani *et al.*, qui mesurent un facteur 5 entre les deux épaisseurs de couche [108].

1.2.3.2.3 Propriétés du lit de poudre

La qualité du lit de poudre est une condition *sine qua non* de la stabilité du procédé PBF-LB. Pour le procédé PBF-LB, les propriétés du lit de poudre sont gouvernées par la morphologie, la granulométrie, la chimie de surface, la densité tassée, la rhéologie et les propriétés thermiques des poudres [79].

La compacité de la couche de poudre influence l'absorption du faisceau laser et donc l'efficacité énergétique de l'opération de fusion [109]. De plus, elle influence la génération de défauts comme on peut le montrer Rausch *et al.* au travers de leur modélisation, cf. Figure 1-22. La limitation des défauts est associée à la réduction du gaz présent entre les particules de poudre [110].

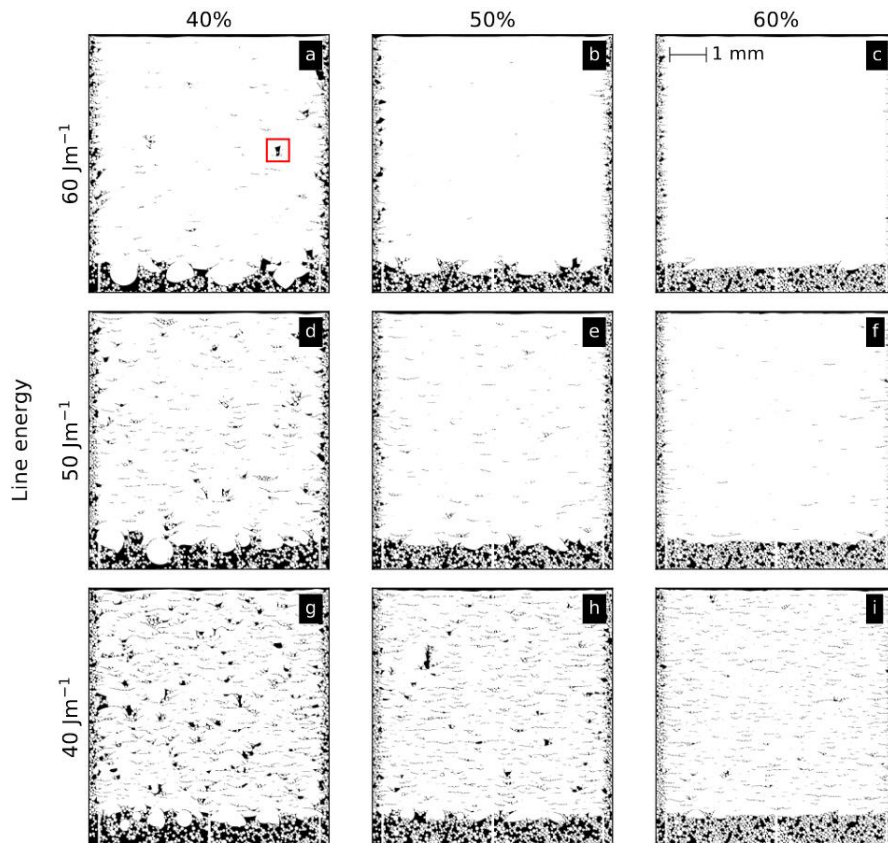


Figure 1-22 : Modélisation de l'influence de la densité du matériau poudre (40, 50 et 60%) sur la présence de défauts à des énergies linéiques de 40, 50 et 60 J/m. Le matériau modèle est le Ti6Al4V. Figure issue de Rausch *et al.* [111].

Cependant, la compacité de la couche de poudre est une donnée difficile à obtenir expérimentalement, car les couches de poudre mises en œuvre dans le procédé sont de l'ordre de la dizaine de microns d'épaisseurs. Une grandeur plus facilement accessible correspond à la densité du lit de poudre. Ainsi, plusieurs études ont été menées afin de définir expérimentalement une densité du lit de poudre, au travers de l'impression de capsule de poudres [74,112] ou à l'aide de cavités de taille connue [41,113]. Letenneur *et al.* [114] rapportent une densité du lit de poudre proche de 60 % pour une poudre d'Inconel 625 de granulométrie mise en couche avec un racleur rigide et mesurée à l'aide de la méthode de la capsule développée par Jacob *et al.* [112]. Cette valeur est proche de la valeur de densité apparente de la poudre utilisée.

1.3 Productivité

La productivité du procédé PBF-LB, telle qu'elle est le plus souvent qualifiée est associée à la vitesse de fabrication. En effet la grandeur la plus souvent observée est le débit de matière consolidée, le plus souvent exprimé en cm^3/h ou en mm^3/s . Cependant cette capacité de production n'est que l'une des composantes de la productivité au sens plus large, englobant l'efficacité énergétique du procédé ainsi que les autres éléments de la chaîne de valeur de la fabrication additive, qui permet de définir efficacement les coûts associés au procédé.

L'analyse de la structure de coût englobant le procédé PBF-LB met en valeur l'impact sur le prix final des pièces des éléments suivants :

- L'investissement initial dans les machines élevé, couplé à l'évolution rapide des technologies PBF-LB poussent à un taux d'amortissement annuel élevé, se répercutant sur le taux horaire de la machine et diminuant leur compétitivité.
- Le coût de la matière première, pouvant atteindre plusieurs centaines d'euros par kilogramme de poudre, ceci notamment en raison d'un cahier des charges spécifique, comme il a été précisé dans la Section 1.2.1. Cela amène à engager d'importants volumes financiers pour l'approvisionnement de cette matière première, ce qui se répercute sur le prix des pièces fabriquées.

Ainsi, malgré l'absence d'outillage, qui fait du procédé PBF-LB un procédé réactif et versatile lorsque qu'il s'agit de produire un faible nombre de pièces, il reste peu compétitif dans le cadre de production de moyenne et de grande série en comparaison à des procédés conventionnels tels que l'usinage ou la fonderie [115]. Parmi les opérations de la chaîne de valeur du procédé PBF-LB, la phase de fabrication représente un goulot d'étranglement car elle immobilise une machine et une quantité de poudre, sans pause possible, pour toute la durée de la fabrication.

Malgré l'absence de coûts d'outillage, qui pourrait à partir d'un certain nombre de pièce être amortis, il a été démontré qu'il est possible de réaliser des économies d'échelle lorsqu'il est possible d'exploiter au mieux le remplissage du plateau [5]. Ces économies d'échelle peuvent être mises en place dans des scénarios de production de grand volume de pièces de petite à moyenne taille, étant réalisées en lot mixte lors des fabrications. Ces économies d'échelles ne sont cependant pas possibles quand il s'agit de réaliser des pièces de grandes dimensions, où l'ajout de pièces connexes pour remplir le plateau ne permettrait pas de diminuer le coût de manière significative [116]. Cependant, ces économies d'échelle restent dépendantes de la productivité intrinsèque du système de fabrication additive. Des recherches et innovations sont nombreuses pour améliorer la productivité de la phase de fabrication. Les axes de développement sont principalement, pour les uns, d'ordre technologique et pour les autres basés sur le procédé en lui-même.

Concernant les innovations technologiques, elles sont nombreuses et portées principalement par les constructeurs de machines. Ces innovations visent principalement à limiter les temps improductifs des machines et des opérateurs lors de la phase de production. Les innovations majeures dans ce domaine sont les systèmes de mise en couche bidirectionnelle, les systèmes en boucle fermée d'alimentation en poudre et de tamisage automatisés, les systèmes multi-laser, les systèmes de pompage de l'enceinte afin de diminuer les temps d'inertage et le taux d'oxygène, les systèmes de gestion automatisée des plateaux de fabrication, les systèmes de dépoudrage automatisés... Ces

innovations sont aujourd’hui opérationnelles et proposées en option par des constructeurs de machine ou des fournisseurs de solutions connexes.

Concernant les innovations en termes de procédé, elles portent notamment sur l’optimisation des conditions de fabrication, l’intégration des innovations en matière de technologie laser, le pilotage des têtes scanner et les innovations au niveau du matériau poudre.

1.3.1 Définition de la productivité du procédé PBF-LB

Le temps lié à l’opération de fabrication est divisé en un temps primaire et un temps auxiliaire [117] :

- Le **temps primaire** qui correspond au temps de fusion par le faisceau laser des surfaces scannées. Ce temps est directement lié à la vitesse de balayage V , à la stratégie de balayage et à l’ordonnancement des sources laser. Un élément important, qui est souvent celui mis en avant, correspond au débit théorique de matière consolidée, aussi appelé vitesse de construction théorique. Cette vitesse est directement proportionnelle à la vitesse de balayage du faisceau laser V (mm/s), à l’écart vecteur (hatching spacing) h (mm) et à l’épaisseur de couche e_c (mm). La vitesse de construction théorique $V_{construction_{théorique}}$ en mm^3/s est définie par :

$$V_{construction_{théorique}} = V * h * e_c \quad (\text{Équation 1 – 13})$$

- Le **temps auxiliaire** qui correspond à la somme des temps requis pour préparer l’exécution de l’opération de fusion. Ceci regroupe le temps de mise en couche ainsi que les temps de mouvement des axes de la machine, tel que la descente du plateau de fabrication.

1.3.2 Innovations machine

Les technologies de machines PBF-LB évoluent en permanence, avec le concours du nombre croissant des fabricants de machines. Un argument important mis en avant est la vitesse de construction, souvent exprimé en cm^3/h ou en kg/h , permettant de marquer le niveau de performance de chaque système.

1.3.2.1 Systèmes multi-lasers

Une innovation, de plus en plus répandue pour les machines destinées à réaliser de la production de pièce en série, consiste à utiliser simultanément plusieurs sources laser afin de fabriquer une ou plusieurs pièces [118]. Afin de tirer au mieux parti de la technologie multi-lasers, une bonne gestion des trajectoires respectives des lasers est nécessaire afin d’éviter les interactions entre le faisceau laser et la plume laser générée par un autre faisceau, ce qui aurait comme effet d’absorber le faisceau et de limiter l’énergie transmise au lit de poudre (voir Section 1.1.2.1.3.3).

L’ordonnancement des lasers est lui aussi important car il doit répartir les surfaces à fusionner entre chaque laser afin de limiter les temps d’attente en fin de couche, et de limiter l’utilisation d’un laser dans les zones périphériques de son champ d’action, ceci dans le but de limiter la génération de défauts. L’usage simultané de plusieurs sources de chaleur doit aussi être optimisé afin de gérer au mieux l’historique thermique de la pièce, affectant ses caractéristiques microstructurales, ses propriétés finales mais aussi les contraintes résiduelles en cours de fabrication [27]. Dans le cas d’un usage simultané de plusieurs laser pour la réalisation d’une même pièce, un soin particulier doit être

apporté aux zones de chevauchement des zones scannées par deux lasers [119], afin de s'assurer de ne pas générer des défauts par refusion [120].

L'usage de plusieurs sources laser permet aussi d'envisager de réaliser des traitements thermiques *in situ*, avec deux faisceaux possédant une même trajectoire avec des paramètres laser différents [121]. En termes de recherche, des machines multi-lasers spécifiques ont été développées afin d'étudier les phénomènes d'instabilités dans le cas de faisceaux parallèles [122].

Malgré le gain de productivité pouvant être apporté par cette innovation, sa dissémination reste limitée car elle nécessite des investissements conséquents. Qui plus est, l'architecture des machines déjà existantes permet difficilement de réaliser une mise à niveau vers une architecture multi-lasers.

1.3.2.2 Innovations liées aux lasers et à la chaîne optique

L'utilisation des lasers de puissance est de plus en plus rependue, et désormais proposée comme une option pour des machines industrielles. Ces sources laser allant généralement jusqu'à 1 kW ne permettent pas à elles seules d'améliorer la productivité. Leur usage est en général couplé avec une adaptation paramétrique, comme il sera précisé dans la Section 1.3.3.2.1

L'un des éléments importants de cette adaptation correspond à la répartition énergétique au niveau du plan focal. À l'aide d'une chaîne optique adaptée, il est possible de travailler à des diamètres de faisceau focalisé de plusieurs centaines de microns, permettant ainsi de former un bain de fusion plus large, et donc de réduire le nombre de vecteur nécessaire à surface égale [123].

Concernant le profil énergétique du laser, l'usage de profils Gaussien inverse (« donut »), ou encore multimode (« tophat ») est exploré. Ces profils énergétiques présentent l'avantage de mieux répartir l'apport énergétique dans le plan focal et de fusionner des cordons plus larges [123,124]. La meilleure répartition énergétique aura aussi pour effet de générer un bain de fusion plus stable [123]. Une innovation récente en PBF-LB consiste à utiliser une fibre optique double cœur, permettant de choisir d'injecter le faisceau laser dans l'âme, le cœur ou les deux afin de modifier le profil énergétique du faisceau en sortie de fibre.

Une autre démarche, permettant d'agrandir la zone d'interaction et les dimensions du bain de fusion consiste à piloter les miroirs de la tête scanner afin que le point d'interaction décrive une trajectoire périodique. Cette oscillation du faisceau (*wobbling*), lorsque elle est déplacée dans le plan permet de former un bain de fusion élargi [125]

Des systèmes de mise en forme de faisceau ont été développés pour démultiplier les points d'interaction grâce à des éléments diffractifs (Diffractive Optical Element). Il est notamment possible de "diviser" le faisceau afin d'obtenir un faisceau en forme de peigne, permettant de fusionner plusieurs cordons adjacents à la fois [126]. L'interaction entre des faisceaux parallèles doit cependant être réglée finement afin de ne pas générer d'instabilités entre les bains de fusion adjacents [122]. Le développement des technologies telles que celles des entreprises CIVAN (technologie Dynamic Beam Laser DBL) ou encore Cailabs (MPLC Multi Plan Light Conversion) permettent d'envisager une nouvelle approche du procédé PBF-LB, avec une modulation dynamique du faisceau laser, permettant de modifier la répartition énergétique dans le plan de construction. La technologie CBC Coherent Beam Combining de Civan se base sur l'usage d'OPA (Optical-Phased Array), permettant des applications laser allant du kilowatt à la centaine de kilowatts.

Pour finir, une approche consistant à fusionner en une opération une zone du lit de poudre est développée par la société SEURAT Technology. Ici le faisceau laser est émis par une matrice de diodes pouvant être activées indépendamment, formant dans le plan focal une zone exposée au faisceau laser [127]. La couche de poudre peut ainsi être segmentée en zones qui seront fusionnées successivement.

1.3.3 Optimisation du procédé PBF-LB

Les efforts de recherche se sont principalement orientés vers l'optimisation du procédé en vue de fabriquer des pièces denses et présentant des propriétés équivalentes ou supérieures aux matériaux conventionnels. Cependant, comme abordé plus haut avec la dualité entre le prototype rapide et la fabrication en série, la production de ces pièces appelle à une nouvelle phase d'optimisation, cette fois-ci liée à la recherche de productivité. Afin de tirer au mieux parti des équipements existants, et ne pas avoir à modifier excessivement le parc machine, il est important de comprendre quelles sont les limites et les leviers d'action accessibles.

1.3.3.1 Limites intrinsèques du procédé :

Le procédé PBF-LB est utilisé pour fabriquer des pièces présentant à la fois une bonne précision dimensionnelle, un bon état de surface et des structures fines. Ceci implique l'utilisation de poudres de granulométrie fine allant de 15 à 63 μm , étalées en fines couches de poudre, en général entre 20 et 50 μm . Cependant, ces contraintes paramétriques limitent les démarches d'augmentation de la productivité [128], avec une marge de manœuvre limitée sur la vitesse de balayage et sur l'écart vecteur [129].

Cette limite est intrinsèque au processus d'échauffement localisé, puis refroidissement rapide du matériau. La fenêtre paramétrique sera limitée par l'apparition d'instabilités du bain de fusion, menant à des défauts de morphologie des cordons fabriqués [33]. Au-delà de l'apparition de défauts volumiques, les limites énergétiques du procédé sont liées à la métallurgie du matériau et aux microstructures qui sont générées [130]. Les propriétés mécaniques étant intimement liées à la microstructure, il est nécessaire de limiter la fenêtre paramétrique à la génération d'une microstructure adaptée à l'application visée.

Ainsi, les principaux leviers d'amélioration de la productivité que sont la vitesse de balayage V , de l'épaisseur de couche e_c et de l'écart vecteur h , doivent être adaptés en gardant une notion d'énergie, apportée par l'ajustement de la puissance laser. L'ensemble de ces paramètres influençant à sa manière la stabilité du procédé et la génération de défaut, l'optimisation est nécessairement multiparamétrique.

1.3.3.2 Adaptation paramétrique

1.3.3.2.1 Augmentation de la puissance laser

Une augmentation de la puissance laser, c'est-à-dire de l'énergie délivrée par unité de temps, permettrait, sur le principe d'augmenter les autres paramètres de fabrication, notamment d'utiliser une vitesse de balayage et/ou une épaisseur de couche plus importante [10]. Cette démarche a été proposée par plusieurs auteurs dans le but d'augmenter la productivité en déplaçant la fenêtre paramétrique vers des vitesses de balayage plus élevées.

Sun *et al.* [131] montrent qu'il est possible d'utiliser une puissance laser de 380 W au lieu de 100 W pour la fabrication d'acier inoxydable AISI 316L, en adaptant la vitesse de balayage pour maintenir

un rapport P/V constant. L'écart vecteur et la stratégie de balayage ont dû être adaptés pour maintenir une densité d'énergie volumique permettant la formation de pièces avec un faible taux de porosité. Cette démarche permet d'augmenter la vitesse de construction théorique de 72% pour une densité > 99 %.

Cependant, l'augmentation de la puissance laser et de la vitesse de balayage à P/V constant présente des limites, car, comme a pu le démontré Yadroitsev [132], il existe une limite à l'augmentation de la vitesse de balayage, qui réduit le temps d'interaction et mène à des instabilités du bain de fusion à haute vitesse. Schleifenbaum *et al.* [133] arrivent aux mêmes conclusions, avec une faible marge de manœuvre concernant la vitesse de balayage.

Schleifenbaum *et al.* [133] indiquent qu'augmenter la puissance laser en gardant un diamètre focalisé constant mène à des instabilités du bain de fusion car, pour les faisceaux laser de profil gaussien, l'intensité énergétique au centre de la tache laser devient suffisamment élevée pour atteindre des températures d'évaporation de certains éléments de l'alliage. Afin de limiter cette intensité centrale, l'utilisation d'un diamètre focalisé plus important est proposée. Cette augmentation aura pour effet de mieux répartir l'énergie dans le plan de construction, tout en permettant d'augmenter l'écart vecteur, qui est lié au diamètre focalisé [133]. Pour un acier 316L, Schleifenbaum *et al.* [133] montrent une augmentation de la vitesse de construction théorique de 1,4 à 8 mm³/s avec un diamètre focalisé de 800 µm et une puissance laser de 500 W.

Les travaux de Buchbinder *et al.* [117] sur un alliage d'aluminium AlSi10Mg ont montré une augmentation de la vitesse de construction de 5 mm³/s à 21 mm³/s en utilisant une source laser de 1 kW avec un diamètre focalisé de 100 µm. Pour une épaisseur de couche constante de 50 µm ils augmentent la vitesse de balayage de 50 mm/s à 2100 mm/s en utilisant une puissance de 900 W au lieu de 150 W. Les auteurs indiquent cependant que l'augmentation de la puissance laser dans ces conditions de faisceau focalisé fin pourrait n'être que compatible avec des matériaux avec une bonne conductivité thermique.

L'augmentation de la puissance laser, couplée avec une augmentation du diamètre focalisé peut-être bénéfique à la productivité car elle permet de travailler avec l'ensemble des paramètres de fabrication augmentés, tel que démontré par Bremen *et al.* [134] sur de l'Inconel 718. Les auteurs atteignent une augmentation de la vitesse de construction de 3.84 mm³/s à 30 mm³/s en adaptant la puissance à 2 kW, l'épaisseur de couche à 150 µm et la vitesse de balayage à 400 mm/s.

1.3.3.2.2 Augmentation de l'épaisseur de couche :

L'augmentation de l'épaisseur de couche est considérée comme l'un des leviers d'amélioration de la productivité les plus prometteurs. En effet, augmenter l'épaisseur de couche permet de diminuer le nombre d'opérations d'étalement ainsi que de fusion. Les études menées jusqu'alors ont permis de mettre en évidence l'intérêt en termes de productivité de cette démarche, tel que présenté dans le Tableau 1-6 résumant les principales études et le gain associé en termes de vitesse de construction théorique.

Tableau 1-6 : Synthèse des principales études portant sur l'augmentation de l'épaisseur de couche dans un objectif de gain de productivité.

Etude	Matériau	Vitesse de construction théorique atteinte (épaisseur de couche)	Vitesse de construction théorique de référence (épaisseur de couche)	Commentaire
Ma <i>et al.</i> [135]	1Cr18Ni9Ti	n.c. (150 μm)	n.c. (60 μm)	Densité 99,3 – 99,8 %
Shi <i>et al.</i> [136]	Ti-6Al-4V	7,2 mm^3/s (200 μm)	0,45 – 4,5 mm^3/s (30 – 50 μm)	Densité 99,97 - 99,99 %
Schleifenbaum <i>et al.</i> [137]	316L	16,8 mm^3/s (200 μm)	0,8 – 1,4 mm^3/s (n.c.)	Densité >99 % Diamètre focalisé de 1 mm
Shi <i>et al.</i> [138]	316L	9 mm^3/s (250 μm)	1,2 mm^3/s (50 μm)	Densité 98,1 - 99,99 %
Leicht <i>et al.</i> [139]	316L	Réf x 4 (80 μm)	Réf (20 μm)	Densité = 99,9 % Défauts de LoF sur certains échantillons pour 80 μm d'épaisseur de couche
Wang <i>et al.</i> [100]	316L	12 mm^3/s (150 μm)	0,9 – 4,13 mm^3/s	Densité 99,99 % $d_{50} = 18 \mu\text{m}$ Laser pulsé
Paradise <i>et al.</i> [140]	Inconel718	+67 % (80 μm)	Réf (30 μm)	Densité > 99 %
Sinico <i>et al.</i> [141]	M789 maraging steel	> 8,97 mm^3/s (120 μm)	4,7 mm^3/s (60 μm)	Densité = 99,6 %

L'augmentation de l'épaisseur de couche permettrait d'améliorer l'absorption du faisceau laser par le lit de poudre [142], ce qui présente un intérêt en termes d'efficacité énergétique. L'étude menée par Paradise *et al.* [140] a permis de montrer une réduction de la densité d'énergie volumique nécessaire pour former des échantillons de densité > 99.9 %, avec 49 J/mm³ pour une épaisseur de couche de 80 μm contre 56 J/mm³ et 93 J/mm³ pour 60 μm et 30 μm respectivement. Leicht [143] a pu faire ce même constat dans le cas du 316L avec 38 contre 58 J/mm³ pour respectivement 80 et 20 μm d'épaisseur de couche. De même pour Engelhardt *et al.* [128] pour de l'AlSi10Mg, avec une plage de fabricabilité de respectivement de 20 à 29 J/mm³ et de 28 à 58 J/mm³ pour une épaisseur de couche de 90 et 60 μm .

Cependant, l'augmentation de l'épaisseur de couche favorise l'apparition de régimes instables, notamment le phénomène d'ondulation du bain de fusion menant aux phénomènes de *humping* et de *balling*. Ceci est lié au contact du bain de fusion qui présentera un angle de contact élevé avec la couche sous-jacente à densité d'énergie équivalente en comparaison à une épaisseur de couche plus faible [33].

Ma *et al.* [135] ont fabriqué des pièces en 1Cr18Ni9Ti avec des épaisseurs de couche allant de 60 à 150 μm . Ils augmentent ainsi la productivité de l'ordre de 10 à 20 fois en comparaison aux valeurs de référence présentées. Ils observent cependant que les porosités gazeuses présentes dans le bain de

fusion n'ont pas le temps de s'échapper. En effet, l'augmentation de l'épaisseur de couche, accompagnée de l'adaptation des autres paramètres de fabrication mènent à une augmentation de la dimension du bain de fusion. Ceci, avec une vitesse de balayage augmentée 10 à 20 fois, ne laisse pas suffisamment de temps aux porosités présentes dans le bain de fusion de s'échapper. Ces porosités proviennent notamment des particules de grandes dimensions, au sein desquelles du gaz a été piégé lors de l'atomisation.

La présence de manque de fusion, ayant pu être observée par Leicht *et al.* [139], liée à un mauvais recouvrement entre les cordons où à des cordons instables, peut être réduite en ajustant les paramètres de fabrication, comme ont pu le démontrer Shi *et al.* pour une épaisseur de couche de 200 μm [136].

Popovich *et al.* [144] réalisent dans leur étude des échantillons d'Inconel 718 avec deux épaisseurs de couche, une première valeur conventionnelle de 50 μm et une seconde valeur de 100 μm . Ils mettent en avant la dépendance de la microstructure à l'épaisseur de couche, avec la formation de grain colonnaires pour une épaisseur de couche augmentée. L'usage de différentes épaisseurs de couche au sein d'une même pièce permettrait ainsi de réaliser un gradient de propriétés, *cf.* Figure 1-23. D'autres auteurs, tels que Wang *et al.* [145] ne constatent pas de différence entre des échantillons en 316L réalisés avec une épaisseur de couche de 150 μm et les données de la littérature pour des épaisseurs de couche conventionnelles (30 – 60 μm). Une étude comparative récente concernant l'Inconel 718 à des épaisseurs de couche de 30, 60 et 80 μm ne montre pas d'effet significatif de l'épaisseur de couche sur le module de Young [140]. Cependant, les auteurs identifient une diminution significative de la limite élastique et de contrainte à rupture, la densité moyenne des échantillons n'étant cependant pas affectée mais présente une dispersion plus élevée. De plus, la rugosité moyenne des échantillons est dégradée [140].

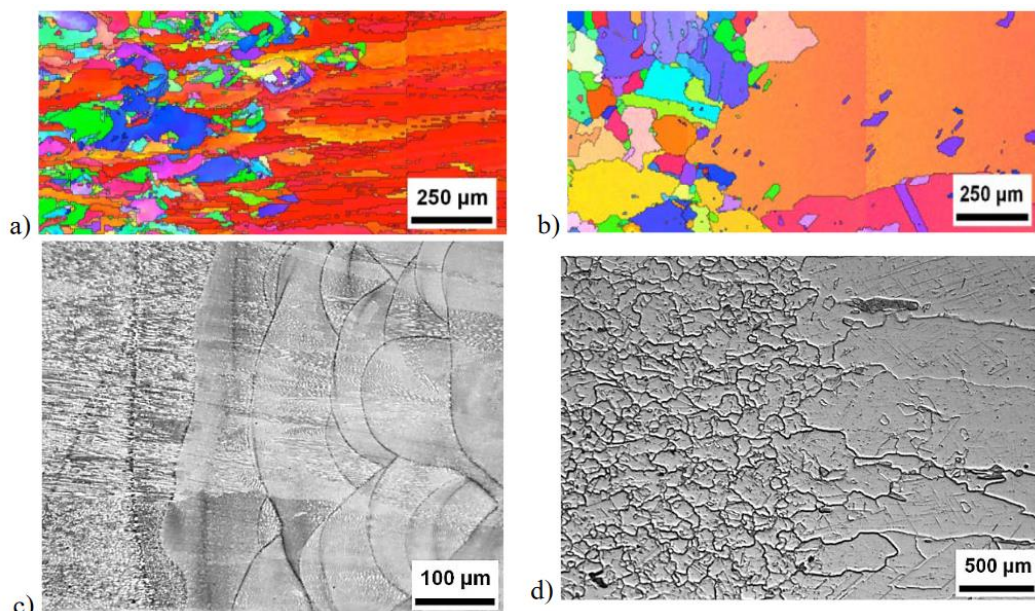


Figure 1-23 : Microstructures obtenues pour une fabrication avec une épaisseur de couche variable au sein d'une même pièce. (a) et (c) correspondent au matériau brut de fabrication avec une transition entre une épaisseur de couche de 50 μm (à gauche) et 100 μm (à droite). (b) et (c) correspondent à un échantillon après un traitement HIP. Figures issues de Popovich *et al.* [144]

Une étude récente de Raza *et al.* [146] montre au travers de l'impression d'Hastelloy X à des épaisseurs de couche de 80, 120 et 150 μm que l'augmentation de l'épaisseur de couche entraîne une augmentation du nombre et de la taille des projections issues du bain de fusion.

1.3.3.2.3 Augmentation du diamètre de la tache laser dans le plan de construction

Comme il a pu être évoqué précédemment, un autre levier d'amélioration de la productivité consiste à augmenter le diamètre du faisceau dans le plan de construction. Pour ce faire, il est possible de modifier la chaîne optique afin de d'adapter le diamètre focalisé, ceci permettant de conserver une qualité de faisceau optimale dans le plan de construction [137]. Il est aussi possible de défocaliser le faisceau, ce qui a pour effet d'augmenter le diamètre de la tache laser dans le plan de construction [24].

Pour la défocalisation, il est possible de placer le plan de focalisation soit au-dessus (défocalisation positive), soit en dessous du plan de construction (défocalisation négative). L'effet de la défocalisation a été étudié par Metelkova *et al.* [24] sur du 316L, montrant l'influence du signe de la défocalisation et notamment de l'impact de la convergence ou divergence du faisceau sur la morphologie du bain de fusion, *cf.* Figure 1-24. Les auteurs montrent que l'usage d'une défocalisation positive permet d'atteindre une vitesse de construction théorique, sur un cordon, de 18,8 mm^3/s , ce qui correspond à une augmentation de 9,4 fois la valeur de référence dans leur étude. Dans ces conditions le diamètre défocalisé dans le plan de construction présente un diamètre d'environ 262 μm contre 60 μm pour le diamètre focalisé.

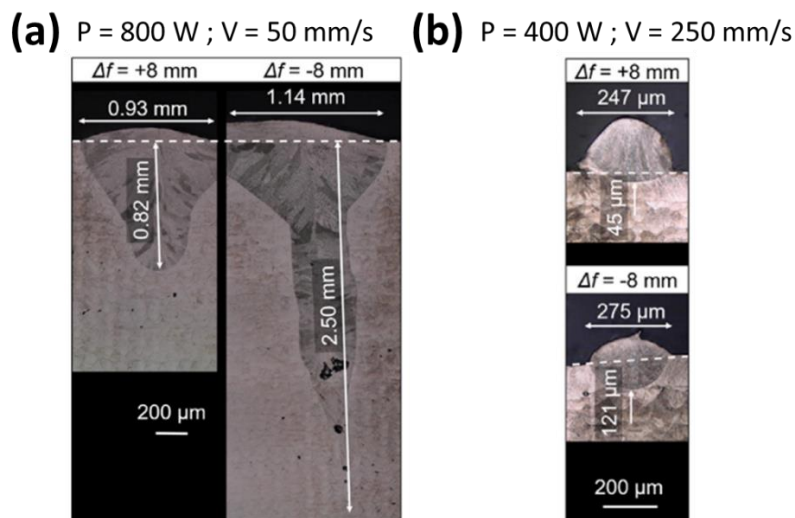


Figure 1-24 : Coupes transversales de cordons en 316L pour une défocalisation du faisceau de +8 mm (au-dessus du plan de construction) et de -8 mm (en dessous du plan de construction) dans une configuration de (a) P = 800 W et V = 50 mm/s et (b) P = 400 W et V = 250 mm/s. Figure issue de Metelkova *et al.* [24].

La défocalisation n'est cependant pas toujours possible. En effet, elle nécessite une chaîne optique permettant une adaptation de la distance focale, ce qui est le plus souvent obtenu par une lentille de focalisation dynamique (Dynamic Focus Module). Dans le cas d'une configuration machine à distance focale fixe, ce qui est le cas des systèmes utilisant des lentilles F-theta, il est nécessaire de déplacer le plan de construction, c'est-à-dire de surélever ou d'abaisser le plateau lors de l'opération de fusion.

1.3.3.2.4 Stratégie de fabrication impliquant des épaisseurs de couche variables

Dans le cas d'une augmentation de l'épaisseur de couche, une dégradation de l'état de surface est attendue, de même qu'une perte de précision dimensionnelle. Afin de pallier ces inconvénients, une stratégie de fabrication en *peau-noyau* (aussi appelée *skin-core* ou *hull-bulk*) a été proposée par Schleifenbaum *et al.* [137]. Cette stratégie consiste à réaliser des épaisseurs de couche standards, où les contours de la pièce seront fusionnés à chaque couche et où le corps de la pièce sera fusionné toutes les n couches, cf. Figure 1-25.

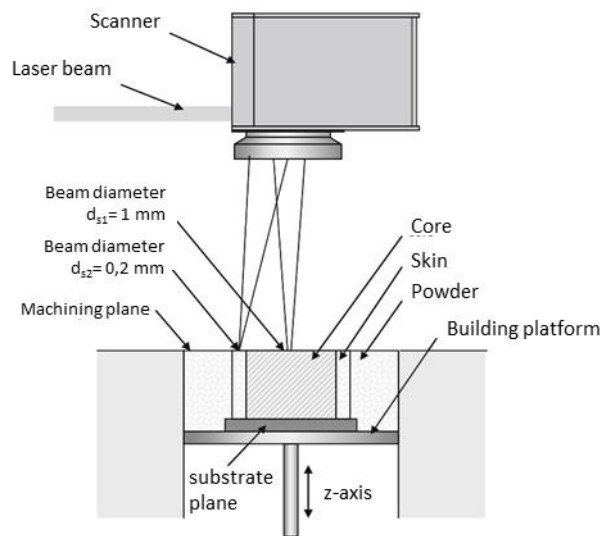


Figure 1-25 : Schéma de principe de la stratégie de construction en peau-noyau. Figure issue de Schleifenbaum *et al.* [137]

La fabrication à une épaisseur de couche standard de la peau permet de conserver un bon état de surface et une bonne précision dimensionnelle. Tandis que le corps de la pièce est imprimé avec des paramètres adaptés à une épaisseur de couche plus importante, permettant de gagner en vitesse de construction. L'association des deux paramètres permet de diminuer le temps de fabrication global de la pièce.

Cette démarche a été étudiée par plusieurs auteurs, avec notamment l'utilisation de systèmes multi-lasers, permettant d'alterner entre un faisceau fin pour la fabrication du contour et un faisceau élargi de plus forte puissance pour le corps de la pièce [137]. Pour des alliages d'acier, Bremen *et al.* indiquent une augmentation de la vitesse de construction théorique de 400 % en appliquant cette méthode. En effet la vitesse de construction de la peau est de $3 \text{ mm}^3/\text{s}$ et du noyau est de $16 \text{ mm}^3/\text{s}$ ce qui amène à une vitesse de $12 \text{ mm}^3/\text{s}$.

Cette démarche peau-noyau peut être associée à une défocalisation pour réaliser la fusion du corps de la pièce, ce qui permet de n'utiliser qu'un seul faisceau laser, comme ont pu le montrer Metelkova *et al.* [24]. Plus récemment, de Formanoir *et al.* [147] ont démontré la possibilité de mettre en œuvre la stratégie *peau-noyau* en utilisant un seul faisceau focalisé, pour fusionner des épaisseurs de couche de 30 et 90 μm correspondant à la peau et au noyau. Les auteurs mettent en avant l'importance d'optimiser l'interface entre la peau et noyau, où des manques de fusion peuvent se former. Les auteurs montrent aussi que cette stratégie n'est pas adaptée à toutes les géométries de pièces, et que le gain de productivité dépend du ratio entre les trajectoires de contour et celles de remplissage.

Comme il a pu être vu précédemment, l'augmentation de l'épaisseur de couche entraîne une modification de la microstructure. La prise en compte de cet effet permet d'envisager des pièces avec un gradient de propriétés. Dans ses travaux de thèse, Leicht a développé une démarche d'épaisseur de couche variables avec un cas d'application sur une pièce réelle [143]. Cette démarche permet de diminuer le temps d'impression global en utilisant des combinaisons de paramètres à forte productivité dans certaines portions de la pièce, cf. Figure 1-26 [143].

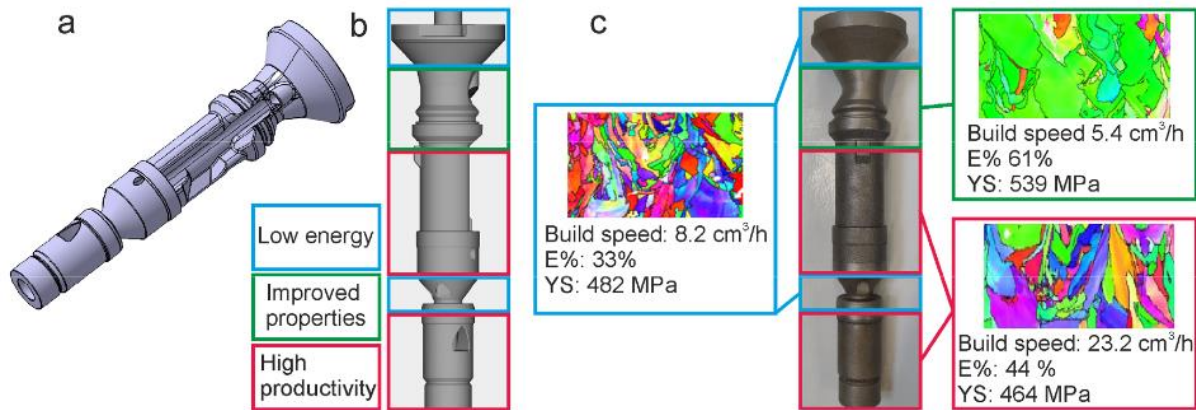


Figure 1-26 : Cas d'application d'une stratégie permettant de moduler les propriétés mécaniques de la pièce par tronçon. Les segments en rouge sont réalisés avec une épaisseur de couche de 80 μm dans l'optique de réduire le temps d'impression global de 46% pour 9 pièces par plateau. Figure issue de Leicht [143].

1.3.3.2.5 Effets indésirables de l'adaptation paramétrique

L'augmentation de la productivité pouvant être obtenue à iso densité d'énergie volumique s'accompagne d'adaptation d'autres paramètres de fabrication, notamment la vitesse de balayage, l'épaisseur de couche et l'écart vecteur. Letenneur *et al.* [74] montrent que cette adaptation mène à une dégradation de l'état de surface et de la densité de la pièce, cf. Figure 1-27.

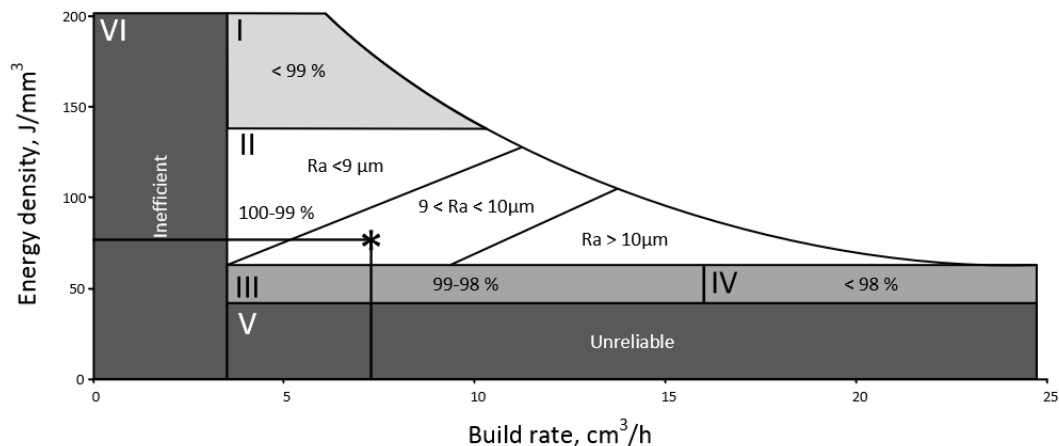


Figure 1-27 : Carte de procédé indiquant le compromis entre productivité, densité et état de surface appliqué à une poudre de fer atomisée à l'eau. Figure issue de Letenneur *et al.* [74].

Pour certaines industries, utilisant des pièces frittées, un taux de porosité de l'ordre de 1 à 5 % peuvent être acceptable. Ainsi, des démarches d'augmentation de la productivité pour le procédé PBF-LB pourraient trouver leur place pour la production de pièces à destination de ces industries [143,148].

1.3.3.3 Autres leviers de productivité liés au procédé

1.3.3.3.1 Élargissement de la distribution de taille des particules

Modifier l'étendue de la distribution de taille (*span*) permet de valoriser une part plus large de la production de poudre, comme il a été abordé dans la Section 1.2.1.2.

Shi *et al.* montrent la possibilité d'utiliser une poudre de TA6V de granulométrie 53 – 106 μm , avec une épaisseur de couche de 200 μm et un diamètre de faisceau focalisé de 200 μm [136]. Les résultats de cette étude montrent qu'il est possible d'obtenir une densité de 99,9 % et d'atteindre une vitesse de construction de 7,2 mm^3/s , ce qui équivaut, selon les auteurs à une augmentation de 2 à 9 fois les vitesses usuelles pour des machines industrielles. Cette granulométrie présente l'avantage d'être, selon les auteurs, entre 30 et 50% moins coûteuse qu'une granulométrie standard utilisée pour le procédé PBF-LB. Ils notent un effet de l'épaisseur de couche sur la rugosité de la pièce, qui est plus élevée que pour des mises en couche fines. Cependant ils n'observent pas d'effet significatifs sur les propriétés en traction du matériau par rapport à celles obtenues pour des couches fines. Les auteurs mettent en avant l'intérêt en terme de productivité et de coût de la matière première de cette approche dans le cadre de la fabrication de pièce ayant peu d'exigence concernant l'état de surface [136].

1.3.3.3.2 Adaptation du gaz d'inertage

Le gaz inerte utilisé lors de la fabrication permet de limiter l'oxydation des pièces, mais permet aussi de dissiper par convection forcée une partie du flux thermique émis par le bain de fusion. Puzon *et al.* [149] montrent qu'il est possible d'augmenter la vitesse de construction du TA6V jusqu'à 44% en utilisant un mélange de gaz hélium-argon comme gaz d'inertage dans l'enceinte. Cette amélioration est liée à une meilleure dispersion de la plume laser et à la conductivité thermique de l'hélium qui sont plus intéressantes que celles de l'argon.

1.3.3.3.3 Limitation de la quantité de support

Les supports de fabrication remplissent trois fonctions principales : ils supportent la construction des parties de pièce en surplomb, ils permettent la dissipation thermique et ils permettent de limiter la déformation de la pièce sous l'effet des contraintes résiduelles. Ces supports, s'ils sont mal optimisés, représentent une triple perte : ils constituent un volume de poudre fusionné qui sera retiré et mis au rebus, ils nécessitent un temps de fusion et nécessitent un temps de post-traitement pour reprendre les marques laissées sur les pièces après retrait des supports.

Une optimisation du procédé et des paramètres de fusion, associé à une gestion thermique de la pièce permet de limiter la quantité de support. De plus, une bonne gestion de la stratégie de fabrication des surfaces en surplomb permet de limiter le recours aux supports. Une diminution de la quantité de support réduira le temps de fabrication global.

Dans le cas de la réalisation de plusieurs pièces sur un même plateau, des optimisations dans le placement des supports permettent de réaliser une imbrication 3D (*nesting*) des pièces afin de maximiser le nombre de pièces par fabrication.

1.3.4 Optimisations et innovations concernant la chaîne de valeur du procédé PBF-LB

Comme évoqué en introduction de la Section 1.3, la productivité du procédé PBF-LB ne se limite pas à l'opération de fabrication de la pièce. Il existe un ensemble d'innovations et d'optimisations permettant d'améliorer la productivité globale, dans un cadre de production industrielle.

En amont de la fabrication, les opérations de conception sont associées à des boucles de validation intégrant des simulations du procédé tenant compte des paramètres de fabrication, ce qui permet de fiabiliser la fabrication, limitant ainsi le risque d'arrêt de production. Ces solutions sont intégrées dans une suite logicielle, permettant de réaliser des adaptations facilement et d'assurer une traçabilité des opérations préfabrication. Les fournisseurs de solutions logiciel réalisent des optimisations de leurs algorithmes de calcul des trajectoires, afin d'itérer plus rapidement sur la préparation du fichier de fabrication, mais aussi pour ordonnancer de la manière la plus efficace possible les trajectoires du/des lasers. Ces solutions permettent de gagner en efficacité et en fiabilité dans le cadre de la production de pièces en série.

L'opération des machines PBF-LB s'accompagne d'un nombre important de manipulation par l'opérateur, afin de préparer la machine pour la fabrication, pour son opération, puis pour le déchargement et le nettoyage avant la prochaine fabrication. Afin de réduire les temps non productifs, des développements de lignes automatisées sont en cours chez des fabricants de machine afin de proposer une automatisation des opérations de manutention des plateformes de fabrication, de dépoudrage, de tamisage ou encore de retrait des supports. Les systèmes de gestion de la poudre (alimentation, séchage, recyclage par tamisage) en boucle fermée sont proposés pour des machines destinées à la production en série.

1.4 L'utilisation de mélanges de poudres

Il est connu depuis longtemps que le recours à un mélange de petites et de grandes sphères permet d'augmenter la densité de l'ensemble [150]. Cette connaissance correspondait initialement à l'empilement idéalisé de deux distributions de sphères de taille homogène. Ici, l'augmentation de la densité se fait par l'insertion des sphères de petit diamètre dans une matrice formée par des sphères de grand diamètre [148]. Un ensemble idéalisé de sphères de taille homogène forme un empilement compact suivant un réseau cubique face centré, dont la fraction volumique est égale à $\eta_{fcc} = \pi/3\sqrt{2} = 0,74$. Ainsi, en considérant cet empilement compact, un ratio de taille idéal a pu être déterminé par des considérations géométriques, correspondant à la taille maximale des sphères de petit diamètre pour qu'elles puissent percoler au travers de la matrice de grandes sphères et remplir les vides, ce ratio de taille est de $1/(2/\sqrt{3} - 1) = 6,46$ [151]. Les deux populations de sphères sont mélangées en respectant une proportion volumique de sphère de petite taille X_f . Comme il peut être observé sur la Figure 1-28, l'augmentation de densité est supérieure à une loi des mélanges et passe par un maximum pour une proportion de particules fines X_f^* .

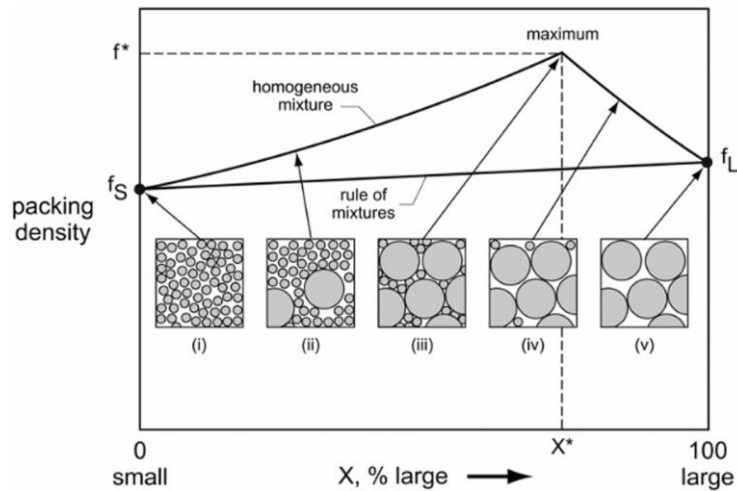


Figure 1-28 : Relation idéalisée de l'augmentation de la densité d'un mélange de poudre en fonction de sa proportion de particules fines. Figure issue de German [152].

Cette vision idéalisée d'un mélange a été testée expérimentalement par différents auteurs [151–153], et notamment par McGeary avec des essais de mélange binaires de sphères de diamètres variables dans une colonne en verre. Ces essais ont permis de montrer l'effet du ratio de taille et de la proportion de sphère de petite taille X_f (corollaire de la proportion des sphères de grande taille) influencent le gain de densité du mélange. Un ratio de taille idéal de 1:7 et une proportion idéale de $X_f^* = 30\%$ ont été identifiés, permettant d'augmenter la densité de 30 %.

Au-delà de leur intérêt mathématique et physique, ces mélanges trouvent un intérêt dans les domaines industriels utilisant des poudres, afin de former des ensembles denses.

1.4.1 Métallurgie des poudres

Le mélange de poudre a été proposé pour améliorer la compacité d'une poudre pour obtenir une pièce à vert de densité plus élevée [154]. En effet l'ajout de particules fines permet de générer plus de "necking", réduisant le retrait des pièces lors du frittage [155]. Cependant, la différence de taille entre les particules, si elle est trop importante, peut amener à la formation de pores et de fissures lors de l'opération de frittage en raison des différences de cinématique de frittage des particules [152].

1.4.2 Utilisation des mélanges de poudres dans les procédés de fabrication additive

Dans les procédés de fabrication additive, les mélanges de poudres ont pu être utilisés pour la formation d'un alliage *in situ* à partir du mélange de deux poudres élémentaires (ou pré-alliées) et pour une optimisation du procédé. La recherche d'augmentation de la compacité de la poudre vise à améliorer les performances du procédé, principalement au travers d'un mélange de poudres d'un même matériau.

1.4.2.1 Les mélanges de poudres dans une démarche d'alliage *in situ*

Cette démarche consiste à utiliser deux (ou plus) poudres élémentaires, qui seront mélangées afin de représenter la composition chimique de l'alliage souhaité. Ensuite, ce mélange de poudres est fondu, dans le procédé, et les éléments chimiques homogénéisés dans le bain de fusion, formant ainsi un matériau allié.

Comme il a été vu au début de ce chapitre, les procédés additifs utilisant des poudres métalliques correspondent aux procédés de dépôt direct d'énergie (DED-p) et aux procédés lit de poudre.

Schneider-Maunoury *et al.* [156] montrent la possibilité de réaliser un mélange de poudre dans le procédé DED-CLAD, par une injection différentielle de deux poudres élémentaires dans la buse de dépôt. Dans ce cas, les paramètres pilotant la distribution des poudres permettent de contrôler la proportion d'une poudre par rapport à une autre, ouvrant la possibilité de réaliser des pièces avec un gradient de composition chimique. Pour le procédé PBF-LB, le mélange de poudre a pu être utilisé par Fischer *et al.* [157] afin de former un alliage de titane à bas module d'élasticité Ti-26Nb pour des applications biomédicales. Dans le cas du procédé PBF-LB, les deux poudres doivent être mélangées et homogénéisées en dehors de la machine, avec un mélangeur tridimensionnel. Une fois placé dans la machine, la composition du mélange ne peut pas être adaptée. Fischer *et al.* [157] ont pu montrer, au travers de l'impression de capsules de poudres, et avec une mesure par tomographie rayons-x, que le lit de poudre est homogène en termes de répartition des deux poudres, suivant le ratio de mélange.

1.4.2.2 Démarche d'amélioration des performances des procédés additifs

Dans cette section, l'accent sera mis sur les procédés lit de poudre, qui sont au cœur du sujet de ces travaux de thèse. De plus, les mélanges de poudres de même matériau mais de granulométries différentes seront considérés. Il a été noté que peu d'études sont disponibles dans la littérature à ce sujet.

L'utilisation d'un mélange de poudre a été proposée par Karapatis et Egger [158] comme un moyen d'augmenter la compacité du lit de poudre dans le cadre du procédé PBF-LB. Comme il a été vu dans les sections précédentes, une augmentation de la compacité de la couche de poudre pourrait avoir comme effet d'augmenter l'absorption de cette dernière et ainsi d'améliorer l'efficacité du procédé [109]. Dans leurs travaux, Karapatis et Egger [158] utilisent des poudres atomisées présentant des distributions granulométriques polydispersées et montrent qu'il est possible d'augmenter la densité du matériau poudre avec un ratio de taille idéal de 1:10 et une proportion de poudre fine de 30 %. Cependant, pour la formation d'une couche de poudre, ils mettent en avant l'impact négatif des effets de murs, créant des vides pouvant contribuer jusqu'à 40 % de la porosité de la couche de poudre. Cet impact délétère est cependant atténué avec une augmentation de l'épaisseur de couche.

Pour les procédés additifs lit de poudre impliquant une opération de frittage, le procédé de Binder Jetting permet d'obtenir une image de la compacité du lit de poudre à partir de la compacité de la pièce à vert. Clares *et al.* [158] ont montré qu'il est possible d'augmenter la densité des pièces frittées à l'aide de poudres de distribution bimodale. Ils montrent une amélioration de la densité de la pièce à vert, passant de 50 % à 70 % de compacité, ce qui est, selon les auteurs, lié à l'augmentation de la densité du lit de poudre. Les auteurs relèvent aussi une diminution du retrait et une amélioration de l'état de surface lors de l'opération de frittage. Toujours sur le procédé de Binder Jetting, Bai *et al.* [159] montrent l'effet de la taille des particules et du ratio de taille sur l'amélioration de la densité des pièces et de la coulabilité de la poudre. Ils ne trouvent pas d'amélioration dans le cas d'un mélange $d_{50} = 15 \mu\text{m} + d_{50} = 75 \mu\text{m}$, mais mesure une amélioration de 12,5 % de la densité dans le cas d'un mélange $d_{50} = 5 \mu\text{m} + d_{50} = 30 \mu\text{m}$. Pour le procédé de frittage laser sélectif (SLS), Zhu *et al.* [99] montrent l'impact de la densité apparente de la poudre sur la densité finale d'une pièce frittée. Pour cela ils réalisent des mélanges de distributions bimodales et tri-modales à partir de poudres de Cu, de Cu-Ni pré-allié et de SCuP comme liant. Ils montrent que l'augmentation de la densité apparente du matériau poudre améliore la densité des pièces frittées.

Concernant le procédé PBF-LB, les études ont principalement porté sur l'utilisation de mélanges de poudres comprenant une poudre de granulométrie standard (entre 15 et 53 μm) et une poudre plus fine ($< 20 \mu\text{m}$) dans le but d'améliorer la densité des pièces fabriquées. Dans leurs travaux, Haferkamp *et al.* [83] utilisent un mélange de poudre $d_{50} = 60 \mu\text{m} + d_{50} = 20 \mu\text{m}$ et n'observent pas d'amélioration de la densité des pièces fabriquées. Coe et Pasabani [160] étudient la densité des pièces fabriquées à partir d'un mélange de poudre $d_{50} = 36 \mu\text{m} + d_{50} = 5.5 \mu\text{m}$. Ils observent une augmentation de la densité des pièces de 2 % pour des *DEV* faibles, mais n'observent pas d'amélioration lorsque la *DEV* utilisée est suffisamment importante. Schaak *et al.* [161] rapportent que pour le mélange d'une poudre d'Hastelloy X de granulométrie 15 – 45 μm et une poudre de WC-Co de granulométrie 2 – 10 μm , une proportion de poudre fine de 5 et 10 wt% dégradent la coulabilité. Dans une étude récente, Farzadfar *et al.* [162] montrent que l'utilisation d'un mélange de poudre d'Inconel 718 de tailles $d_{50} = 35 \mu\text{m} + d_{50} = 10 \mu\text{m}$ permet d'améliorer la vitesse de construction de 16,6 % pour une épaisseur de couche de 40 μm . Cette amélioration de la vitesse de construction est associée à l'augmentation de la vitesse de balayage. Les auteurs associent une augmentation de l'absorption du faisceau par la couche de poudre, ce qui rend le procédé plus efficace. De la même manière, Zhang *et al.* [163] indiquent une augmentation de l'absorption du faisceau laser grâce à la présence des particules fines dans le mélange.

Les procédés lit de poudre présentent cependant des contraintes limitant le choix de la taille des poudres pouvant être utilisé dans un mélange. En effet, comme il a été abordé ci-dessus, si un ratio de taille élevé est bénéfique pour la densité du matériau poudre, il s'avère difficile de le mettre en place pour une épaisseur de couche d'une centaine de micron. Aussi, il est en pratique difficile, ou coûteux d'obtenir des poudres de distribution de taille homogène et de suffisamment fine pour remplir des conditions de taille d'un ratio de taille 1:7 ou 1:10. De plus, lorsque les particules sont trop fines, elles ont tendance à former des agrégats [99].

1.5 Conclusion partielle

Dans ce premier chapitre, un état de l'art a été réalisé afin d'aborder au mieux le sujet global d'amélioration de la productivité du procédé PBF-LB.

Cet état de l'art a porté sur le procédé PBF-LB, depuis la physique du procédé jusqu'aux caractéristiques finales des pièces fabriquées. L'influence des principaux paramètres de fabrication sur la qualité des pièces a été détaillée. La production des poudres métalliques et les enjeux liés à leur caractérisation ont été présentés, permettent d'identifier les besoins spécifiques au procédé PBF-LB, notamment en termes de caractérisation du processus d'étalement. En ce qui concerne la productivité, il a pu être constaté que la recherche de son amélioration est un sujet très présent dans la littérature et de nombreuses pistes sont explorées pour rendre le procédé plus performant. Parmi ces démarches, l'augmentation de l'épaisseur de couche est considérée comme un levier de productivité important. Cet état de l'art a permis d'identifier le recours à des mélanges de poudres comme étant une démarche potentielle d'amélioration de la productivité et de valorisation des poudres, répondant ainsi au besoin industriel de cette thèse.

Au travers de ces travaux de thèse, il est souhaité d'apporter une contribution à l'état de l'art en développant l'utilisation des mélanges de poudres dans le procédé PBF-LB. Au regard des connaissances actuelles sur le procédé et sur les propriétés des poudres mélangées, il apparaît que leur utilisation présentera des différences notables quant à la mise en œuvre par le procédé, en

comparaison des poudres conventionnellement utilisées. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de la composition d'un mélange de poudres sur ses propriétés et sur son application dans le procédé PBF-LB. Pour ce faire, le travail réalisé a été divisé en trois parties, correspondant respectivement à la caractérisation du matériau poudre *ex situ*, puis à l'étude de son étalement *in-situ* pour enfin finir par sa mise en œuvre dans une machine industrielle et la réalisation d'échantillons.

Tout d'abord, la réalisation d'un mélange de poudres implique un choix de la taille et de la proportion des poudres qui le composent. Comme il a pu être vu au cours de ce premier chapitre, les mélanges de poudre ont principalement été étudiés dans le cadre de matériaux modèles et il existe peu d'études portant sur leur application pour le procédé PBF-LB. Ainsi, le Chapitre 2 portera sur la caractérisation des mélanges de poudres à partir de poudres provenant du processus d'atomisation gazeuse. L'influence du ratio de taille et de la proportion de particules fines sur les propriétés comportementales du mélange de poudres sera étudiée, et les implications pour leur usage dans le procédé PBF-LB seront discutées.

À ce jour, peu d'études portent sur la caractérisation expérimentale de l'étalement des poudres et sur la caractérisation de la couche de poudre dans le procédé PBF-LB. Ainsi, dans un second temps, le processus d'étalement des poudres sera étudié. Dans le Chapitre 3, une méthode de caractérisation d'une couche de poudre sera proposée et les biais liés à cette méthode seront évalués et discutés. Le comportement à l'étalement des mélanges de poudres sera étudié, et les implications pour le procédé seront discutées.

Enfin, ce chapitre a permis d'identifier quels étaient les éléments déterminants dans la fabrication PBF-LB. Plusieurs études portent sur l'augmentation de l'épaisseur de couche comme levier pour le gain de productivité. De plus, les études portant sur les mélanges de poudre se sont concentrées sur le mélange d'une poudre standard avec une poudre plus fine. Le Chapitre 4 portera sur la mise en œuvre d'un mélange de poudres, précédemment identifié, et sur l'étude du gain de productivité pouvant ainsi être obtenu tout en minimisant les défauts générés.

Chapitre 2 : Caractérisation et comportement des mélanges de poudres

2.1 Introduction

Les poudres conventionnellement utilisées dans le procédé PBF-LB présentent des tailles de particules comprises entre 15 et 63 μm (cf. Section 1.2.2.1.1). L'objectif principal de cette thèse est de développer l'utilisation de mélanges de poudres comprenant des particules de taille supérieure à ces tailles standard. Afin d'aborder cette démarche de valorisation, il est essentiel de déterminer l'adéquation des poudres au procédé PBF-LB en étudiant leurs propriétés. Dans cette section, les poudres seront caractérisées au regard de leur distribution de taille des particules, leurs densités et de leurs propriétés d'écoulement. Cependant, comme il a été abordé dans la Section 1.2.3.2.2, il n'est pas trivial de définir des critères quantitatifs pour établir un cahier des charges d'une poudre destinée au procédé PBF-LB. Ainsi, il est important de comparer les résultats obtenus à une poudre conventionnellement utilisée pour le procédé.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de la composition (tailles mélangées et proportion) d'un mélange de poudres de même nature sur ses propriétés de compaction et d'écoulement.

Pour cela, les méthodes de mesure et le matériel expérimental seront détaillés, puis les résultats des caractérisations sur les poudres et les mélanges de poudres seront présentés et discutés. Pour finir, les implications de ces résultats pour l'application de mélanges de poudres dans le procédé PBF-LB seront discutées.

2.2 Matériel et méthodes

2.2.1 Description des lots de poudre et préparation des mélanges

2.2.1.1 Description des lots de poudres réceptionnés

Pour les besoins de cette étude, plusieurs fractions granulométriques, représentant une vue d'ensemble du spectre granulométrique produit par l'atomisation, ont été fournies par la société Aubert et Duval. L'alliage d'acier inoxydable AISI 420 a été élaboré par le procédé *Electo Slag Heating* [164], puis atomisé à l'azote. Ce procédé d'atomisation produit des particules dans un gamme de taille allant de 1 μm à 500 μm . Plus de détails concernant cet alliage seront présentés dans la Section 4.2.1.

Les lots de poudre réceptionnés correspondent à des fractions granulométriques distinctes issues d'une séparation par tamisage. Pour les besoins de l'étude, les désignations suivantes seront utilisées pour nommer les fractions granulométriques réceptionnés :

- Poudre désignée "P1", issue d'un tamisage < 20 μm .
- Poudre désignée "P2", issue d'un tamisage > 20 μm et < 53 μm , il s'agit de la fraction granulométrique usuelle pour le procédé PBF-LB.
- Poudre désignée "P3", issue d'un tamisage > 53 μm et < 90 μm .
- Poudre désignée "P4", issue d'un tamisage > 90 μm et < 150 μm .

- Poudre désignée "P5", issue d'un tamisage > 150 µm.

Afin de simplifier le discours dans la suite du document, ces lots de poudre seront désignés comme des poudres de distribution de taille "monomodale" à la différence des mélanges de poudres correspondant à une distribution de taille "bimodale".

2.2.1.2 Description des mélanges de poudre réalisés

Pour cette étude, plusieurs mélanges de poudres ont été constitués. Pour un mélange, une poudre grossière (P_g) et une poudre fine (P_f) sont mélangées suivant un ratio de masse défini par la proportion massique de poudre fine X_f (en wt%). Les mélanges de poudres seront ainsi désignés sous la forme suivante $X_f P_f P_g$

Par exemple, 30P1P4 correspond à un mélange comprenant une proportion de poudre fine P1 de 30 wt% et le complément de la poudre grossière P4.

Un mélange est aussi caractérisé par le rapport de taille entre les poudres. Les poudres constituant le mélange ne sont cependant pas composées de particules de taille homogène, mais caractérisées par une distribution de taille. Ainsi, les diamètres médians d_{50} sont utilisés pour qualifier la taille des particules constituant une poudre. Le mélange est ensuite qualifié par le rapport des d_{50} des poudres constitutives du mélange, qualifié de *ratio* d_{50} (Équation 2-1).

$$ratio\ d_{50} = \frac{\text{diamètre médian poudre grossière}}{\text{diamètre médian poudre fine}} = \frac{d_{50\ P_g}}{d_{50\ P_f}} \quad (\text{Équation 2 - 1})$$

Les mélanges réalisés sont résumés dans le Tableau 2-1 avec les proportions de poudre fine X_f et les ratios de d_{50} correspondant.

Tableau 2-1 : Liste des mélanges réalisés avec les proportions de poudre fine X_f et leur ratio de d_{50} associé.

Désignation du mélange	Poudre fine P_f	Poudre grossière P_g	Proportion de poudre fine X_f (wt%)							Ratio de d_{50}
			0	20	30	40	60	80	100	
P1P3	P1	P3	0	20					100	4,32
P1P4	P1	P4	0	20	30	40			100	6,74
P2P4	P2	P4	0	20	30	40	60		100	2,72
P2P5	P2	P5	0	20		40	60		100	4,71
P3P5	P3	P5	0	20		40	60	80	100	2,70

Comme indiqué dans le Tableau 2-1, plusieurs mélanges ont été constitués avec pour chacun différentes proportions de poudre fine X_f . Les différents mélanges permettent d'obtenir des couples de mélanges comparables en termes de *ratio* d_{50} . C'est le cas pour les mélanges P1P3 et P2P5 avec un *ratio* $d_{50} \approx 4,5$ et pour les mélanges P2P4 et P3P5 avec un *ratio* $d_{50} \approx 2,7$. Le mélange P1P4 présente un *ratio* d_{50} proche de 7, qui est le ratio de taille proposé par McGeary [153]. Ce ratio de taille de 7 correspond à la taille limite pour qu'une particule fine puisse percoler dans un empilement compact (matrice ou squelette) de grandes particules de taille homogène. En mélangeant des poudres de distributions de taille resserrées (particules de tailles homogènes), McGeary montre qu'il est possible d'atteindre une compacité $\eta = 0,796$ [153].

Concernant les proportions de poudre fine, les valeurs testées englobent volontairement la valeur $X_f = 30$ wt% car elle est proposée dans la littérature comme étant une proportion permettant de former un mélange de densité maximale [151,153]. Dans le choix des proportions de poudre fine dans les mélanges, la proportion de la poudre P1 a été volontairement limitée à $X_f = 40$ wt% car il n'est pas de l'objet de l'étude de considérer des mélanges faisant intervenir en majeure partie des fractions granulométriques fines. En effet, cette fraction granulométrique pourrait être étalée à l'aide d'un système de rouleau dans le procédé PBF-LB, comme indiqué dans la Section 1.2.3.1.1.

2.2.1.3 Méthode de préparation des mélanges

Afin de minimiser l'impact du transport, entre le lieu de production et le laboratoire, sur l'homogénéité de taille des lots de poudre initialement réceptionnés dans des fûts étanche de 3,6 L (CurTec 7003), des petites quantités de poudre (15 mL) sont prélevées en variant les lieux de prélèvement dans le fût. La poudre prélevée est ensuite placée par sous lots de 2 kg dans des contenants étanches de 1 L (CurTec 4310) qui seront homogénéisés à l'aide d'un agitateur tridimensionnel Turbula T2F (WAB AG, Suisse) à une vitesse de rotation de 49 tr/min pour une durée de 30 minutes avant toute utilisation. La durée d'agitation a été définie à partir du savoir-faire antérieur du laboratoire établi dans le cadre de mélange de poudres élémentaires [157].

Pour réaliser un mélange, les quantités définies de poudre grossière P_g et de poudre fine P_f sont prélevées dans les poudres homogénéisées et placées dans un contenant de 1 L en respectant la proportion X_f (wt%) jusqu'à atteindre une masse de 2 kg de mélange. Puis ce mélange est homogénéisé avec la méthode décrite ci-dessus. Le mélange de poudre est ensuite prêt pour les prélèvements et les caractérisations.

2.2.2 Moyens de caractérisation des poudres

2.2.2.1 Analyse granulométrique et morphologique

2.2.2.1.1 Morphogranulomètre CAMSIZER

Les analyses granulométriques décrites dans ces travaux ont été réalisées à l'aide d'un instrument CAMSIZER XT (Retsch GmbH) à MetaFensch (IRT M2P, Uckange). Cet instrument est un morphogranulomètre et permet de mesurer la distribution de taille et les caractéristiques morphologiques des particules dans des classes de taille définies à l'aide de deux caméras et d'un logiciel d'analyse d'image dynamique, cf. Figure 2-1.

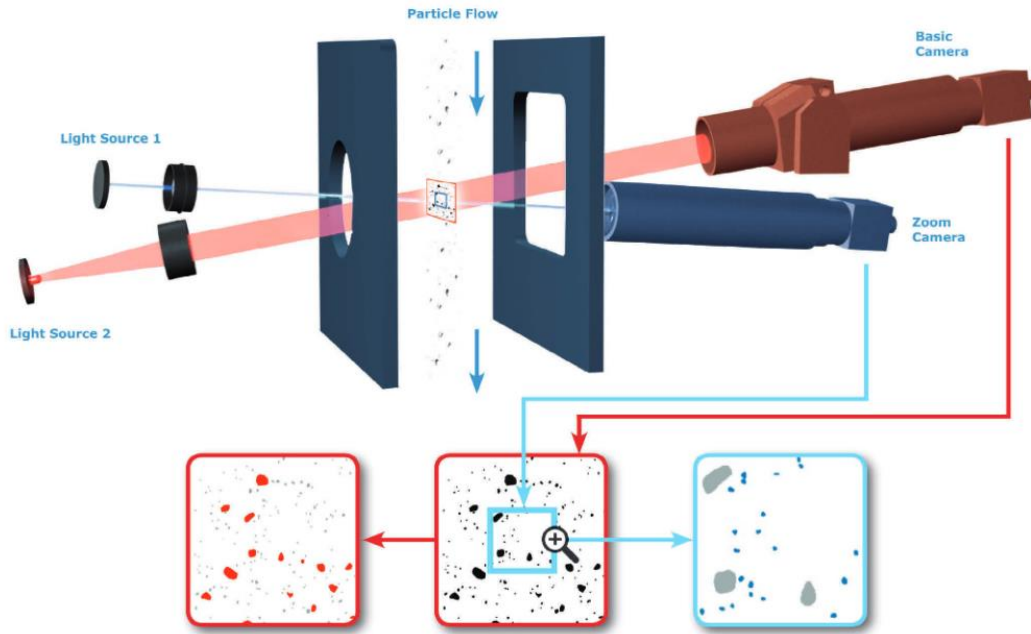


Figure 2-1 : Principe de mesure de l'instrument CAMSIZER XT. Figure issue de [165].

Pour effectuer la mesure, la poudre est dispersée dans un jet d'air comprimé afin de minimiser la présence d'agrégats de particules. Les tailles de particules pouvant être mesurées avec la configuration de l'instrument vont de $1 \mu\text{m}$ à $1,5 \text{ mm}$ de diamètre.

Pour les analyses, la distribution de taille a été mesurée par classes de taille de largeur $1 \mu\text{m}$, dans un intervalle allant de $1 \mu\text{m}$ à $500 \mu\text{m}$. Cette mesure permet d'obtenir différents diamètres caractéristiques, tels que présentés dans la Section 1.2.2.1.2. Pour cette étude la taille des particules sera décrite par le diamètre équivalent en surface d_{area} (Équation 2-2).

$$d_{area} = \frac{\sqrt{4 * A}}{\pi} \quad (\text{Équation 2 - 2})$$

Avec A la surface projetée de la particule.

Concernant les caractéristiques morphologiques des particules, le rapport d'allongement ($b/l = d_{c_{min}}/d_{F_{e_{max}}}$) et la sphéricité (définition à partir de la surface projetée proposée par Riley [166] $SPHT = 4\pi A/P^2$) des particules sont mesurés et mis en relation avec la taille de ces dernières dans une section ultérieure. Avec $d_{c_{min}}$ le diamètre de corde minimum, $d_{F_{e_{max}}}$ le diamètre de Feret maximum et P le périmètre de la particule.

2.2.2.1.2 Microscope électronique à balayage

Afin d'observer la morphologie et l'état de surface des particules, notamment la présence de satellites, des clichés ont été réalisés au microscope électronique à balayage. L'instrument utilisé est un MEB JEOL 6490 (JEOL GmbH) équipé d'un filament tungstène et les paramètres d'acquisition appliqués sont une tension d'accélération de 20 kV et une distance de travail de 51 mm .

2.2.2.2 Mesure de la densité et de dynamique de compaction

La compaction correspond à l'augmentation de la densité d'un matériau en poudre soumis à une sollicitation mécanique (vibration, choc, oscillation, etc.). En fonction de son état de compaction, une

poudre présentera des comportements différents, liés à la stabilité de l'empilement et à l'interaction entre les particules.

2.2.2.2.1 Protocole d'essai

Afin de mesurer la densité de la poudre et l'évolution de son état de compaction, un instrument de mesure automatique de compaction GranuPack (GranuTools, Belgique) est utilisé. Cet instrument mesure la variation du volume d'une colonne de poudre soumise à des opérations de tassement périodiques. Le principe de mesure est décrit par Lumay *et al.* [78] et schématisé dans la Figure 2-2a. Le protocole de mesure est le suivant :

- La phase d'initialisation :
 - Un tube, appelé tube d'initialisation est placé dans la cellule de mesure de diamètre intérieur 26 mm.
 - Une quantité de poudre, de masse connue, est lentement versée dans le tube d'initialisation.
 - Le tube d'initialisation automatiquement retiré de la cellule de mesure à une vitesse constante de 1 mm/s, permettant aux particules de poudre de se réarranger dans la cellule de mesure et de former une colonne de poudre.
 - Un "diabolo" en aluminium (de masse 11,5 g) est délicatement placé sur la surface de la poudre, dans la cellule de mesure.
 - Un capteur inductif est descendu suivant l'axe de la cellule de mesure jusqu'à la détection de la surface supérieure du diabolo (distance de 3,5 mm). Ceci permet de mesurer la hauteur de la colonne de poudre présente dans la cellule de mesure.
- La phase de mesure :
 - Une came, sur laquelle repose la partie basse de la cellule de mesure, est mise en rotation. Lors de la rotation de la came, une variation brutale de rayon de cette dernière amène la cellule de mesure à chuter d'une hauteur $\Delta Z = 1$ mm, ce qui constitue une opération de tassement de la poudre appelée "tap". La fréquence des *tap* dépend de la vitesse de rotation de la came, dans ces travaux elle est fixée à 1 Hz.
 - À chaque *tap* la distance entre le capteur inductif et la surface supérieure du diabolo est mesurée, permettant ainsi de tracer l'évolution de la hauteur de la colonne de poudre dans la cellule et donc de la densité du matériau poudre.

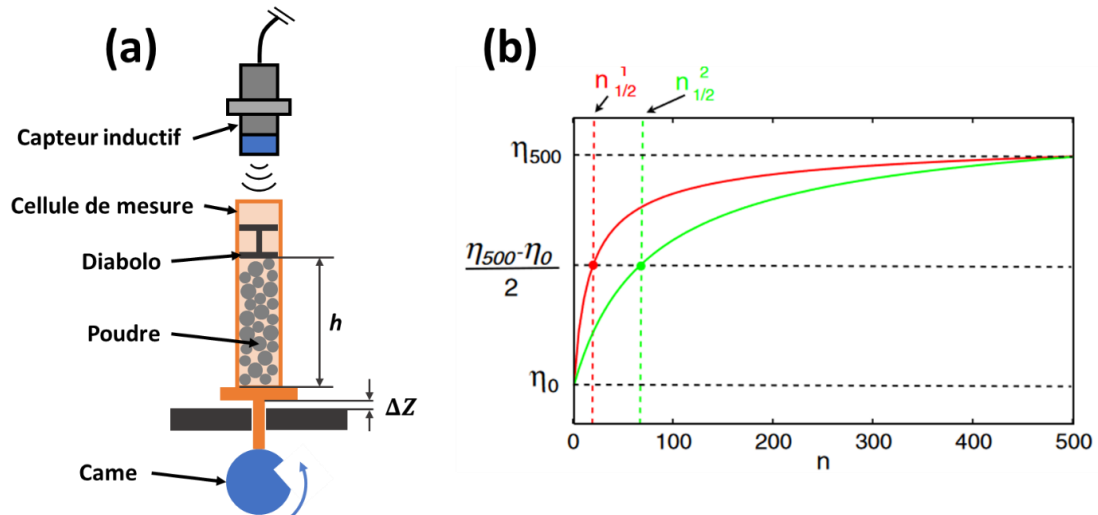


Figure 2-2 : (a) Schéma du principe de mesure de l'instrument GranuPack, avec h la hauteur de la colonne de poudre dans la cellule de mesure, ΔZ la hauteur de chute de la cellule. (b) Représentation de la dynamique de compaction de deux poudres (verte et rouge), avec n le nombre de *tap*, η la fraction volumique et $n_{1/2}$ le nombre de *tap* à la demi compaction. Figure adaptée de [167].

L'exploitation de cette mesure consiste à extraire des informations quant aux densités caractéristiques et à la dynamique de compaction de la poudre, cf. Figure 2-2b, ces grandeurs sont :

- ρ : la densité du matériau poudre. Cette grandeur est obtenue à partir de la masse renseignée de l'échantillon de poudre et du volume occupé par la colonne de poudre, défini par le diamètre de la cellule de mesure et la hauteur de la colonne de poudre mesurée à chaque *tap*.
- η : la fraction volumique, aussi appelée compacité, correspond au rapport entre la volume occupé par les particules et le volume total considéré. Dans le cas d'un mélange de poudres de natures chimiques différentes, les densités des matériaux constituant le mélange doivent être prises en compte. Dans le cas de cette étude les mélanges de poudres correspondent à des mélanges d'un même matériau. Calculer la fraction volumique revient donc à considérer le rapport entre la densité du matériau poudre et la densité du matériau brut (Équation 2-3) :

$$\eta = \frac{\rho_{\text{matériau poudre}}}{\rho_{\text{matériau brut}}} \quad (\text{Équation 2 - 3})$$

- ρ_0 : la densité initiale de la mesure, assimilée à la densité apparente de la poudre. Il est cependant important de noter que cette densité apparente ne correspond pas à la valeur normée au sens de l'ISO 3923-1 :2018. En effet, cette mesure normée de la densité apparente nécessite l'usage d'un débitmètre à entonnoir de Hall, Gustavsson ou encore Carney. Il s'agit ici de définir cette densité comme étant celle d'une poudre dans un état aéré suite à son écoulement dans la cellule de mesure, dont la masse est connue et occupant un volume mesuré, ce qui correspond à la définition de la densité apparente.
- ρ_{500} : la densité atteinte à 500 *tap*, assimilée à la densité tapée. De la même manière que pour la densité apparente, celle-ci ne correspond pas à la densité tapée au sens de la norme ISO 3953 : 2011. Cependant le principe de mesure reste similaire.

- $n_{1/2}$: le nombre de *tap* à demi compaction en considérant un total de 500 *tap* sur l'essai. Cette grandeur permet de caractériser la capacité des grains à se réorganiser en une structure compacte à la suite d'une sollicitation de tassement.

2.2.2.2 Modélisation de la compaction

Afin de modéliser la dynamique de compaction, plusieurs modèles ont été proposés. Les deux modèles les plus couramment cités dans la littérature sont : la loi logarithme inverse proposée par Knight *et al.* [168] et la loi exponentielle étirée proposée par Philippe et Bideau [169].

Le premier modèle correspond à la loi logarithmique inverse proposée par Knight *et al.* [168] (Équation 2-4). Cette loi a notamment été utilisée par différents auteurs [167,170] en fixant la variable $B = 1$:

$$\eta(n) = \eta(\infty) - \frac{\eta(\infty) - \eta(0)}{1 + B * \ln\left(1 + \frac{n}{\tau}\right)} \quad (\text{Équation 2 - 4})$$

Avec les compacités $\eta(0)$ et $\eta(\infty)$ correspondant aux compacités initiale et maximale de l'ensemble granulaire. Les paramètres adimensionnels τ et B correspondant respectivement au temps caractéristique de relaxation et à un paramètre d'ajustement dépendant des conditions d'essais (amplitude des *tap*, fréquence des *tap*, masse de poudre, *etc.*). Vandewalle *et al.* indiquent que τ et B sont fortement corrélés, ce qui justifie l'utilisation de $B = 1$ dans leurs essais [170].

Le deuxième modèle couramment utilisé correspond à la loi exponentielle étirée, proposée par Philippe et Bideau [169] (Équation 2-5). Ce modèle est basé sur la loi KWW (Kohlrausch, Williams et Watts) qui est utilisée pour décrire les phénomènes de relaxation dans les systèmes désordonnés tels que les verres [169].

$$\eta(n) = \eta(\infty) - (\eta(\infty) - \eta(0)) * \exp\left(-\left(\frac{n}{\tau}\right)^\beta\right) \quad (\text{Équation 2 - 5})$$

La constante β correspond à l'exposant d'étirement de l'exponentielle et dépend de la nature du matériau, des mécanismes de relaxation mais aussi des conditions d'essai.

Ces deux modèles ont été obtenus à partir de matériaux modèles, c'est-à-dire des sphères de taille homogène. Cependant, la différence entre ces deux modèles réside dans leur capacité à décrire des régimes stabilisés de compaction différents :

- Dans le cas des expériences menées par Philippe et Bideau [169], le régime stabilisé correspond à un équilibre entre les phénomènes de compaction et de convection dans la colonne de poudre. En effet, les expériences qui ont menées à l'obtention de ce modèle ont été réalisées avec une contrainte latérale, c'est-à-dire le rapport entre le diamètre de la cellule de mesure et le diamètre des particules, de $N_h = 100$. Ce modèle permet de décrire un régime stabilisé pouvant être atteint pour un nombre de *tap* élevé [170].
- Dans le cas des expériences menées par Knight *et al.* [168], N_h était égal à 10. La proximité des parois de la cellule a favorisé une compaction par cristallisation (arrangement optimal local des sphères suivant un réseau hexagonal compact). Pour un ensemble de sphère de taille homogène, ce régime de stabilité permet d'atteindre des valeurs de η_∞ plus élevées que la valeur limite d'un empilement aléatoire compact (*random close packing*) $\eta_{RCP} = 0,64$.

Dans ces travaux, les modèles ci-dessus seront ajustés aux données mesurées expérimentalement à l'aide d'un script Python.

2.2.2.3 Propriétés d'écoulement

2.2.2.3.1 Angle d'écoulement

Un tambour rotatif est un instrument permettant la caractérisation d'un écoulement d'une poudre sous une faible contrainte [167,171,172]. Cette méthode permet d'étudier l'écoulement à différents niveaux de sollicitation, correspondant à la vitesse de rotation de la cellule.

Afin de définir les différents régimes d'écoulement le nombre de Froude Fr (Équation 2-6) a été proposé comme un indicateur dans le cas d'un tambour rotatif [173], cf. Figure 2-3 :

$$Fr = \frac{\omega^2 R}{g} \quad (\text{Équation 2 - 6})$$

Avec ω la vitesse de rotation du tambour (en rad/s), R le rayon du tambour (en m) et $g = 9,81 \text{ m/s}^2$.

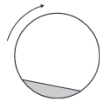




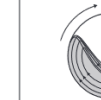

Regime	Sliding	Surging	Slumping	Rolling	Cascading	Cataracting	Centrifuging
Schematic							
Froude number (Fr)	$0 < Fr < 10^{-4}$		$10^{-5} < Fr < 10^{-3}$	$10^{-4} < Fr < 10^{-2}$	$10^{-3} < Fr < 10^{-1}$	$0.1 < Fr < 1$	$Fr \geq 1$
Filling degree	$f < 0.1$	$f > 0.1$	$f < 0.1$	$f > 0.1$		$f > 0.2$	

Figure 2-3 : Régime d'écoulement dans un tambour rotatif en fonction du degré de remplissage de la cellule f et du nombre de Froude Fr . Un régime d'écoulement stable est obtenu dans le régime de "rolling" et de "cascading". Figure issue de Preud'homme *et al.* [174].

Sur la plage de mesure de l'instrument utilisée ($\omega = 1$ à 60 tr/min), cela correspond à des régimes allant du régime d'affaissement (*Slumping*) au régime de cascade (*Cataracting*), cf. Figure 2-3 et Figure 2-4.

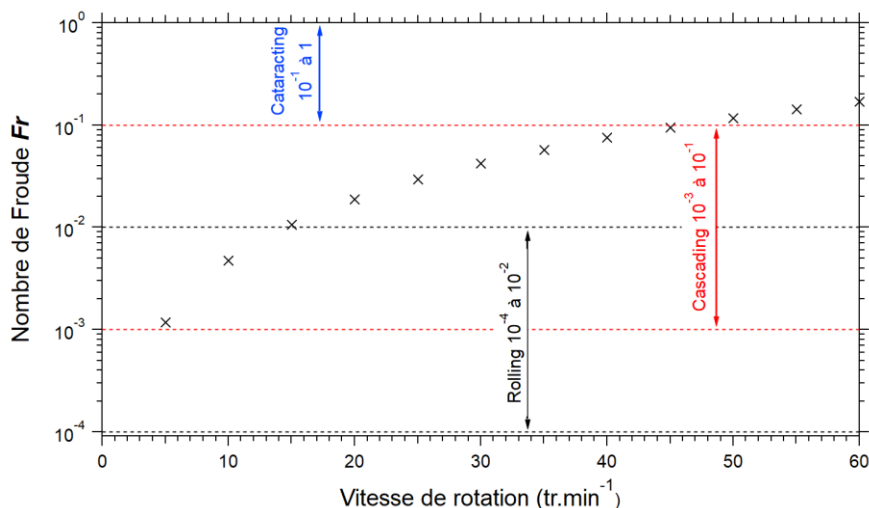


Figure 2-4 : Correspondance du nombre de Froude Fr avec la vitesse de rotation du tambour selon l'Équation 2-6. Identification des régimes de *Rolling*, *Cascading* et *Cataracting*. L'ordonnée (nombre de Froude) est représentée en échelle logarithmique.

Le tambour rotatif utilisé dans ces travaux est un instrument GranuDrum (GranuTools, Belgique), dont le fonctionnement a été décrit par Neveu *et al.* [175] et est rappelé ci-dessous.

L'instrument se compose d'une cellule de mesure cylindrique faisant office de tambour, de diamètre interne de $D = 84$ mm et de largeur 20 mm. Les parois de la cellule de mesure sont en verre, revêtues d'un traitement antistatique sur la face intérieure, afin de permettre l'observation de la poudre et de limiter l'adhésion des particules aux parois lors de la mesure. L'instrument est équipé d'un panneau LED disposé d'un côté du tambour afin de rétroéclairer la cellule et de permettre la prise d'image du profil de la poudre par une caméra disposée de l'autre côté du tambour. Cet essai se compose de différentes phases correspondant à :

- Phase d'initialisation :
 - Un volume de 55 mL de poudre est placé dans la cellule de mesure, qui est ensuite refermée. Ce volume correspond à la moitié du volume interne de la cellule.
 - La cellule est placée dans l'instrument, sur des rouleaux d'entraînement.
 - Un cycle d'initialisation consistant en une rotation à faible vitesse est effectué afin de positionner la surface libre de la poudre à 0° (horizontale).
- Phase de mesure :
 - Une séquence de vitesse est définie au préalable. Dans le cadre de ces travaux, la séquence de vitesse correspond à un enchaînement de vitesses de rotation croissantes $\omega = 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40$ tr/min. Cette séquence de vitesse a été choisie afin de balayer les vitesses de rotation correspondant aux régimes de *Rolling* et de *Cascading*, cf. Figure 2-4.
 - Pour chaque vitesse de rotation, un nombre d'images du profil d'écoulement $N = 40$ sont prises à une fréquence de 1 Hz.

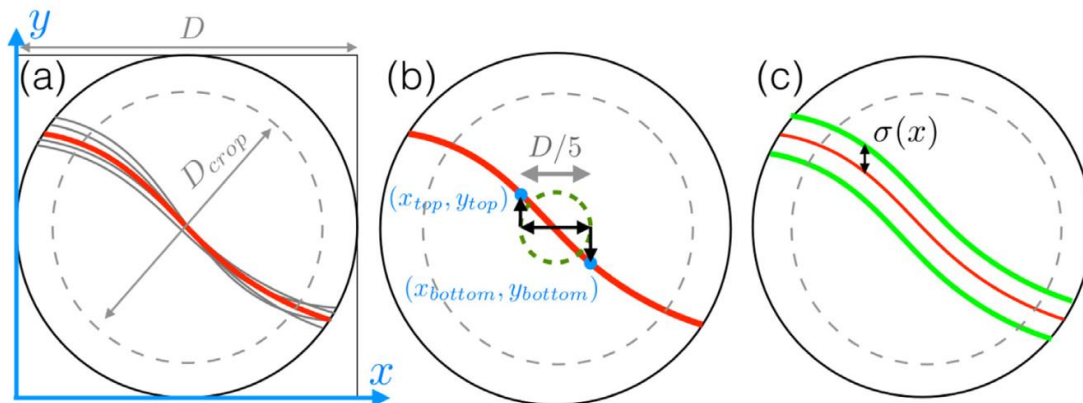


Figure 2-5 : Schéma de la méthode de mesure de l'instrument GranuDrum. (a) Détection de l'interface de l'écoulement sur chaque image (courbes en gris) et interface moyenne calculée (courbe en rouge). (b) Mesure de l'angle d'écoulement α_d à partir de l'interface d'écoulement moyenne au centre de la cellule. (c) Mesure de l'indice de cohésion CI à partir de la variation de la surface libre $\sigma(x)$. Figure issue de Neveu *et al.* [175].

Le logiciel de l'instrument intègre un algorithme d'analyse d'image permettant d'obtenir les coordonnées des points de l'interface de l'écoulement (surface libre). Sur cette base, la position de l'interface moyenne est calculée suivant l'Équation 2-7, cf. Figure 2-5a [175]. À partir de cette interface moyenne, l'angle d'écoulement α_d est calculé à partir de deux points centraux distants de $D/5$ comme représentés sur la Figure 2-5b et suivant l'Équation 2-8 [175].

$$\bar{y}(x) = \frac{1}{N_y(x)} \sum_{i=1}^{N_y(x)} y_i(x) \quad (\text{Équation 2 - 7})$$

$$\alpha_d = \arctan\left(\frac{y_{top} - y_{bottom}}{x_{bottom} - x_{top}}\right) \quad (\text{Équation 2 - 8})$$

2.2.2.3.2 Mesures indirectes des propriétés d'écoulement

2.2.2.3.2.1 Ratio d'Hausner

Afin de qualifier l'écoulement d'une poudre, des valeurs caractéristiques de densité peuvent être utilisées. En effet, lors d'un écoulement, les particules se réarrangent, menant à des phénomènes de densification et possiblement de blocages liés à la présence d'agrégats et d'arches. Afin de qualifier le potentiel de densification, le ratio d'Hausner Hr a été proposé comme un indicateur de la coulabilité d'une poudre [85,176]. Il est calculé comme le rapport des densités tapée et apparente, caractérisant respectivement l'état densifié et aéré (Équation 2-9) [85]:

$$Hr = \frac{\rho_{tapée}}{\rho_{apparente}} \quad (\text{Équation 2 - 9})$$

Ce ratio est conventionnellement utilisé comme critère d'écoulement en raison de sa facilité de mesure mais aussi par sa bonne adéquation à des problématique d'écoulement en silo (*cf.* Section 1.2.2.2). Le procédé PFB-LB comprend une étape d'étalement qui est différente de l'écoulement pour lequel le ratio d'Hausner a été développé. L'utilisation de l'indice d'Hausner ne saurait être utilisé comme seul critère de la bonne coulabilité d'une poudre pour le procédé PFB-LB [177]. Il a été montré qu'il ne saurait être un indicateur suffisant de la performance d'une poudre dans le procédé [41]. De plus, la valeur de l'indice dépend de l'instrument employé et des conditions de mesure des densités apparente et tapée [178]. Dans ces travaux, le ratio d'Hausner sera utilisé pour qualifier la capacité d'une poudre à former un ensemble compact dans son état apparent.

2.2.2.3.2.2 Temps caractéristique de compaction τ

Il a été montré par Lumay *et al.* [167] que le temps caractéristique de compaction τ , définissant la vitesse de compaction, peut être utilisé comme un indicateur de la coulabilité d'une poudre. Plus τ est élevé, plus le réarrangement des particules est difficile, ce qui se traduit par une mauvaise coulabilité. Plus récemment, Pilliteri *et al.* ont mis en évidence le lien entre les phénomènes de blocages transitoires (*transient jamming*) dans un ensemble granulaire et un temps caractéristique de compaction τ élevé [179].

2.2.2.4 Cohésion au sein des poudres

La cohésion au sein d'une poudre est la résultante globale des interactions entre les particules. Le caractère cohésif d'une poudre est quantifié par le nombre de Bond granulaire B_{og} , analogue au nombre de Bond en mécanique des fluides. Il correspond au rapport entre la force de cohésion F_c qui s'applique à la particule et le poids de cette dernière, tel que $B_{og} = F_c/mg$. La force de cohésion F_c correspond au cumul des effets cohésifs appliqués à la particule de poudre, limitant sa mobilité. Parmi ces effets cohésifs, peuvent être distingués :

- Les forces de Van der Waals, qui sont dépendantes de la taille des particules et deviennent non négligeable dans le cas de poudre fines (< 10 µm), participent à la formation d'agrégats de particules fines [170].
- Les forces capillaires, causées par la présence d'humidité dans la poudre et de l'adsorption de l'eau sur la surface des particules. Ceci mène à la formation de ponts liquides entre les particules, les liant ainsi ensemble. La présence de cette humidité aura cependant pour effet de limiter l'accumulation de charges électrostatiques.
- Les forces électrostatiques, causées par la nature de solide divisé d'une poudre, menant à des points de contacts étroits et des couches de gaz électriquement isolantes entre les particules menant à l'accumulation de charges dans la poudre.
- Les forces électromagnétiques, comme ont pu le montrer Lumay *et al.* [180] en modulant le caractère cohésif d'une poudre en faisant varier un champ électromagnétique.
- Les forces de frottement entre les particules et les interactions mécaniques résultant de leur morphologie.

En dépit de la complexité à évaluer individuellement l'effet de chacune de ces forces de cohésion, il est possible de caractériser la cohésion globale. Les forces de cohésion ont une influence significative sur les propriétés statiques et dynamiques de la poudre [181]. Comme il a été détaillé dans la Section 1.2.2.2, il est possible d'estimer la cohésion globale d'une poudre. Dans le cadre de ces travaux, la notion d'indice de cohésion (*CI*) décrite par Neveu *et al.* [175] sera utilisée (Équation 2-11). L'indice de cohésion est basé sur l'analyse des variations $\sigma(x)$ (Figure 2-5c)(Équation 2-10) de la surface libre de l'écoulement, générées par le régime d'écoulement, tel qu'indiqué dans la Figure 2-3.

$$\sigma(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N_y(x)} (\bar{y}(x) - y_i(x))^2}{N_y(x)}} \quad (\text{Équation 2 - 10})$$

$$CI = \frac{1}{D_{crop}} \sum_x \sigma(x) \quad (\text{Équation 2 - 11})$$

Lors de l'écoulement d'une poudre cohésive, un phénomène de « *plug flow* » peut-être observé, ce qui correspond à un mouvement coordonné d'un ensemble de particules avec une vitesse et dans une direction donnée [174]. Cela correspond généralement aux avalanches observées dans l'essai du tambour rotatif. La cohésion des particules joue un rôle déterminant dans la formation d'agrégats de particules, restreignant voire supprimant la mobilité entre les particules, et menant à ce mouvement coordonné. Neveu *et al.* précisent que la morphologies des particules peuvent aussi mener à des variations de la surface libre pour des faibles vitesses de rotation, mais que cet effet reste en général faible en comparaison aux effets cohésifs [175].

2.3 Propriétés physiques des poudres

Les propriétés physiques des poudres correspondent à la description des particules qui composent la poudre. Dans cette section, les poudres utilisées pour ces travaux sont caractérisées au regard de leur distribution de taille et de leur morphologie.

2.3.1 Distribution de taille et homogénéité des lots à réception

Avant de réaliser les caractérisations des poudres suivant les méthodes décrites ci-dessus, il est important de s'interroger sur les méthodes de préparation et de prélèvement des lots de poudre. Pour ce faire, l'homogénéité des échantillons de poudre testés est étudiée au travers de prélèvements réalisés en plusieurs positions dans le contenant de poudre, tel qu'indiqué sur la Figure 2-6.

Afin de comparer les distributions de taille entre elles plusieurs grandeurs caractéristiques sont utilisées : les valeurs des premier, cinquième et neuvième déciles (d_{10} , d_{50} et d_{90}), ainsi que le mode de la distribution de taille (classe de taille dont la fréquence est la plus élevée).

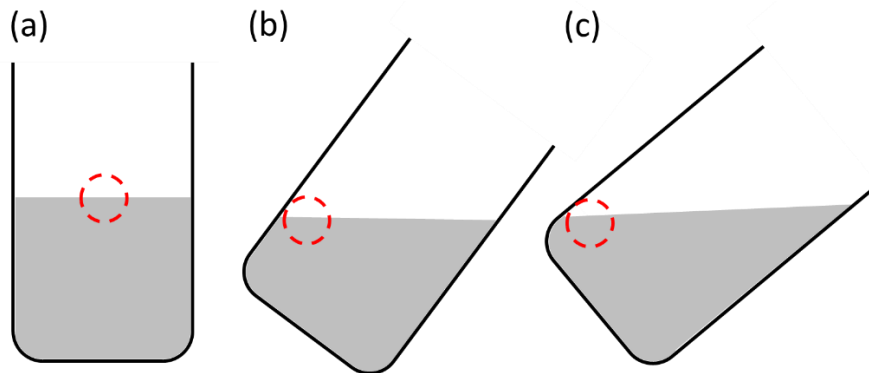


Figure 2-6 : Méthode de prélèvement pour l'analyse de l'homogénéité en (a) surface, (b) milieu et (c) fond du contenant. Les cercles rouge pointillés correspondent aux lieux de prélèvement dans le contenant.

Trois échantillons sont prélevés dans chaque lieu de prélèvement (surface, milieu et fond de contenant). La comparaison des valeurs moyennes et des dispersions permet de juger de l'homogénéité de la poudre dans le contenant. Les valeurs moyennes des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} ainsi que les dispersions sont résumées dans le Tableau 2-2 et la Figure 2-7.

Comme il peut être observé sur la Figure 2-7, les dispersions sont faibles pour chaque lieu de prélèvement, inférieures au micron et les valeurs moyennes sont semblables entre les lieux de prélèvement. Exception faite de la poudre P5, qui présente un écart type plus élevé (entre 2 et 6 μm) en surface pour les valeurs de d_{10} , d_{50} et pour la valeur de d_{90} pour l'ensemble des lieux de prélèvement. Ceci peut être expliqué par la disparité des tailles de particules comprises dans cette distribution (cf. Figure 2-8) amenant une ségrégation de taille, avec une proportion de particules de grande taille plus importante en surface du contenant. Il est aussi à noter que la poudre P5 correspond à la fraction granulométrique $> 150 \mu\text{m}$, elle comprend donc des particules pouvant atteindre plusieurs centaines de microns de diamètre. Ces particules auront d'autant plus tendance à ségréger vers la surface du contenant.

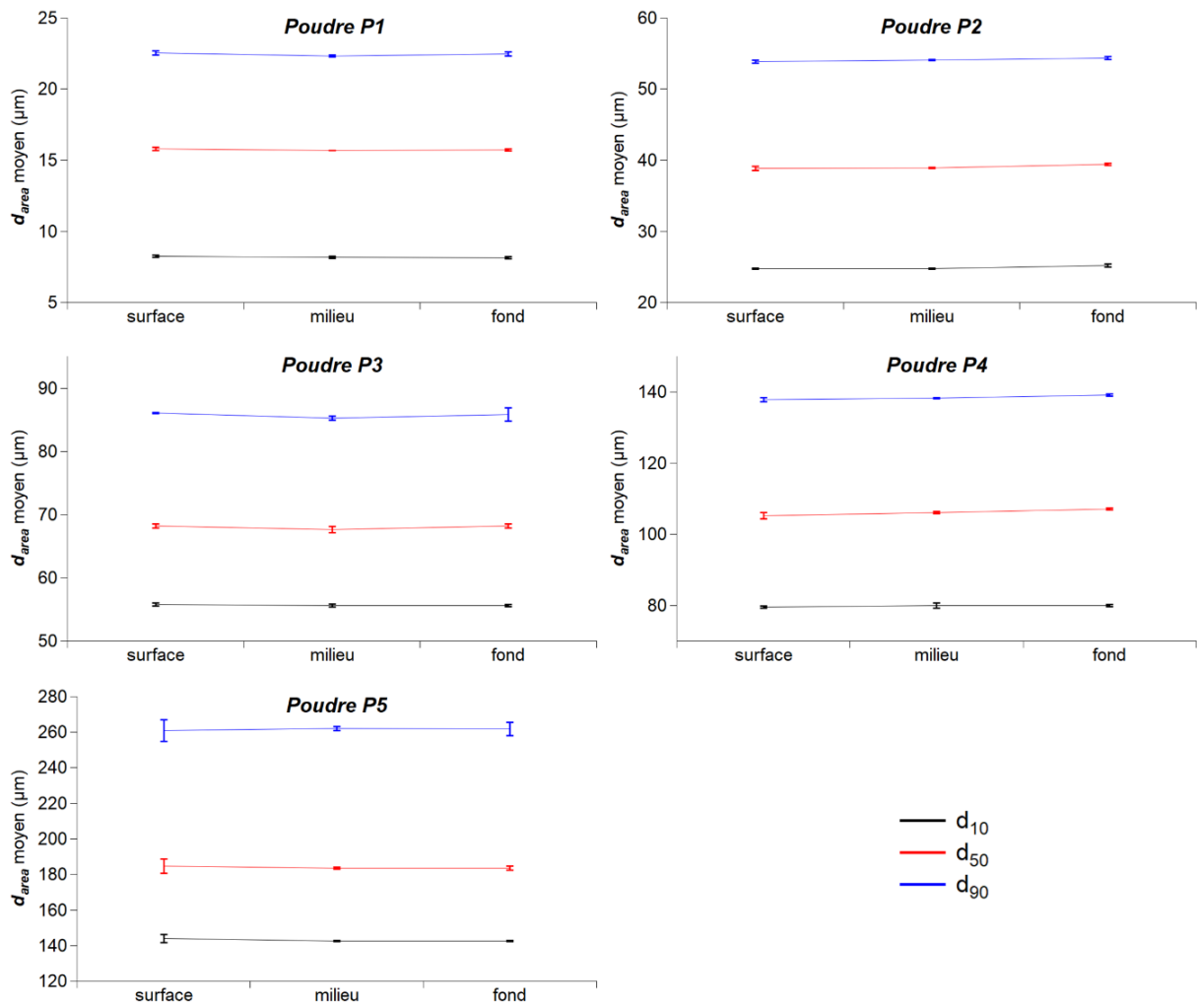


Figure 2-7 : Variation de la valeur moyenne des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} entre les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond du contenant pour les poudres P1 à P5. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type.

Tableau 2-2 : Valeurs des moyennes et écarts types des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} pour les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond du contenant pour les poudres P1 à P5.

d_{10}	Moyenne d_{area} (μm)			Ecart type (μm)		
	Poudre	Surface	Milieu	Fond	Surface	Milieu
P1	8,2	8,2	8,1	0,058	0,058	0,058
P2	24,8	24,8	25,2	0,058	0,058	0,208
P3	55,8	55,6	55,6	0,208	0,265	0,153
P4	79,6	80,0	80,0	0,321	0,681	0,231
P5	143,9	142,5	142,4	2,173	0,265	0,346

d_{50}	Moyenne d_{area} (μm)			Ecart type (μm)		
	Poudre	Surface	Milieu	Fond	Surface	Milieu
P1	15,8	15,7	15,7	0,100	2,18E-15	0,058
P2	38,9	38,9	39,4	0,289	0,058	0,173
P3	68,2	67,6	68,2	0,306	0,493	0,306
P4	105,3	106,1	107,2	0,900	0,321	0,321
P5	184,6	183,5	183,5	4,010	0,458	1,250

d_{90}	Moyenne d_{area} (μm)			Ecart type (μm)		
	Poudre	Surface	Milieu	Fond	Surface	Milieu
P1	22,5	22,3	22,5	0,153	0,058	0,153
P2	53,9	54,1	54,4	0,252	0,100	0,208
P3	86,0	85,3	85,8	0,115	0,351	1,069
P4	137,8	138,3	139,2	0,586	0,208	0,252
P5	261,0	262,2	261,7	6,062	1,253	3,764

Au regard de la faible variation observée entre les lieux de prélèvement, les différentes poudres monomodales seront dans la suite du document décrites au travers de la moyenne des déciles prise sur l'ensemble des neuf mesures réalisées. Le Tableau 2-3 regroupe ces valeurs, et la Figure 2-8 représente les distributions de taille moyennes avec la fraction volumique p_3 normalisée et la fraction volumique cumulée Q3 (%).

Comme il peut être observé au travers du Tableau 2-3, les dispersions sur les valeurs des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} sont inférieures au micron pour les poudres P1 à P4, et sont comprises entre 1,3 et 3,6 μm pour la poudre P5.

Tableau 2-3 : Valeur moyenne des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} , leur écart type de mesure et l'étendue (*Span*) calculée pour les poudres P1 à P5 tous lieux de prélèvement confondus.

Poudre	Moyenne (μm)			Ecart type (μm)			Etendue $\frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$
	d_{10}	d_{50}	d_{90}	d_{10}	d_{50}	d_{90}	
P1	8,2	15,7	22,4	0,067	0,073	0,142	0,904
P2	24,9	39,1	54,1	0,229	0,304	0,276	0,747
P3	55,7	68,0	85,7	0,200	0,423	0,662	0,441
P4	79,9	106,2	138,4	0,458	0,956	0,673	0,551
P5	142,9	183,8	261,6	1,334	2,181	3,662	0,646

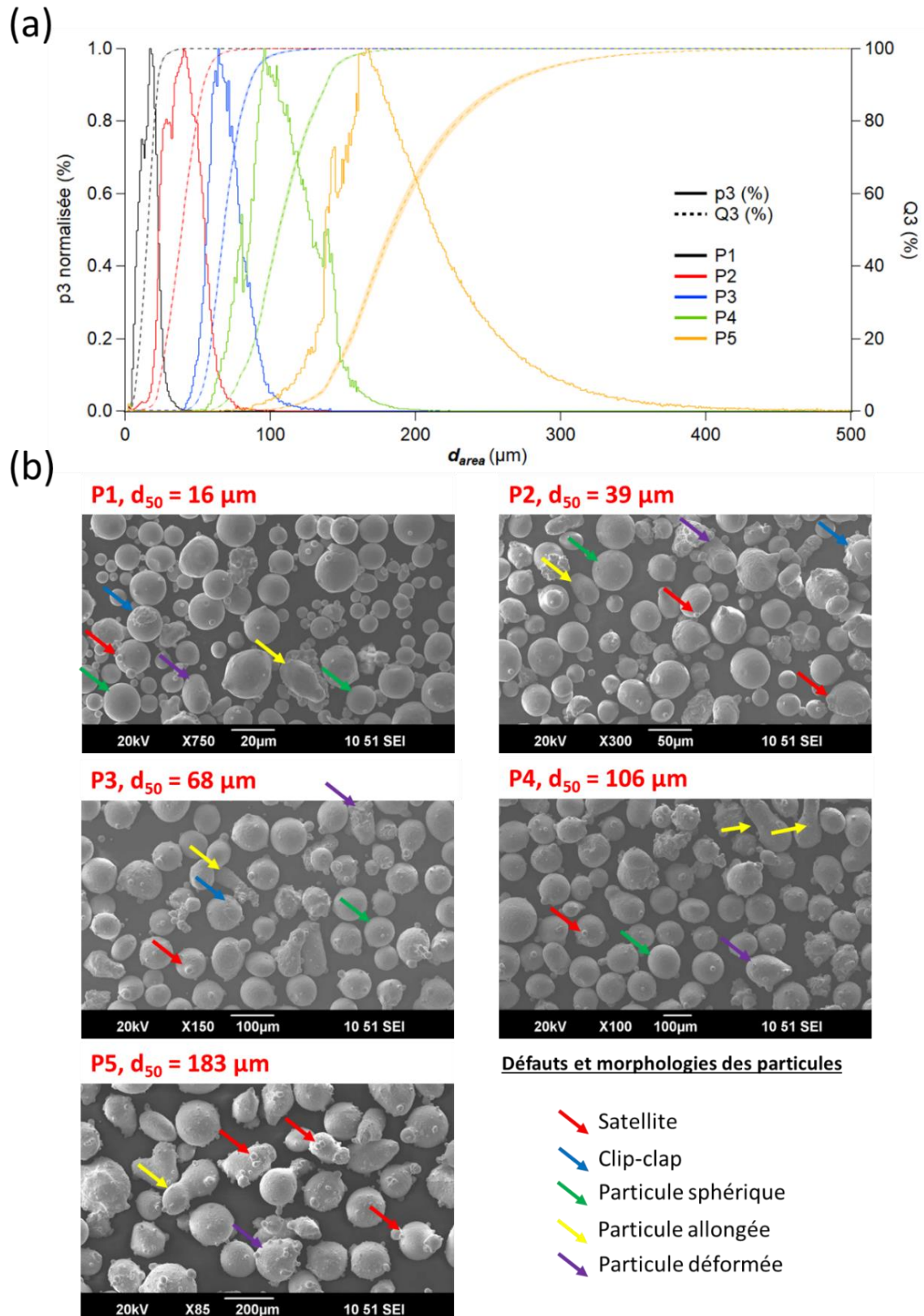


Figure 2-8 : (a) Courbes des distributions de taille d_{area} pour les poudres P1 à P5. Fraction en volume p_3 normalisée (%) et fréquence cumulée Q_3 (%). Les classes sont de taille $1 \mu\text{m}$. (b) Images MEB des poudres P1 à P5, avec une description des défauts et des morphologies des particules.

La valeur du mode de la distribution est quant à elle plus difficile à définir car la mesure réalisée avec des classes de taille de 1 μm amène des variations de classe en classe (cf. Figure 2-8). Pour remédier à cette incertitude, une distribution log-normale est ajustée sur les données mesurées à l'aide du module *Multipeak Fit* du logiciel IgorPro. Cette distribution est typiquement rencontrée pour la description des poudres à destination de la fabrication additive [182].

Le Tableau 2-4 présente les valeurs du mode de la distribution log-normale pour chaque poudre et lieu de prélèvement. Il peut être observé que la dispersion au sein d'un lieu de prélèvement est faible et du même ordre de grandeur que les dispersions observées sur les déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} , cf. Tableau 2-2. De plus, la variation de la valeur moyenne du mode entre les lieux de prélèvement est de l'ordre du micron. Seule la poudre P5 présente en surface une dispersion plus élevée. Ceci peut être dû à une ségrégation des particules de grande taille, tel qu'indiqué plus haut. Pour cette poudre, un prélèvement en milieu ou fond de contenant permet d'obtenir un prélèvement plus homogène.

Tableau 2-4 : Valeur du mode de la distribution log-normale ajustée sur les données expérimentales pour les différents lieux de prélèvement des poudres P1 à P5.

Mode Poudre	Moyenne d_{area} (μm)			Ecart type (μm)		
	Surface	Milieu	Fond	Surface	Milieu	Fond
P1	14,1	14,0	14,0	0,107	0,041	0,143
P2	35,6	35,7	36,4	0,294	0,102	0,246
P3	66,6	66,2	66,7	0,349	0,451	0,266
P4	102,1	102,8	103,6	1,007	0,186	0,345
P5	175,2	173,9	173,9	3,413	0,436	0,801

Ainsi, au vu des dispersions mesurées sur les valeurs des déciles et du mode, chaque prélèvement réalisé sur une poudre monomodale pourra être considéré comme représentatif de cette poudre.

2.3.1 Homogénéité de taille des mélanges de poudres

Pour la description de la distribution d'un mélange de poudres, l'utilisation des déciles a peu de sens, car ces derniers seront influencés par la proportion de poudre fine X_f (wt%). Afin de juger de l'homogénéité d'un mélange de poudre des prélèvements ont été réalisés en surface, au milieu et au fond du contenant après homogénéisation avec le Turbula, suivant la méthode décrite en Figure 2-6. Deux distributions log-normale sont ensuite ajustées sur la distribution de taille mesurée afin de correspondre aux deux distributions des poudres constituant le mélange (voir Section 2.3.1). La valeur du mode de chaque distribution ainsi que la variation entre les lieux de prélèvement sont comparées aux valeurs obtenues pour les poudres monomodales (voir Figure 2-9 et Section 2.3.1). De plus, la proportion des deux distributions, correspondant à l'aire sous la courbe de chaque distribution ajustée, est comparée à la proportion prévue dans le mélange. Cette comparaison entre les différents lieux de prélèvement permet notamment de déceler un effet de ségrégation, au travers d'une proportion de poudre fine plus élevée au fond du contenant (variation du X_f mesuré).

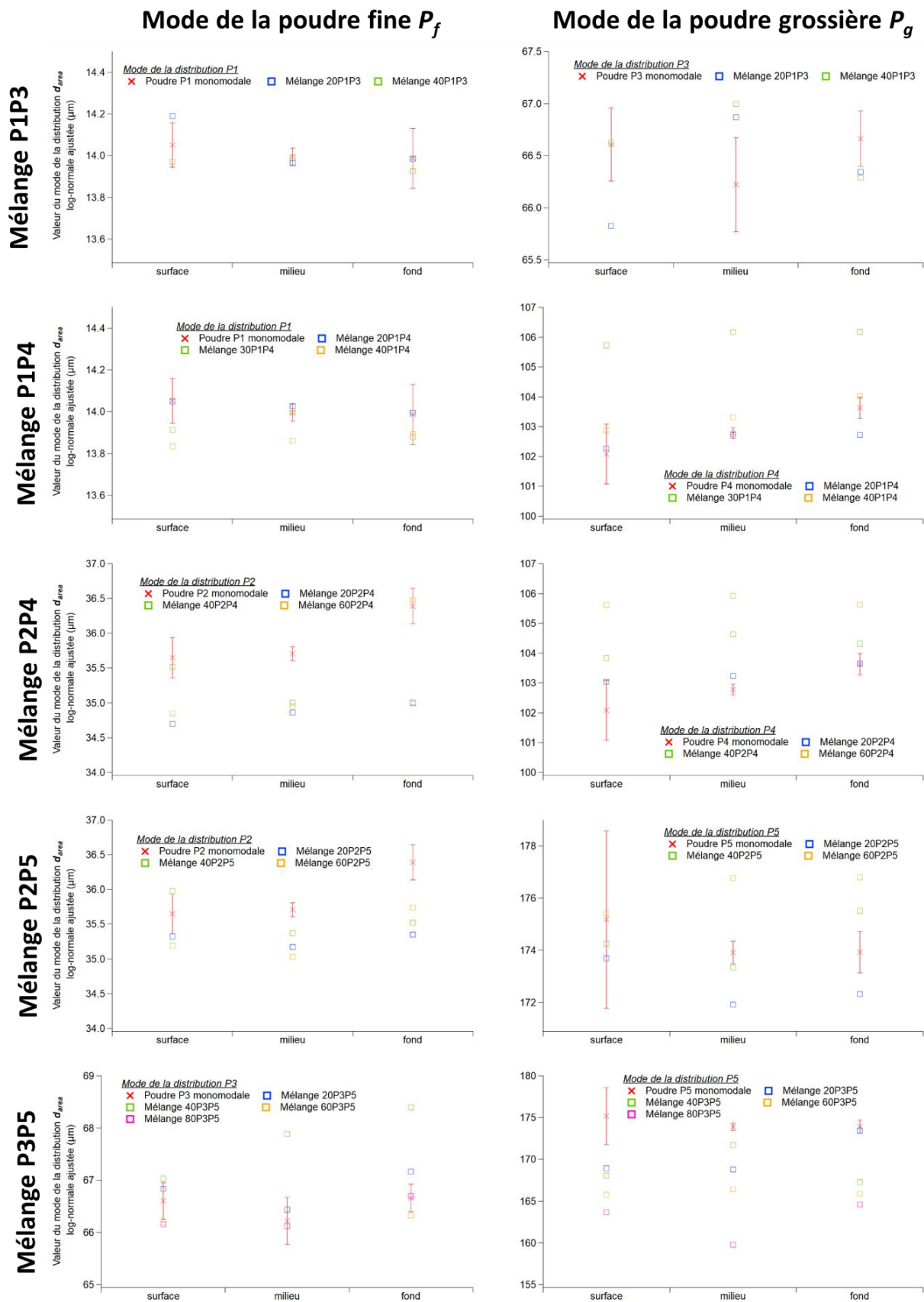


Figure 2-9 : Valeur du mode des distributions log-normales ajustées pour les deux poudres constituant les mélanges. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type sur la poudre monomodale.

Les variations de la valeur du mode entre les lieux de prélèvement sont de l'ordre de grandeur de celles mesurées sur les poudres monomodales. Les différences de la valeur du mode entre les proportions de mélange peuvent s'expliquer par le recouvrement existant entre les deux distributions des poudres constituant le mélange. Lors de l'ajustement de la distribution log-normale, ce recouvrement est pris en compte ce qui a pour conséquence de faire augmenter la valeur du mode de la poudre fine et diminuer la valeur du mode de la poudre grossière. Cet effet est d'autant plus prononcé lorsque le recouvrement est important entre les deux poudres.

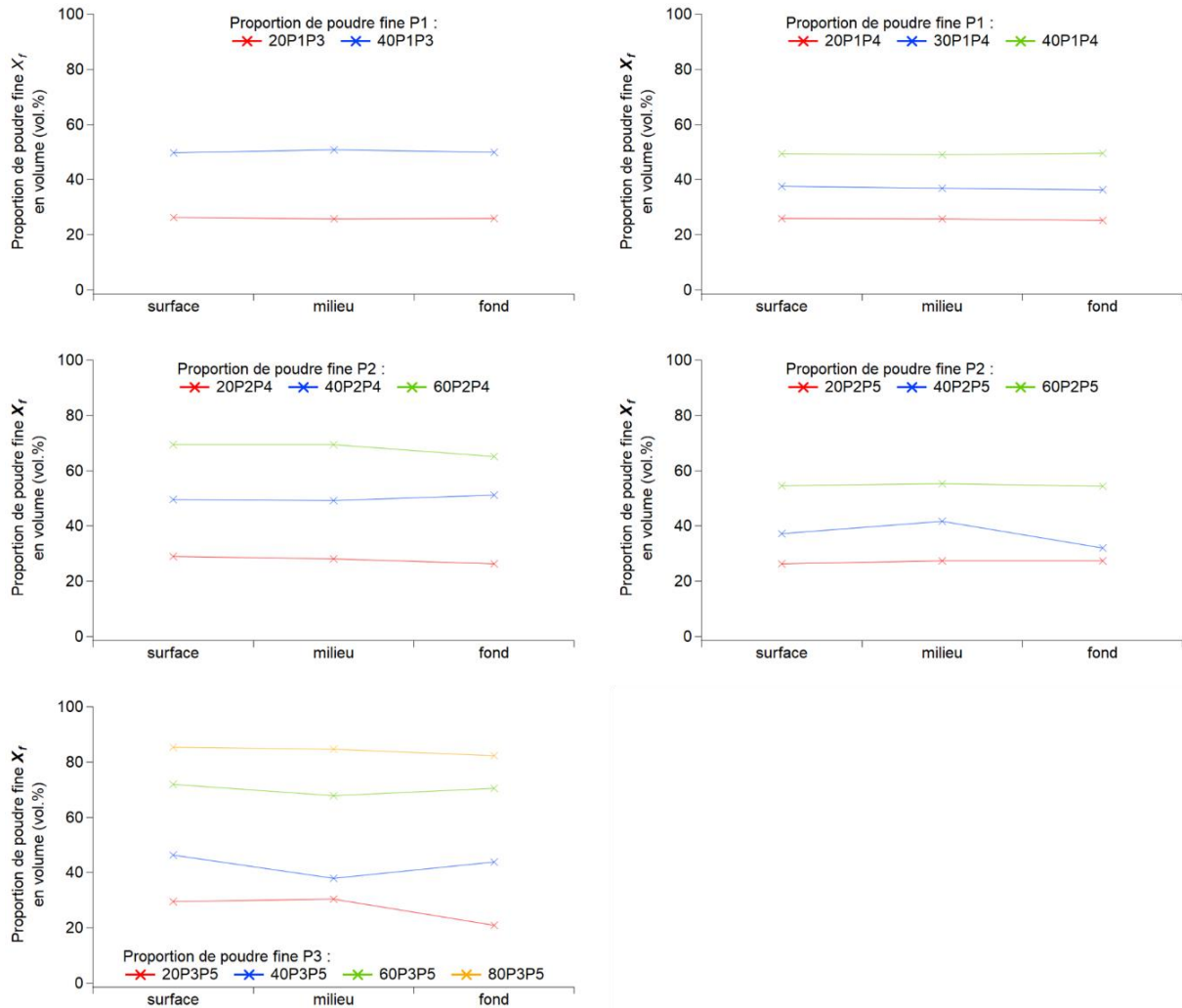


Figure 2-10 : Proportion de poudre fine X_f en volume déterminée à partir de l'ajustement de deux distributions log-normales sur les mesures de distribution de taille d_{area} pour les différents mélanges et les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond.

La valeur de la proportion de particule fine en volume, issue de l'ajustement des distributions log-normales, ne correspondent pas exactement aux valeurs de proportion en masse ayant été utilisées pour réaliser les mélanges, cf. Figure 2-11. Ceci peut être expliqué par le recouvrement entre les distributions, tel qu'expliqué plus haut, ou encore par l'approximation du volume au travers d'un diamètre équivalent en surface d_{area} . Ceci aura pour effet de surestimer la proportion en particules fines, ce qui est le cas pour la plupart des proportions de mélange, cf. Figure 2-10. Cependant, la proportion de particules fines entre les lieux de prélèvements reste stable, hormis pour certaines conditions du mélange P3P5.

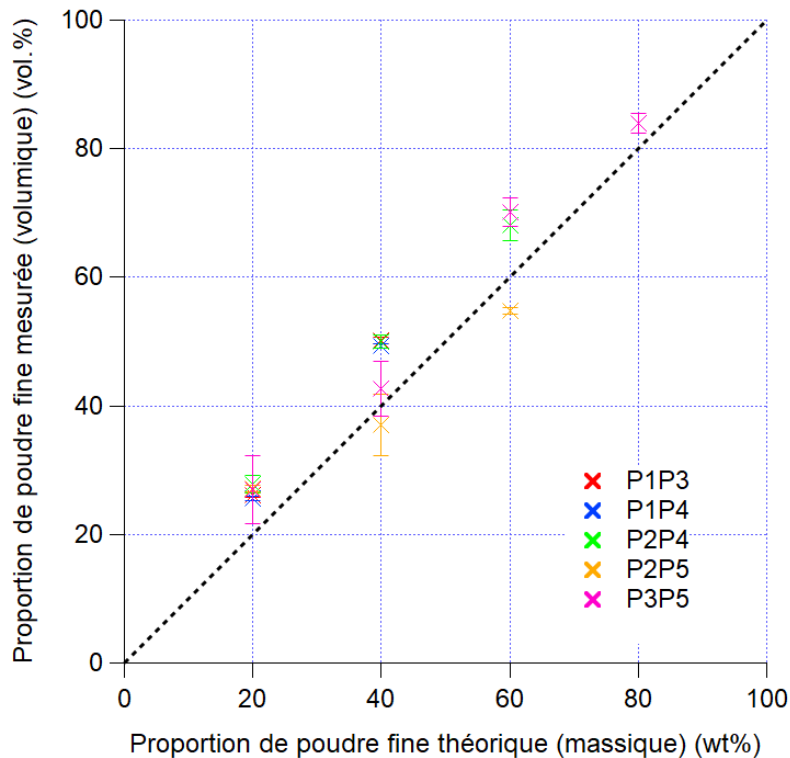


Figure 2-11 : Relation entre proportion de poudre fine théorique (en masse wt%) et mesurée (en volume vol.%).

2.3.2 Morphologie des particules

La mesure des descripteurs morphologiques à l'aide du morphogranulomètre se base sur les images réalisées par la caméra *Zoom*, qui capture un nombre de particule plus faible que la caméra *Basic* qui sert à la mesure de la taille. Ainsi, pour les tailles se situant dans les queues de distribution la mesure des descripteurs morphologiques est d'autant plus dispersée car un nombre plus faible de particules sont analysées par la caméra *Zoom*. Ainsi, pour décrire la morphologie des particules, seules les valeurs mesurées pour des tailles de particules comprises entre le d_{10} et le d_{90} seront présentées, cf. Figure 2-12 et Figure 2-13.

La sphéricité (SPHT) des particules varie en fonction de leur taille, et une diminution brutale de la sphéricité est observée pour les particules fines d'une taille $d_{area} \approx 25 \mu\text{m}$, sur la mesure du brut d'atomisation, cf. Figure 2-12. Cependant, la valeur du rapport d'allongement b/l ne présente pas de discontinuité sur la mesure du brut d'atomisation, cf. Figure 2-13. Ceci pourrait indiquer que les particules dans cette gamme de taille présentent une morphologie déformée. Au-delà de $40 \mu\text{m}$, la valeur de la sphéricité varie entre 0,88 et 0,92 et diminue de manière continue. En plus de l'effet de la taille, la sphéricité varie en fonction de la fraction granulométrique considérée. Il est important de noter que ces lots de poudre sont issus de la même atomisation. Une hypothèse pour expliquer les discontinuités présentes au passage d'une fraction granulométrique à l'autre est que l'opération de tamisage entraîne un tri morphologique pour les particules de taille avoisinant celle de la maille du tamis. En effet, une particule allongée pourra passer au travers de la maille du tamis si elle est orientée favorablement, et sera comptée comme une particule de grand diamètre équivalent tout en présentant une sphéricité moindre. Au contraire, une particule sphérique de diamètre équivalent à la maille du tamis sera retenue par ce dernier et comptée comme une particule de sphéricité élevée avec un diamètre équivalent en surface aux alentours de la borne de tamisage. Ceci est appuyé par les valeurs du facteur

d'allongement b/l qui sont elles aussi plus faibles pour les particules de grande taille au sein d'une fraction granulométrique, cf. Figure 2-13. Concernant les discontinuités visibles à $d_{area} \approx 100 \mu\text{m}$ et $d_{area} \approx 170 \mu\text{m}$, elles sont aussi présentes dans l'analyse du brut d'atomisation (courbes en pointillés sur les Figure 2-12 et Figure 2-13).

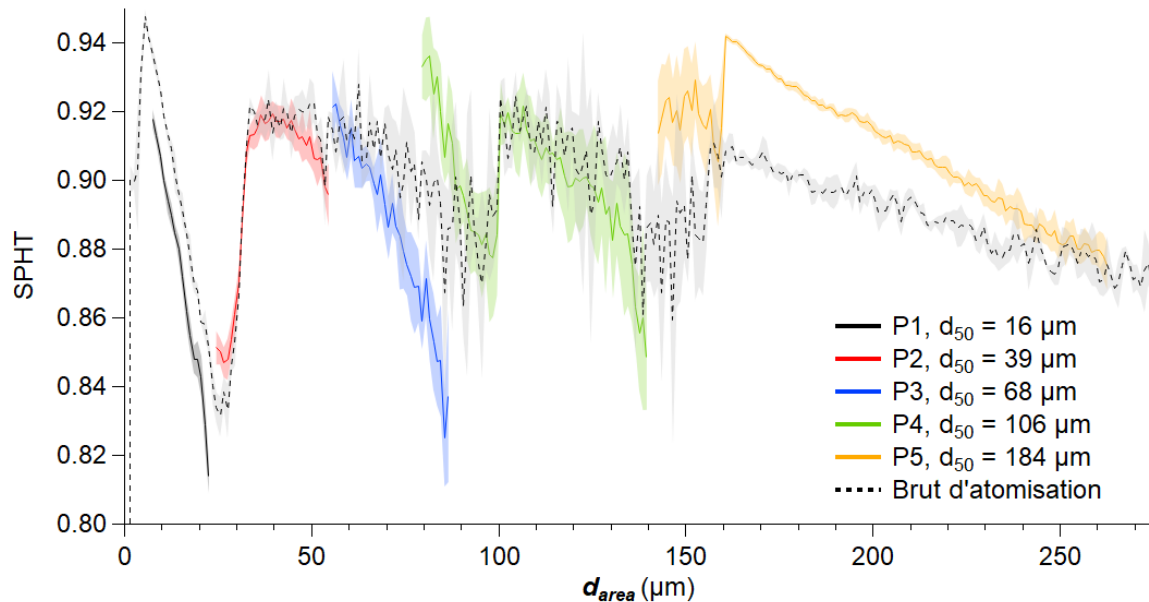


Figure 2-12 : Valeurs de sphéricité (SPHT) pour les poudres P1 à P5, les valeurs présentées se situent entre le d_{10} et le d_{90} de chaque distribution. La courbe en pointillés noirs correspond aux valeurs mesurées pour le brut d'atomisation. L'ombrage entourant les courbes correspond à \pm l'écart type.

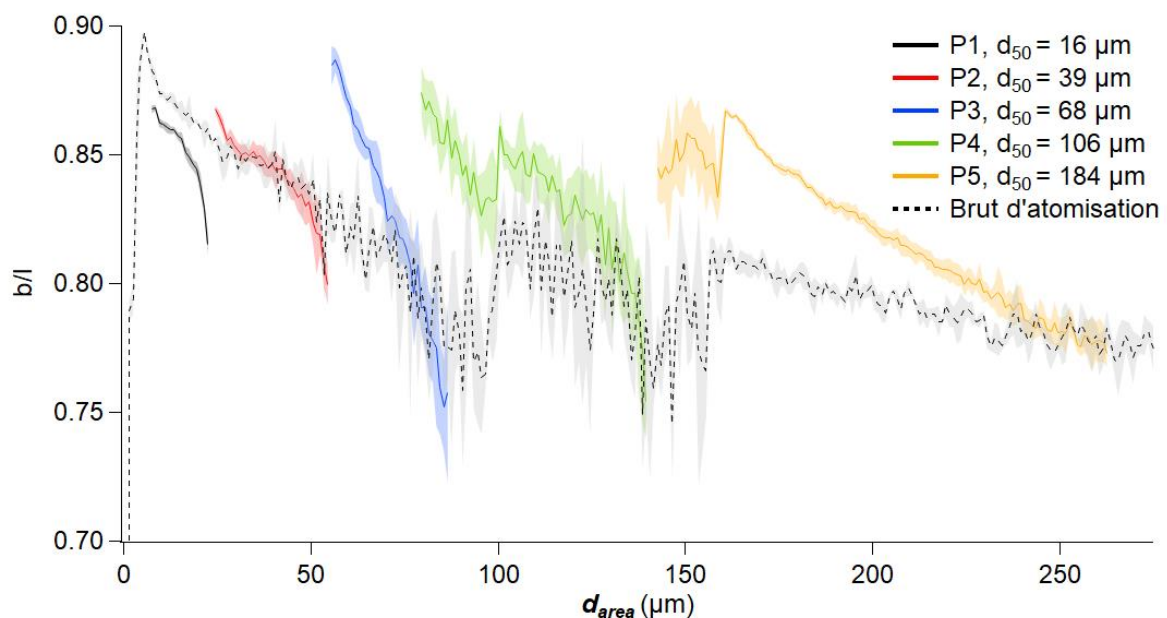


Figure 2-13 : Valeur du facteur d'allongement b/l pour les poudres P1 à P5, les valeurs présentées se situent entre le d_{10} et le d_{90} de chaque distribution. La courbe en pointillé correspond à la poudre brute d'atomisation.

2.3.3 Implications pour le procédé PBF-LB

La taille des poudres est un facteur important du procédé PBF-LB, car elle fixe une limite basse à l'épaisseur de couche pouvant être utilisée. Ainsi, dans le cas des mélanges de poudres réalisés, il est important d'identifier les contraintes que cela implique en termes de paramètres de fabrication. Comme il a été présenté dans la Section 1.2.3.2.2, des critères liant épaisseur de couche et distribution de taille peuvent être appliqués comme indicateurs préalables.

À la suite d'une fabrication, la poudre non fusionnée peut être recyclée par tamisage afin de filtrer les projections retombées sur le lit de poudre et les agglomérats de particules formés par des particules affectées thermiquement lors de la fabrication (voir Section 1.1.2.1.3.4). Dans le cas d'un mélange de poudres, un double tamisage devra être réalisé. Un tamisage devant filtrer les projections et agglomérats, et un tamisage pour séparer les deux distributions des poudres constituant le mélange. Dans ce but, il est important de considérer deux distributions de taille distinctes, afin de pouvoir effectuer un tamisage avec une taille de maille comprise entre les valeurs des déciles d_{90} de la poudre fine et d_{10} de la poudre grossière dans le mélange. La séparation des deux distributions devrait être réalisée, puis un nouveau mélange préparé, afin de s'assurer de la bonne proportion X_f et de l'homogénéité du mélange qui est placé en alimentation de la machine. Cette recommandation pourra être adaptée avec une étude plus approfondie de la modification de la distribution bimodale après plusieurs fabrications et tamisage. Comme abordé dans la Section 1.1.2.1.4, une distribution monomodale à tendance à augmenter en taille après plusieurs recyclages et réemplois en raison de la consommation de particules fines et de leur aspiration dans les filtres des machines.

2.4 Propriétés comportementales des poudres

2.4.1 Étude de la compaction des poudres

Le comportement d'une poudre dépend notamment de l'arrangement des particules, c'est-à-dire de son état de compaction. La compaction d'une poudre correspond à l'augmentation de sa densité à la suite d'une sollicitation mécanique. Selon l'état de compaction, des phénomènes de blocage peuvent se produire, restreignant voire supprimant la mobilité des particules. Ces phénomènes sont influencés par la taille et la morphologie des particules mais aussi par les forces de cohésion au sein de la poudre. Il apparaît donc nécessaire d'étudier la capacité d'une poudre à se compacter et mettre cela en correspondance avec ses propriétés d'écoulement. De plus, la démarche de mélange de poudre mise en avant dans ces travaux vise à augmenter la densité du lit de poudre, qui sera liée à la capacité de la poudre à former un ensemble compact.

2.4.1.1 Effet de la granulométrie sur la compaction.

L'étude de la compaction des poudres passe par l'analyse de trois grandeurs caractéristiques que sont : la densité apparente ρ_0 , la densité tapée à 500 *tap* ρ_{500} et le temps de demi-compaction $n_{1/2}$ qui est caractéristique de la dynamique de compaction. La Figure 2-14 regroupe les courbes de compaction moyennes des poudres monomodales pour la mesure de trois échantillons par poudre et pour un total de 500 *tap*. Le Tableau 2-5 regroupe les valeurs moyennes et les dispersions associées aux grandeurs citées précédemment.

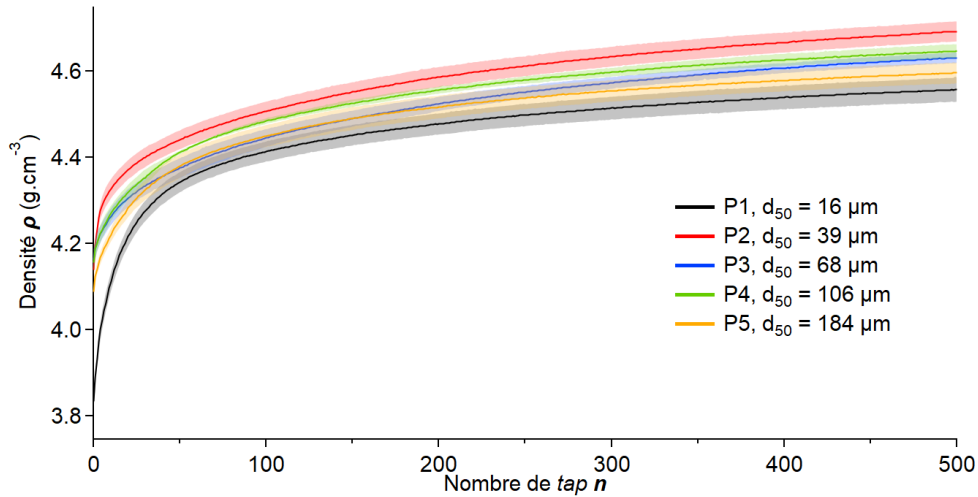


Figure 2-14 : Courbes de compaction moyennes pour trois mesures et pour un total de 500 tap des poudres monomodales P1 à P5. L'ombrage autour des courbes correspond à \pm l'écart type.

Tableau 2-5 : Valeurs moyennes et écart type des (a) densités et (b) fractions volumiques des états apparent (ρ_0 , η_0) et tapé (ρ_{500} , η_{500}) ainsi que du nombre de tap à demi-compaction $n_{1/2}$ pour les poudres P1 à P5.

(a)		ρ_0 (g.cm ⁻³)		ρ_{500} (g.cm ⁻³)		$n_{1/2}$ (tap)	
Poudre	d_{50} (μm)	$\bar{\rho}_0$	σ	$\bar{\rho}_{500}$	σ	$\bar{n}_{1/2}$	σ
P1	16	3,84	0,020	4,56	0,028	17.50	0.29
P2	39	4,14	0,022	4,69	0,023	36.93	9.30
P3	68	4,16	0,022	4,63	0,012	62.81	5.32
P4	106	4,16	0,030	4,65	0,016	45.90	2.76
P5	184	4,09	0,013	4,60	0,024	35.41	3.66

(b)		η_0		η_{500}	
Poudre	d_{50} (μm)	$\bar{\eta}_0$	σ_{η_0}	$\bar{\eta}_{500}$	$\sigma_{\eta_{500}}$
P1	16	0,498	0,003	0,592	0,004
P2	39	0,538	0,003	0,609	0,003
P3	68	0,541	0,003	0,602	0,002
P4	106	0,540	0,004	0,604	0,002
P5	184	0,531	0,002	0,597	0,003

Comme il peut être observé sur la Figure 2-14, la valeur absolue de la densité semble influencée par la taille des particules. En effet, la poudre P1, de granulométrie fine ($< 20 \mu\text{m}$) présente des valeurs de densités inférieures aux poudres de taille plus élevée. Cette poudre fine forme une structure moins compacte, ce qui peut être dû à la présence d'agrégats de particules pouvant générer des cavités dans l'empilement. De plus, l'écart de densité entre l'état initial ρ_0 et la densité après 500 tap ρ_{500} est plus important dans le cas de cette poudre fine. Le rapport entre ces densités est caractérisé par le ratio d'Hausner, cf. Figure 2-15, correspondant pour cette poudre à un écoulement "passable" en se référant à l'échelle qualitative proposée en Tableau 1-4. L'écart de densité important dans le cas de cette poudre

est cohérent avec les conclusions de l'étude de *Vandewalle et al.* [170] qui montre que lorsque la cohésion augmente, l'écart de densité $\rho_\infty - \rho_0$ augmente lui aussi.

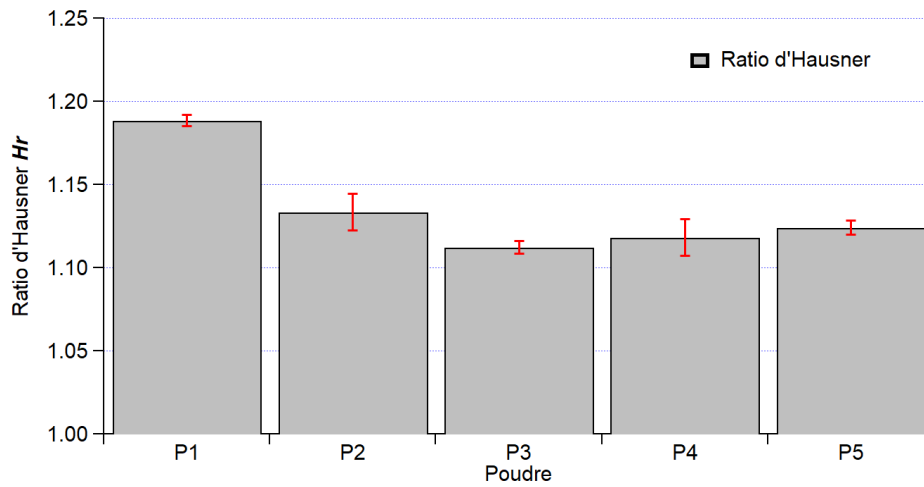


Figure 2-15 : Ratio d'Hausner pour les poudres P1 à P5.

Au-delà des grandeurs caractéristiques présentées ci-dessus, la dynamique de compaction peut être directement comparée entre les échantillons en traçant la densité normalisée, calculée suivant l'Équation 2-12 et représentée sur la Figure 2-16. De plus, la vitesse de compaction, premièrement qualifiée par la valeur de demi-compaction $n_{1/2}$ peut aussi être calculée comme la dérivée de la densité (Équation 2-13), cf. Figure 2-17.

$$\text{Densité normalisée} = \frac{\rho(n) - \rho_0}{\rho_{500} - \rho_0} \quad (\text{Équation 2 - 12})$$

$$\frac{d\rho}{dn}(n) = \frac{\rho(n_{i+1}) - \rho(n)}{n_{i+1} - n} \quad (\text{Équation 2 - 13})$$

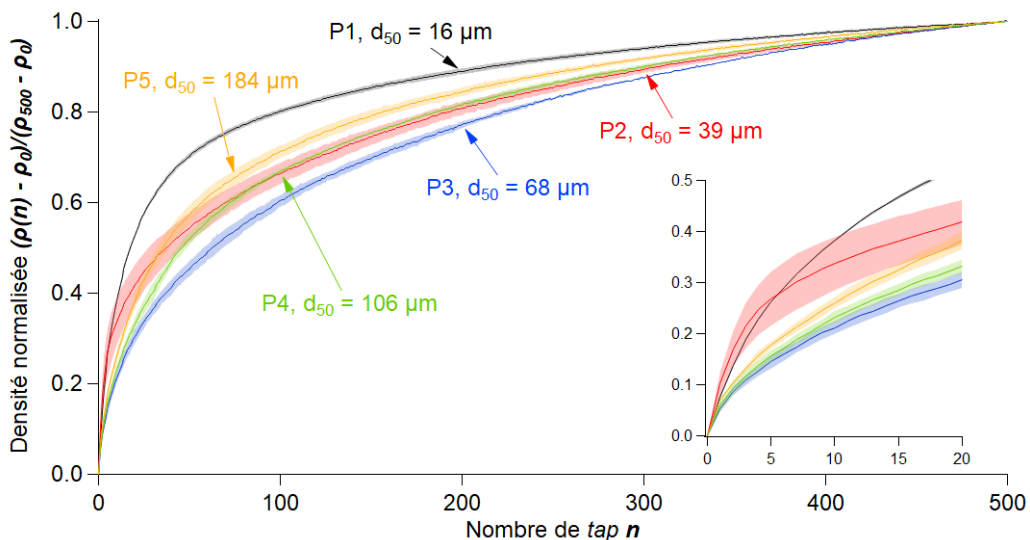


Figure 2-16 : Densité normalisée pour les poudres P1 à P5. L'encart de droite correspond à la densité normalisée sur les 20 premiers tap.

La poudre fine P1 présente une compaction rapide, avec un $n_{1/2}$ moyen de 17,5 tap et une faible dispersion en comparaison aux autres poudres, cf. Tableau 2-5. Ceci va à l'encontre des conclusions présentées par *Vandewalle et al.* [170] qui indiquent que plus la cohésion est faible, plus la dynamique

de compaction sera rapide. Cependant, cette conclusion semble se vérifier avec la tendance des poudres P3 à P5, avec des valeurs de $n_{1/2}$ décroissantes pour une taille médiane de particules croissante. Une taille intermédiaire aux alentours de 68 μm semble amener à la vitesse de compaction la plus faible. Cette tendance a été mise en avant par Lumay et al. [167], avec une taille seuil de 50 μm pour expliquer la prépondérance des forces cohésives pour $d < 50 \mu\text{m}$ sur la dynamique de compaction et les propriétés d'écoulement.

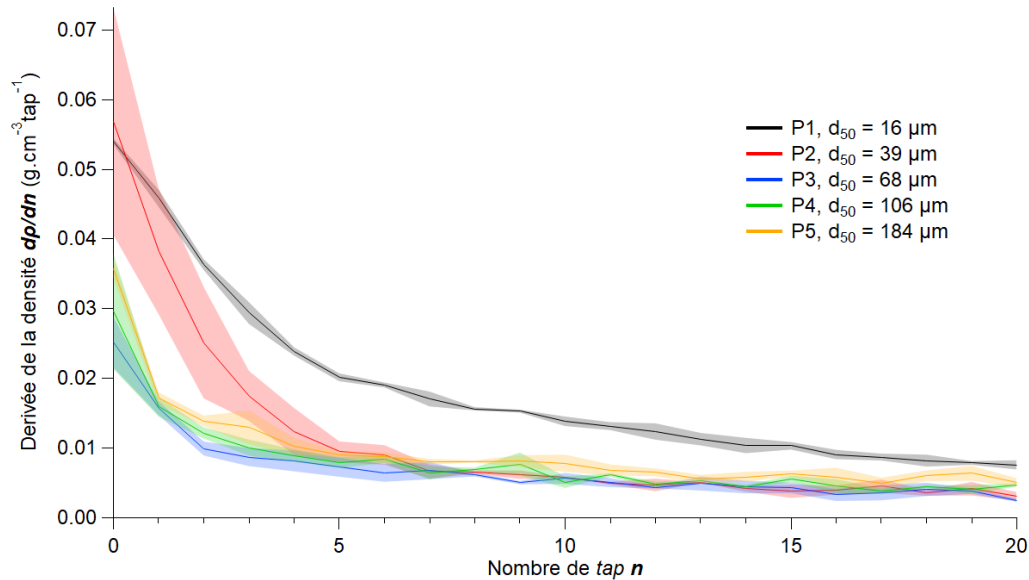


Figure 2-17 : Evolution de la vitesse de compaction (dérivée de la densité) pour les 20 premiers tap pour les poudres P1 à P5.

La poudre P2, qui est la poudre de référence pour le procédé PBF-LB, présente dans les premiers stades de la compaction une compaction rapide, cf. Figure 2-16 et Figure 2-17. Cependant, la vitesse de compaction chute rapidement et atteint une valeur équivalente aux poudres P3 à P5 à partir de 5 tap. Cette compaction rapide en début d'essai est cependant associée à une dispersion élevée de la dérivée $\frac{d\rho}{dn}$ en comparaison aux autres poudres. Cependant, la valeur de ρ_0 présente une dispersion comparable aux autres poudres.

2.4.1.2 Modélisation de la dynamique de compaction

Comme il a été décrit dans la Section 2.2.2.2.2, la compaction peut être modélisée afin de définir une fraction volumique maximale η_∞ et un temps caractéristique de compaction τ . Ainsi, les courbes de compaction mesurées pour les poudres monomodales sont ajustées avec les deux modèles précédemment cités de Philippe et Bideau [169] et de Knight *et al.* [168]. Dans ces modèles, les paramètres B et β permettent de tenir compte des conditions d'essais et doivent ainsi être déterminés.

2.4.1.2.1 Détermination des paramètres B et β

Dans un premier temps, afin d'obtenir le meilleur ajustement possible, tous les paramètres des modèles sont laissés libres. La recherche de paramètres optimaux se fait pour 100 000 itérations ($maxfev = 100\ 000$). Les valeurs obtenues pour les grandeurs η_∞ et τ sont comparées dans le Tableau 2-6.

Tableau 2-6 : Valeurs des paramètres d'ajustement des modèles de Philippe et Bideau et de Knight *et al.* lorsque qu'ils sont laissés libres afin d'obtenir le meilleur ajustement après 100 000 itérations.

	Mesure	η_{∞}		τ		β		B		R^2	
		Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>		
P1	1	0,599	0,583	43,1	1,40E-129	0,466	-3,852	0,993	0,068		
	2	0,591	0,658	39,9	6,1	0,482	0,305	0,993	1		
	3	0,594	0,675	43,2	4,9	0,468	0,232	0,993	0,999		
	Moyenne	0,595	0,639	42,1	3,7	0,472	-1,105				
	Ecart type	0,004	0,049	1,8	3,2	0,009	2,379				
P2	1	0,685	532,2	1517,2	2,6	0,33	2,63E-05	0,999	0,99		
	2	0,633	463	300,7	5,2	0,445	3,07E-05	1	0,996		
	3	0,659	464	559,5	2,1	0,344	2,94E-05	0,999	0,992		
	Moyenne	0,659	486,4	792,4	3,3	0,373	2,88E-05				
	Ecart type	0,026	39,7	640,8	1,7	0,063	2,30E-06				
P3	1	0,618	378,8	223,9	10,5	0,554	4,02E-05	1	0,999		
	2	0,621	365,1	233,5	8	0,513	4,04E-05	1	0,998		
	3	0,621	300,6	271,3	11,4	0,54	5,46E-05	1	0,997		
	Moyenne	0,62	348,2	242,9	10	0,536	4,51E-05				
	Ecart type	0,002	41,8	25,1	1,8	0,021	8,24E-06				
P4	1	0,614	0,994	124,2	7,9	0,55	0,043	0,998	0,999		
	2	0,609	1,03	121,2	6,7	0,544	0,033	0,999	1		
	3	0,61	0,811	118,1	11,2	0,586	0,077	1	1		
	Moyenne	0,611	0,945	121,2	8,6	0,56	0,051				
	Ecart type	0,003	0,117	3,1	2,3	0,023	0,023				
P5	1	0,601	0,806	100	7,4	0,543	0,074	0,999	1		
	2	0,601	0,738	84,2	6,8	0,525	0,104	0,998	1		
	3	0,604	0,696	79,3	11,3	0,562	0,189	0,998	1		
	Moyenne	0,602	0,746	87,9	8,5	0,543	0,123				
	Ecart type	0,002	0,056	10,8	2,4	0,018	0,06				

Les résultats obtenus montrent que le modèle de Knight *et al.* semble bien adapté à la description de la poudre P1, hormis pour la première mesure où un ajustement correct n'a pas été trouvé. Ceci peut être expliqué par la présence, dans les 500 *taps* qui constituent la mesure, d'un plateau de compacité plus marqué en comparaison aux autres poudres testées, *cf.* Figure 2-16. Les valeurs de η_{∞} sont proches, voir supérieures à la valeur limite du *random close packing* $\eta_{RCP} = 0.64$, ce qui peut s'expliquer par la dispersion de taille des particules, ce qui permet une meilleure compacité. En ce qui concerne les autres poudres, il peut être observé que les valeurs ajustées de η_{∞} ne sont pas cohérentes, malgré un coefficient de détermination $R^2 \approx 1$, car elles dépassent la valeur de $\eta_{RCP} = 0.64$ et sont même pour certaines > 1 . Il semble donc difficile de définir une valeur unique de B permettant d'ajuster ces données expérimentales. Ainsi, tel qu'il a été proposé par Vandewalle *et al.*[170], une valeur de $B = 1$ sera utilisée pour la suite de ces travaux.

En ce qui concerne le modèle de Philippe et Bideau, les valeurs de η_∞ pour les poudres P1, P3, P4 et P5 semblent cohérentes car inférieures à η_{RCP} . La poudre P2 quant à elle présente des valeurs proches, voir supérieures au η_{RCP} , ce qui peut s'expliquer encore une fois par la dispersion de la taille des particules. Le paramètre β est équivalent pour les poudres P3 à P5, avec une valeur moyenne de 0.546 alors qu'il est sensiblement différent pour les poudres P1 et P2. Cependant, sachant que les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions opératoires, le coefficient β devrait avoir une valeur unique. Ainsi, une valeur moyenne de $\beta = 0.497$, correspondant aux valeurs observées pour les différentes poudres, sera utilisée pour la suite des travaux.

2.4.1.2.2 Comparaison des modèles pour des valeurs fixes de B et β

En fixant les paramètres B et β , les modèles de Knight *et al.* [168] et de Philippe et Bideau [169] permettent d'ajuster convenablement les données expérimentales. Les coefficients de détermination correspondant à l'ajustement de ces modèles sont supérieurs à 99.2% pour le modèle de Philippe et Bideau et 95.6% pour le modèle de Knight *et al.*

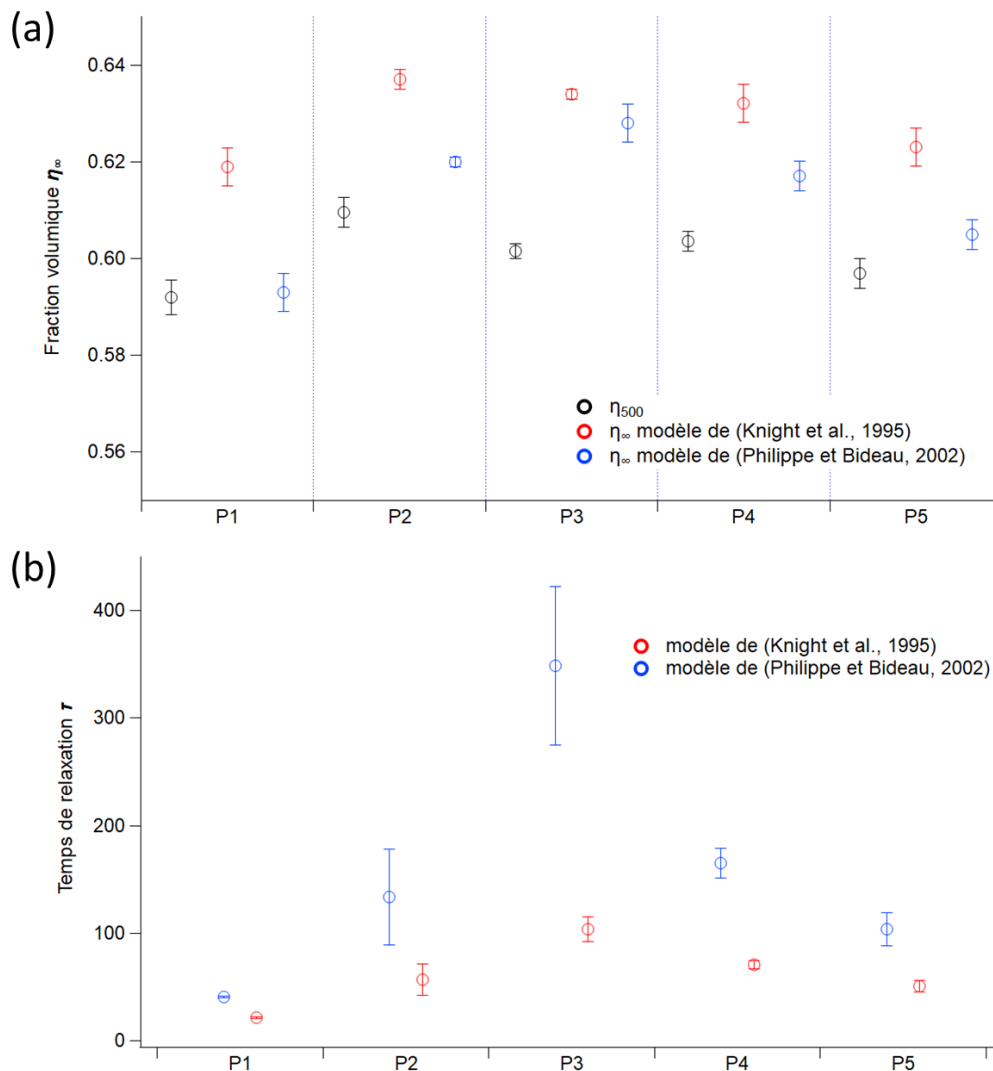


Figure 2-18 : (a) Fraction volumique maximale η_∞ et (b) temps caractéristique de relaxation τ pour les modèles de Knight *et al.* ($B = 1$) et Philippe et Bideau ($\beta = 0.497$).

Malgré le bon ajustement des deux modèles, il existe des différences non négligeables de η_∞ et τ entre les deux modèles. Comme il a été explicité dans la Section 2.2.2.2, les deux modèles n'ont pas été obtenus à partir de mêmes conditions expérimentales. Le modèle de Knight *et al.* a été obtenu dans des conditions expérimentales favorisant la cristallisation, permettant d'atteindre des valeurs de η supérieures au η_{RCP} dans le cadre de leurs expériences. Le bon ajustement de ce modèle aux données de P1 lorsque le paramètre B était laissé libre peut indiquer que pour cette poudre c'est ce type de régime stabilisé qui est à l'œuvre. Le modèle de Philippe et Bideau permet de représenter un état d'équilibre entre la compaction et la convection, ce qui amène à une fraction volumique limite inférieure au η_{RCP} .

Pour nos données expérimentales, la densité n'est pas encore stabilisée à $n = 500$. Ainsi, le modèle de Knight *et al.*, basé sur un régime stable de cristallisation, amène à des valeurs de η_∞ plus élevées que le modèle de Philippe et Bideau, *cf.* Figure 2-18a. Cependant, pour les temps caractéristiques de compaction, le modèle de Knight *et al.* devrait correspondre à une dynamique de compaction lente en comparaison avec le modèle de Philippe et Bideau, or, la Figure 2-18b indique l'inverse. Ceci est probablement lié aux valeurs utilisées du coefficient B et β , qui ne doivent pas représenter les mêmes conditions d'essais.

2.4.1.3 Étude de la compaction des mélanges de poudres

Dans le cas des mélanges de poudres, des gains de densité de l'ordre de 4,6% à 14,3% pour la densité apparente et de l'ordre de 7,4% à 22,3% pour la densité tapée sont mesurés, *cf.* Tableau 2-7. Ce gain de densité est d'autant plus important que le ratio de taille d_{50} est grand. Ceci est attendu et en accord les augmentations trouvées dans la littérature [150,179]. D'après les mesures réalisées, la fraction volumique atteint un maximum pour une proportion de poudre fine optimale X_f^* située entre 20 et 40 wt%, ce qui est visible pour les fractions volumiques apparente et tapée, *cf.* Figure 2-19 et Figure 2-20, et qui est en accord avec les observations faites dans la littérature qui indiquent un optimum pour $X_f^* = 30\%$. Il est observé que l'augmentation de la fraction volumique ne répond pas à une loi de mélange, mais est composé de deux domaines entourant le maximum [152]. Pour $X_f < X_f^*$, les particules grossières forment un assemblage compact, avec des vides dans lesquels les particules fines peuvent se loger, si leur ratio de taille le permet, ce qui amène à une augmentation de la fraction volumique. Pour des valeurs $X_f > X_f^*$, les particules de grande taille sont entourées par des particules fines, et agissent comme un remplacement local de la structure poreuse formée par les particules fines par une particule dense [179].

Tableau 2-7 : Gain maximum de densité apparente ρ_0 et tapée à 500 *tap* ρ_{500} pour chaque mélange. Le gain est calculé par rapport à la poudre de densité maximale constituant le mélange.

Mélange	Ratio d_{50}	Δd_{50}	ρ_0		ρ_{500}	
				Gain (%)		Gain (%)
P3P5	2,70	115,8	40P3P5/P3	4,6	40P3P5/P3	7,4
P2P4	2,72	67,1	30P2P4/P4	8,1	40P2P4/P2	8,3
P1P3	4,32	52,3	40P1P3/P3	8,4	40P1P3/P3	16,7
P2P5	4,71	144,8	40P2P5/P2	14,3	40P2P5/P2	14,5
P1P4	6,74	90,4	30P1P4/P4	14,2	30P1P4/P4	22,3

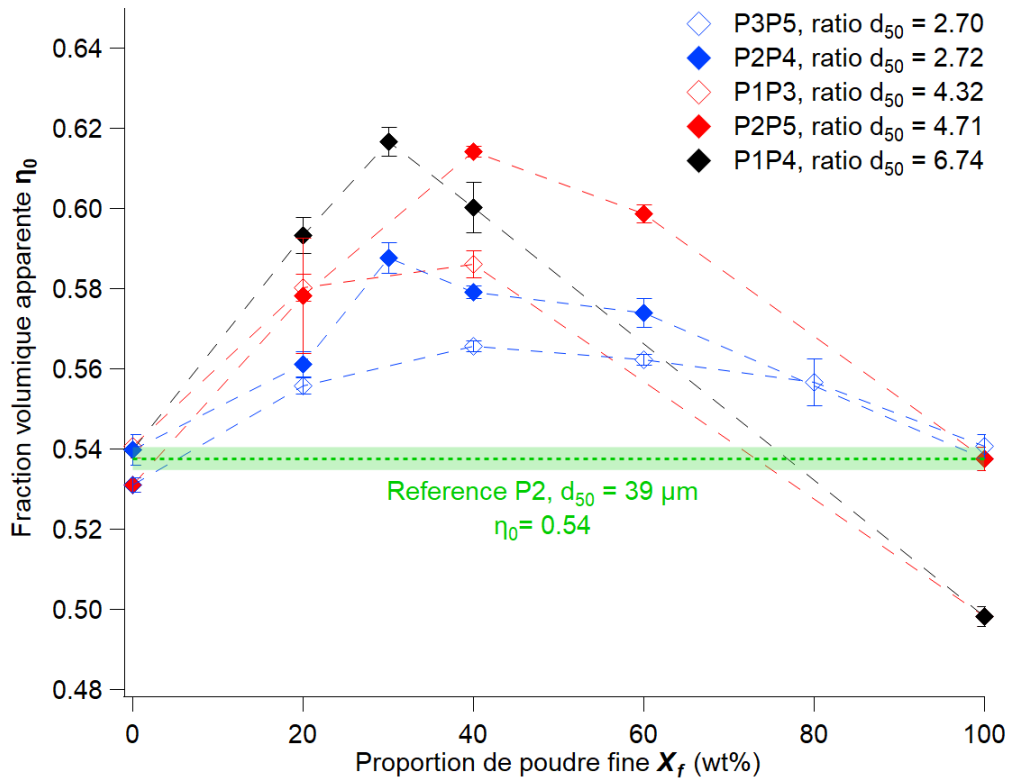


Figure 2-19 : Évolution de la fraction volumique apparente η_0 en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange. La ligne verte pointillée indique la valeur η_0 de la poudre P2 de référence, avec l'ombrage égal à \pm l'écart type.

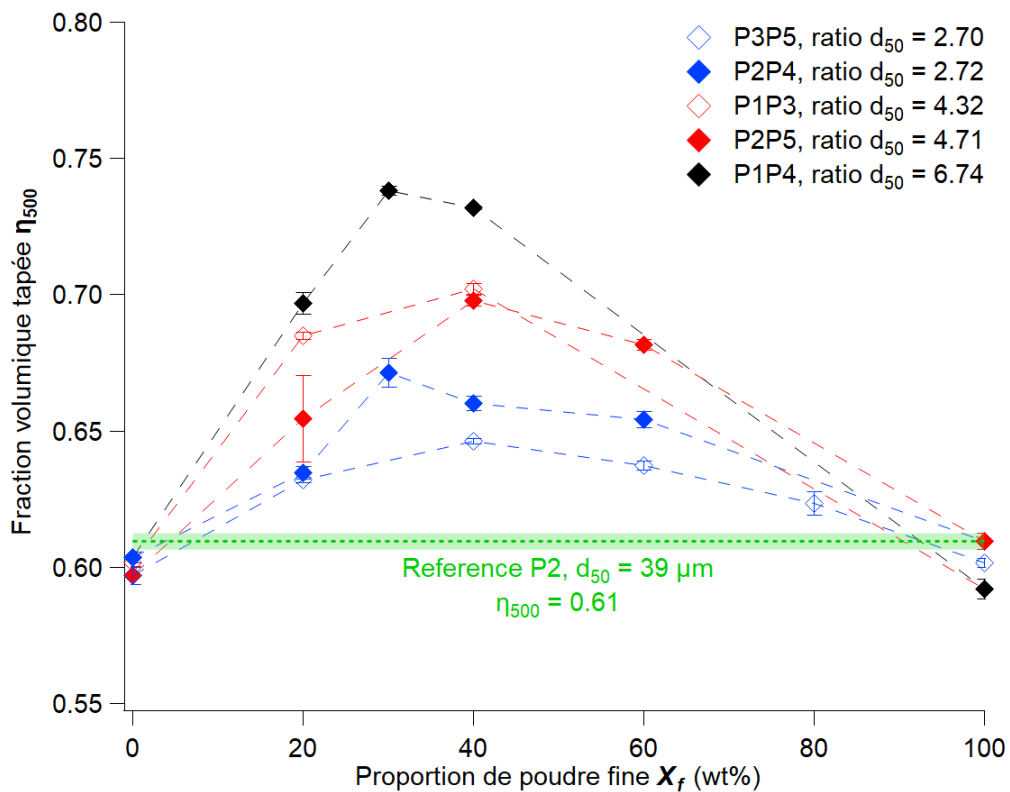


Figure 2-20 : Évolution de la fraction volumique tapée η_{500} en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange. La ligne verte pointillée indique la valeur η_{500} de la poudre P2 de référence, avec l'ombrage égal à \pm l'écart type.

En ce qui concerne la dynamique de compaction, une diminution du temps de demi-compaction $n_{1/2}$ est observée pour des mélanges, cf. Figure 2-21. De la même manière que pour la densité, le gain en rapidité de compaction semble être influencé par le ratio de taille, même si la tendance est moins marquée en raison des valeurs de $n_{1/2}$ très différentes entre les poudres. Ce résultat est particulièrement intéressant car il montre que le mélange de poudre permet de créer une certaine mobilité entre les particules de poudre, ce qui permet de densifier l'ensemble à des valeurs pouvant aller jusqu'à +22 % de densité tapée. Il est à noter que le mélange de poudre permet notamment d'atteindre des valeurs de $n_{1/2}$ équivalentes, voir inférieures à celle mesurée pour la poudre P2 ($n_{1/2} = 37 \text{ tap}$), qui correspond au standard utilisé dans le procédé PBF-LB.

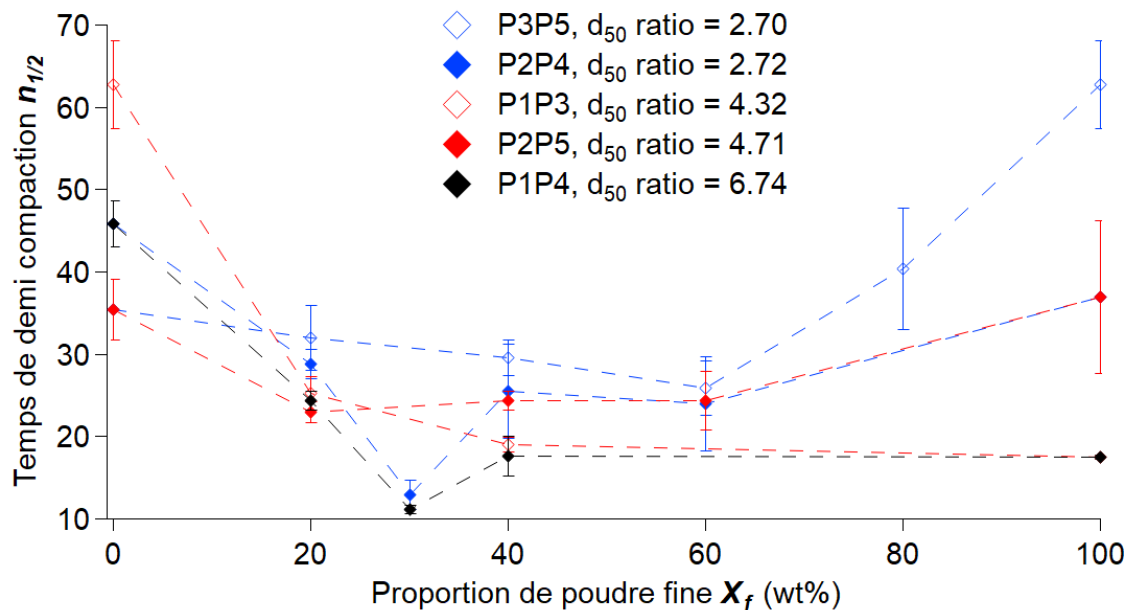


Figure 2-21 : Temps de demi-compaction $n_{1/2}$ pour les mélanges de poudre en fonction de la proportion de poudre fine dans le mélange.

2.4.1.4 Modélisation de la compaction de poudres mélangées

Afin d'étudier la réponse des modèles présentés en Section 2.2.2.2 la démarche proposée pour les poudres monomodales (voir Section 2.4.1.2) sera appliquée aux mélanges. Dans un premier temps, les paramètres d'ajustement seront laissés libres afin de déceler d'éventuelles tendances ou incohérences. Puis dans un second temps, les valeurs des paramètres B et β seront fixées afin de comparer les modèles entre eux.

Comme dans le cas des poudres monomodales, en laissant les paramètres d'ajustement libres pour la recherche du meilleur ajustement, les valeurs de η_∞ trouvées pour le modèle de Knight *et al.*[168] ne sont pas cohérentes malgré un coefficient de détermination $R^2 > 98\%$, cf. ANNEXE A.

En ce qui concerne le modèle de Philippe et Bideau [169], il est intéressant de noter que pour les différentes proportions de mélange, la valeur de β trouvée pour assurer le meilleur ajustement est proche de la valeur de β pour la poudre fine du mélange, cf. Figure 2-22. Cela n'est cependant pas le cas pour le mélange P3P5 où les deux poudres constituant le mélange ont à la base un coefficient β semblable.

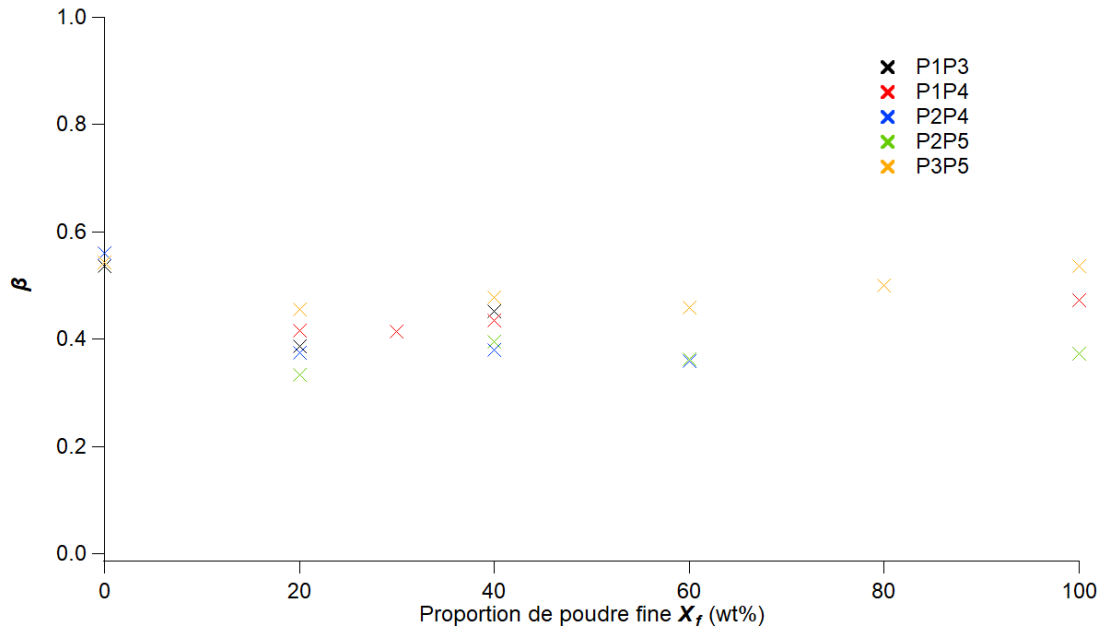


Figure 2-22 : Paramètre β trouvé pour un ajustement libre.

Afin de comparer les deux modèles les paramètres sont fixés à $B = 1$ et $\beta = 0,497$. Dans ce cas, les coefficients de détermination sont élevés, supérieurs à 94,8 % dans le cas du modèle de Knight *et al.* [168] et supérieurs à 98,5 % dans le cas du modèle de Philippe et Bideau [169]. En ce qui concerne les valeurs de η_∞ , *cf.* Figure 2-23, la réalisation d'un mélange mène à une augmentation de densité qui semble moins élevée que celle observée pour les grandeurs caractéristiques η_0 et η_{500} , *cf.* Tableau 2-7.

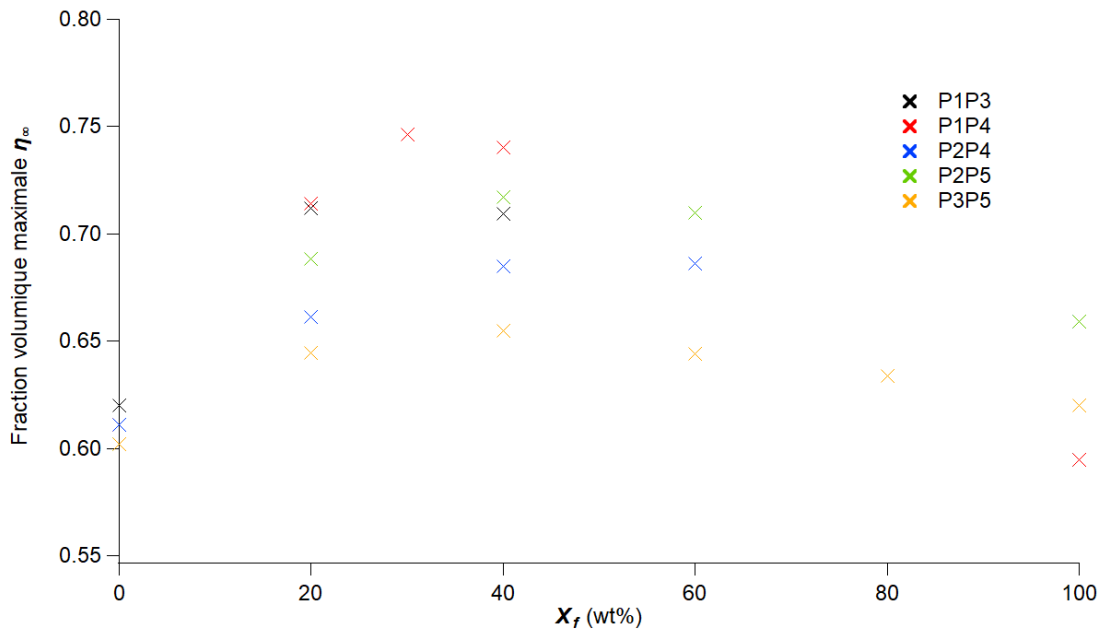


Figure 2-23 : Valeurs de η_∞ en fonction de la proportion de poudre fine X_f .

En ce qui concerne le temps caractéristique de compaction τ , une diminution est à noter pour les mélanges de poudres, de la même manière que le $n_{1/2}$, *cf.* Figure 2-21. Ainsi, l'utilisation d'un mélange de poudre permet une compaction plus rapide. Ce résultat cohérent avec les conclusions de Pilliteri *et al.* [179], qui indiquent une augmentation maximale de la vitesse de compaction aux alentours de $X_f = 20$ %. Cependant, Pilliteri *et al.* indiquent aussi qu'il existe un ratio de taille, aux

alentours de 5.5, pour lequel les blocages transitoires sont les plus importants, ce qui mène à un temps caractéristique de compaction le plus élevé. Dans les travaux présentés ici, cet effet du ratio de taille n'a pas été observé, ce qui est attribué à la dispersion de la distribution de taille des particules, qui réduit l'occurrence des phénomènes de blocages transitoires.

2.4.1.5 Caractérisation de la coulabilité par le ratio d'Hausner

Comme il a pu être présenté plus haut, le ratio d'Hausner est couramment utilisé pour qualifier la coulabilité d'une poudre. Dans le cas des mélanges réalisés les résultats sont présentés dans la Figure 2-24. Le ratio d'Hausner ne semble pas influencé par le ratio de taille (ratio d_{50}), mais dépendant de la poudre fine qui est utilisée dans le mélange. En effet, les deux mélanges P1P3 et P1P4, comprenant la poudre fine P1 ($d_{50} = 16 \mu\text{m}$), présentent des valeurs de Hr du même ordre de grandeur que la poudre fine seule. En prenant le ratio d'Hausner comme indicateur de la coulabilité, il peut être conclu que pour ces deux mélanges, la coulabilité n'est pas améliorée, en opposition avec l'observation faite précédemment sur le temps caractéristique de compaction τ .

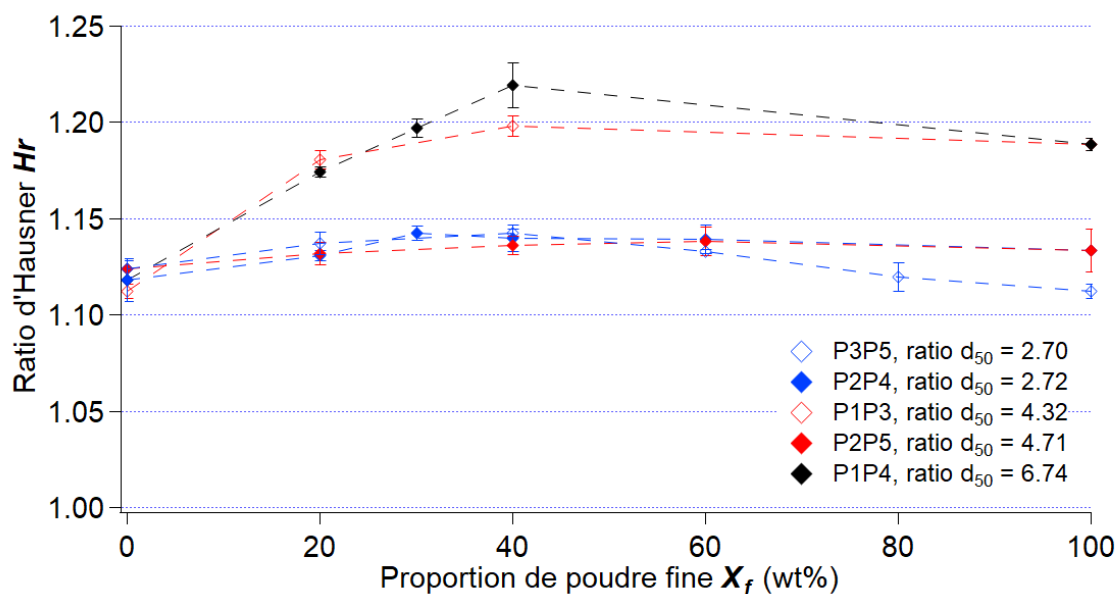


Figure 2-24 : Ratio d'Hausner Hr en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange.

2.4.2 Étude de l'écoulement des poudres

Lors de l'utilisation d'une poudre dans le procédé PBF-LB, cette dernière est stockée, puis s'écoule avant d'être étalée. Ainsi, afin de maîtriser le procédé, il est important que la poudre puisse s'écouler facilement et avec régularité, ce qui peut être relié à ses propriétés statiques [171]. Cependant, lors de l'étalement, la poudre est soumise à des efforts de cisaillement, qui seraient mieux qualifiés par des propriétés dynamique de l'écoulement (angle d'écoulement, indice de cohésion)[171]. Ces forces de cisaillement interviennent premièrement dans le tas de poudre qui est poussé par le système de mise en couche, où un front d'écoulement est présent et où une circulation de la poudre s'opère. Puis deuxièmement dans la zone comprise entre le racleur et la surface sous-jacente lors de la formation de la couche de poudre. Le comportement de la poudre lors de l'étalement dépendra alors de la réponse de cette dernière à ces efforts de cisaillement.

Pour observer l'effet d'un mélange de poudres sur la dynamique de l'écoulement, les poudres monomodales et les mélanges sont caractérisés à l'aide d'un tambour rotatif.

2.4.2.1 Dynamique d'écoulement des poudres monomodales

Concernant les valeurs d'angle d'écoulement, présentées sur la Figure 2-25, la poudre P1 se distingue des autres poudres P2 à P5, avec un angle d'écoulement qui évolue peu sur la plage de vitesse de rotation testée. Ceci peut être associé à la formation d'agrégats formant des avalanches pour des vitesses de rotation faibles, menant à des valeurs d'angle d'écoulement élevées, puis à un phénomène de fluidisation, avec un cisaillement de ces agrégats, permettant de compenser l'augmentation de la vitesse de rotation. Les poudres P2 à P5 présentent des angles moyens d'écoulement croissants, correspondant à une augmentation des interactions mécaniques entre les particules pour une vitesse de rotation croissante.

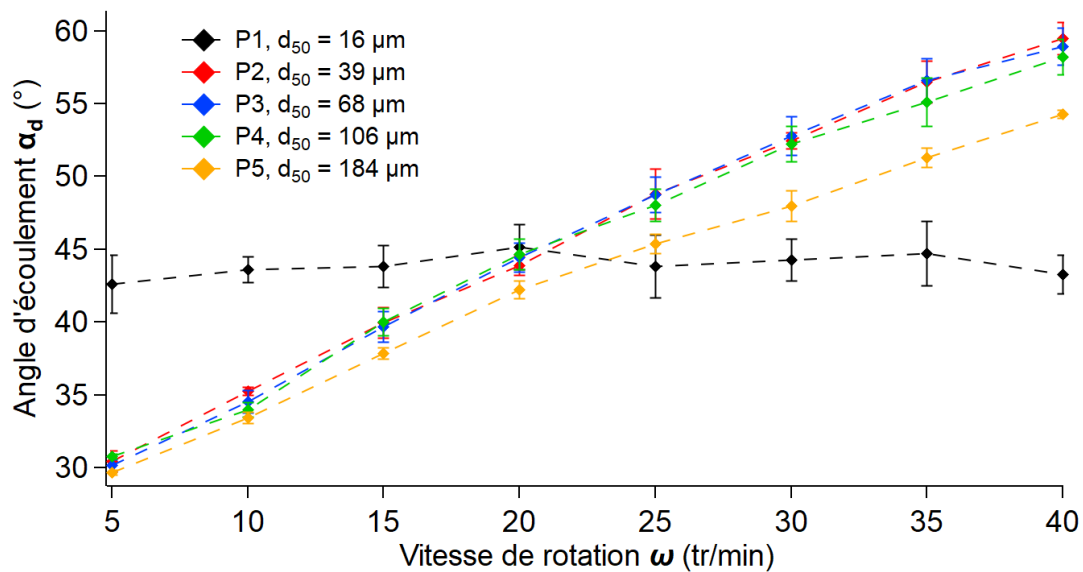


Figure 2-25 : Angle d'écoulement moyens α_d pour des vitesses de rotation du tambour comprises entre $\omega = 5$ et 40 tr/min pour les poudres P1 à P5.

Concernant l'indice de cohésion, présenté sur la Figure 2-26, la poudre P1 présente là aussi une différence de comportement avec les autres poudres. La poudre P1 présente une diminution de son indice de cohésion avec une augmentation de la vitesse de rotation. Ce comportement, causé par une sensibilité au phénomène de « shear-thinning » [171], peut être expliqué par un apport d'énergie suffisant permettant de passer outre les forces de cohésion entre les particules et de cisailier les agrégats de particules formant des avalanches. Pour ce qui est des autres lots de poudres, ils présentent une tendance d'augmentation de l'indice de cohésion avec la vitesse de rotation mais à des valeurs d'indice de cohésion différentes. Ce comportement est sensible au « shear-thickening » [171], car il résulte d'une augmentation des irrégularités de l'écoulement liées aux interactions mécaniques entre les particules et à la formation d'agrégats de grande taille [171]. Il est cependant observé que la poudre de référence P2 présente des valeurs d'indice de cohésion pouvant atteindre le double des valeurs observées sur les poudres P3 à P5. La taille des poudres semble influencer le niveau de cohésion au sein d'une poudre, jusqu'à une taille limite, située entre $d_{50} = 39$ et $68 \mu\text{m}$, à partir de laquelle les poudres présenteront un profil de cohésion similaire. De même, un changement de comportement semble s'opérer pour des poudres entre $d_{50} = 16$ et $39 \mu\text{m}$, avec une sensibilité au « shear-thinning » diminuant à mesure que la taille augmente. Ceci est notamment le cas lorsque la taille devient suffisamment grande pour que les effets des forces de cohésion ne soient plus prépondérants.

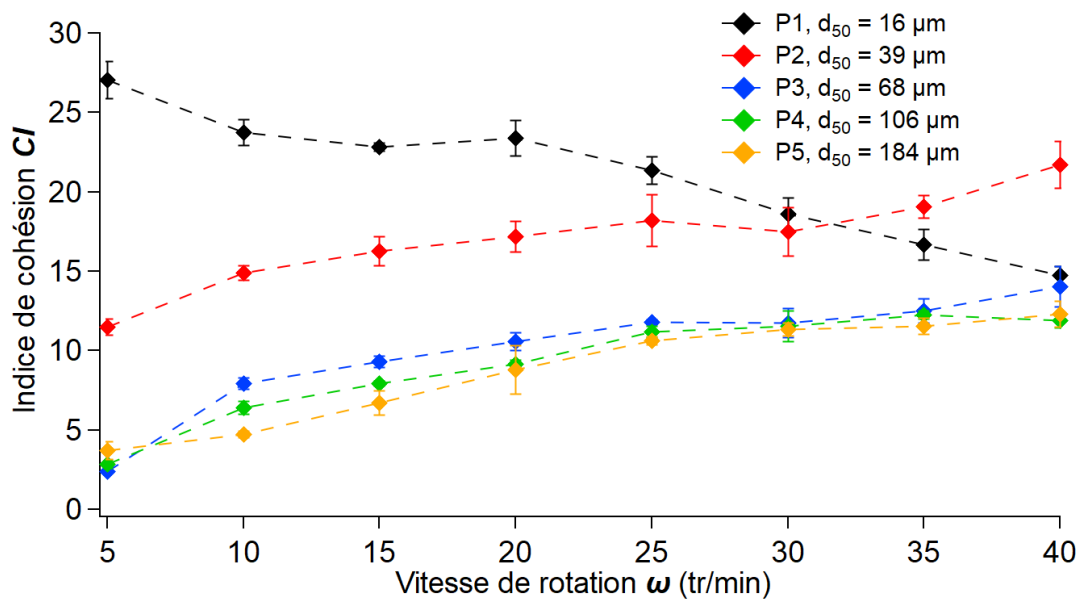


Figure 2-26 : Indice de cohésion moyens CI pour des vitesses de rotation du tambour comprise entre $\omega = 5$ et 40 tr/min pour les poudres P1 à P5.

2.4.2.2 Impact du mélange de poudres sur l'écoulement

En ce qui concerne les mélanges de poudres, l'évolution de l'indice de cohésion du mélange semble être influencée par la taille de la poudre fine utilisée dans le mélange, cf. Figure 2-28. En effet, dans le cas des mélanges impliquant la poudre fine P1 (voir Figure 2-28), les valeurs de l'indice de cohésion sont élevées pour la plage de vitesse testée. Ainsi, le caractère cohésif de la poudre fine semble être transféré à l'ensemble du mélange. De plus, les valeurs de l'indice de cohésion sont plus élevées que les valeurs mesurées pour la poudre de référence P2. Comme il a été décrit dans la Section 2.2.2.3, le niveau de cohésion est lié à la régularité de l'écoulement. Ainsi, ces mélanges de poudre s'écoulent de manière moins stable que la poudre P2.

Pour les mélanges de poudres non-cohésives, il est observé que le mélange présente dès $X_f = 30$ wt% un profil de cohésion semblable à celui de la poudre fine du mélange, cf. Figure 2-27. Ceci est notamment visible pour les mélanges P2P4 et P2P5 (voir Figure 2-27a et b), où la poudre fine P2 présente un niveau de cohésion distinct des poudres P4 et P5, cf. Figure 2-26. Pour des proportions $X_f < 30$ wt%, il est possible qu'une transition s'opère entre les profils de cohésion des deux poudres constitutives.

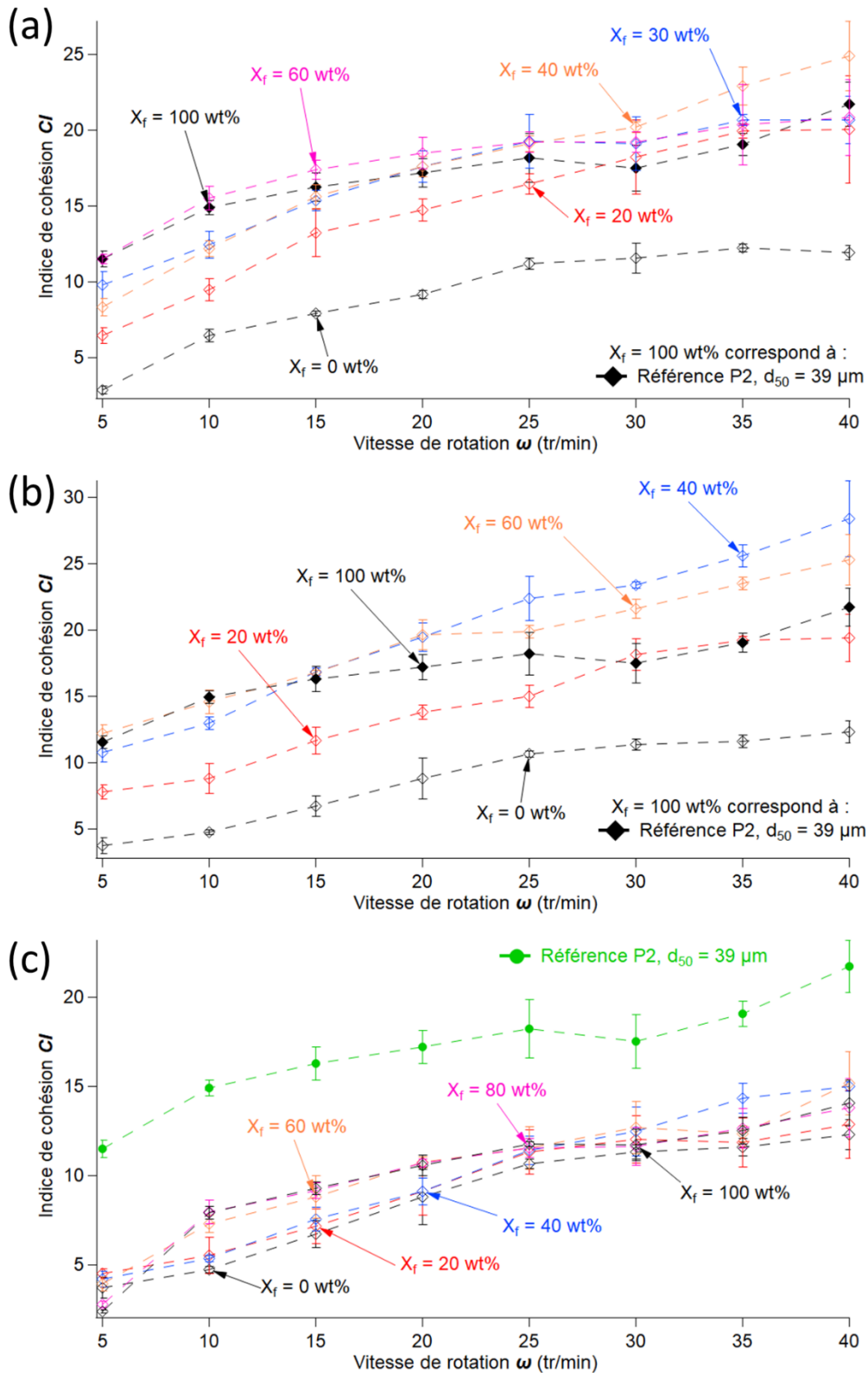


Figure 2-27 : Profil de l'indice de cohésion pour les mélanges de poudre (a) P2P4, (b) P2P5 et (c) P3P5. Les courbes en pointillés noires correspondent à la poudre de référence P2.

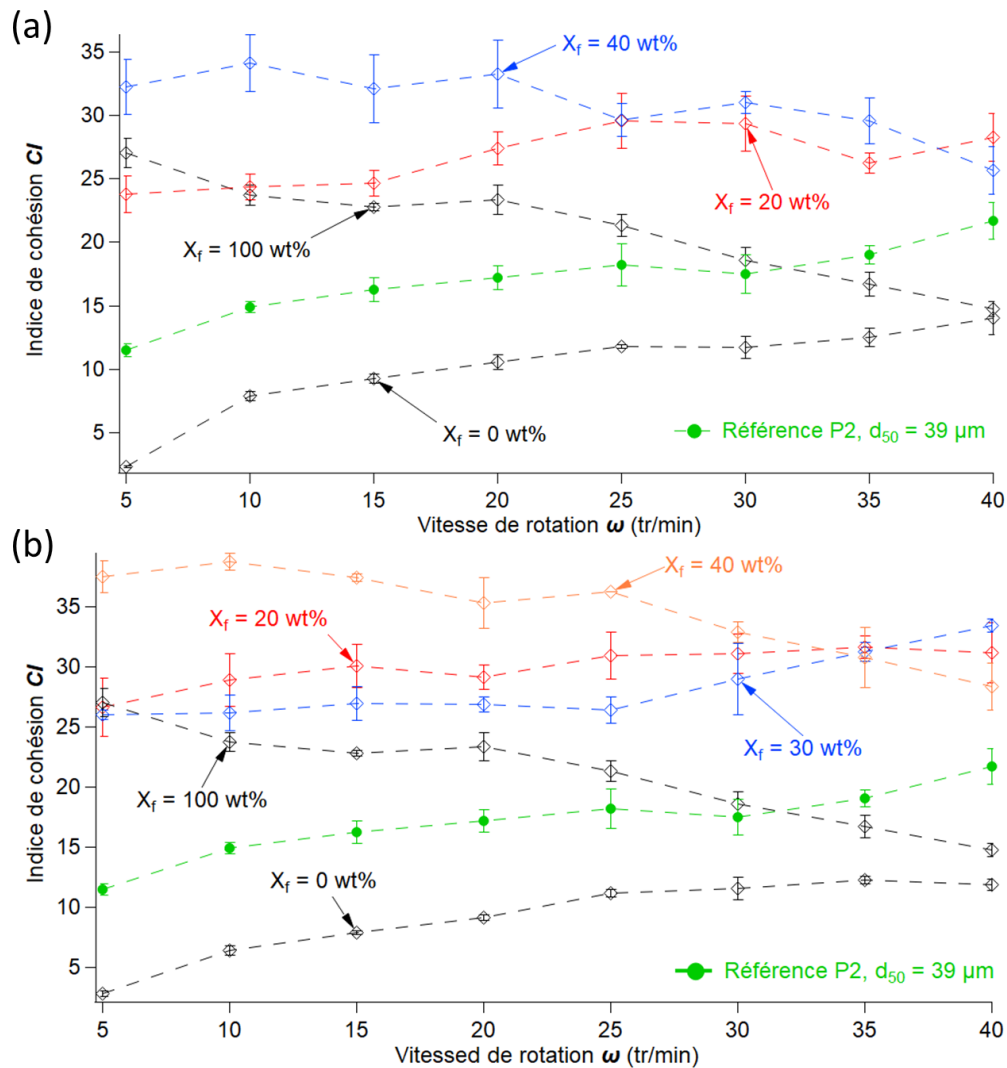


Figure 2-28 : Indice de cohésion CI pour les mélanges de poudres (a) P1P3 et (b) P1P4. La courbe en pointillés verts correspond à la poudre de référence P2.

2.4.3 Implications pour le procédé PBF-LB

Dans cette étude, les poudres avec une taille $d_{50} > 39 \mu\text{m}$ présentent des valeurs de densité apparente et tapée similaires à la poudre de référence pour le procédé. Et pour les poudres fines, de taille $d_{50} < 39 \mu\text{m}$, ce qui est uniquement le cas de la poudre P1, les densités observées sont en deçà de la référence. La granulométrie a cependant un effet sur la vitesse de la compaction, avec un temps caractéristique de compaction passant par un maximum pour $d_{50} = 68 \mu\text{m}$ avant de diminuer avec l'augmentation de la taille des particules. En ce qui concerne les mélanges de poudres, ils mènent à une augmentation de la densité, dans toutes les configurations testées. Cette augmentation est influencée par le ratio de taille et la proportion des poudres constitutives du mélange. Le mélange permet aussi une compaction plus rapide, ce qui pourrait être bénéfique pour le procédé PBF-LB.

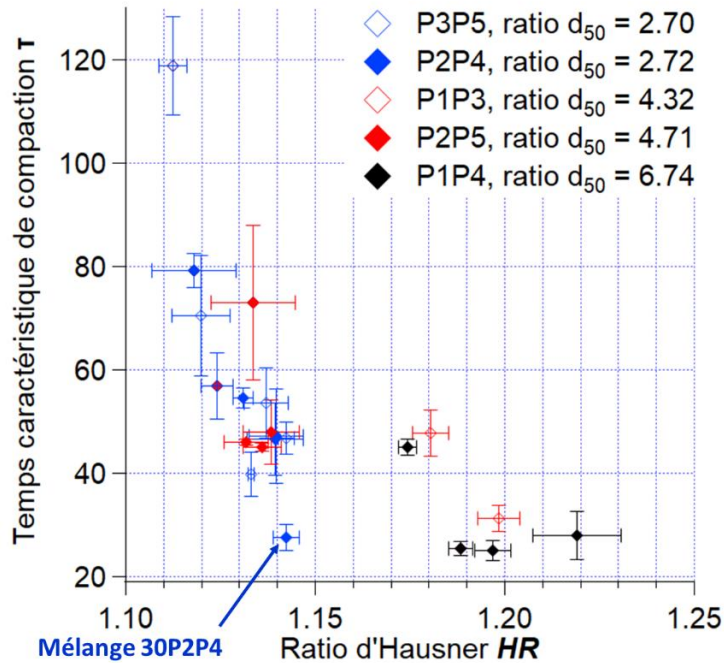


Figure 2-29 : Mise en relation des valeurs du ratio d'Hausner Hr et du temps caractéristique de compaction τ . Identification du mélange 30P2P4.

Pour le procédé PBF-LB, la densité de la couche de poudre est différente de la densité du matériau poudre (voir Section 1.2.3.2.2). Or, les études portant sur les mécanismes d'étalement semblent indiquer qu'une poudre avec une densité apparente élevée est favorable à la formation d'une couche de poudre compacte. Le ratio d'Hausner permet de qualifier la capacité d'une poudre à se compacter. Des valeurs proches de $Hr = 1$ correspondent à un faible écart entre la valeur de densité apparente et la valeur tapée. Dans le cas de l'interaction entre le racleur, la poudre et la surface sous-jacente, des phénomènes de blocages transitoires peuvent survenir, menant à des défauts d'étalement [104,110](voir Section 1.2.3.2.1). Récemment, Nan *et al.* ont pu montrer qu'une augmentation de l'épaisseur de couche réduit l'occurrence de ces blocages transitoires dans le cas de l'étalement des poudres [104]. De plus, Chen *et al.* [183] ont étudiés l'effet de la vitesse de l'étalement et concluent que l'utilisation d'une épaisseur de couche importante permettrait de former une couche dense à des vitesses d'étalement plus élevées que celles utilisées actuellement. Dans cette configuration, la capacité d'une poudre à se compacter rapidement pourrait être bénéfique, car comme l'ont montré Pilliteri *et al.* [179], un temps caractéristique de compaction faible permet de réduire les phénomènes de blocages transitoires.

Ainsi, dans le cas d'un mélange de poudres, il pourra être souhaité de minimiser le temps caractéristique de compaction ainsi que le ratio d'Hausner. Pour les mélanges de poudres testés, les résultats sont présentés dans la Figure 2-29. Suivant cette démarche de sélection, le mélange 30P2P4 ressort comme étant pertinent. De plus, son profil de cohésion est proche de celui de la poudre de référence P2, cf. Figure 2-27a.

2.5 Conclusion partielle

L'étude du comportement de compaction et d'écoulement des poudres a révélé leur dépendance à plusieurs facteurs. La taille des particules, caractérisée par la distribution granulométrique de la poudre, semble jouer un rôle déterminant dans la dynamique de compaction. En général, plus la poudre est fine, plus son potentiel de compaction est élevé, ce qui se traduit par une compaction plus rapide. Cependant, il est important de noter que, malgré cette rapidité, la poudre fine P1 forme une structure granulaire moins compacte lorsqu'elle est soumise à un tassement que les poudres de granulométrie plus élevée.

Le mélange de poudres permet d'augmenter la densité de l'ensemble. Cette augmentation atteint un maximum pour une proportion de poudre fine X_f^* comprise entre 20 et 40 wt%. Ce gain de densité est influencé par le rapport de taille entre les deux poudres constitutives du mélange. De plus, les mélanges permettent d'atteindre des vitesses de compaction plus élevées que pour les poudres les constituant, indiquant que l'ajout de particules fines facilite le réarrangement des particules dans l'ensemble granulaire.

En ce qui concerne la modélisation de la dynamique de compaction, deux modèles de la littérature ont été ajustés aux données expérimentales. Lors de la recherche des paramètres d'ajustement, aucune valeur cohérente n'a pu être trouvée pour le modèle de Knight *et al.*, que ce soit pour les poudres monomodales ou bimodales. Quant au modèle de Bideau, le paramètre d'ajustement Beta semble varier légèrement en fonction de la taille des particules, en particulier pour les poudres fines. Pour les mélanges de poudres, la valeur du coefficient β semble être liée à celle trouvée pour la poudre fine du mélange. Ces modèles, initialement développés pour des matériaux modèles, s'avèrent utiles pour décrire la dynamique de compaction des mélanges de poudres, et permettent de définir le temps caractéristique de compaction, caractérisant les phénomènes de blocages transitoires dans l'empilement.

En ce qui concerne l'écoulement, l'angle d'écoulement ne semble pas permettre de distinguer les poudres au-delà d'une certaine granulométrie. Cependant, la régularité de l'écoulement, évaluée par l'indice de cohésion, est influencée par la granulométrie. Deux comportements distincts sont observés entre la poudre fine P1 ($d_{50} = 16 \mu\text{m}$), et les granulométries plus élevées. Cela suggère que les poudres fines ont tendance à former des agrégats et à s'écouler par paquets, ce qui pourrait entraîner des irrégularités de débit lors du processus d'étalement.

Pour ce qui est des mélanges, l'indice de cohésion est fortement influencé par la granulométrie de la poudre fine, conduisant à deux types de mélanges. Les mélanges comprenant une poudre fine cohésive telle que la poudre P1, avec un indice de cohésion élevé sur toute la gamme de vitesses d'écoulement testée, et les mélanges comprenant une poudre fine non-cohésive, où l'indice de cohésion est similaire à celui de la poudre fine, mais conserve une tendance d'accroissement avec la vitesse de rotation.

Ces caractérisations ont permis de mettre en lumière des différences de comportement entre les poudres et les mélanges. Pour une application des mélanges de poudres dans le procédé PBF-LB, il ne semble pas pertinent de dépasser une proportion de poudre fine de 30 wt% si le mélange est composé de poudres non-cohésives. Dans le cas des mélanges de poudres intégrant une poudre fine cohésive, il semble qu'une proportion $X_f = 20 \text{ wt\%}$ soit déjà suffisante pour dégrader les propriétés

d'écoulement de la poudre, ce qui n'est pas recherché dans le procédé PBF-LB. Des investigations supplémentaires semblent nécessaires pour cerner l'influence d'une proportion de poudre fine cohésive $X_f < 20 \text{ wt}\%$.

La limitation de l'ajout de poudre fine dans un mélange est un avantage en termes de valorisation des poudres, car comme il a été exposé dans la Section 1.2.1.2, la fraction de poudre fine issue du procédé d'atomisation représente moins de 30 wt% de la poudre produite par atomisation gazeuse. En conclusion, cette étude révèle, au travers de caractérisation *ex situ*, l'influence significative de la poudre fine sur le comportement d'un mélange.

Toutefois, il est nécessaire d'étudier le comportement de ces poudres dans les conditions réelles d'application au procédé PBF-LB, c'est-à-dire lors du processus d'étalement. Cette mise en relation doit permettre de faire le lien entre les propriétés mesurées *ex situ* dans ce chapitre et les propriétés de la couche de poudre générée lors du processus d'étalement.

Pour les parties ultérieures de cette étude, deux mélanges de poudre seront utilisés. Le choix de ces deux mélanges a été motivé par les éléments suivants :

- Le mélange 30P1P4 sera utilisé car il présente le plus grand gain de densité tout en ayant une cohésion supérieure à celle de la poudre de référence P2.
- Le mélange 30P2P4 sera également utilisé car il ressort comme pertinent selon les critères exposés dans la Section 2.4.3. De plus, il présente un profil de cohésion équivalent à la poudre de référence P2 et une vitesse de compaction similaire au mélange 30P1P4.

De plus, les deux mélanges utilisent la même poudre grossière (P4), évitant ainsi une augmentation excessive de l'épaisseur de la couche minimale, comme cela aurait été le cas avec la poudre P5. Le mélange 30P2P4 présente aussi l'avantage d'être composé de poudre de référence P2, qui est une poudre industrielle, déjà isolée et disponible.

Chapitre 3 : Étalement des mélanges de poudres

3.1 Introduction

Le procédé PBF-LB comporte au début de chaque couche une étape d'étalement, aussi appelée mise en couche. Il existe différentes technologies de systèmes d'étalement comme il a pu être vu dans la Section 1.2.3.2, mais les deux principales sont les systèmes équipés de racleurs (polymère souple ou rigide, métallique ou encore céramique) et les systèmes équipés d'un rouleau.

Une notion, de plus en plus présente dans la littérature, est celle « d'étalement » (*spreadability*). Cette dernière pourrait être définie comme la capacité d'une poudre à être étalée afin de former une couche de poudre homogène, qui est une condition nécessaire mais pas suffisante pour obtenir une interaction laser-matière stable. L'homogénéité d'une couche de poudre comporte plusieurs aspects :

- Homogénéité de couverture dans le plan XY. Il est souhaité que la poudre couvre le plan de fabrication de manière égale, sans présence de zones dénudées de particules.
- Homogénéité de hauteur de la couche de poudre. Il est souhaité que la couche de poudre présente une altitude constante en tout point du plateau, sans défauts d'étalement du type « vallées », « bosses » ou ondulations.
- Homogénéité de taille des particules dans le volume de la couche de poudre. Sans défaut de ségrégation de taille dans le lit de poudre.

L'homogénéité permet en ce sens de favoriser une interaction stable entre le laser et le lit de poudre, ainsi qu'une alimentation stable du bain de fusion lors du balayage du faisceau laser. Cependant, les mécanismes en jeu lors de l'étalement de la poudre sont complexes, et il reste difficile de définir des critères permettant de qualifier cette étalement.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier la couche de poudre formée lors d'un étalement et de juger de l'homogénéité de cette dernière dans différentes conditions d'épaisseur de couche et de vitesse d'étalement. Pour cela, l'homogénéité de la couverture du plateau et de la hauteur de la couche de poudre sont mesurées. Afin d'observer des différences en termes d'étalement, des poudres présentant des comportements d'écoulement différents sont utilisées.

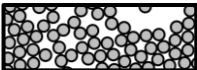
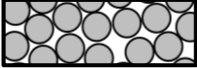



Dans ce chapitre, le matériel et les méthodes de travail employées seront détaillés. Puis, les résultats des caractérisations de l'étalement seront fournis et serviront à définir l'impact des paramètres de mise en couche sur la qualité du lit de poudre, que ce soit pour des poudres monomodales ou pour des poudres mélangées.

3.2 Matériel et méthodes

3.2.1 Description des poudres testées

Cinq poudres sont testées lors des essais d'étalement. Comme il a été évoqué en conclusion du précédent chapitre, il est objet ici d'identifier des différences d'étalement en lien avec le comportement cohésif des poudres. Les poudres présentées dans le Tableau 3-1 sont utilisées pour l'étude de l'étalement.

Tableau 3-1 : Poudres monomodales et mélanges de poudres utilisées pour l'étude d'étalement.

Représentation schématique	Composition de la poudre	Épaisseur de couche minimale $d_{90} < e_c$	Épaisseur de couche pour un ratio $e_c/d_{90} \approx 2$
	100 wt% P1	22,4	44,8
	100 wt% P2	54,1	108,2
	100 wt% P4	138,4	276,8
	30 wt% P1 70 wt% P4	138,4*	276,8*
	30 wt% P2 70 wt% P4	138,4*	276,8*

Rappel des valeurs de d_{50} : *Rappel du ratio de d_{50} pour les mélanges :*
 $P1 = 16 \mu m$ / $P2 = 39 \mu m$ / $P4 = 106 \mu m$ $P1P4 = 6,74$ / $P2P4 = 2,72$

* La valeur de d_{90} dans le cas d'un mélange est prise égale à celle de la poudre grossière du mélange

Comme il a été présenté dans le chapitre précédent, les poudres utilisées présentent des densités, dynamiques de compaction et comportement à l'écoulement différents. Les poudres P1 et le mélange 30P1P4, présentent un comportement cohésif à l'écoulement tandis que les poudres P2, P4 et le mélange 30P2P4 présentent un comportement plus fluide.

Lors des essais d'étalement, la poudre est étalée à même le plateau, ce qui pourra générer des efforts entre le racleur, la poudre et la surface sous-jacente. Il est attendu que ces efforts soient d'autant plus importants que la couche de poudre est fine [104]. De plus, la granulométrie de la poudre contraint l'épaisseur de couche (e_c) minimale pouvant être réalisée. Un critère présenté par Spierings et Levy donne la relation $d_{90} < e_c$ [184]. Ce critère doit permettre aux 90 % des particules les plus fines de la poudre de passer sous le racleur afin de former la couche. Pour les différentes poudres testées, l'épaisseur de couche minimale est indiquée dans le Tableau 3-1. De plus, afin de limiter l'effet de la proximité entre le racleur et le plateau, des épaisseurs de couche plus importantes seront testées, correspondant à un ratio $e_c/d_{90} \approx 2$, cf. Tableau 3-1. Les épaisseurs de couches retenues pour les essais sont présentées dans le Tableau 3-3.

3.2.2 Banc expérimental FAIR

L'équipement utilisé pour les essais d'étalement est un banc expérimental installé au laboratoire PIMM (Arts et Métiers, Paris), cf. Figure 3-1. Les essais ont été réalisés dans le cadre d'une étude commandée auprès du laboratoire PIMM par IREPA LASER. Ce banc reprend l'architecture d'une machine PBF-LB fonctionnant en vase communicants avec deux pistons, l'un dans une chambre d'alimentation en poudre et l'autre dans une chambre de fabrication. Cette machine est équipée d'un système de mise en couche par racleur polymère souple (voir Section 3.2.2.2). Le système de racleur peut être réglé en hauteur à l'aide des deux butées micrométriques situées de part et d'autre du racleur. De plus, le racleur peut être levé et abaissé avec un système pneumatique, afin que le racleur n'interagisse pas avec le lit de poudre lors du retour du bras de racleur en position initiale. Cet équipement a notamment été décrit dans les travaux de Sow *et al.* [123] et Delacroix *et al.* [43], son architecture est décrite dans la Figure 3-1. Il est cependant important de noter que la géométrie du racleur représenté dans la Figure 3-1d ne correspond pas à celle utilisée dans les essais, qui sera présentée dans la Section 3.2.2.2.

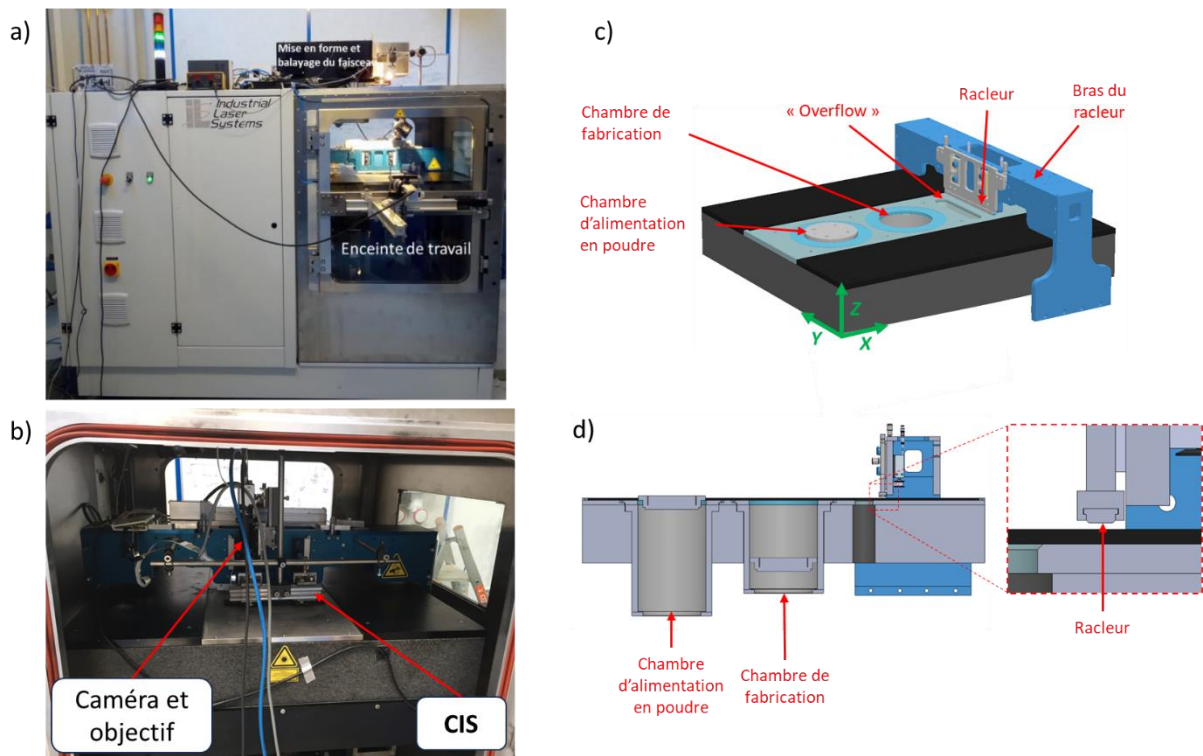


Figure 3-1 : (a) Vue globale de la machine, image issue des travaux de Sow *et al.* [123]. (b) Vue de l'intérieur de l'enceinte de travail, avec le montage des capteurs installés. (c) Vue 3D de la zone de travail de la machine avec les chambres d'alimentation et de fabrication, ainsi que le bras du racleur se déplaçant suivant l'axe X. (d) Vue en coupe de la zone de travail, avec un encart du racleur. Il est important de noter que le racleur représenté dans (d) ne correspond pas à celui utilisé dans les essais.

3.2.2.1 Description du plateau utilisé :

Le plateau utilisé est un plateau circulaire en AISI 420 (même alliage que la poudre) de diamètre 150 mm et d'épaisseur 5 mm. Des tolérances de parallélisme et de planéité ont été exigées auprès de l'usineur afin d'être représentatives de celles appliquées aux plateaux utilisés industriellement pour la fabrication additive, cf. Figure 3-2.

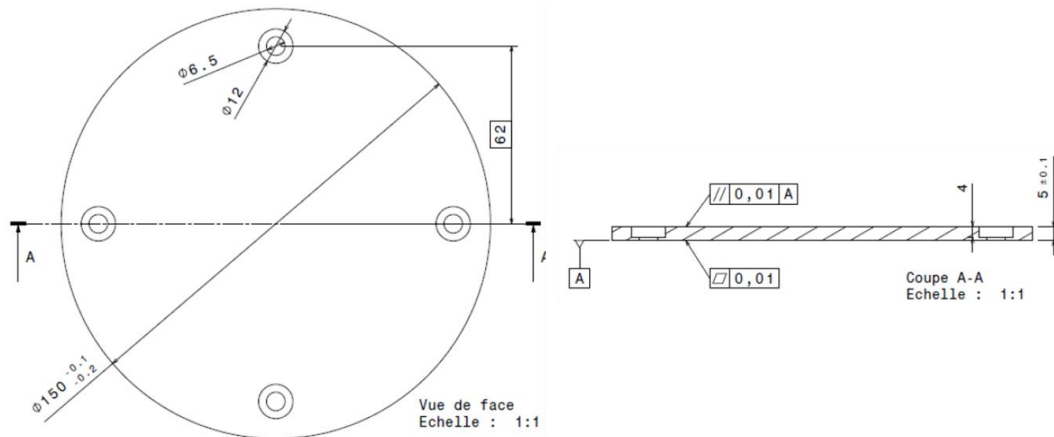


Figure 3-2 : Dessin technique du plateau.

Avant son utilisation en machine, le plateau est sablé afin d'augmenter la rugosité de sa face supérieure, ceci permet notamment d'améliorer la retenue de la poudre lors de l'étalement. Des mesures de rugosité effectuées à l'aide d'un profilomètre optique Alicona InfiniteFocus G5 et une longueur caractéristique de 800 μm indiquent un R_a moyen de 1,4 μm pour la surface sablée.

3.2.2.2 Description du racleur polymère souple et du réglage de sa hauteur

Le racleur souple est maintenu en position par deux mâchoires, telles que sur la Figure 3-1d, venant serrer la base de la lèvre du racleur, cf. Figure 3-3. Ce maintien permet une certaine souplesse à la lèvre du racleur, afin d'être plus permissif en cas de frottements avec les pièces imprimées.

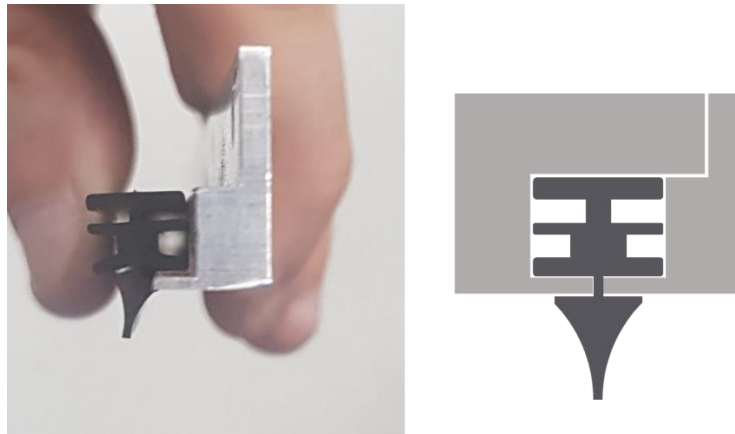


Figure 3-3 : Vue et schéma de principe de la section du racleur polymère et du système de maintien dans la machine.

Afin de régler la hauteur du racleur, dont l'arête doit être coïncidente avec le plan de construction (niveau zéro du banc machine), les butées micrométriques se trouvant de part et d'autre sont utilisées. Le racleur est positionné au centre du plateau, avec ce dernier relevé, en son centre, à une altitude zéro réglée à l'aide du profilomètre Gocator (voir Section 3.2.2.3). Une feuille de papier est placée entre le plateau et le racleur. Ce dernier est abaissé à l'aide des butées micrométriques jusqu'à ce qu'une faible résistance soit sentie lors du mouvement de la feuille de papier. Les butées micrométriques sont réglées pour que cette résistance soit homogène de part et d'autre du racleur.

3.2.2.3 Capteurs utilisés sur le banc expérimental

Trois capteurs sont utilisés pour qualifier la couche de poudre. Leur disposition dans la machine est présentée dans la Figure 3-4. Ces capteurs sont :

- Un *Contact Image Sensor* (CIS), qui est un composant issu d'un scanner de modèle CanoScan LiDe 220 (Canon), de largeur 210 mm. Ce capteur est fixé sur le bras du racleur, cf. Figure 3-4c. Le choix d'une résolution d'image impose la vitesse de l'acquisition et donc la vitesse d'avance du bras du racleur afin de maintenir un ratio d'aspect $\approx 1:1$ des pixels. Le déplacement du capteur suivant la direction d'étalement (X) permet d'obtenir une image du lit de poudre dans son entièreté. La résolution maximale est de 4800 dpi (*dot per inch*) qui impose une vitesse d'avance de 0.16 mm/s. Dans leurs travaux, Delacroix *et al.* [43] utilisent ce même capteur et ce même banc expérimental. La dépendance de la résolution à la vitesse d'avance indiquée dans leurs travaux est rappelée dans le Tableau 3-2. Pour nos essais, une résolution de 1200 dpi est utilisée pour mitiger résolution spatiale et durée du scan.

Tableau 3-2 : Dépendance de la résolution à la vitesse d'avance du capteur. Durée de scan et taille du fichier indicatives pour une acquisition sur une distance de 165 mm. Tableau issu de Delacroix *et al.* [43].

Résolution (dpi)	Résolution spatiale (μm)	Vitesse de déplacement suivant X (mm/s)	Durée de scan (s)	Taille de l'image (Mb)
600	42,3 x 42,3	10	17	58
1200	21,2 x 21,2	2,52	65	233
2400	10,6 x 10,6	0,64	258	932
4800	5,3 x 5,3	0,16	1031	3729

- Un profilomètre laser Gocator 2410 (LMI Technologies). Cet instrument permet de restituer l'altitude d'un ensemble de 2205 points de mesure répartis sur une ligne de largeur totale ≈ 11 mm, cf. Figure 3-4b, le tout permettant d'atteindre une résolution entre points de 5 μm . Cet instrument, à la même manière que le CIS, est fixé sur le bras du racleur et déplacé suivant l'axe X d'étalement, cf. Figure 3-4a. Ce déplacement permet d'acquérir la surface du lit de poudre sous la forme d'un nuage de points.
- Une caméra monochrome VLG-40M (Baumer, Suisse), intégrant un capteur CMOS de 4 Mégapixel, associée à un objectif de microscope (Référence 160/0.17 2.5/0.07, Melles Griot) est utilisé afin d'obtenir des images du lit de poudre, cf. Figure 3-4d. La résolution mesurée dans le plan de construction est de 2,39 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ pour une zone de 4,88 x 4,88 mm.

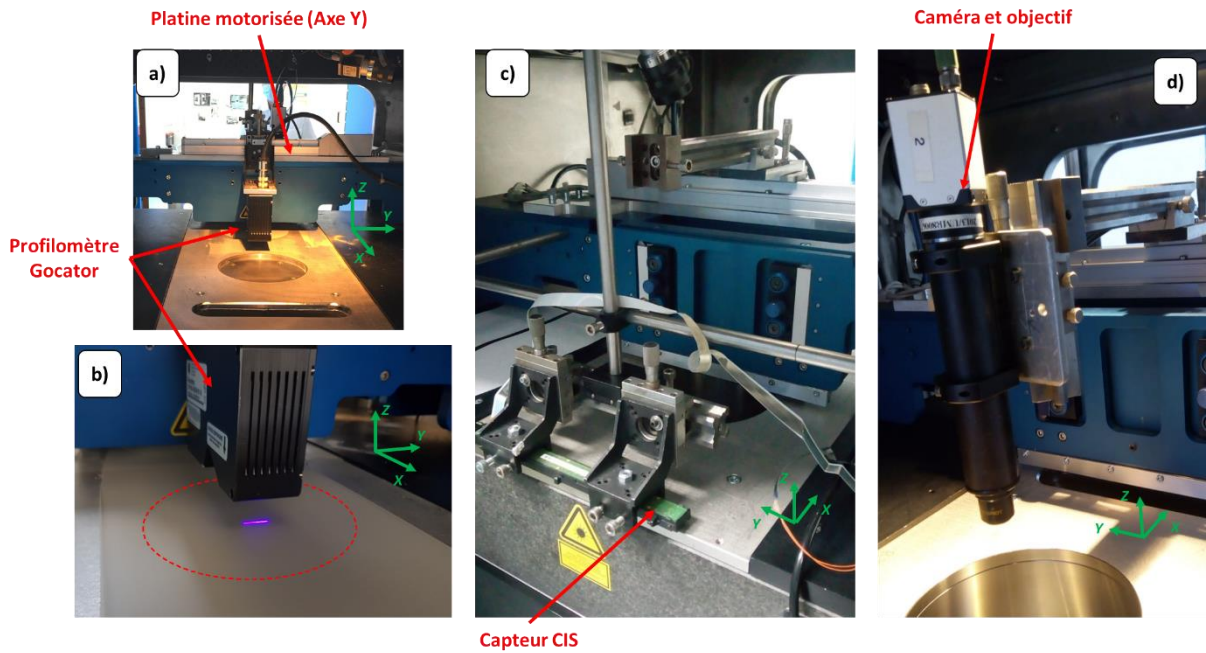


Figure 3-4 : Capteurs installés sur le banc. (a) Gocator fixé sur la platine motorisée, pouvant être déplacé suivant les axes X et Y. (b) Gocator en cours de mesure à l'aplomb d'un étalement, le cercle pointillé rouge correspond à la position du plateau. (c) Montage de fixation du capteur Contract Image Sensor (CIS), fixé au bras du racleur, le capteur peut être déplacé suivant l'axe X. (d) Caméra et objectif fixés sur la platine motorisée, pouvant être déplacé suivant les axes X et Y. Sur chaque image, les directions X, Y et Z sont rappelées (en vert).

L'utilisation de ces capteurs doit permettre de décrire le lit de poudre en termes de :

- Répartition spatiale de la poudre dans le plan XY.
- Variation de hauteur du lit de poudre.

3.2.2.4 Réglage des paramètres d'étalement sur la machine

Afin de réaliser les essais d'étalement, les paramètres de vitesse d'étalement et de hauteur de couche sont renseignés pour chaque poudre dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3 : Liste des poudres testées pour l'étalement avec les paramètres d'étalement associés.

Représentation	Composition de la poudre	Vitesse d'étalement (mm/s)	Épaisseur de couche (µm)
	100 wt% P1	30	50, 200, 300
	100 wt% P2	15, 30, 45	70, 100, 200
	100 wt% P4	15, 30, 45	150, 200, 300
	30 wt% P1 70 wt% P4	5, 15, 30, 45	200, 300
	30 wt% P2 70 wt% P4	15, 30, 45	150, 200, 300

Rappel des valeurs de d_{50} :
 $P1 = 16 \mu\text{m} / P2 = 39 \mu\text{m} / P4 = 106 \mu\text{m}$

Rappel du ratio de d_{50} pour les mélanges :
 $P1P4 = 6,74 / P2P4 = 2,72$

Il est important de noter que les vitesses d'étalement testées sont propres à l'utilisation de cette machine et que celles utilisées dans des machines industrielles sont plus proches de la centaine de mm/s.

Pour faire le parallèle avec la vitesse de rotation du tambour utilisé le chapitre précédent, l'hypothèse d'une correspondance entre la vitesse linéaire d'étalement et la vitesse tangentielle au sein du tambour peut être émise. Ainsi, les valeurs de vitesses tangentielles correspondantes aux vitesses d'étalement testées sont résumées dans le Tableau 3-4.

Tableau 3-4 : Hypothèse de correspondance de la vitesse de translation de l'étalement V_e (mm/s) à la vitesse de rotation du tambour rotatif (tr/min).

V_e (mm/s)	ω (tr/min)
5	1,1
15	3,4
30	6,8
45	10,2

En fonction de l'épaisseur de couche utilisée, la valeur d'élévation du piston d'alimentation en poudre doit être modifiée. Une règle générale, utilisée par les usagers du banc, a été appliquée. Elle consiste à alimenter trois fois la hauteur de couche. Cette règle est utile pour fournir suffisamment de poudre pour combler les interstices, former le lit de poudre et compenser le phénomène de « langue de chat » qui correspond à la diminution de la largeur de l'étalement de poudre.

3.2.3 Caractérisation du taux de couverture du plateau

Pour définir le taux de couverture du plateau, qui correspond au rapport de la surface occupée par la poudre et de la surface totale, les images du CIS sont exploitées. Une démarche d'analyse d'image a été développée en utilisant une combinaison de MATLAB et ImageJ, avec le module MIJI [185], permettant d'utiliser une instance ImageJ à partir d'un script MATLAB. Cette démarche est présentée dans les sections suivantes. Ces images présentent une résolution de 1200 dpi, correspondant à 21,2 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. Lors de l'essai, il a été initialement difficile de distinguer le matériau poudre du plateau qui, en raison du sablage, apparaît dans un niveau de gris proche de celui de la poudre, cf. Figure 3-5a et c. Ainsi, pour améliorer le contraste entre la poudre et le plateau, ce dernier a été revêtu d'une couche de graphite (noir mat) appliqué à la bombe aérosol (Graphit 33[®], Kontakt Chemie), cf. Figure 3-5b et c. Cette couche de graphite modifie cependant la rugosité du plateau, la diminuant à $R_a = 1,02 \mu\text{m}$.

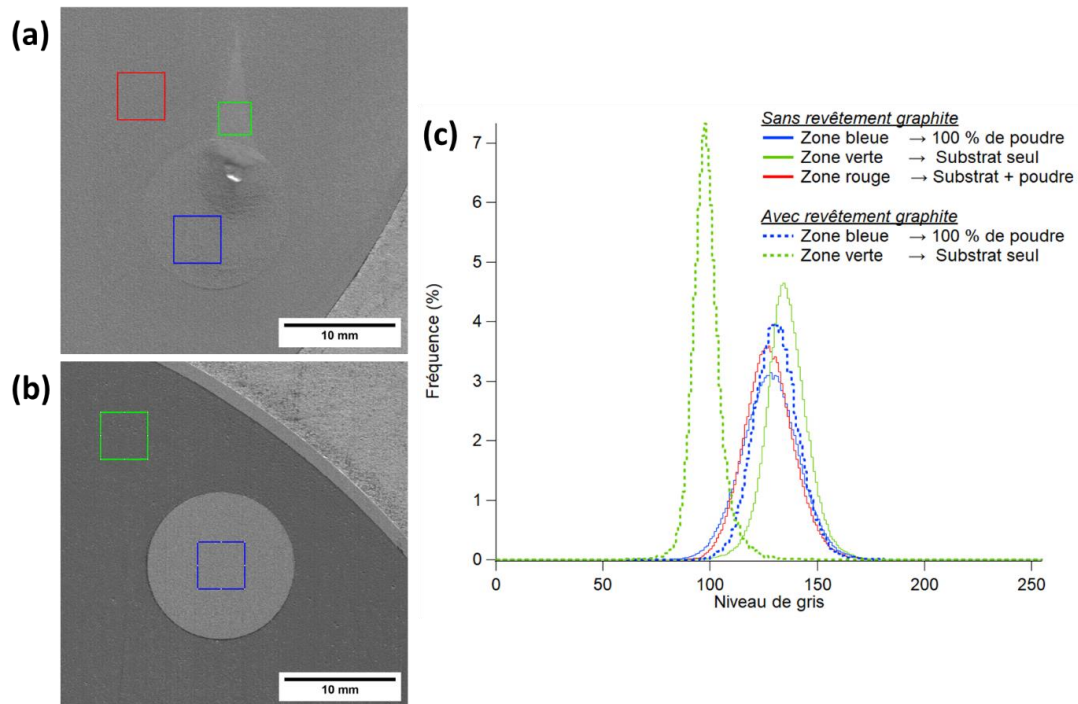


Figure 3-5 : Niveau de gris obtenu pour un étalement de la poudre P2. (a) Sans revêtement graphite du plateau, (b) avec revêtement graphite du plateau. (c) Distributions du niveau de gris en différentes positions identifiées dans (a) et (b). Les images sont obtenues avec le CIS.

3.2.3.1 Traitement préliminaire de l'image

Lors de l'essai, le début de l'acquisition du CIS et du déplacement du bras du racleur ne sont pas synchrones, ce qui amène à des différences de position du début de l'image. Ainsi, afin de comparer les mêmes zones du plateau entre les différents essais il est nécessaire de réaliser un pré-traitement de l'image. Ce pré-traitement consiste à recadrer l'image autour du plateau et à définir la zone d'intérêt correspondant au plateau. Ceci se fait en quatre étapes, cf. Figure 3-6 :

- ETAPE 1 : Recadrage de l'image autour du plateau. En raison du décalage entre le début de l'acquisition et le déplacement du bras du racleur, certaines images sont coupées sur leur partie supérieure ou inférieure, cf. Figure 3-6b. Le traitement intègre des conditions permettant de recadrer l'image autour du plateau, même si celui-ci est initialement incomplet.
- ETAPE 2 : Identification des zones à exclure correspondant aux perçages de fixation du plateau ainsi qu'à la zone entourant le plateau. Afin de s'éloigner du bord de ces zones, la taille des zones à exclure est agrandie de 5 %, cf. Figure 3-6c.
- ETAPE 3 : Les zones à exclure sont retirées de l'image, cf. Figure 3-6d.
- ETAPE 4 : Une bande centrale est isolée, entre les perçages de fixation, cf. Figure 3-6e. C'est cette bande qui sera utilisée pour la détermination du taux de couverture local.

Un masque est créé, cf. Figure 3-6f, permettant de définir la zone d'intérêt pour le calcul du taux de couverture.

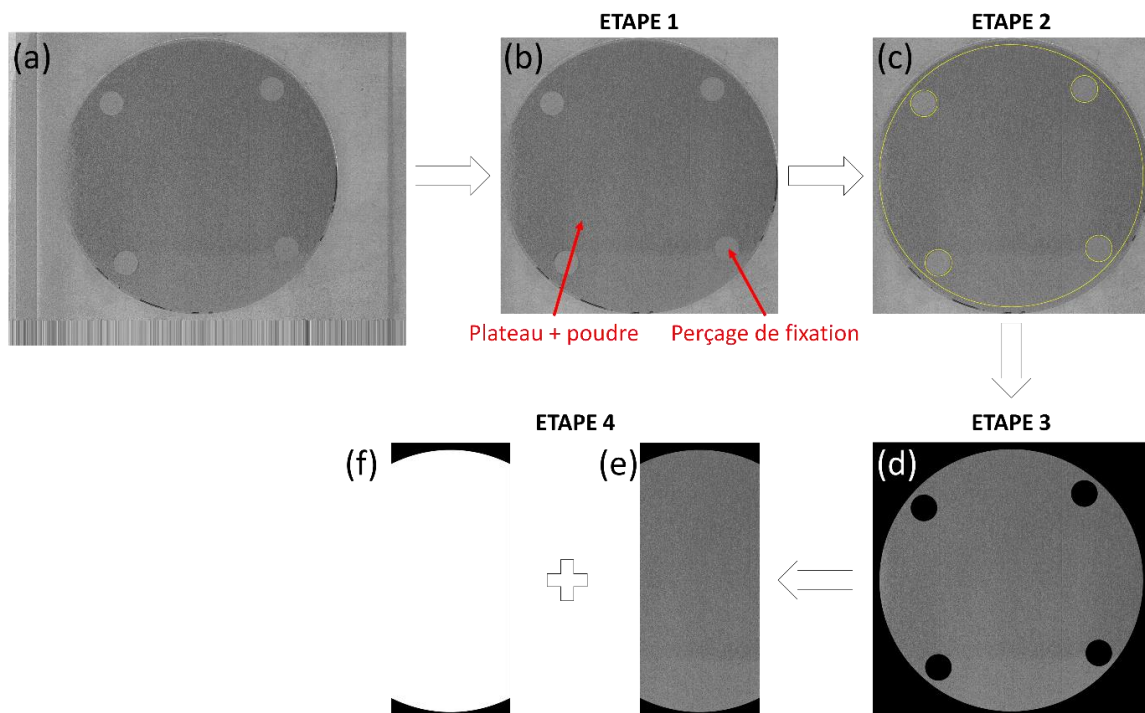


Figure 3-6 : Etapes du pré-traitement de l'image issue du CIS. (a) Image initiale issue du CIS, ici exemple d'un étalement de la poudre P4, à 150 μm d'épaisseur de couche et 15 mm/s de vitesse d'étalement. (b) ETAPE 1 : recadrage de l'image autour du plateau. (c) ETAPE 2 : Identification des zones à exclure (zones non-ROI, *Region Of Interest*), ces zones correspondent aux perçages de fixation du plateau dans la machine et à la zone autour du plateau. (d) ETAPE 3 : Suppression des zones à exclure. ETAPE 4 : (e) recadrage d'une bande centrale entre les zones de perçage et (f) création d'un masque.

3.2.3.2 Seuillage et calcul du taux couverture local

3.2.3.2.1 Méthodes de seuillage

Le taux de couverture est déterminé à partir d'une image binarisée de l'étalement. La valeur de seuil n'est cependant pas évidente à déterminer. Comme il a été abordé précédemment, il est souhaité de distinguer la poudre du plateau au travers de leur distribution de niveau de gris. La définition de la valeur de seuillage sera obtenue par trois méthodes distinctes afin de comparer leur adéquation à des conditions d'épaisseur de couche et de granulométrie de la poudre :

- **Seuillage manuel** : l'opérateur détermine une valeur de seuil pour 5 emplacements distincts de l'image, cf. Figure 3-7a. Une valeur moyenne du seuil est ensuite calculée et appliquée à l'ensemble de l'image.
- **Seuillage médian** : en se basant sur la distribution du niveau de gris de toute l'image. Une valeur de seuil correspondant à la médiane de cette distribution est appliquée à l'image.
- **Seuillage d'Otsu** : il s'agit d'une méthode de seuillage se basant sur la distribution du niveau de gris de l'image entière. Cette méthode, décrite par Otsu [186], divise la population de pixels en deux classes, correspondant à l'arrière-plan et au premier plan, en définissant une valeur de seuil k . Une valeur optimale de k , notée k^* , est identifiée comme la valeur permettant de maximiser la variance interclasse σ_B^2 . Afin de définir la « performance » de la valeur de seuil k^* pour séparer les deux classes, le critère $\eta(k) = \sigma_B^2(k)/\sigma_T^2$ est utilisé, avec σ_T^2 la variance totale et $0 \leq \eta(k^*) \leq 1$. Plus ce critère $\eta(k)$ est proche de 1, plus les deux classes sont distinctes.

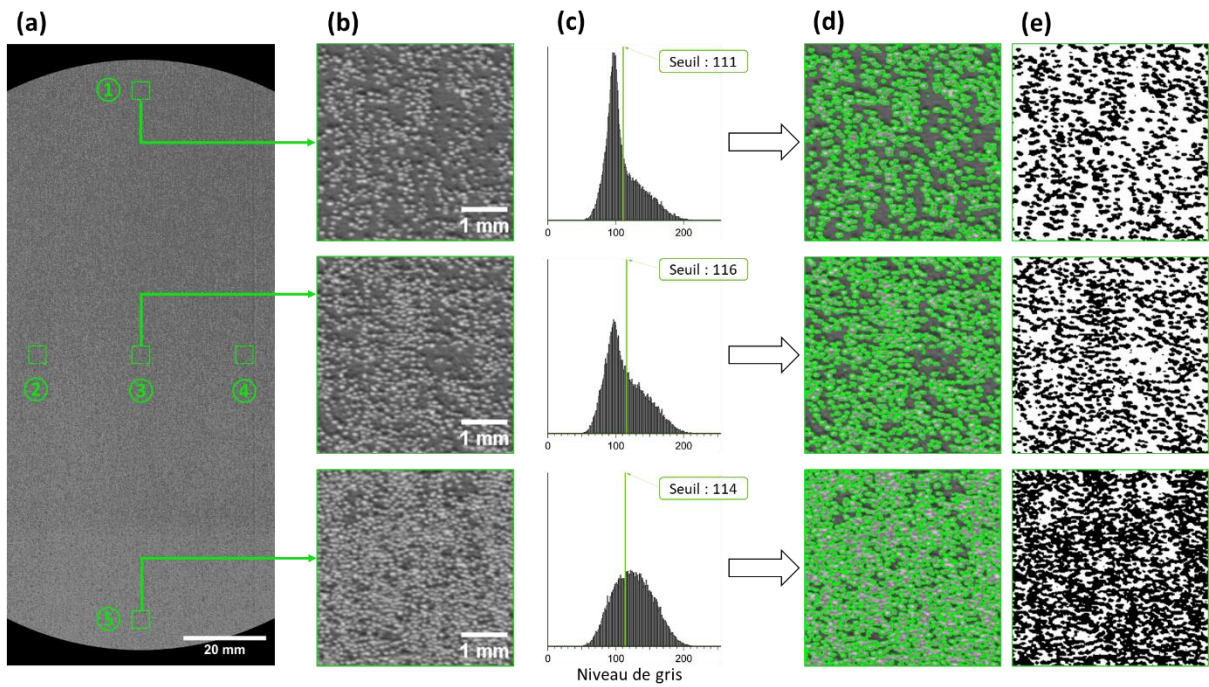


Figure 3-7 : Définition d'une valeur de seuillage à partir d'un ajustement manuel local de la valeur de seuillage. (a) Définition des 5 zones où le seuillage manuel sera effectué. (b) Zoom sur les zones à seuiller. (c) Distribution locale du niveau de gris dans la zone d'intérêt, avec la valeur du seuil définie par l'utilisateur. (d) Délimitation des zones correspondant aux deux classes de seuillage. (e) Résultat local du seuillage. Afin de seuiller l'image entière avec une valeur unique de seuil, une moyenne des valeurs seuil définies localement est utilisée.

Un exemple des trois méthodes est donné sur la Figure 3-8 dans le cas d'une poudre P4 avec $V_e = 15 \text{ mm/s}$ et $e_c = 150 \text{ }\mu\text{m}$. La détermination de la pertinence d'une méthode de seuillage par rapport à une autre n'est pas évidente. En effet, les trois méthodes vont dans certains cas donner trois valeurs de seuil différentes, ce qui aura un impact direct sur le calcul du taux de couverture du plateau, cf. Figure 3-9.

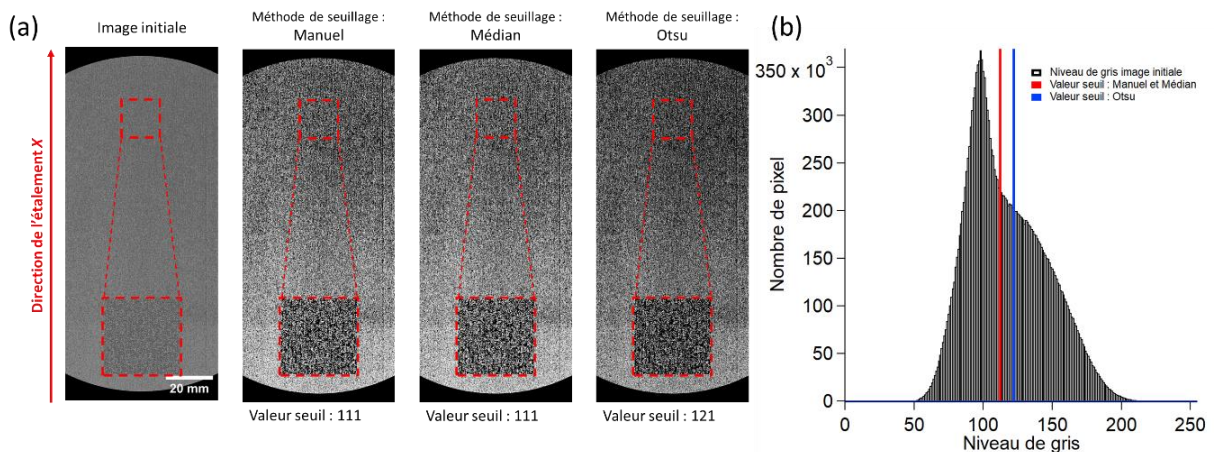


Figure 3-8 : (a) Exemple d'image seuillée avec les trois méthodes de seuillage : manuel, médian et Otsu. (b) Distribution du niveau de gris dans l'image initiale, identification des valeurs de seuil correspondant aux méthodes.

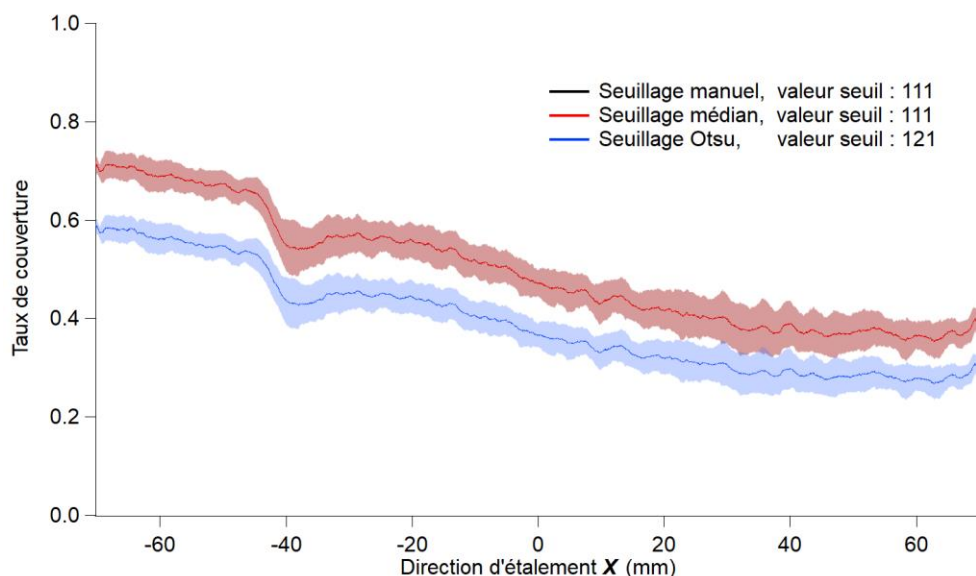


Figure 3-9 : Exemple de la variation du taux de couverture moyen suivant la direction X, l’ombrage entourant les courbes correspond à \pm l’écart type. Les trois méthodes de seuillage sont représentées afin d’observer l’impact de la valeur de seuil sur le taux de couverture calculé. Les courbes des seuillages manuel (noire) et médian (rouge) sont confondues. Valeurs obtenues par le traitement des images issues du CIS.

3.2.3.2.2 Segmentation et calcul du taux de couverture local

A partir des images générées à l’étape 4, le taux de couverture local est calculé. Pour ce faire, une zone d’intérêt de 100 x 100 pixels, correspondant à une surface réelle de 2,12 x 2,12 mm, est balayée dans le plan XY de l’image binarisée. Dans cette région d’intérêt, les pixels blancs correspondent à de la poudre, ainsi le taux de couverture est calculé suivant l’Équation 3-1 :

$$\text{Taux de couverture} = \frac{\text{Nombre de pixels blancs dans la zone}}{\text{Surface totale de la zone}} \quad (\text{Équation 3 – 1})$$

Le calcul du taux de couverture local permet de tracer son évolution suivant la direction d’étalement X, associée avec la dispersion suivant la direction Y, cf. Figure 3-9.

3.2.4 Caractérisation de la hauteur du lit de poudre

Afin de déterminer la hauteur réelle de la couche de poudre, les données issues du profilomètre sont exploitées. Les données correspondent à des nuages de points qui seront traités par une méthode développée avec une combinaison de MATLAB et ImageJ, avec le module MIJI évoqué dans la Section 3.2.3.

Lors des essais, il s’est avéré que le plateau n’était pas parfaitement à la même altitude sur toute sa surface (par rapport au zéro du banc de la machine), présentant une variation d’altitude d’environ 25 μm entre le début et la fin de l’étalement (cf. Section 3.3.1.1). Cette variation n’est en règle générale pas dommageable au cours d’une fabrication, car, une fois que quelques couches de poudre sont réalisées, l’épaisseur de la couche effective se stabilise et le plateau s’abaisse d’une valeur correspondant à l’épaisseur de couche programmée (voir Section 1.2.3.2.2). Or, dans notre cas, l’étude porte sur la première couche de poudre, située directement à l’aplomb du plateau. Il apparaît donc nécessaire de qualifier les biais opératoires afin de définir la hauteur réelle de la couche de poudre. Les méthodes de traitement des données du profilomètre sont détaillées dans les sous-sections suivantes. L’étude quantitative des biais opératoires sera présentée dans la Section 3.3.1.

3.2.4.1 Positions relatives des zones scannées

De la même manière que pour les images issues du CIS, le début de l'acquisition du profilomètre et le déplacement du bras de racleur ne sont pas synchrones. Les scans ne commencent donc pas tous à la même position X . Ainsi, pour comparer les mêmes zones entre les essais avec et sans poudre, il est nécessaire de repositionner ces zones scannées entre elles. Pour ce faire, la position X des points A et B du plateau est déterminée pour chaque scan (voir Figure 3-10b). À partir de la position de ces deux points, la position du centre du plateau est déterminée et c'est cette dernière qui sera utilisée afin de repositionner les scans les uns par rapport aux autres.

3.2.4.2 Décalage en Z du nuage de point

Initialement, le nuage de point est décalé suivant la direction Z. Ainsi, dans l'absolu, il n'est pas possible de se fier aux valeurs relevées par le profilomètre. Ceci provient de la méthode de réglage du zéro de l'instrument Gocator qui est effectué sur la partie du banc se situant après la fin de l'étalement (du côté du point B). Il s'avère que cette partie du banc n'est pas plane, cf. Figure 3-10c. Ainsi, la position du référentiel initial pourrait varier entre les mesures. Afin de s'en affranchir, le nuage de point entier est décalé d'une valeur Δz , cf. Figure 3-10c, et le niveau zéro situé au niveau de la partie du banc présente en début d'étalement (du côté du point A), cf. Figure 3-10d. Afin de définir l'altitude de cette zone, la distribution des altitudes est mesurée, et la valeur médiane des altitudes est retenue comme valeur représentative du banc. En utilisant la valeur médiane plutôt que la moyenne, le poids des points de mesure aberrants pouvant être présents est diminué. Ces points de mesure aberrants peuvent provenir d'un défaut local du plateau, d'une aberration de mesure (optique) ou encore de particules de poudre restantes sur le banc malgré le nettoyage. Le nuage de point entier est ainsi décalé dans un référentiel dit « zéro » qui sera commun à tous les essais.

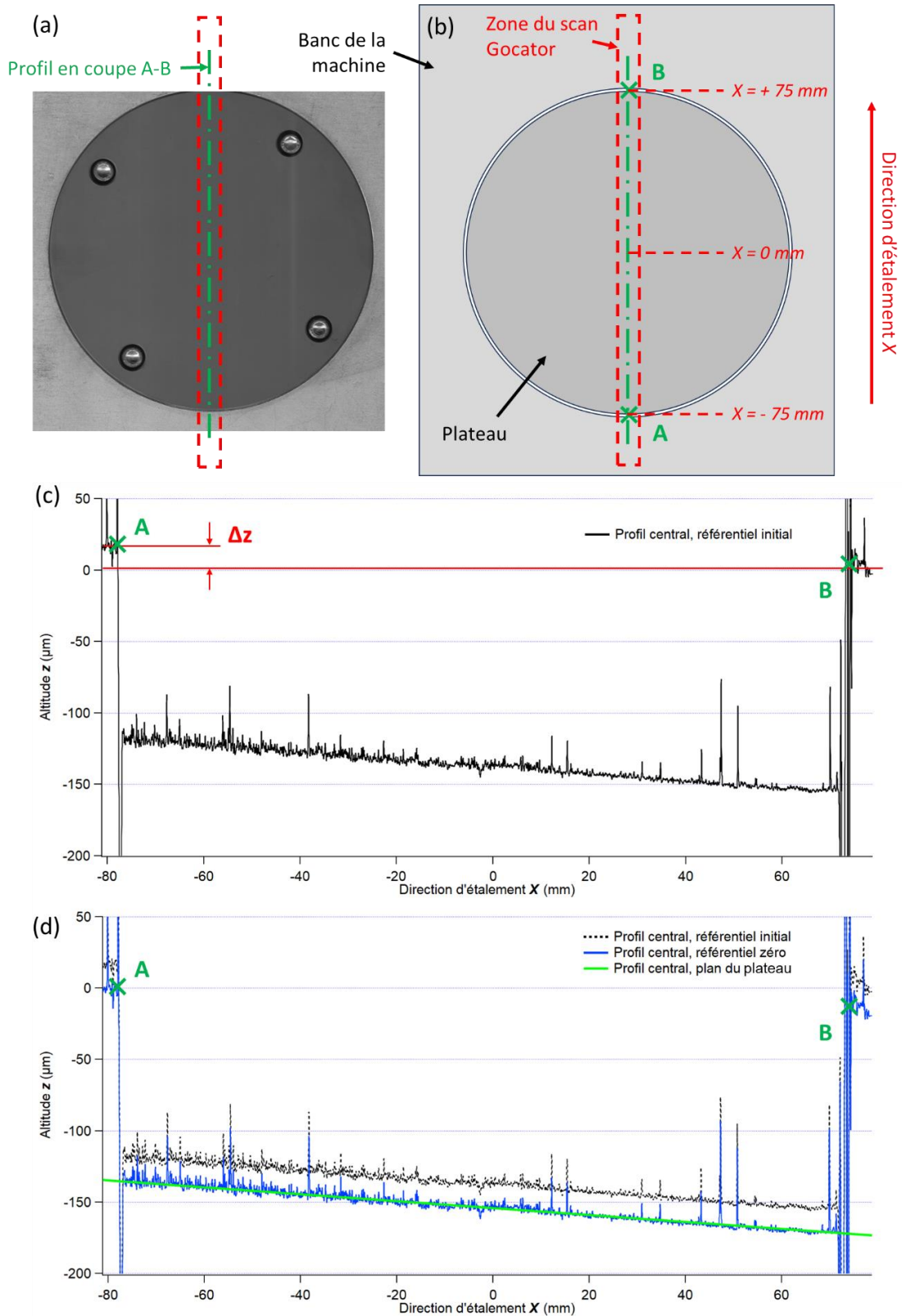


Figure 3-10 : Représentation des variations de hauteur présentes initialement dans les données du scan. (a) image du plateau sans poudre issue du capteur CIS (pour représentation). (b) schéma de principe en vue du dessus. (c) profil central A-B indiquant les différences de hauteur entre les deux côtés du banc, ainsi que la différence de hauteur du plateau dans le cas d'une épaisseur de couche de 150 μm . (d) Décalage du nuage de point suivant Z du nuage de point (courbe bleue) et définition du plan associé au plateau (courbe verte).

3.2.4.3 Définition de la position du plateau

Afin de définir la position du plateau, un scan du plateau sans poudre, est effectué avec ce dernier abaissé de la valeur e_c . À partir du nuage de point dans le référentiel « zéro », il est possible de définir un plan qui sera associé au plateau et qui permettra de définir le positionnement de ce dernier dans la machine.

Pour ce faire, la zone d'intérêt, correspondant à la zone d'étalement qui sera étudiée plus tard, est déterminée. Elle correspond à la région située entre les points A et B, dont la taille est rognée de 5 % pour éviter les effets de bords. Dans cette région, six zones de 1 mm^2 sont définies en amont et en aval de l'étalement, cf. Figure 3-11a.

Comme pour la définition de l'altitude du banc, il est possible que les points de mesure aberrants soient présents dans la zone d'intérêt. Ainsi, c'est la valeur médiane de l'altitude dans cette zone qui est prise en compte. Cette valeur médiane sera associée à la position du centre de la zone, de coordonnées (x_c, y_c, z_{d50}) , cf. Figure 3-11b.

À partir des ensembles de six zones en amont et en aval de l'étalement, des combinaisons de trois zones sont réalisées, cf. Figure 3-11b. Les combinaisons invalides sont exclues du traitement, correspondant à trois points (centres des zones) alignés suivant la direction X. Pour chaque combinaison restante, les coefficients de l'équation du plan $P_n : a_n x + b_n y + c_n z + d_n = 0$ sont calculés. Afin de définir le plan représentant au mieux le plateau, les points du plateau sont filtrés, afin de ne pas tenir compte des points aberrants. Ensuite, pour l'ensemble des points restants du plateau, la déviation cumulée au plan P_n est calculée. Le plan qui présente la déviation cumulée la plus faible est retenue comme le plan représentant au mieux le plateau (voir droite en vert sur la Figure 3-10d).

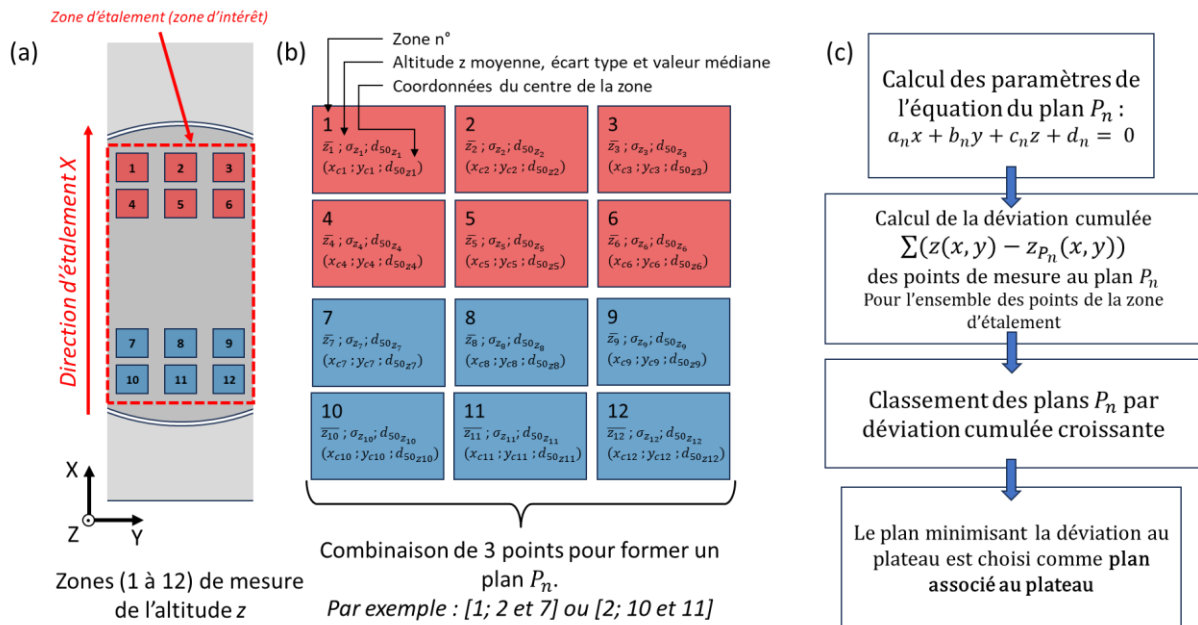


Figure 3-11 : (a) Représentation du plateau avec la région d'intérêt ainsi que des 12 zones de mesure de l'altitude z. (b) Informations sur les zones, puis réalisation des combinaisons de 3 zones. (c) Méthode de détermination du plan représentatif du plateau, minimisant la déviation avec ce dernier.

3.2.4.4 Détermination de la topographie du plateau et seuillage de hauteur

Une fois le plan du plateau déterminé, l'altitude de l'ensemble des points du plateau est recalculée dans ce référentiel. La topographie du plateau, c'est-à-dire sa variation d'altitude propre,

doit être déterminée afin de définir une valeur seuil. Cette valeur seuil permettra sur les scans d'étalement de différencier les points correspondant à de la poudre et les points correspondant au plateau.

Pour ce faire, la déviation des points de mesure (filtrés à l'étape précédente) à ce plan est calculée. La valeur maximale de cette déviation est prise comme la valeur de seuil.

Cette valeur de seuil est ensuite utilisée sur les scans d'étalement pour filtrer les points de mesures. Les points avec une altitude inférieure à cette valeur de seuil sont assimilés au plateau, tandis que ceux qui y sont supérieurs sont assimilés à de la poudre. Un nuage de point seuillé est ainsi obtenu, permettant de générer une image binarisée, correspondant à la couverture du plateau, comme celle obtenue avec le CIS dans la Section 3.2.3.2.1.

3.2.4.5 Calcul de la hauteur réelle de la couche de poudre

À partir du plan du plateau et du nuage de points seuillé, il est possible de les soustraire afin d'obtenir la hauteur réelle de la couche de poudre. Cette hauteur peut ensuite être comparée à la hauteur disponible pour former la couche à l'aplomb du plateau.

3.2.5 Observation du lit de poudre avec un objectif de microscope

La caméra et l'objectif de microscope décrit dans le Section 3.2.2.3 permettent d'observer le lit de poudre sur des zones de 4,88 x 4,88 mm avec une résolution de 2,39 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. L'image obtenue permet donc d'obtenir une évaluation qualitative des particules présentes dans la couche de poudre.

Cependant, sur l'image brute, le contraste est faible, ce qui rend difficile la distinction des particules. Un traitement d'amélioration locale du contraste sera appliqué afin de mieux les distinguer. Dans ce but, le module « *Enhance Local Contrast (CLAHE)* » du logiciel *ImageJ* est utilisé. Il implémente la méthode *Contrast Limited Adaptive Histogram Equalization (CLAHE)* [187]. Les paramètres suivants sont appliqués : *blocksize = 9* ; *histogram bins = 256* ; *maximum slope = 2* ; *mask = None*. De plus, cette méthode permet de réduire la dispersion radiale de l'intensité lumineuse de l'image. Des exemples d'amélioration du contraste sont présentés dans la Figure 3-12.

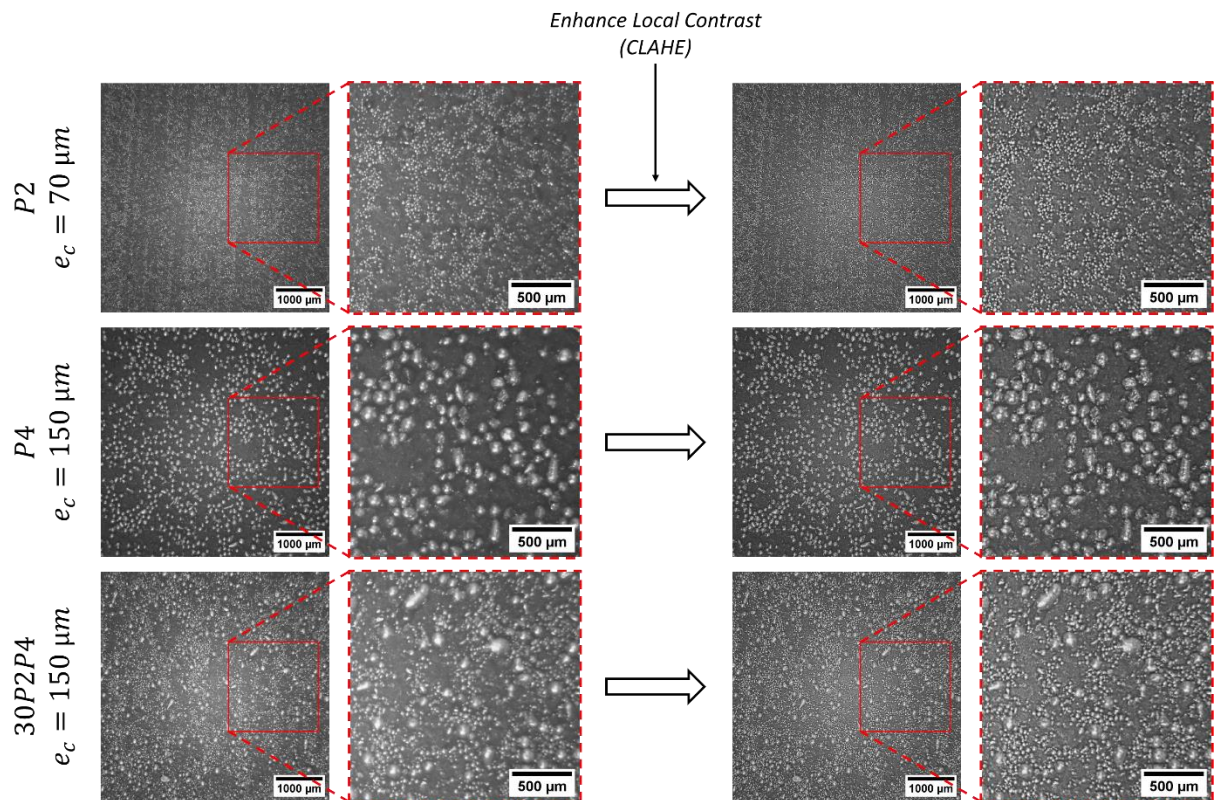


Figure 3-12 : Exemples d'amélioration du contraste par la méthode *CLAHE* avec le logiciel ImageJ pour les poudres P2, P4 et 30P2P4.

3.3 Étude de l'étalement

À la suite des essais, il est apparu que ces derniers sont entachés de biais opératoires, liés au positionnement du plateau et au réglage de la hauteur du racleur. Au vu des objectifs de l'étude, portant sur l'analyse d'une unique couche de poudre, il apparaît nécessaire de quantifier les déviations de la hauteur de couche réellement déposée par rapport à l'épaisseur de couche programmée.

3.3.1 Étude des biais opératoires

Afin de qualifier les biais opératoires, les données issues du profilomètre laser seront utilisées. Pour cela, plusieurs hauteurs, schématisées dans la Figure 3-13, sont quantifiées pour les différentes conditions testées :

- e_c , correspondant à l'épaisseur de couche programmée (théorique).
- $\Delta h_{\text{plateau}}$, correspondant à la différence de hauteur du plateau entre le début et la fin de la zone d'étalement, sur les 150 mm de longueur.
- $(h_{\text{zero}} - h_{\text{plateau}})(x, y)$, correspondant à la hauteur réellement disponible à l'aplomb du plateau pour former la couche de poudre pour chaque point (x, y) de la zone d'étalement.
- $\Delta h_{\text{initiale}}$, correspondant à la variation initiale de hauteur dont la cause est supposément un défaut de réglage de la hauteur du racleur, et qui sera détaillée dans la Section 3.3.1.2.
- δh_{couche} , correspondant à la variation maximale de hauteur de la couche de poudre au cours de l'étalement.
- $h_{\text{couche}}(x, y)$, correspondant à la hauteur réelle de la couche de poudre pour chaque point (x, y) de l'étalement.

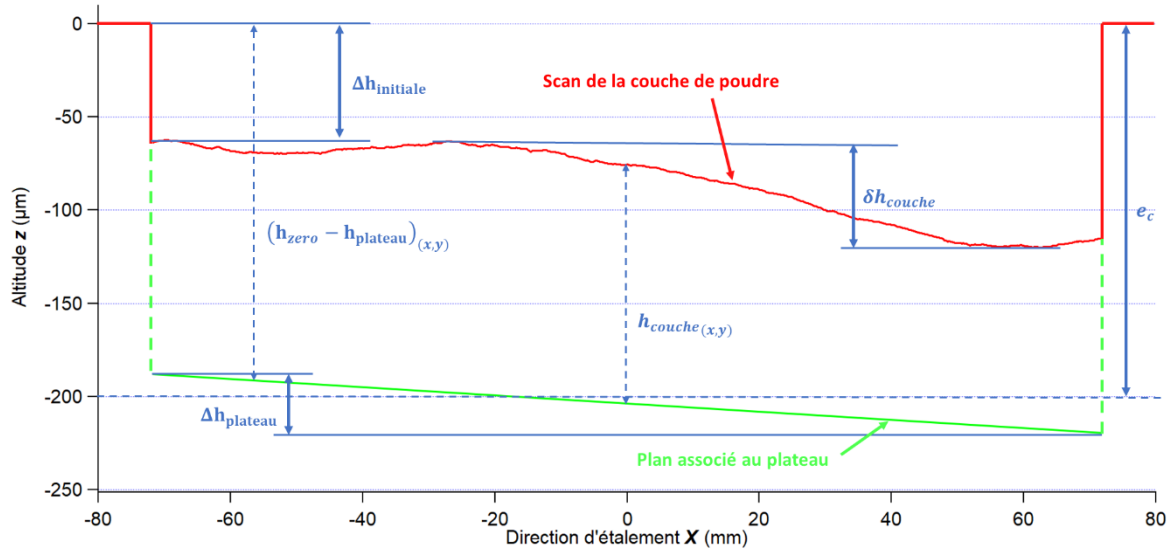


Figure 3-13 : Schéma de principe représentant les différentes hauteurs liées à l'étalement mesurées dans le cadre de cette étude. Les valeurs de hauteur sont issues de la mesure du profilomètre laser.

Tableau 3-5 : Correspondance des épaisseurs de couche programmées et de la hauteur réelle à l'aplomb du plateau (valeur minimale et maximale). Valeur de seuil retenue pour la topologie du plateau.

	Épaisseur de couche programmée	Hauteur disponible à l'aplomb du plateau		Variation d'altitude plateau
Poudre	e_c (µm)	$(h_{zero} - h_{plateau})$ minimum (µm)	$(h_{zero} - h_{plateau})$ maximum (µm)	$\Delta h_{plateau}$ (µm)
P1	50		Non mesuré	
	200		Non mesuré	
	300		Non mesuré	
30P1P4	200		Non mesuré	
	300		Non mesuré	
P2	70	54	87	33
	100	86	121	35
	200	188	220	31
P4	150	135	173	38
	200	215	229	14
	300	319	335	16
30P2P4	150	158	174	17
	200	208	225	17
	300	304	325	22

3.3.1.1 Défaut de positionnement du plateau dans la machine :

Malgré les efforts de réglage, l'altitude du plateau n'est pas uniforme dans le référentiel de la machine, comme abordé dans la Section 3.2.4.4. Cette variation de hauteur est visible sur la Figure 3-10c et d pour une épaisseur de couche de 150 μm et est présente sur l'ensemble des essais, sans pour autant être la même entre les essais. Le Tableau 3-5 présente la variation de la hauteur réellement disponible à l'aplomb du plateau ($h_{zero} - h_{plateau}$) pour former une couche de poudre. Cette mesure confirme le défaut de positionnement du plateau dans la machine pour l'ensemble des conditions testées. De manière générale, la hauteur ($h_{zero} - h_{plateau}$) est maximale à la fin de l'étalement, cf. Figure 3-10c.

Il s'est avéré que lors de la première condition testée avec la poudre P4, le jeu entre le plateau et la chemise de la chambre de fabrication était trop faible. Ceci a causé un phénomène de blocage de l'axe lors de la remontée du plateau. Le jeu était de 200 μm au rayon, ce qui est proche du diamètre des plus grandes particules de la poudre P4, menant à ce blocage. À la suite de cet incident, et pour ne pas endommager d'avantage l'équipement, le diamètre du plateau a été repris afin d'augmenter le jeu à 500 μm . Le plateau a ainsi dû être retiré de la machine, ce qui explique la différence de $\Delta h_{plateau}$ constatée à la suite du passage à la poudre P4, cf. Tableau 3-5. Les scans du plateau seul ne sont pas disponibles pour les conditions d'essais avec les poudres P1 et 30P1P4.

3.3.1.2 Décalage et variation de hauteur de la surface de la couche de poudre

Lors de l'étalement de la couche de poudre, la surface de cette dernière n'est pas à une altitude constante et est proche du zéro de la machine, comme il peut être observé sur la Figure 3-14a où une poudre P2, de granulométrie +20 -53 μm , est étalée avec une épaisseur de couche programmée $e_c = 200 \mu\text{m}$. Comme il a été abordé dans la section précédente, l'espace à l'aplomb du plateau n'est pas constant, mais varie dans cet essai entre 188 et 220 μm , cf. Tableau 3-5.

La granulométrie de cette poudre devrait, dans cette condition d'épaisseur de couche, remplir tout l'espace ($h_{zero} - h_{plateau}$) laissé à l'aplomb du plateau. Cependant, comme il peut être observé sur la Figure 3-14a ce n'est pas le cas. La différence entre le plan zéro de la machine et la surface de la couche de poudre peut être expliquée par un mauvais réglage initial de la hauteur du racleur. En effet, selon la méthode décrite en Section 3.2.2.2, il est probable que le racleur ait été réglé trop bas, ce qui amènerait le joint de racleur à se déformer au contact du banc de la machine, comme schématisé sur la Figure 3-15a. Lors de l'étalement, le joint de racleur serait amené à se redresser lors du passage à l'aplomb du plateau car il n'est plus en appui sur le banc de la machine, cf. Figure 3-15b, diminuant de ce fait la hauteur de poudre pouvant être étalée de $\Delta h_{initiale}$. Cette hauteur $\Delta h_{initiale}$ devrait être influencée par différents facteurs relatifs à la chaîne de force existante entre le plateau, la poudre et le joint de racleur. Ainsi, cette hauteur ne saurait être égale entre les différentes conditions testées. Dans le cas de la poudre P2 présentée dans la Figure 3-14, ce décalage est d'environ $\Delta h_{initiale} \approx 60 \mu\text{m}$.

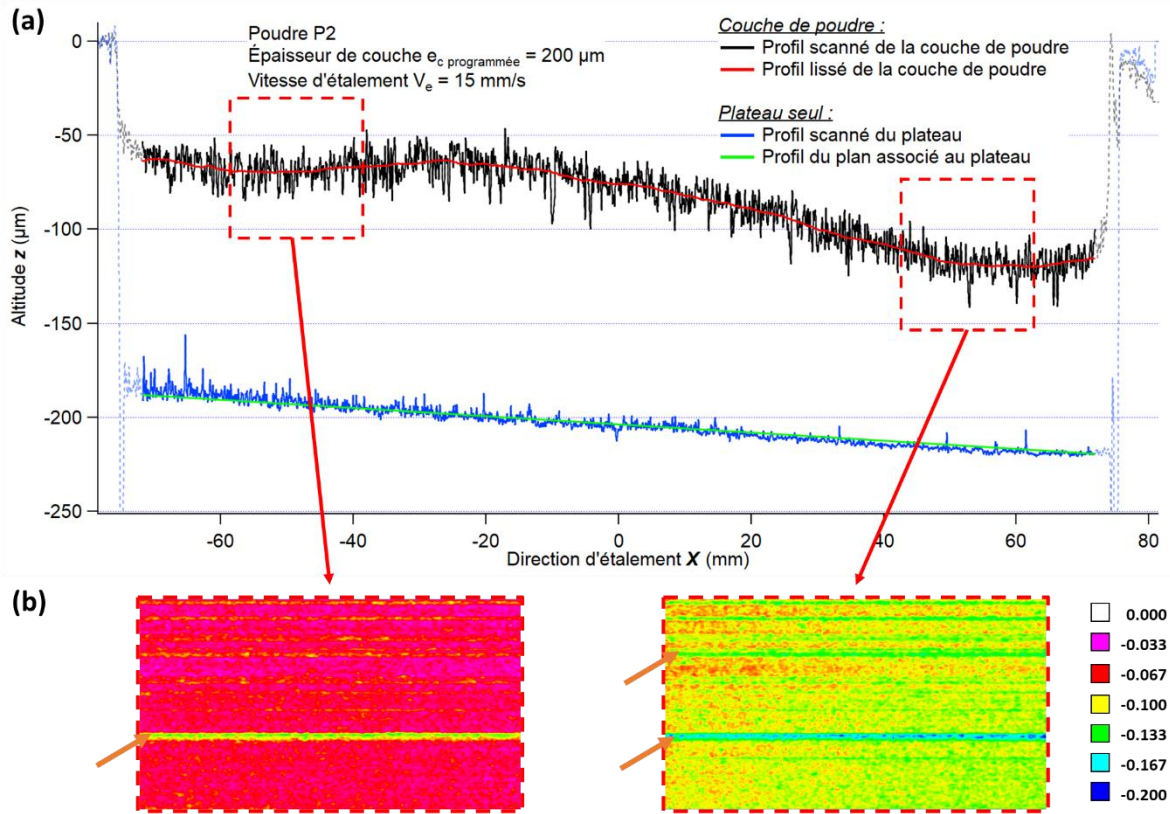


Figure 3-14 : (a) Profil central de l'étalement, avec le profil de la couche de poudre (en noir), le profil de la couche de poudre lissé (en rouge), le profil du plateau (en bleu) et du plan associé au plateau (en vert). (b) Vue du dessus de l'étalement dans des zones en début et en fin d'étalement. Les flèches orange indiquent des défauts d'étalement causés par le racleur. Les données sont issues du profilomètre laser.

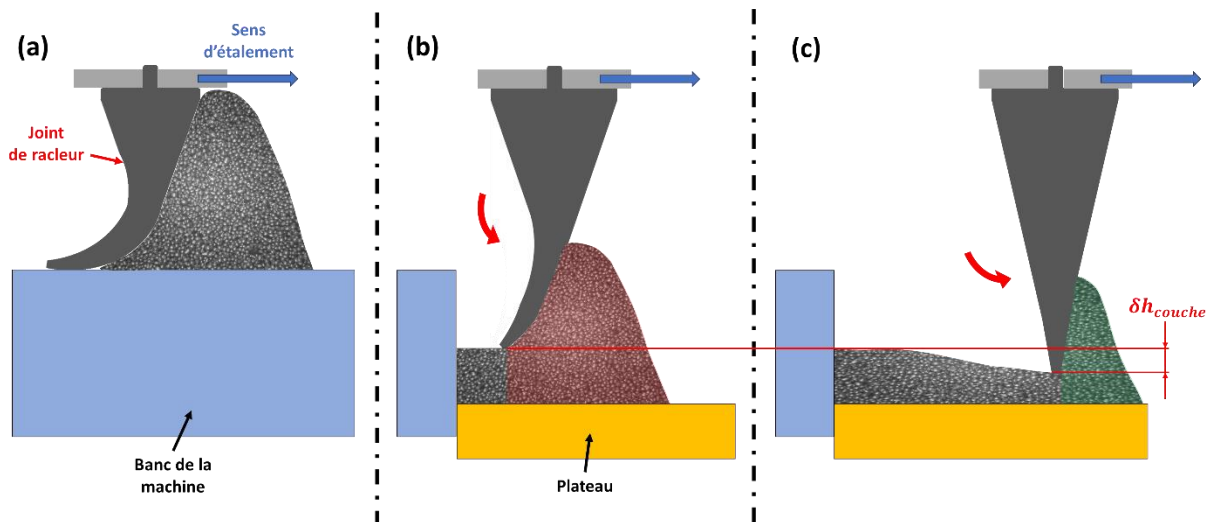


Figure 3-15 : Schéma de principe des implications du défaut de réglage de la hauteur du racleur. (a) racleur en position initiale appuyé sur le banc de la machine. (b) redressement du joint de racleur lors du passage à l'aplomb du plateau. (c) redressement progressif du joint de racleur lors de l'étalement par la variation du volume du tas de poudre en amont du racleur. Le δh_{couche} correspond à la variation de la hauteur du lit de poudre au cours de l'étalement.

3.3.1.3 Prise en compte de la topologie du plateau

Comme il a pu être décrit dans la Section 3.2.4.4, la topographie du plateau est prise en compte pour filtrer l'altitude des différents essais. Ainsi, sur les scans d'étalement, chaque point de mesure dont l'altitude relative au plan du plateau est inférieure à la valeur seuil sera considéré comme appartenant au plateau. Les valeurs seuil retenues pour chaque essai sont renseignées dans le Tableau 3-6.

Tableau 3-6 : Valeur de seuil retenue pour les différentes conditions d'épaisseur de couche testées.

Poudre	Épaisseur de couche programmée	Valeur seuil plateau
	e_c (μm)	$Seuil_{plateau}$ (μm)
P1	50	Non mesuré
	200	Non mesuré
	300	Non mesuré
30P1P4	200	Non mesuré
	300	Non mesuré
P2	70	5,3
	100	4
	200	2,5
P4	150	4,6
	200	5,7
	300	5,5
30P2P4	150	5,1
	200	5,3
	300	5,9

3.3.2 Impact des biais opératoires sur l'exploitation des conditions testées.

Afin de définir la hauteur de la couche de poudre réellement formée, l'étalement est divisé en plusieurs zones de $0,5 \text{ mm}^2$. Au sein de ces zones, la distribution de la hauteur de la couche de poudre h_{couche} est mesurée.

Il est possible que la zone comprenne des points de mesure aberrants, parfois d'altitude supérieure au niveau zéro de la machine ou inférieure au niveau du plateau, cf. Figure 3-16. Ainsi, il est nécessaire de filtrer ces points afin de ne pas en tenir compte dans la définition locale de la hauteur de la couche de poudre.

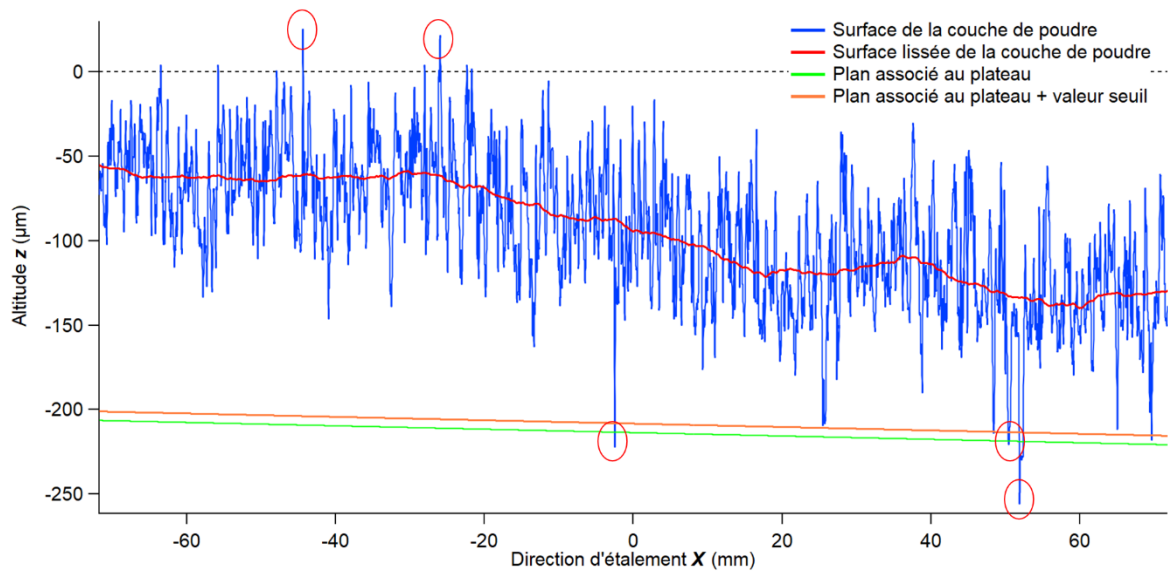


Figure 3-16 : Valeurs aberrantes (entourées en rouge) observées sur le scan d'un étalement de la poudre P4, pour $e_c = 200 \mu\text{m}$ et $V_e = 15 \text{ mm/s}$. Les données sont issues du profilomètre laser.

Pour ce faire, seuls les points dont l'altitude est comprise entre le plan zéro et le plateau seront considérés, cf. Figure 3-17. La valeur médiane de la hauteur locale de la couche de poudre, notée $Med(h_{couche})_{zone}$, est mesurée pour chaque zone, puis associée à la hauteur disponible $h_{zero} - h_{plateau}$ afin de former un pourcentage de remplissage (Équation 3-2). Un pourcentage de 0 % correspond à une absence totale de poudre et un pourcentage de 100 % correspond à un remplissage par la poudre de toute la hauteur disponible à l'aplomb du plateau.

$$\text{Pourcentage de remplissage}_{zone} = 100 * \frac{Med(h_{couche})_{zone}}{(h_{zero} - h_{plateau})} \quad (\text{Équation 3 - 2})$$

Pour les faibles épaisseurs de couche, le racleur est proche du plateau, ne permettant de déposer que très peu de particules sur le plateau. Dans ce cas, il est difficile d'apporter du crédit aux données mesurées. C'est le cas des conditions $e_c = 70$ et $100 \mu\text{m}$ pour les étalements de la poudre P2. Tel qu'il peut être observé sur la Figure 3-17a, dans ces conditions très peu de poudre est déposée sur le plateau, formant une hauteur médiane de poudre de moins de 40 % de la hauteur disponible, soit respectivement moins de 28 et 41 μm de poudre. De plus, le dépôt de particule décroît suivant la direction d'étalement, cf. Figure 3-17b.

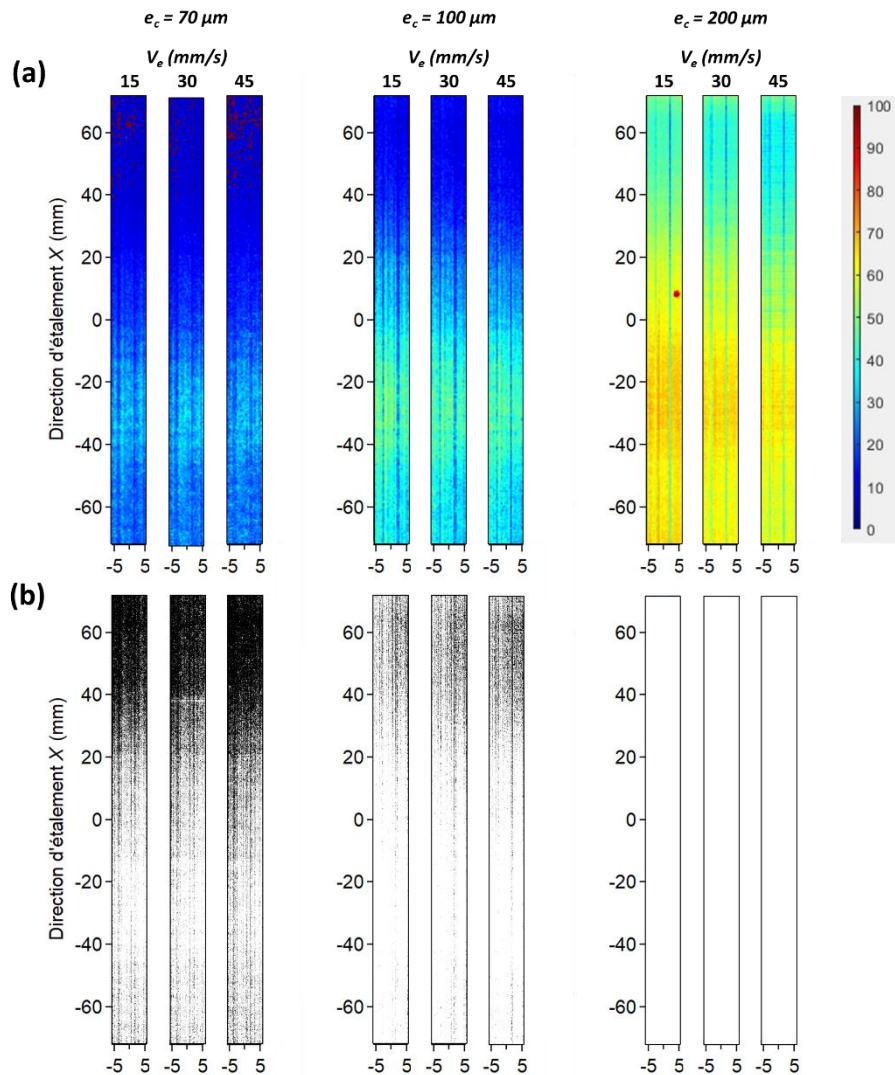


Figure 3-17 : Résultats de l'étalement de la poudre P2, (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones correspondant au plateau. Les données sont issues du profilomètre laser.

3.3.3 Impact des paramètres d'épaisseur de couche et de vitesse d'étalement sur la couverture du plateau

3.3.3.1 Effet de l'épaisseur de couche et les défauts lui étant liés

L'augmentation de l'épaisseur de couche amène une augmentation de la hauteur médiane de la couche de poudre. Cependant, des défauts liés à l'étalement sont constatés. Dans le cas de la poudre P2, cf. Figure 3-17a, des « vallées » orientées suivant la direction d'étalement sont constatées. Ces défauts peuvent être causés par des défauts de forme du joint de racleur ou pas la présence d'agrégats de particules poussés par le racleur. Ces défauts n'apparaissent cependant pas de manière évidente sur les étalements des poudres de plus grande taille, telles que les poudre P4 et 30P2P4, cf. Figure 3-18a et Figure 3-19a. Ceci peut être dû à la variabilité de hauteur de la couche de poudre inhérente à l'usage de particules de grande taille, mais aussi à la meilleure coulabilité de ces poudres, qui amène ces vallées à être comblées par les particules adjacentes. De plus, pour une épaisseur de couche de 200 μm , pour la poudre P2, des ondulations perpendiculaires au sens d'étalement sont observées.

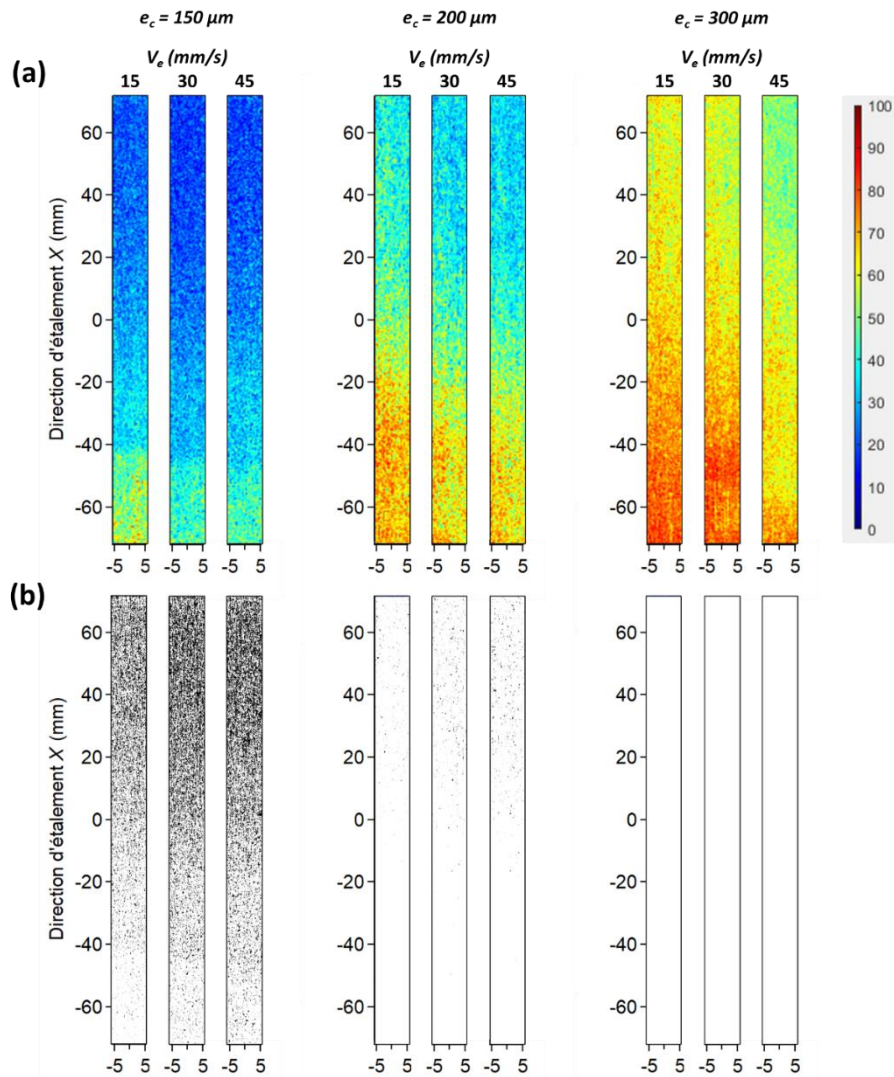


Figure 3-18 : Résultats de l'étalement de la poudre P4, avec un (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones dénuées de poudre. Les données sont issues du profilomètre laser.

En ce qui concerne la poudre P4, pour $e_c = 150 \mu\text{m}$, un dépôt préférentiel des particules est observé en début d'étalement sur une distance d'environ 20 mm, *cf.* Figure 3-18a. Ceci peut être expliqué par le défaut de réglage du racleur, qui, au début de l'étalement, permet aux particules de cette granulométrie (+90 -150 μm) de passer sous le racleur, puis, à partir d'une certaine distance dans l'étalement, est suffisamment redressé pour empêcher les particules d'y passer, *cf.* Figure 3-15.

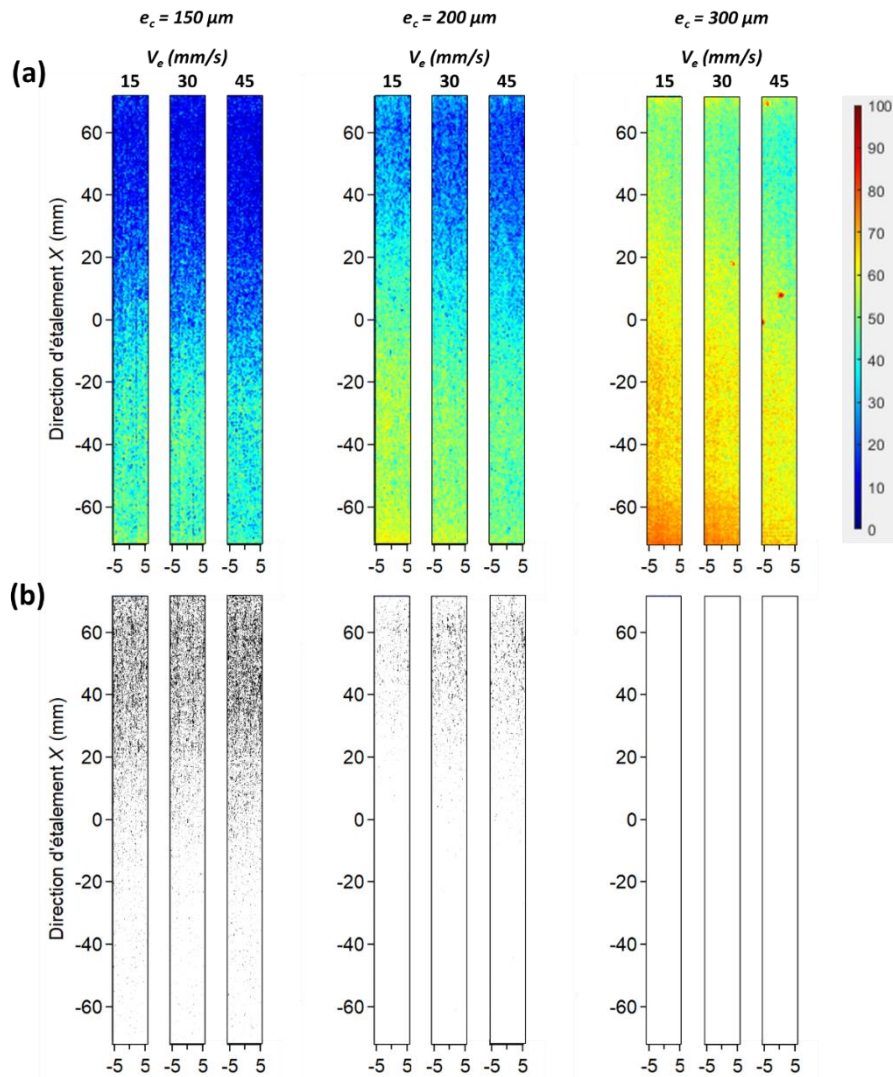


Figure 3-19 : Résultats de l'étalement de la poudre 30P2P4, avec un (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones dénuées de poudre. Les données sont issues du profilomètre laser.

La poudre mélangée 30P2P4 ne présente pas ce type de défaut dans des conditions d'épaisseur de couche équivalentes car les particules fines présentes dans le mélange peuvent passer sous le racleur à une distance plus importante dans l'étalement. Ceci amène à une couverture du plateau plus élevée pour une épaisseur de couche programmée de 150 μm , cf. Figure 3-18b et Figure 3-19b.

3.3.3.2 Impact de la vitesse d'étalement sur la hauteur de la couche de poudre

Une augmentation de la vitesse d'étalement réduit la quantité de poudre passant sous le racleur. Cette tendance est visible pour l'ensemble des poudres testées et des conditions d'épaisseur de couche. Pour les épaisseurs de couche importantes, à savoir 200 μm pour la poudre P2 et 300 μm pour les poudres P4 et 30P2P4, une réduction de la hauteur de la couche de poudre est observée avec une augmentation de la vitesse d'étalement. Ceci pourrait être dû aux interactions mécaniques entre les particules, qui ont tendance à augmenter avec l'accroissement de la vitesse d'étalement. La vitesse d'étalement réduit la proportion de poudre présente en fin d'étalement, ce qui est visible au travers des images binarisées.

Pour la poudre P2, une épaisseur de couche suffisante, ici de 200 μm , entraîne l'apparition d'ondulations sur la surface du lit de poudre. Ce phénomène d'ondulation semble accentué avec une augmentation de la vitesse d'étalement.

3.3.4 Exploitation des images issues du Contact Image Sensor (CIS)

Afin d'étudier l'homogénéité de la couche de poudre formée, le taux de couverture du plateau est calculé avec la méthode décrite dans la Section 3.2.3. Le seuillage étant dépendant de la distribution du niveau de gris de l'image, il semble important de cerner les éléments influençant l'acquisition de l'image.

Les trois méthodes de seuillage considérées étant : le seuillage manuel, le seuillage médian et le seuillage par la méthode d'Otsu, il est important de comparer ces méthodes et de comprendre leur adéquation avec différentes conditions de poudre / épaisseur de couche.

3.3.4.1 Influence des conditions d'épaisseur de couche / poudre sur l'image obtenue

Le capteur CIS est composé d'un capteur d'image linéaire (*linear image sensor*), d'une matrice de lentilles à gradient d'indice (*GRIN lens array*) et d'une source lumineuse (*light source*), cf. Figure 3-20. Il semble raisonnable de penser que la distance entre la surface observée et la source lumineuse influencera le niveau de gris global mesuré. Cependant, comme il peut être observé sur la Figure 3-21, les épaisseurs de couche testées ne semblent pas déplacer la position du mode de la distribution du niveau de gris correspondant au plateau. Ceci indique que le niveau de gris du plateau reste semblable entre les différentes conditions d'épaisseur de couche.

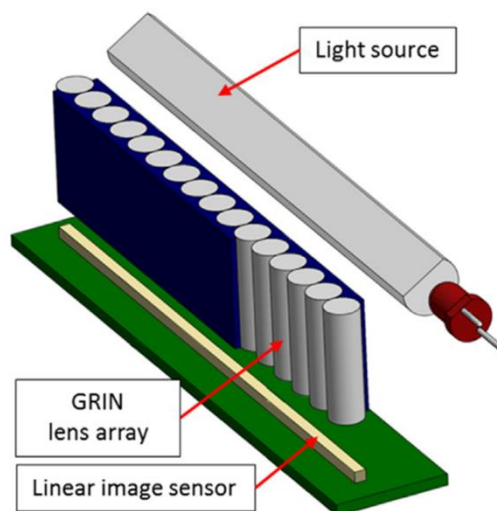


Figure 3-20 : Schéma des composants du CIS. Figure issue de Le *et al.* [188].

Malgré la couche de graphite appliquée, il est observé que les distributions de niveau de gris associées au plateau et à la poudre se chevauchent. Ceci rend d'autant plus difficile la détermination d'une valeur de seuil, que ce soit manuellement ou par des méthodes automatiques (médian ou Otsu). L'étalement de la distribution du niveau de gris associée au plateau peut être expliqué par la faible profondeur de champ du capteur [188]. Ainsi, plus l'épaisseur de couche est élevée, plus le plateau apparaît flou, ce qui correspond à un étalement de la distribution du niveau de gris.

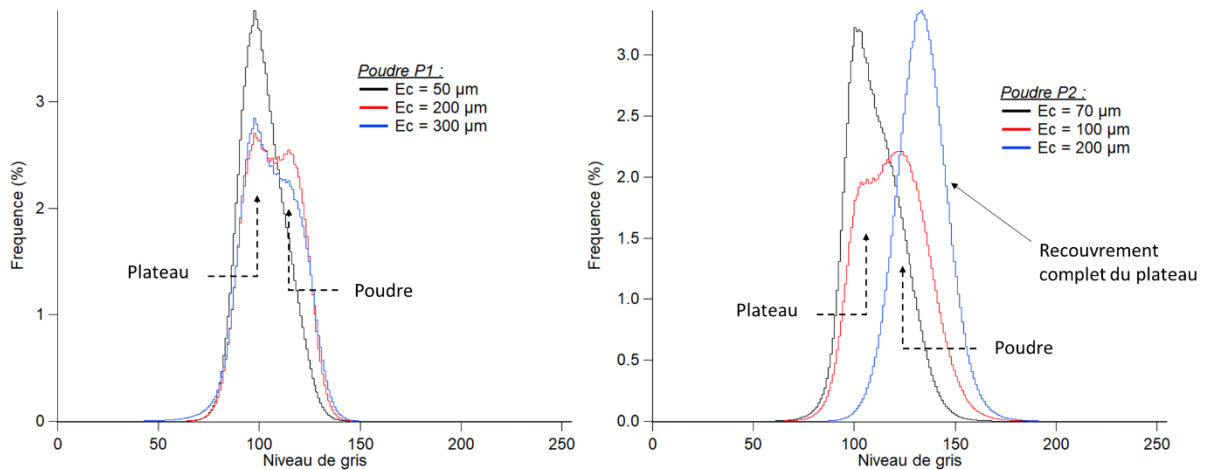


Figure 3-21 : Distribution du niveau de gris pour des conditions d'étalement de $V_e = 30$ mm/s et d'épaisseur de couche variable pour les poudres P1 et P2. Les flèches pointillées indiquent les modes des distributions correspondant au plateau et à la poudre.

3.3.4.2 Influence de la taille des particules sur la distribution du niveau de gris

La granulométrie de la poudre utilisée semble, elle aussi, avoir une incidence sur le niveau de gris mesuré. Comme il est observable sur Figure 3-22, lorsque la granulométrie augmente, deux effets sont constatés :

- Le niveau de gris moyen correspondant à la poudre semble lui aussi augmenter.
- Les distributions du niveau de gris associées au plateau et à la poudre sont plus étalées.

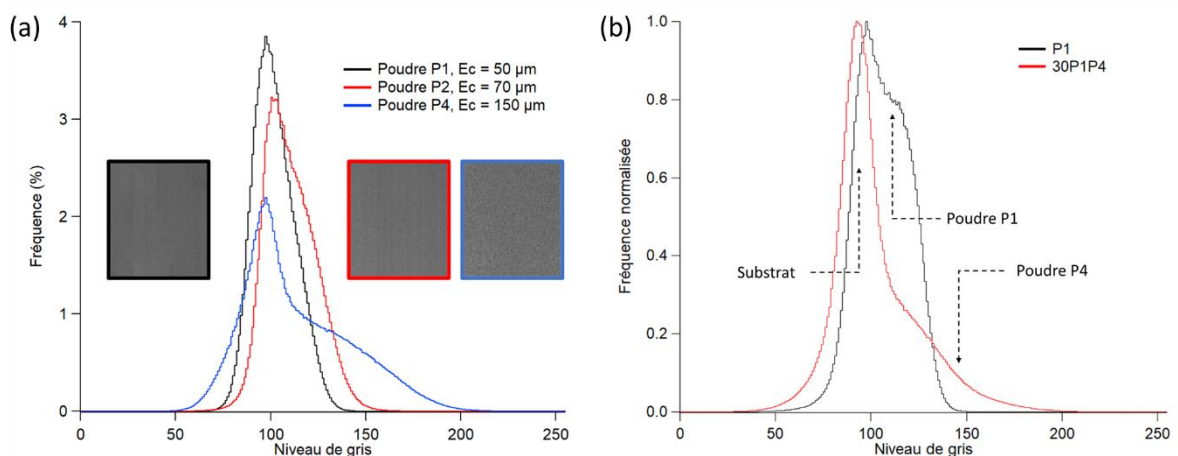


Figure 3-22 : (a) Distributions du niveau de gris pour des étalements des poudres P1, P2 et P4. (b) Fréquence normalisée du niveau de gris pour les conditions $e_c = 300$ μm et $V_e = 30$ mm/s des poudres P1 et 30P1P4.

Sachant que le niveau de gris d'un pixel est directement lié à l'intensité lumineuse reçue par le capteur. Une hypothèse est que la surface illuminée est plus importante dans le cas d'une particule de grand diamètre, ce qui entraîne une réflexion plus importante en direction du capteur et un étalement de la distribution du niveau de gris.

3.3.4.3 Comparaison des méthodes de seuillage

Comme exprimé précédemment, le recouvrement entre les distributions de niveau de gris du plateau et de la poudre rend difficile la définition d'une valeur de seuillage unique. Ainsi, les méthodes de seuillage décrites dans la Section 3.2.3.2.1 sont comparées afin de définir leur adéquation à différentes conditions d'épaisseur de couche / vitesse d'étalement / poudre.

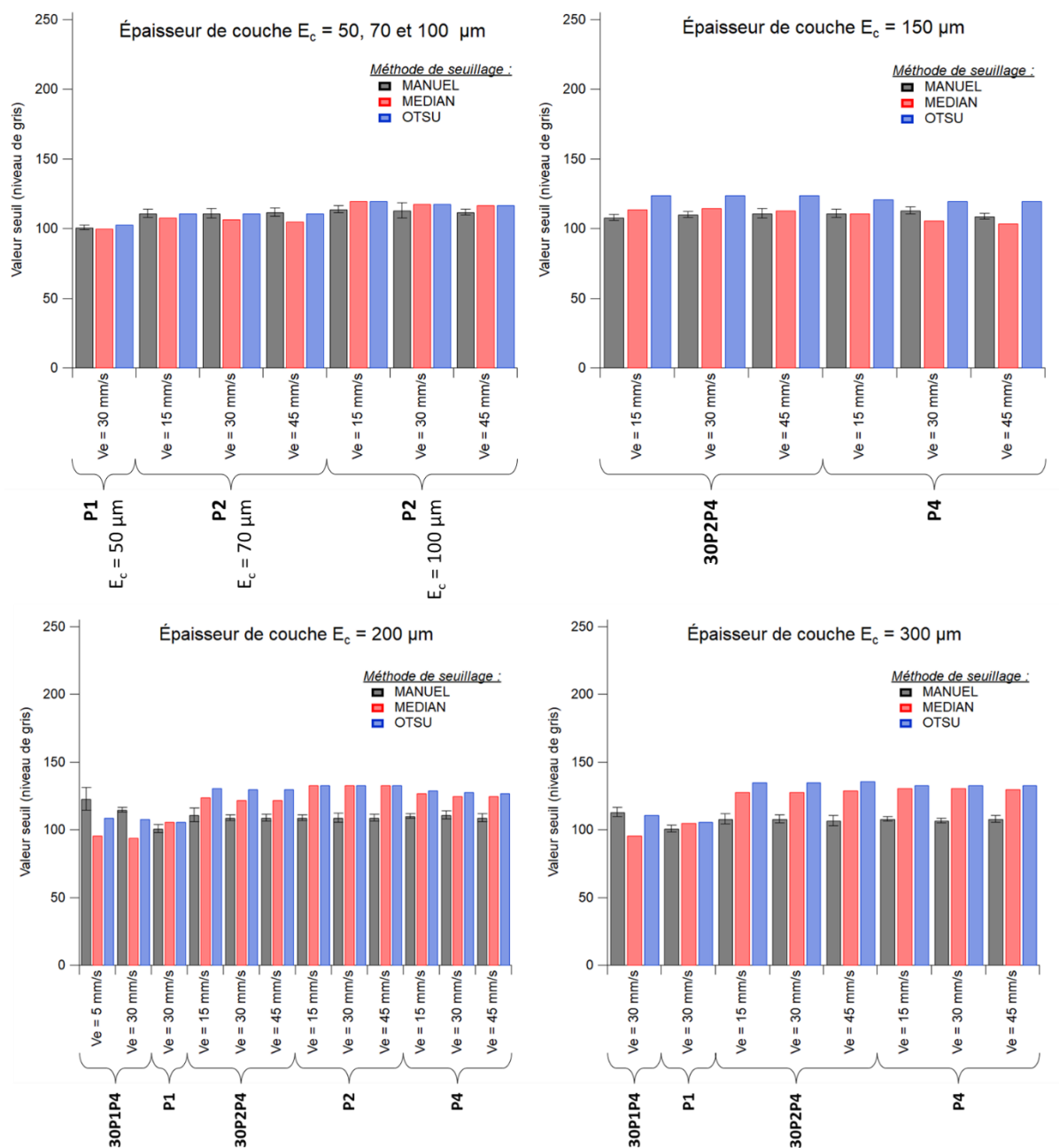


Figure 3-23 : Valeur de seuil retenue pour les trois méthodes de seuillage, pour différentes conditions d'épaisseur de couche / vitesse d'étalement / poudre. Pour la méthode de seuillage manuelle, la barre d'erreur correspond à \pm l'écart type.

Concernant le seuillage manuel, qui correspond à une appréciation subjective des zones recouvertes de poudre, il peut être observé que la dispersion de la valeur de seuil est globalement homogène entre les poudres testées, cf. Figure 3-23. En effet, la valeur de seuil retenue varie peu entre les conditions testées, avec une moyenne de 109 et un écart type de 4,09. Ceci indique que la méthode

est faiblement entachée d'un biais propre à l'opérateur. Pour une même condition de poudre/épaisseur de couche, il est observé que la valeur du seuil varie peu. De plus, pour des conditions où le plateau reste en partie visible, la valeur de seuil est homogène pour différentes épaisseurs de couche et vitesse d'étalement. Les valeurs moyennes de seuillage restent à des valeurs semblables pour les différentes conditions testées. Cependant, il est observé que dans le cas de la poudre P1 les valeurs de seuil sont plus faibles, ce qui peut s'expliquer par le chevauchement plus important des distributions du niveau de gris du plateau et de la poudre, comme abordé dans la Section 3.3.4.2. Dans le cas des épaisseurs de couche élevées, il est difficile de discerner précisément un manque de poudre d'un creux dans le lit de poudre ou d'un phénomène d'ombrage.

La valeur seuil issue de la méthode de seuillage médian est influencée par la proportion de poudre sur le plateau et varie en fonction des conditions testées. Ainsi, elle ne semble pas adaptée pour définir une borne de seuillage permettant de distinguer la poudre du plateau. Cependant, par sa dépendance à la proportion de poudre sur le plateau, elle permet de visualiser une diminution du taux de couverture du plateau avec une augmentation de la vitesse d'étalement, tel que c'est le cas pour les poudres P2 ($e_c = 70$ et $100 \mu\text{m}$), P4 ($e_c = 150$ et $200 \mu\text{m}$) et 30P2P4 ($e_c = 150$ et $200 \mu\text{m}$), cf. Figure 3-23.

La méthode d'Otsu est quant à elle moins sensible à la proportion de poudre sur le plateau. Pour les conditions où le plateau est visible, la séparation des deux classes, qualifiée par le paramètre η , semble être efficace. Cependant, pour des conditions où les distributions se chevauchent de manière trop importante, ou que le plateau est en grande partie recouvert, la valeur de seuil est globalement supérieure à celle trouvée manuellement, ce qui amène à une diminution du taux de couverture calculé.

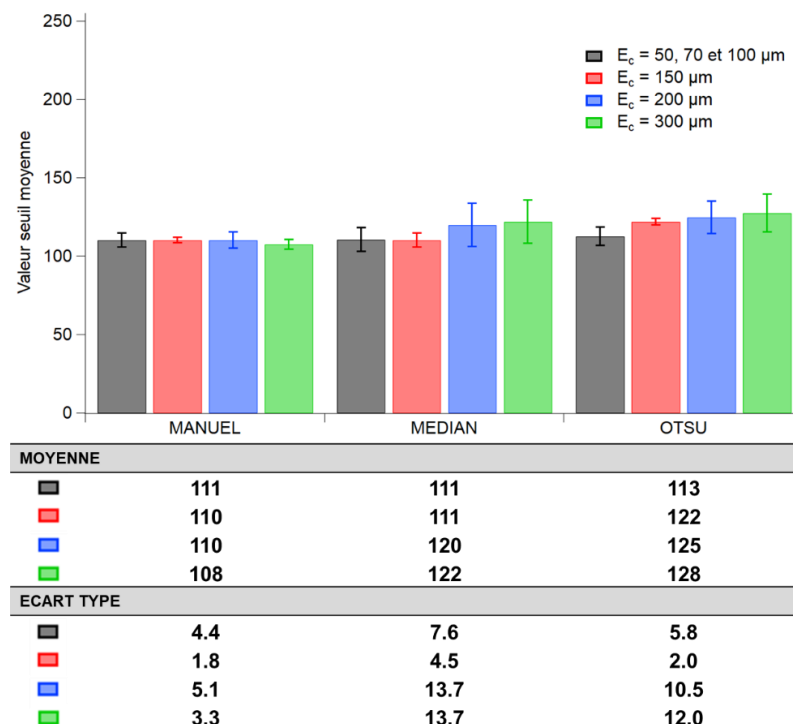


Figure 3-24 : Valeurs de seuil moyennes et écart types observés pour les trois méthodes de seuillage dans différentes conditions d'épaisseur de couche, toutes vitesses d'étalement confondues. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type.

Étant donné l'influence des conditions d'essai (épaisseur de couche et type de poudre utilisée) sur les résultats des méthodes de seuillage, la méthode manuelle montre la plus faible dispersion de la valeur seuil retenue, comme illustré dans la Figure 3-24. La méthode de seuillage manuel sera utilisée dans la suite du document pour calculer le taux de couverture du plateau à partir des images du CIS.

3.3.5 Analyse du taux de couverture du plateau à partir des images du CIS

3.3.5.1 Influence de l'épaisseur de couche sur l'étalement.

Comme expliqué dans Section 3.2.1, l'épaisseur de couche utilisée influence la taille maximale des particules pouvant passer sous le racleur. Dans cette partie, l'impact de l'épaisseur de couche sur le taux de couverture du plateau ainsi que sur les défauts d'étalement générés seront étudiés.

Pour la poudre fine P1, une augmentation de l'épaisseur de couche entraîne une augmentation de la quantité de poudre déposée sur le plateau, en particulier à la fin de la zone d'étalement, *cf.* Figure 3-25. Cependant, la variabilité du taux de couverture est importante, en raison des défauts d'étalement.

Pour une épaisseur de couche faible, des zones de manque de poudre orientées suivant la direction d'étalement sont observés. Ceci peut être lié à la présence d'agrégats de particules en amont du racleur. Au moment de leur passage sous le racleur, ces agrégats peuvent être retenus par ce dernier. Ils sont ainsi poussés par le racleur, limitant le dépôt de particules dans leur sillage, *cf.* Figure 3-25a. Mindt *et al.* indiquent que cet effet est présent pour les poudres trop grandes pour passer sur le racleur [93]. Lorsque l'épaisseur de couche devient suffisamment importante, ici à partir de 200 μm , des lignes perpendiculaires à la direction d'étalement sont observées, *cf.* Figure 3-25b et c. Ces lignes peuvent provenir d'un débit irrégulier de poudre sous le racleur, causé par une déformation du joint de racleur ou encore par un cisaillement de la partie basse du tas de poudre en amont du racleur. Pour une épaisseur de couche de 300 μm , des dépôts de poudre localisés formant des « écailles » peuvent être observés, *cf.* Figure 3-25c. Ceci peut être causé par des agrégats de particules passant de manière homogène sous le racleur, influencé par un régime d'écoulement cohésif comme vu dans le Chapitre 2.

Pour les poudres de granulométrie plus importante telles que la poudre P2 et la poudre P4, l'augmentation de l'épaisseur de couche a un effet bénéfique sur le taux de couverture, *cf.* Figure 3-26a et b. Les taux de couverture dans des conditions $e_c \gg d_{90}$ sont supérieurs à 80 %. Dans ces conditions, la couche de poudre peut être formée d'une superposition de particules. Cependant, dans le cas de la poudre P4, l'espace entre les particules mène à des zones où le plateau peut être visible, *cf.* Figure 3-28d. De plus, sur les images issues du CIS, des phénomènes d'ombrage semblent entraîner une diminution du taux de couverture. Ce phénomène d'ombrage est impacté par la taille des particules et par la proximité de la source lumineuse intégrée au capteur. Cette hypothèse semble se confirmer lorsque ce résultat est comparé à celui observé avec les données du profilomètre. En effet pour une épaisseur de couche de 300 μm , la poudre P4 couvre entièrement le plateau sans laisser de zones dénudées, *cf.* Figure 3-18b.

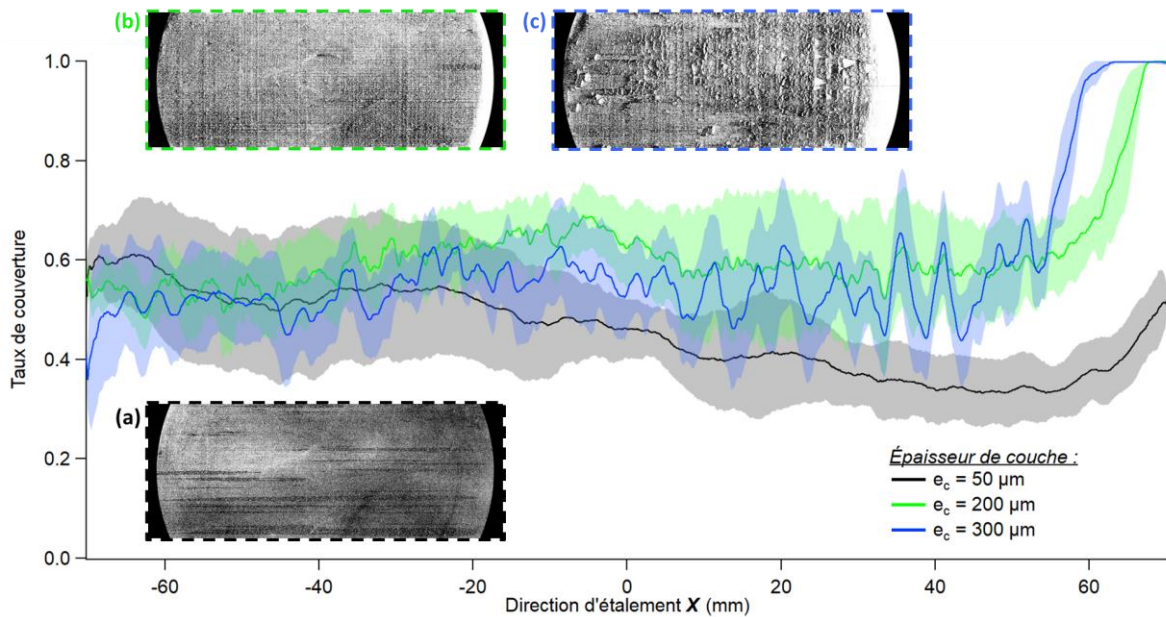


Figure 3-25 : Taux de couverture moyen mesuré pour l'étalement de la poudre P1 pour $V_e = 30$ mm/s et des épaisseurs de couche $e_c =$ (a) 50 μm , (b) 200 μm et (c) 300 μm . Les données sont issues du traitement des images du CIS.

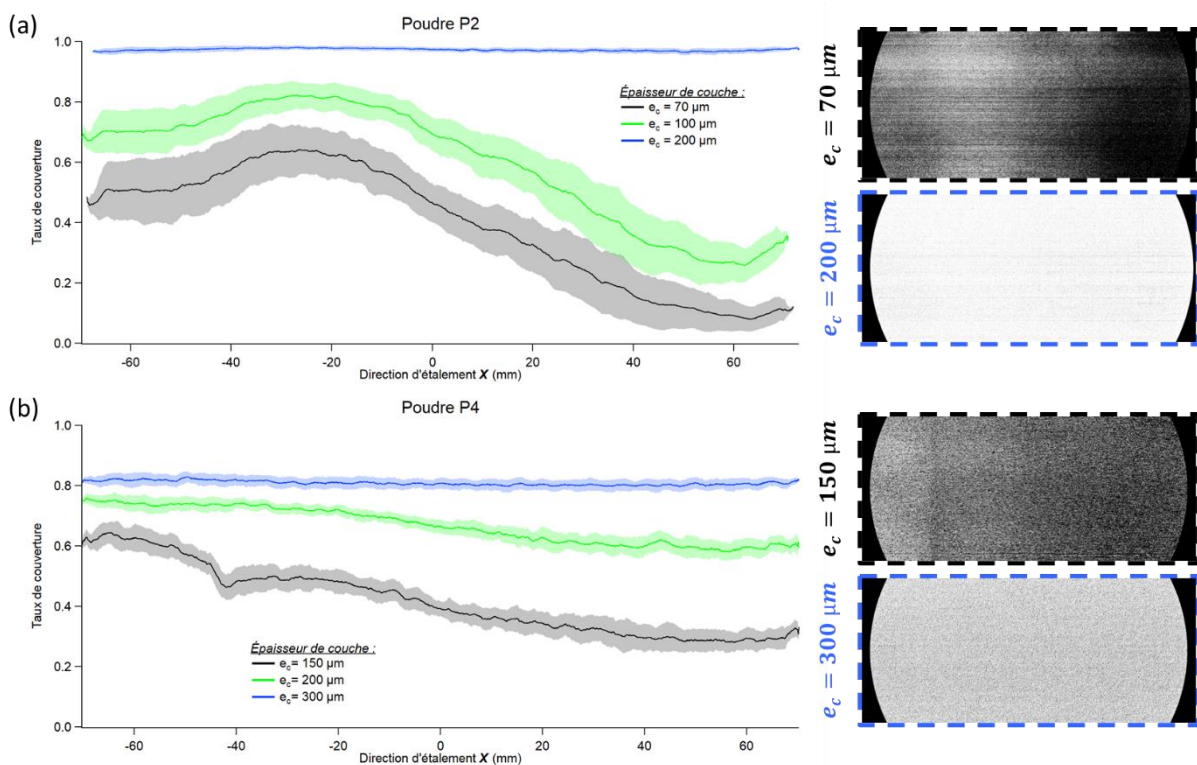


Figure 3-26 : Taux de couverture du plateau selon la direction d'étalement X pour les poudres (a) P2 et (b) P4 avec $V_e = 30$ mm/s. Les encarts à droite de la figure correspondent aux images seuillées. Les données sont issues du traitement des images du CIS.

À partir des images du CIS, la poudre P2 présente des défauts d'étalement semblables à la poudre P1, avec des manques de poudre pouvant être liés à la poussée d'agrégats par le racleur. Cependant, avec les informations issues du profilomètre, l'hypothèse peut être émise que ces défauts proviennent du mauvais réglage du racleur et non du comportement de la poudre à l'étalement. Des lignes de

défauts, parallèles au sens d'étalement sont observées, pouvant correspondre à des imperfections dans la géométrie du joint de racleur (cf. Section 3.2.6), se transférant à la surface du lit de poudre, cf. Figure 3-27. Plus l'épaisseur de couche est faible, plus ces défauts sont préjudiciables au taux de couverture. Pour une épaisseur de couche de 200 μm , des défauts d'ondulation du lit de poudre sont observés. Ces défauts ne sont cependant pas détectés par la méthode de seuillage, cf. Figure 3-26a, mais pose bien un problème en termes de procédé car ils modifient localement la hauteur de la couche de poudre, pouvant mener à des irrégularités du régime de fusion lors du passage du faisceau laser. Ces défauts d'ondulations sont observés au travers de l'usage du profilomètre laser dans la Section 3.2.6 et sont accentués avec l'augmentation de la vitesse d'étalement.

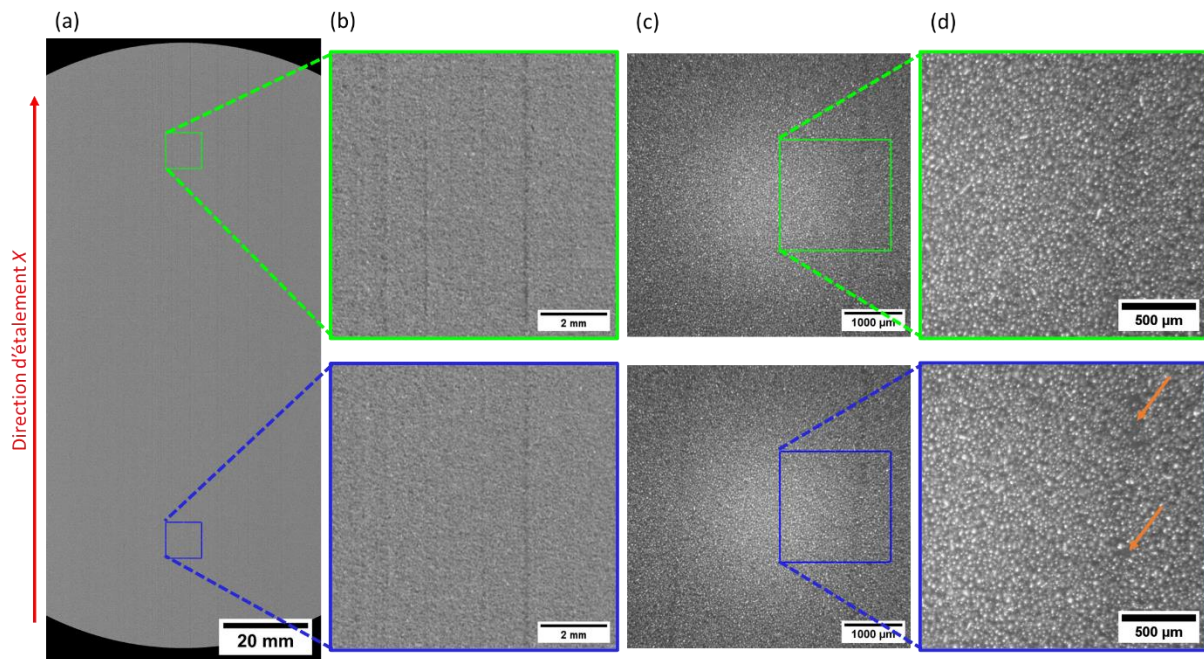


Figure 3-27 : Visualisation à différentes échelles de l'étalement de la poudre P2 pour $e_c = 200 \mu\text{m}$ et $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Les images (a) et (b) sont issues du CIS. Les images (c) et (d) sont issues de la caméra et objectif de microscope. Les flèches en orange indiquent des zones où le plateau est visible.

Pour la poudre P4, formant moins d'agrégats que les poudres plus fines P1 et P2, il est plus probable que les particules soient repoussées de manière individuelle par le racleur en raison des interactions mécaniques entre les particules et roulent sur le plateau [110]. La répartition plus homogène des manques de poudre amène à une dispersion du taux de couverture plus faible que pour les poudres P1 et P2 pour les épaisseurs de couche proches du d_{90} , cf. Figure 3-25 et Figure 3-26. Une autre hypothèse est que les particules sont éjectées de manière individuelle vers d'autres zones du plateau lors de leur passage sous le racleur. Ce phénomène provient de la chaîne de force se formant entre les particules, le racleur et le plateau lors de leur étalement [104,110]. Après le passage du racleur, ces efforts sont relâchés, menant à un mouvement des particules vers le début de l'étalement, laissant leur emplacement sans poudre [90].

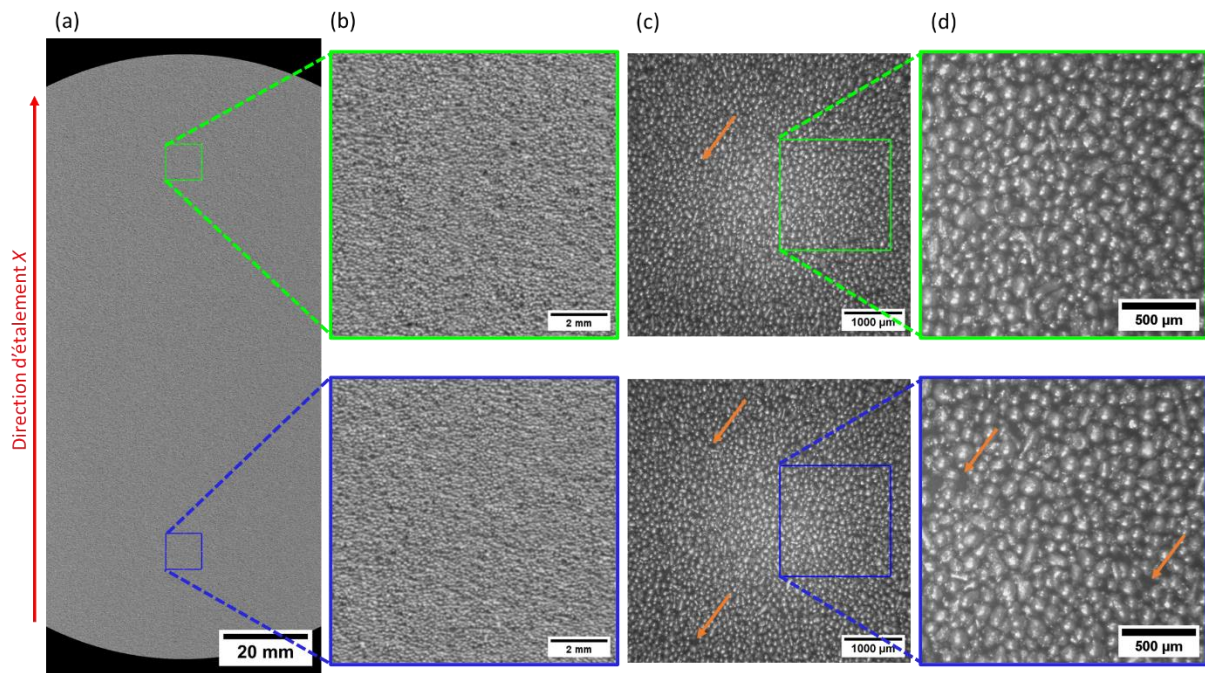


Figure 3-28 : Visualisation à différentes échelles de l'étalement de la poudre P4 pour $e_c = 300 \mu\text{m}$ et $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Les images (a) et (b) sont issues du CIS. Les images (c) et (d) sont issues de la caméra et objectif de microscope. Les flèches en orange indiquent des zones où le plateau est visible.

En ce qui concerne les mélanges de poudres testés, leur comportement à l'étalement diffère. À l'instar de la poudre fine et cohésive P1, le mélange de poudre 30P1P4 n'a pas permis une mise en couche homogène dans les conditions testées. La poudre 30P1P4 présente un taux de couverture inférieur à celui mesuré pour la poudre P1 seule, cf. Figure 3-29. Des « nappes » de particules sont observées sur les essais à des épaisseurs de couche de 200 et 300 μm . Ces nappes se composent de particules de grandes tailles entourées de particules fines. Pour une épaisseur de couche de 300 μm , des lignes perpendiculaires à la direction d'étalement peuvent être observées, pouvant provenir d'un débit irrégulier sous le racleur. Une hypothèse est que la cohésion imposée par la poudre fine génère des agrégats de particules mixtes grosses + fines, entravant le passage des particules grossières sous le racleur. Ceci mène à un faible taux de dépôt de particules sur le plateau et à la formation de nappes de particules lorsqu'un agrégat arrive à passer sous le racleur. Ces résultats peuvent être reliés aux conclusions d'une récente étude réalisée par *Nan et al.* dans laquelle ils proposent une carte de comportement d'étalement, à savoir des phénomènes de blocages transitoires (*transient jamming*), cf. Figure 3-30 [104]. Dans cette carte des blocages transitoires, un domaine correspond aux blocages provoqués par la cohésion, ce qui doit être le cas pour les poudres P1 et 30P1P4 dont l'étalement ne s'améliore pas avec une augmentation de l'épaisseur de couche.

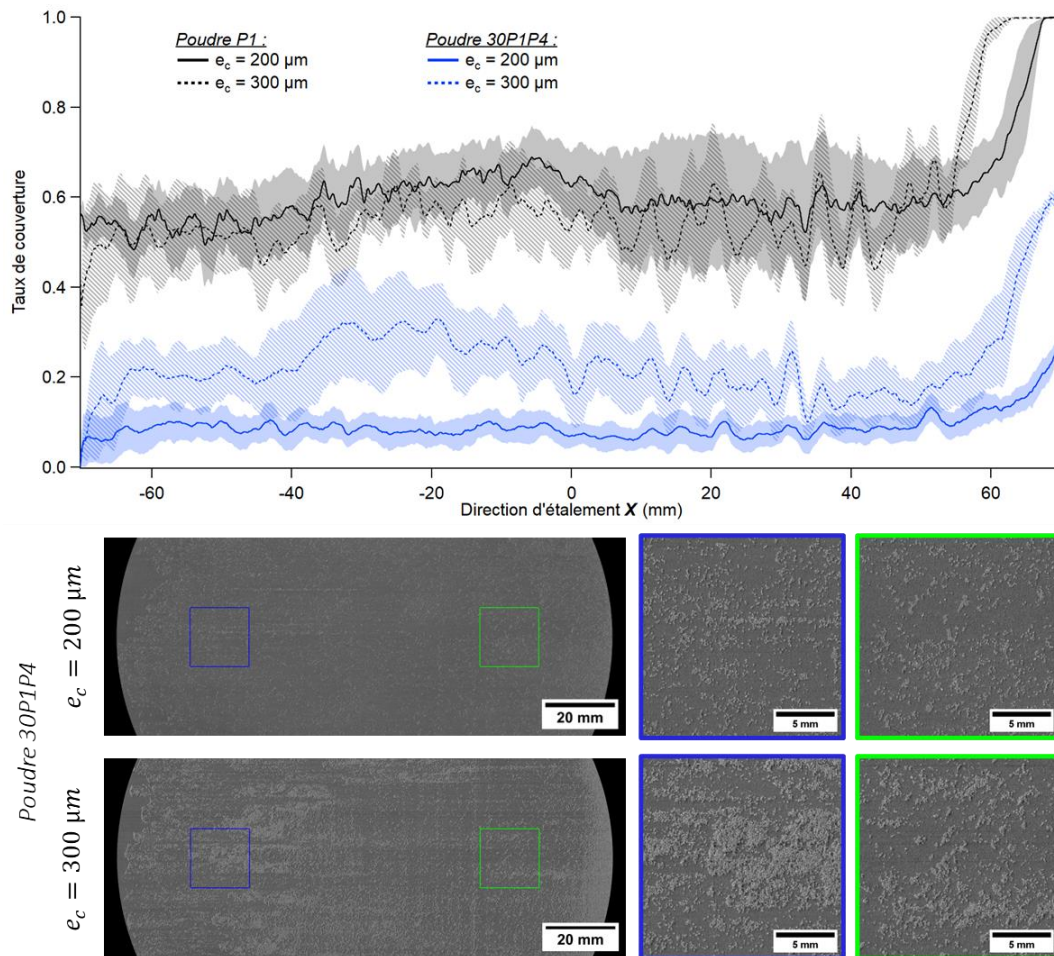


Figure 3-29 : Comparaison des taux de couverture obtenus pour les poudres P1 et 30P1P4 pour $e_c = 200$ et $300 \mu\text{m}$ avec une vitesse d'étalement $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Image des étalements de la poudre 30P1P4, les « nappes » de particules sont visibles sur les encarts. Les données sont issues du traitement des images du CIS.

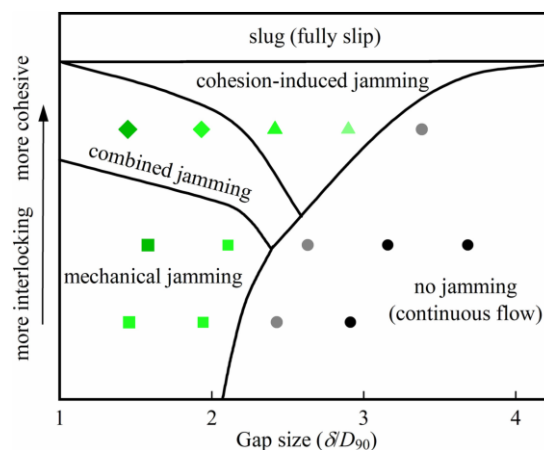


Figure 3-30: Carte du processus d'étalement proposée par *Nan et al.* mettant en relation les phénomènes de blocage (*jamming*) lors de l'étalement à l'espace relatif sous le racleur (*Gap size*) et à la cohésion de la poudre. Figure issue de *Nan et al.* [104].

En ce qui concerne la poudre mélangée 30P2P4, le taux de couverture est similaire à celui mesuré pour la poudre P4, aux alentours de 80 %, mais présente une variabilité plus importante, notamment au début de l'étalement. Il est à noter que le taux de couverture de la poudre 30P2P4 est plus élevé en début d'étalement que pour la poudre P4. Cependant, en reprenant les résultats obtenus avec le

profilomètre, cette augmentation du taux de couverture du plateau en début d'étalement ne se traduit pas pour autant par une augmentation de l'épaisseur de couche, *cf.* Figure 3-19.

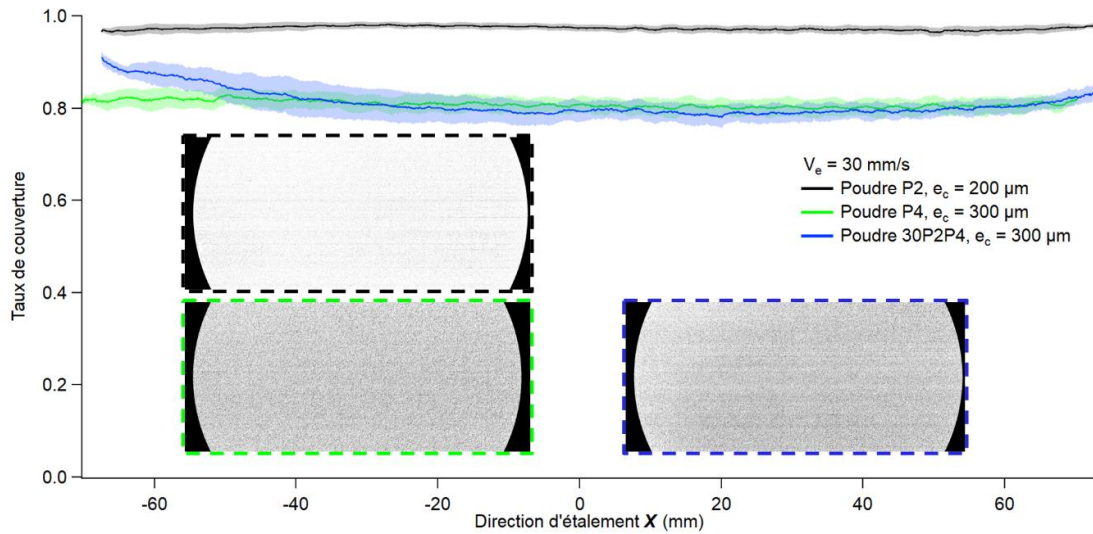


Figure 3-31 : Taux couverture du plateau pour les poudres P2, P4 et 30P2P4. Les encarts correspondent aux images de l'étalement seuilées avec la méthode manuelle. Les données sont issues du traitement des images du CIS.

En comparant les étalements des poudres P2, P4 et 30P2P4 pour lesquels un rapport $e_c/d_{90} \approx 2$ a été conservé, il peut être observé que les poudres P4 et 30P2P4 forment une couche plus homogène que la poudre P2, *cf.* Figure 3-32. Ceci est lié à la dispersion de taille des particules dans les poudres P4 et 30P2P4, permettant de déposer plus de particules que dans le cas de la poudre P2. De plus, l'espace défini entre le plateau et le plan généré par l'avance du racleur permet aux poudres P4 et 30P2P4 de se réarranger plus simplement au cours de l'étalement afin de former une couche uniforme. Ce qui est le cas pour la poudre P2 à $e_c = 200 \mu\text{m}$, *cf.* Figure 3-31.

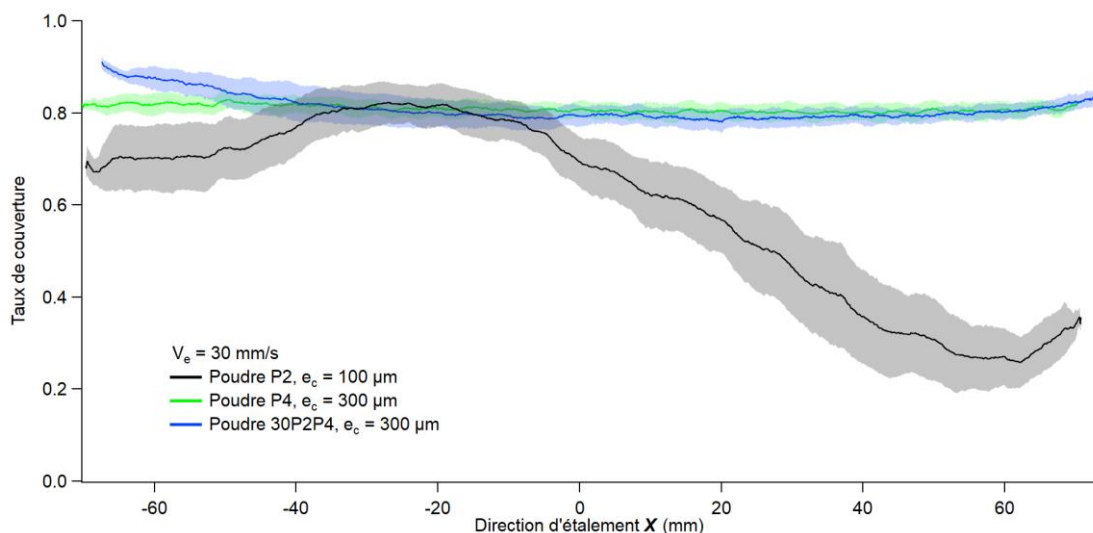


Figure 3-32 : Taux de couverture pour les poudres P2, P4 et 30P2P4 avec un rapport $e_c/d_{90} \approx 2$. Les données sont issues du traitement des images du CIS.

3.3.5.2 Influence de la vitesse d'étalement sur la formation de la couche de poudre

La vitesse d'étalement influence le temps laissé aux particules pour se réarranger dans le tas de poudre en amont du racleur avant de passer sous ce dernier. La vitesse d'étalement implique donc une

contrainte sur le tas de poudre, menant à un cisaillement d'une couche mince de poudre qui passera sous le racleur.

Il peut être observé que pour la poudre P2, l'augmentation de la vitesse d'étalement a pour effet de diminuer le dépôt des particules sur le plateau. Cependant, en prenant en compte les biais opératoires, les taux de couvertures des épaisseurs de couche $e_c = 70$ et $100 \mu\text{m}$ ne sont pas valables. Il est observé que pour une épaisseur de couche de $e_c = 200 \mu\text{m}$, la vitesse d'étalement n'a pas d'effet sur le taux de couverture, cf. Figure 3-33a.

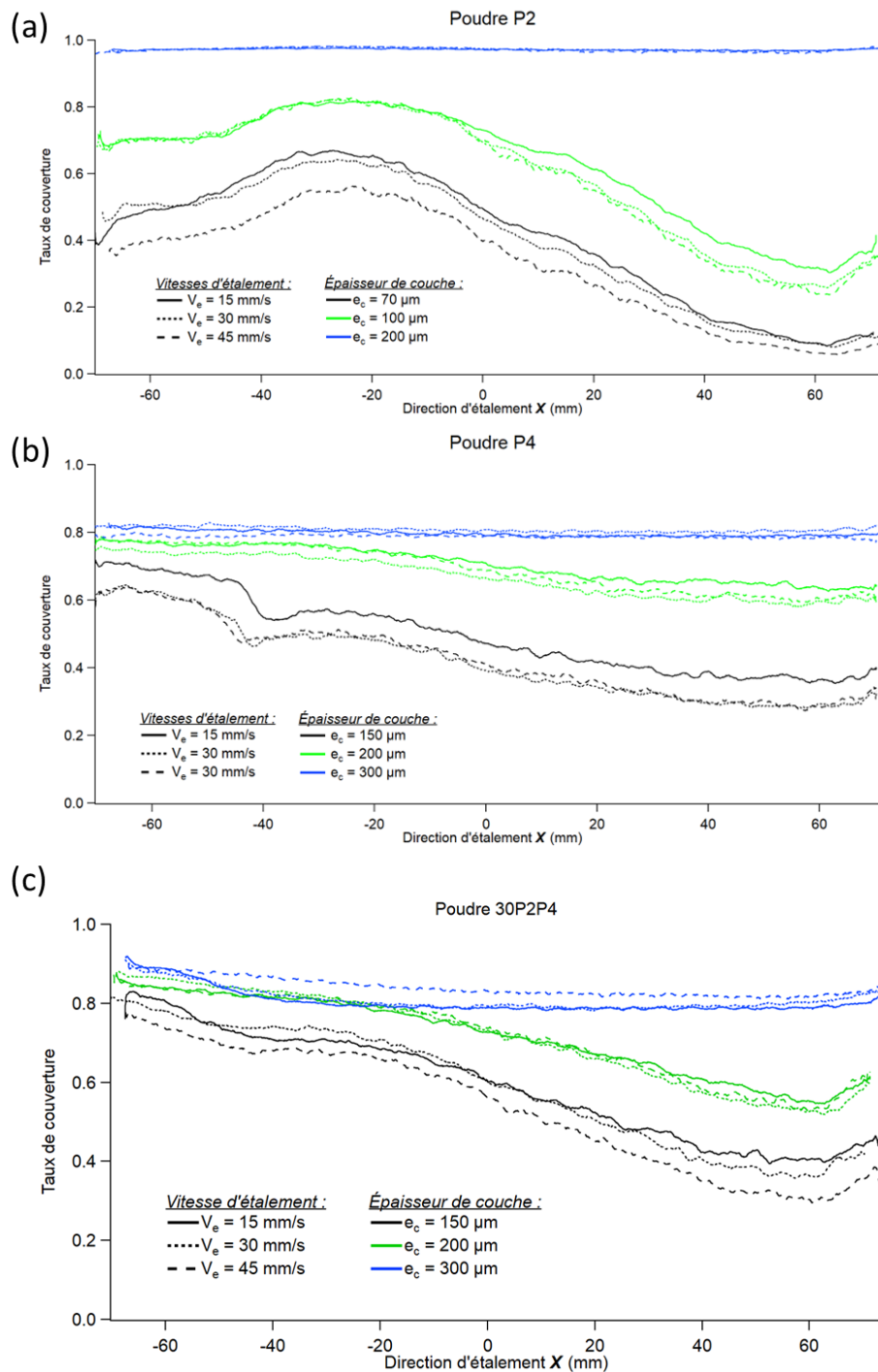


Figure 3-33 : Taux de couverture pour l'étalement des poudres (a)P2, (b)P4 et (c)30P2P4 dans différentes conditions d'épaisseur de couche et de vitesse d'étalement. Pour alléger le graphique, seules les moyennes du taux de couverture sont représentées. Les données sont issues du traitement des images du CIS.

Comme il est possible de le voir sur les courbes des poudres P2, P4 et 30P2P4, la vitesse d'étalement a un impact sur le dépôt des particules : une diminution du taux de couverture est observée avec l'augmentation de la vitesse d'étalement. Cependant, cet effet semble diminuer avec une augmentation de l'épaisseur de couche. Pour la poudre 30P2P4, dans le cas de l'épaisseur de couche 300 μm , le taux de couverture semble être légèrement plus élevé pour une vitesse d'étalement de 45 mm/s. Une hypothèse serait que dans le cas de ce mélange, le faible temps caractéristique de compaction permette aux particules de se réarranger avant leur passage sous le racleur. Une autre hypothèse serait que l'augmentation de la vitesse d'étalement permettrait de contrebalancer un phénomène de ségrégation de taille voulant que les particules fines se déposent en début d'étalement. Les particules fines seraient alors présentes sur une distance plus importante dans l'étalement.

Comme décrit dans la Section 3.2.2.2, le racleur en polymère est souple, ce qui pourrait amener un biais lié à sa déformation. En effet, tel qu'il a été abordé dans la Section 3.2.2.4, la quantité de poudre en alimentation a été fixée à trois fois la valeur de l'épaisseur de couche. Cette condition de réglage crée des tas de poudre de volume différents devant le racleur, pouvant amener à des déformations de ce dernier plus ou moins importantes. Des essais avec une vitesse d'étalement $V_e = 45$ mm/s et une alimentation en poudre encore doublée montre que le taux de couverture du plateau augmente, ce qui semble confirmer une déformation du racleur sous l'effet du volume du tas de poudre. Ce paramètre n'avait cependant pas été considéré lors de la conception de la campagne d'essai. Il est important de noter que ce biais est propre à ce type de racleur, et qu'il devrait, dans une moindre mesure, être observé sur d'autres d'installations utilisant des joints de racleur polymère plus rigides, ou encore des racleurs métalliques ou céramiques.

3.4 Conclusion partielle

L'étude de l'étalement présentée dans ce chapitre a permis de développer une méthode de caractérisation de la couche de poudre à partir d'un scanner optique CIS et d'un profilomètre laser. Elle met en avant la particularité de l'étude d'une couche de poudre unique, car cette dernière repose sur une maîtrise fine du positionnement du plateau et du joint de racleur dans le référentiel de la machine. Dans cette étude, la mise en œuvre des essais d'étalement n'était pas parfaite, et présente certains biais opératoires. Une démarche de quantification de ces biais a été menée, en tirant avantageusement parti des mesures réalisées avec le profilomètre laser. Les résultats de cette quantification mettent l'accent sur le besoin de maîtrise des conditions expérimentales dans ce type de démarche. De plus, cette remarque est valable pour les études de réalisation de monocordons sur une couche de poudre à même le plateau, dont la littérature regorge et sans que les biais opératoires exposés dans ce chapitre ne soient pris en compte.

Dans ce chapitre, l'usage du scanner CIS a permis de mettre en avant le besoin de précaution qu'il faut avoir vis-à-vis des données pouvant en être extraites. En effet, l'observation en vue du dessus du lit de poudre ne permet pas d'obtenir d'information quant à la quantité réelle de poudre déposée et peut amener à de mauvaises interprétations. La méthode repose sur une analyse d'image dont le seuillage reste subjectif. En raison de la taille des particules des phénomènes d'ombrage peuvent fausser la valeur du taux de couverture. C'est pour cette raison qu'il est important d'associer différents moyens de mesures afin de décrire au mieux la qualité de la couche de poudre.

Le profilomètre présente quant à lui l'avantage de restituer une information d'altitude, qui est précieuse dans ce type d'étude. Elle a notamment permis d'identifier un phénomène de réduction de la hauteur de poudre au cours de l'étalement et de variabilité de la surface de la couche de poudre en fonction de la poudre utilisée.

Au-delà des méthodes de mesures, cette étude a porté sur l'étalement de poudres présentant des comportements rhéologiques distincts, caractérisées dans le Chapitre 2. Ainsi, il a été observé que la poudre P1 et le mélange de poudres 30P1P4, tous deux cohésifs, ne s'étaient pas convenablement. En effet, des irrégularités de débit sous le racleur, attribuées à la présence d'agrégats de particules dans le tas de poudre, amènent à la formation d'une couche de poudre dont la répartition dans le plan XY est hétérogène. Différents types de défauts d'étalement sont identifiés, et semblent dépendre de l'épaisseur de couche et de la vitesse d'étalement. Cependant, le nombre de conditions testées de ce chapitre est limité, ce qui ne permet pas de tirer des conclusions quant aux conditions précises de formation de ces défauts. Pour ce faire, il sera judicieux d'améliorer les conditions opératoires et de disposer d'un moyen d'observation dans la zone en aval du racleur.

Les poudres P2 et P4, ainsi que le mélange 30P2P4, tous non-cohésifs s'étaient quant à eux de manière homogène. Cependant, pour les poudres de grande taille, des vides sont observés entre les particules de poudre, ce qui mène à une variabilité importante de la topographie de la couche de poudre. Dans les conditions testées, le mélange non-cohésif n'a pas permis d'atteindre une hauteur de la couche de poudre équivalente à celle obtenue pour la poudre de grande taille seule. Cependant, un lissage de la topographie du lit de poudre est observé avec l'ajout de particules fines.

D'un point de vue prospectif, la démarche de caractérisation de la couche de poudre mise en œuvre semble adaptée à des études au niveau du laboratoire, visant à une meilleure compréhension des mécanismes d'étalement, mais ne semble pas adaptée pour des applications industrielles de contrôle. En effet, la durée d'acquisition des instruments (aussi bien CIS que profilomètre) est de l'ordre de la minute ce qui est incompatible avec une intégration dans des machines industrielles pour faire du contrôle de mise en couche.

Dans la suite de ce manuscrit, des fabrications seront réalisées en machine afin de mettre en œuvre la poudre mélangée 30P2P4 et de qualifier les défauts pouvant être présents ainsi que l'impact de l'adaptation paramétrique sur la vitesse de construction.

Chapitre 4 : Fabrication à partir de mélanges de poudres

4.1 Introduction

La mise en œuvre d'une poudre dans le procédé PBF-LB passe par une succession de processus : son étalement, sa fusion puis son refroidissement. Dans le chapitre précédent, il a pu être montré que l'utilisation d'un mélange de poudres entraîne des différences dans le processus d'étalement en comparaison à une poudre de granulométrie standard. Dans ce chapitre, l'objectif est d'étudier la fusion d'un mélange de poudres retenu au chapitre précédent. Le but est de déterminer les paramètres influent sur sa mise en œuvre, sur la formation de défauts et la vitesse de construction associée. Une combinaison de paramètres permettant d'atteindre un bon compromis entre densité du matériau et productivité sera recherchée et sa sélection discutée.

4.2 Matériel et méthodes

Durant ces travaux des fabrications d'échantillons ont été réalisées à partir du mélange de poudres 30P2P4, et d'une poudre de granulométrie standard P2 d'acier inoxydable AISI 420. Le mélange de poudres 30P2P4 est composé à 30 wt% d'une poudre standard P2 de granulométrie +20 - 53 μm et du complément d'une poudre P4 d'une granulométrie +90 - 150 μm . Ces fabrications ont été menées à l'aide de deux machines PBF-LB dont le fonctionnement sera détaillé dans cette section.

4.2.1 Fabricabilité de l'alliage AISI 420 en PBF-LB

Le matériau utilisé pour ces travaux est une poudre d'acier inoxydable martensitique AISI 420 (X30Cr13 en désignation ISO) atomisée à l'azote. Cet alliage est utilisé pour des applications nécessitant une résistance à l'usure et à la corrosion dans des milieux moyennement agressifs (eau, vapeur d'eau), ainsi qu'une dureté élevée, cf. Figure 4-1. Ces propriétés proviennent notamment de la présence de martensite et d'austénite, et pourront être adaptées avec un traitement thermique.

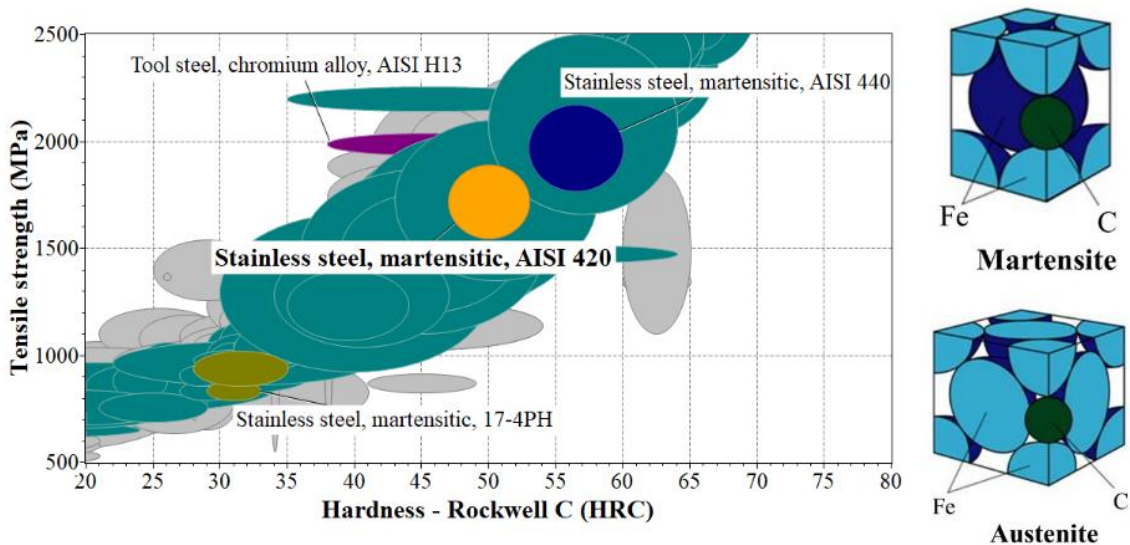


Figure 4-1 : Diagramme dureté / résistance à la rupture pour la comparaison de l'AISI 420 (en orange) à l'autres aciers dédiés à l'outillage et pouvant être imprimés. Figure issue de [189].

Les applications les plus développées correspondent à la fabrication d'outillages, d'instruments chirurgicaux ou encore de moules d'injection, cf. Figure 4-2. Cette dernière application bénéficie notamment des possibilités offertes par le procédé PBF-LB, avec l'impression de canaux de refroidissement conformes permettant d'améliorer le rendement de l'injection polymère. Cette nuance présente une alternative à l'acier Maraging 18Ni300 qui est couramment utilisé pour l'impression 3D d'empreintes de moules mais qui présente des inconvénients en termes de résistance à la corrosion et souffre, dans sa composition, de la présence de Nickel et de Cobalt, éléments coûteux et toxiques en cas d'inhalation.

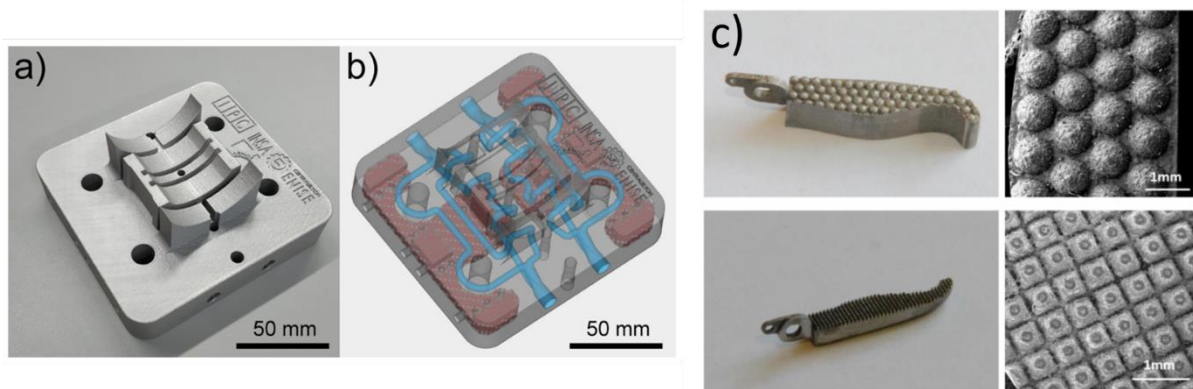


Figure 4-2 : Exemples d'applications de l'AISI 420, (a) et (b) empreinte de moule d'injection plastique avec canaux de refroidissement conformes. (c) Partie d'une pince chirurgicale texturée. Les figures sont issues de (a) et (b) [190] et (c) [191].

La composition chimique de cet alliage, telle qu'indiquée par la norme EN 10088-1 est décrite dans le Tableau 4-1. La composition chimique mesurée (fournie par le fournisseur) pour la poudre utilisée dans ces travaux est elle aussi décrite dans le Tableau 4-1. Il peut être observé que la proportion de carbone dans la poudre est à la limite maximale de la définition de l'alliage. Celle-ci devrait être plus faible dans la pièce finale, comme il a pu être montré par Zhao *et al.* [192], qui ont identifié une perte de carbone de l'ordre de 21 % entre la poudre et la pièce fabriquée par PBF-LB, avec une déplétion plus importante au centre du cordon.

Tableau 4-1 : Composition chimique de l'acier martensitique AISI 420 (X30Cr13) selon la norme EN 10088-1 et composition chimique de la poudre utilisée dans cette étude (données issues de la documentation du fournisseur).

Composition chimique selon la norme EN 10088-1, en masse wt% (valeurs maximales)							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe
X30Cr13	0,26-0,35	1	1,5	0,04	0,03	12-14	Bal.

Composition chimique de la poudre selon la documentation fournisseur, en masse wt%									
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Ni	Autres
	0,35	0,36	0,28	0,017	0,011	13,7	Bal.	0,109	< 0,05

Dans la littérature, assez peu de références concernent la fabrication de l'AISI 420 par le procédé PBF-LB. Afin de se baser sur des paramètres de fabrication déjà existants, une étude bibliographique a été réalisée, cette dernière est synthétisée dans le Tableau 4-2.

Comme il a été abordé dans la Section 1.1.2.1.2, il est possible d'utiliser les paramètres de fabrication pour définir l'apport énergétique du laser permettant de densifier la matière. L'étude paramétrique est réalisée en deux étapes distinctes.

Dans un premier temps une étude paramétrique de construction de monocordons est réalisée. Lors de la formation d'un cordon, l'interaction entre le laser et la matière se fait en deux temps. Dans un premier temps, l'interaction se fait entre le laser et la poudre, ce qui mène à la création d'un bain de fusion. Puis, dans un deuxième temps, l'interaction du laser se produit principalement avec le bain de fusion. Ceci a notamment pu être observé à l'aide d'une caméra rapide par Scipioni *et al.* [193], qui montrent que la poudre en amont du bain de fusion commence à coalescer avant d'entrer en contact avec ce dernier. Ces observations montrent qu'une partie du rayonnement est tout de même transmis à la poudre environnante, soit directement, soit par réflexion sur le bain de fusion. Ainsi, ce type d'étude est analogue à celles menées en soudage laser, et il est judicieux de considérer des paramètres combinatoires utilisés en soudage laser, tels que l'intensité laser I (Équation 4-1) et la densité d'énergie appliquée localement DEV_{1D} (Équation 4-2) [194].

$$I = \frac{4 * P}{\pi * D_{spot}^2} \quad (\text{Equation 4 - 1})$$

$$DEV_{1D} = \frac{4 * P}{V * \pi * D_{spot}^2} \quad (\text{Équation 4 - 2})$$

La différence principale entre le procédé PBF-LB et le soudage laser provient de l'alimentation du bain de fusion par la poudre présente aux alentours du cordon, qui est déplacée vers le bain de fusion par les mouvements de convection du gaz environnant, tel qu'indiqué dans la Section 1.1.2.1.3.5.

Dans un second temps, une étude de fabrication d'échantillons volumiques « 3D » est réalisée. Ces échantillons doivent permettre de définir la porosité associée à des conditions de fabrication. Dans ce cas, il est d'usage en fabrication additive PBF-LB d'utiliser la densité d'énergie volumique DEV_{3D} (Équation 4-3).

$$DEV_{3D} = \frac{P}{V * e_c * h} \quad (\text{Équation 4 - 3})$$

Tableau 4-2 : Paramètres de fabrication pour l'AISI 420 issus de la littérature avec le calcul de I et des DEV selon les équations citées précédemment.

Etude	Type d'échantillon	e_c (μm)	P (W)	V (mm/s)	h (μm)	D_{spot} (μm)	I (W/mm ²)	DEV _{1D} (J/mm ³)	DEV _{3D} (J/mm ³)
Nath <i>et al.</i> [195]	Eprouvettes de traction	20	90	600	120	50	4,6E+04	76	63
Saby <i>et al.</i> [190]	Cubes	30	195	699	100	100	2,5E+04	36	93
Zhao <i>et al.</i> [196]	Cylindres	20	140	550	80	80	2,8E+04	51	159
Krakhmalev <i>et al.</i> [197]	Cubes	40	60	120	120	70	1,6E+04	130	104
Saeidi <i>et al.</i> [198]	Cubes	20	195	700	100	70	5,1E+04	72	139

D'autres études existent, mais ne renseignent pas, ou seulement en partie, les paramètres de fabrication [199].

Comme il peut être observé dans le Tableau 4-2, il ne semble pas exister de consensus quant à la densité d'énergie optimale pour la fabrication de cet alliage. Il est cependant possible d'identifier une gamme de DEV_{3D} (Équation 4-3) comprise entre 63 et 159 J/mm³.

Ce matériau, brut de fabrication PBF-LB, présente une phase austénitique et une phase martensitique, en lien avec le refroidissement rapide lors du procédé. A la différence d'autres aciers utilisés pour l'outillage, la fissuration en cours d'impression reste limitée grâce à un taux d'austénite résiduelle important. Ce taux d'austénite résiduelle est de l'ordre de 20 % pour les couches supérieures dernièrement fabriquées [190,200] et de l'ordre de 57 % [200] pour les parties massives de la pièce. Cette différence de proportion s'explique par la dégradation de la martensite en austénite (réversion de l'austénite) lors des cycles thermiques que subit la pièce lors du passage du laser, couche après couche.

4.2.2 Banc expérimental FAIR du laboratoire PIMM

Comme Yadroitsev *et al.* [11] ont pu le conclure, la formation d'une pièce dense dépend fortement des caractéristiques des cordons qui la composent. Ainsi, une étude préliminaire de construction de monocordons a été menée, afin d'explorer une gamme paramétrique peu représentée dans la littérature. Les conditions paramétriques qui seront détaillées dans la Section 4.2.4.2, correspondent à une épaisseur de couche de 200 μm et une puissance laser évoluant entre 200 W et 1000 W.

Pour ce faire, le banc expérimental FAIR du laboratoire PIMM a été utilisé (voir Section 3.2.2). Cette campagne expérimentale intervient directement à la suite de la campagne d'étude de l'étalement commandée auprès du laboratoire PIMM, présentée dans le Chapitre 3. La machine est équipée d'une source laser SPI Lasers redPOWER de puissance maximale 1 kW, associé à un scanner et une lentille f-theta, ce qui permet d'atteindre un diamètre focalisé dans le plan de construction de $D_{spot} = 80 \mu\text{m}$. Lors des essais, l'enceinte de fabrication est inertée avec de l'argon, de manière à maintenir un taux d'oxygène inférieur à 1500 ppm d'O₂.

4.2.3 Machine SLM Solutions 280 HL

Pour la fabrication d'échantillons volumiques, une machine de PBF-LB du fabricant SLM Solutions a été utilisée. Il s'agit d'une machine SLM 280HL installée au laboratoire LEM3 (Metz, France). Cette machine est une machine PBF-LB industrielle équipée d'une source laser à fibre Ytterbium (émission à ondes continues) de longueur d'onde $\lambda = 1070 \text{ nm}$ (YLR-400-WC de IPG Photonics GmbH), délivrant une puissance maximale de 400 W. Le faisceau laser est balayé dans le plan grâce à un scanner et sa focalisation dans le plan de construction est assurée par une lentille f-theta, amenant à un diamètre de faisceau focalisé de $D_{spot} = 80 \mu\text{m}$, cf. Figure 4-3a. Le volume de travail maximum de la machine est de $280 \times 280 \times 365 \text{ mm}^3$. Cependant, pour ces essais elle a été utilisée dans une configuration de réduction du volume de fabrication à $100 \times 100 \times 170 \text{ mm}^3$. Cette configuration permet d'utiliser moins de poudre pour les essais, ce qui dans notre cas a été essentiel en raison de la quantité de poudre restante à ce stade de l'étude. Lors des fabrications, l'enceinte est maintenue sous un inertage d'argon de manière à assurer un taux d'oxygène inférieur à 1500 ppm d' O_2 . Afin de limiter le gradient thermique lors de la construction des pièces, le plateau est maintenu à une température de $200 \text{ }^\circ\text{C}$.

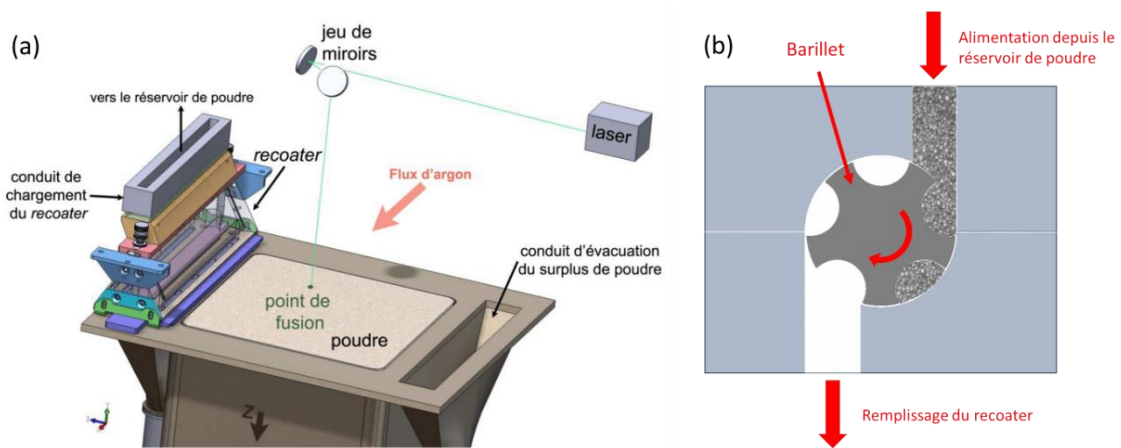


Figure 4-3 : (a) Schéma de principe de la zone de fabrication de la SLM Solution 280 HL, avec le système de mise en couche bidirectionnel (*recoater*). (b) Schéma de principe du système de dosage par barillet (vue en coupe). Figure (a) issue de Fischer [9].

4.2.3.1 Système d'alimentation en poudre

Cette machine présente un système d'alimentation en poudre par gravité, à savoir que la poudre est initialement transférée d'une bouteille dans le réservoir de la machine. Puis lors de la fabrication, le système de mise en couche (*recoater*) est rempli/rechargé avec de la poudre par un système de dosage par barillet qui effectue le transfert d'une quantité de poudre depuis le réservoir vers le *recoater*, cf. Figure 4-3b. Ce système de doseur a posé des problèmes lors des essais avec le mélange de poudre 30P2P4. En effet, le jeu entre le barillet et son logement est du même ordre de grandeur que le diamètre des plus grandes particules présentes dans la distribution P4. Ceci a mené à des blocages de l'alimentation en poudre lors de certains essais, ce qui sera évoqué lors de l'analyse des résultats.

4.2.4 Démarche de fabrication

4.2.4.1 Sélection d'une épaisseur de couche pour les essais avec le mélange 30P2P4

Afin de fabriquer avec le mélange de poudre 30P2P4, il est nécessaire de définir quelle épaisseur de couche programmée utiliser. Pour ce faire, la relation proposée par Spierings et Levy [184] est

utilisée, liant l'épaisseur de couche effective et le diamètre des plus grosses particules de la distribution (Équation 4-4).

$$\frac{e_{eff}}{d_{90}} \approx \alpha_{eff} \quad (\text{Équation 4 - 4})$$

Dans le cas de Spierings *et al.*, ils définissent le coefficient $\alpha_{eff} = 1,5$, et récemment Li *et al.* propose un coefficient de 2 [87]. Dans notre cas, afin de tenir compte de la dispersion de la distribution P4, il a été choisi d'augmenter le coefficient à $\alpha_{eff} = 1,8$. Comme indiqué par Spierings et Levy [184], puis plus récemment par Wischeropp *et al.* [107] (voir Section 1.2.3.2.2), l'épaisseur de couche effective e_{eff} évolue en cours de fabrication, en raison de la densification du cordon à une hauteur inférieure à la hauteur de la couche de poudre. Cette épaisseur de couche effective e_{eff} atteint une valeur stabilisée $e_{eff\text{ stabilisée}}$ qui est liée à l'épaisseur de couche programmée $e_{c\text{ programmée}}$, à la compacité de la couche de poudre $\eta_{couche} = \frac{\rho_{couche}}{\rho_{brut}}$ et au volume apparent de poudre utilisé pour densifier une couche dense. Ainsi, en prenant comme hypothèse une répartition homogène de la poudre dans la hauteur de la couche et un volume apparent de poudre consommée comme étant égal au volume directement à l'aplomb de la surface à fusionner, il est possible d'écrire la relation Équation 4-5 [107].

$$e_{eff\text{ stabilisée}} = e_{c\text{ programmée}} / \eta_{couche} \quad (\text{Équation 4 - 5})$$

Avec la relation de l'Équation 4-4 il est possible de réécrire la relation Équation 4-5 sur la forme :

$$e_{c\text{ programmée}} = \alpha_{eff} * d_{90} * \eta_{couche} \quad (\text{Équation 4 - 6})$$

Cependant, η_{couche} , qui est la compacité de la couche de poudre d'épaisseur effective, n'est généralement pas connue.

Plusieurs études ont porté sur la mesure de la compacité réelle d'une couche de poudre (voir Section 1.2.3.2.3) et il apparaît que celle-ci dépend de l'épaisseur de la couche, croissante avec l'épaisseur de la couche. Ainsi, les calculs présentés ci-dessus devraient intégrer la variation de la compacité de la couche de poudre à chaque couche réalisée. En effet, cette dernière influence la hauteur de matière densifiée à cette couche et la hauteur de couche effective de la couche suivante. Ce lien peut être formulé selon l'Équation 4-7 :

$$e_{eff}(couche_n) = e_{c\text{ programmée}} + e_{eff}(couche_{n-1}) * (1 - \eta(couche_{n-1})) \quad (\text{Équation 4 - 7})$$

Dans leurs travaux, Wischeropp *et al.* [107] rapportent des mesures d'épaisseur de couche effective réelle égales à 4,3 à 5,5 fois l'épaisseur de couche programmée. Ils associent cet écart à la différence entre la compacité réelle de la couche de poudre, mesurée entre 0,44 et 0,56, et la compacité tassée du matériau poudre, mesurée entre 0,63 et 0,65, qui avait été utilisée dans leurs calculs d'une épaisseur de couche effective. Ils obtiennent cependant des valeurs de compacité réelle proches de la compacité apparente de la poudre. De plus, les auteurs estiment que les projections et la dénudation ont un impact non négligeable sur la hauteur de matière densifiée et donc sur l'évolution de l'épaisseur de couche effective. Selon plusieurs auteurs [26,201], les projections correspondent à une perte de poudre de l'ordre de 15 à 20 %, tandis que la dénudation pourrait amener à une perte de poudre de l'ordre de 46 %, tel que calculée par Wischeropp *et al.* [107].

Ainsi, afin de limiter l'écart entre les épaisseurs de couche effective calculée et réelle, la densité de la couche de poudre est considérée comme égale à la densité apparente du matériau poudre. Cela

revient à considérer le matériau poudre dans son état le moins compact. Cette densité a été mesurée dans le Chapitre 2 : , cf. Figure 2-19.

Pour le cas du mélange de poudres 30P2P4 la valeur d_{90} sera prise égale à celle de la distribution P4 : $d_{90}(P4) = 138 \mu m$ afin de tenir compte au mieux des plus grandes particules. La densité apparente est prise égale à $\rho_0(30P2P4) = 4,53 \text{ g.cm}^3$, ce qui équivaut à une compacité de $\eta_0(30P2P4) = 0,59$. Ainsi, selon les Équations 4-6 et 4-5, cela équivaut à :

$$e_{c_{programmée}}(30P2P4) = 1,8 * d_{90}(P4) * \eta_0(30P2P4) = 147 \mu m$$

$$\text{et } e_{eff_{stabilisée}}(30P2P4) = e_{c_{programmée}}(30P2P4) / \eta_0(30P2P4) = 248 \mu m$$

Pour les fabrications présentées dans les sections suivantes, l'épaisseur de couche programmée qui sera prise en compte est :

- Pour les essais de construction de monocordon, une épaisseur de couche correspondant aux premiers stades de la fabrication sera considérée (selon Équation 4-7)

$$e_{c_{programmée}}(\text{cordons}) = e_{eff}(n = 2) \approx 200 \mu m$$

- Pour les essais de construction d'échantillons volumiques, l'épaisseur de couche correspondant à l'épaisseur de couche selon l'Équation 4-6 sera utilisée :

$$e_{c_{programmée}}(\text{volume}) \approx 150 \mu m$$

4.2.4.2 Recherche d'un domaine de stabilité par l'étude de monocordons

L'étude consiste à fabriquer des monocordons en faisant varier les paramètres de puissance laser et de vitesse de balayage pour une condition de poudre et d'épaisseur de couche fixée. Ce type d'étude est rependue dans le domaine de la fabrication additive pour le développement matériau car elle permet d'obtenir un aperçu de la stabilité de l'interaction entre le laser et la poudre. L'étude menée par Zhao *et al.* [196] est un parfait exemple de recherche paramétrique au travers de monocordons pour l'alliage AISI 420, cf. Figure 4-4.

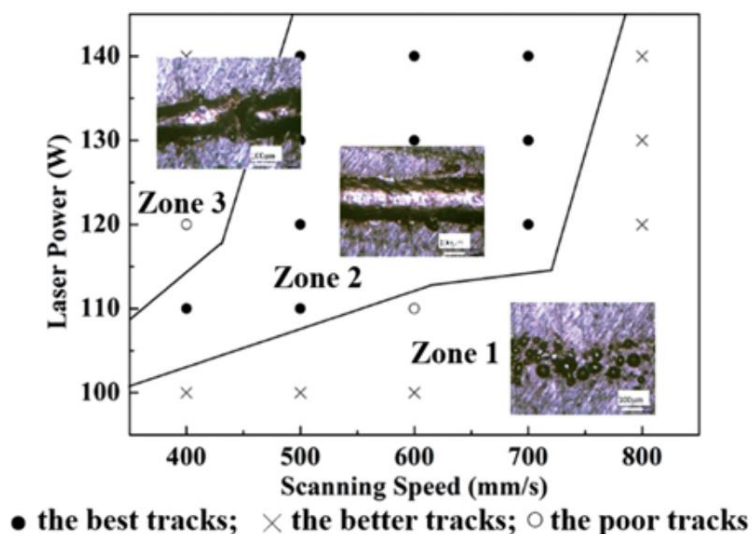


Figure 4-4 : Etude paramétrique menée par Zhao *et al.* permettant la définition d'un domaine de stabilité (Zone2) par l'observation morphologique de monocordons pour une épaisseur de couche $e_c = 20 \mu m$ et un diamètre focalisé $D_{spot} = 80 \mu m$. Figure issue de [196]

Comme il a été vu dans la Section 1.3.3.2.2, augmenter l'épaisseur de couche pour obtenir un gain de productivité est le plus souvent associé à l'utilisation d'une puissance laser $P > 500$ W. Il a donc été envisagé de tirer parti de la source laser, de puissance maximale $P_{max} = 1$ kW, installée sur le banc FAIR. Cette puissance devrait permettre de fusionner des couches de plusieurs centaines de microns d'épaisseur. Un ensemble de conditions de puissance laser P et de vitesse de balayage du laser V sont définies à partir des densités d'énergie DEV_{1D} issues de la littérature et d'une condition d'épaisseur de couche de $200 \mu\text{m}$. Ces essais porteront sur la fusion des poudres P2, P4 et du mélange de poudres 30P2P4. Les paramètres utilisés et la DEV_{1D} associée sont résumés dans le Tableau 4-3.

Tableau 4-3 : Tableau des paramètres testés et de la DEV_{1D} associée. L'épaisseur de couche est fixée à $200 \mu\text{m}$ pour l'ensemble des essais. Les valeurs englobées par les pointillés rouges correspondent aux valeurs de DEV_{1D} de la gamme issue de la littérature.

DEV_{1D} (J/mm^3)		Puissance laser P (W)					
		200	300	400	600	800	1000
Vitesse de balayage V (mm/s)	400	99	149	199			
	600	66	99	133	199		
	800	50	75	99	149	199	
	1000	40	60	80	119	159	199
	1200		50	66	99	133	166
	1400			57	85	114	142
	1600			50	75	99	124

Certaines combinaisons de paramètres amènent à une $DEV_{1D} > 130 \text{ J}/\text{mm}^3$ (valeur maximale rapportée dans la littérature). Cependant, il a été choisi de conserver des conditions de DEV_{1D} jusqu'à $199 \text{ J}/\text{mm}^3$, car il est attendu que l'augmentation de l'épaisseur de couche nécessite une DEV_{1D} plus élevée que celle présentées dans la littérature (réalisées pour des épaisseurs de couche comprises entre 20 et $40 \mu\text{m}$). De plus, les particules de la distribution P4, étant donné leur taille, nécessiteront un apport énergétique supplémentaire pour être totalement fusionnées.

Lors de la fabrication, un flux d'argon est maintenu au niveau du lit de poudre, dans une direction perpendiculaire à la direction de l'étalement. Ce flux de gaz a pour objectif de chasser la vapeur métallique générée par le bain, afin de limiter l'absorption du rayonnement par la plume laser. De plus, ce flux de gaz a pour objectif de diriger les projections de métal fondu générées par le bain de fusion hors de la zone de fabrication, afin de minimiser leur retombée sur le lit de poudre ou des surfaces précédemment fusionnées. Pour maximiser ces deux effets, les cordons seront réalisés dans une direction perpendiculaire à ce flux de gaz.

Les cordons fabriqués sont ensuite observés à l'aide du profilomètre Alicona InfiniteFocus G5 afin de déterminer la morphologie du cordon et de définir une fenêtre paramétrique de stabilité. Les caractéristiques qualitatives attendues pour la morphologie des cordons correspondent à :

- Une zone de *stabilité* : Le cordon présente peu de variation de hauteur et son contour est régulier. Afin de classer un cordon dans cette catégorie, un cordon doit être continu, et ne pas présenter de variation d'altitude marquée.

- Une zone *d'absence de cordon* : Correspond à une zone où la poudre n'a pas, ou très peu été utilisée pour former un cordon. C'est une zone de fusion quasi exclusive du substrat.
- Une zone de *balling* : Le cordon est discontinu et formé de billes métalliques faiblement soudées au substrat. Afin de classer un cordon dans cette catégorie, un cordon doit être discontinu, sans altitudes sous le niveau du plateau.
- Une zone de *humping* : Le cordon formé est continu et présente des variations importantes de hauteur. Les bosses sont issues d'un flux de métal fondu vers l'arrière du bain. L'altitude du cordon peut être négative par rapport au substrat et des zones *d'undercut* peuvent être visibles. Afin de classer un cordon dans cette catégorie, le cordon doit être continu, avec une importante variation d'altitude, avec des points de mesures sous le niveau du plateau.

De plus, le profilomètre Gocator (LMI), présenté dans la Section 3.2.2.3, sera utilisé pour observer la dénudation du lit de poudre en périphérie du cordon.

4.2.4.3 Démarche d'étude pour les échantillons cubiques

Afin de réaliser les échantillons volumiques, la machine SLM Solutions est utilisée. Les fabrications seront constituées de cubes de dimensions 5 x 5 x 5 mm utilisés pour déterminer la densité associée à une combinaison de paramètres. Plusieurs campagnes d'essais ont été menées, répondant à la démarche suivante :

- Un premier plateau est constitué d'une large gamme de combinaisons de paramètres, basés sur les données issues de la littérature et les observations de l'étude de la stabilité des monocordons précédemment présentée.
Ce plateau doit permettre de définir une combinaison de paramètres jugée pertinente au regard des objectifs de la thèse, à savoir maximiser la densité et la vitesse de construction. L'épaisseur de couche programmée pour ce plateau correspond à celle déterminée dans la Section 4.2.4.1 : $e_{c \text{ programmée}} = 150 \mu\text{m}$.
- Un ensemble de trois plateaux est fabriqué, avec des DEV_{3D} équivalentes et des épaisseurs de couche correspondant à $150 \mu\text{m} \pm 20 \%$. Ces plateaux doivent permettre de mettre en avant le rôle de l'épaisseur de couche dans la génération de défauts volumiques.

4.2.5 Caractérisation de la densité

Les échantillons produits sont découpés, enrobés puis polis jusqu'à une solution diamantée de 1 μm . La direction de coupe des échantillons est décrite dans la Figure 4-5. Les échantillons sont ensuite observés avec un microscope optique Imager.M1m (Carl Zeiss MicroImaging GmbH, Allemagne). Des mosaïques couvrant toute la surface de l'échantillon sont réalisées, avec un objectif de grossissement X10 permettant une résolution de 0,7395 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

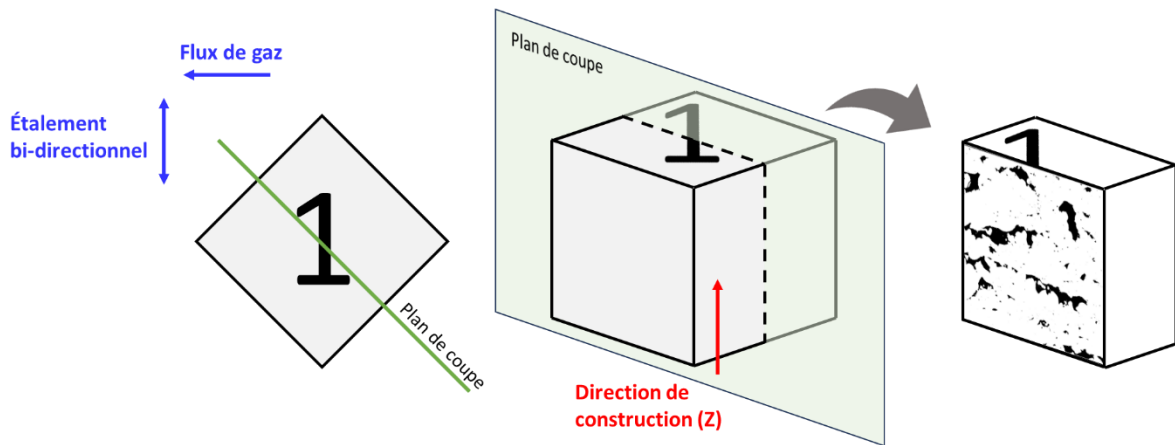


Figure 4-5 : Positionnement du plan de coupe dans l'échantillon pour l'observation au microscope optique.

Concernant la détermination de la densité de l'échantillon, la zone inférieure de ce dernier peut contenir un nombre important de défauts. Ces défauts proviennent des zones de support ainsi que de stabilisation de l'épaisseur de couche en début de fabrication. La stabilisation de l'épaisseur de couche dépend notamment de la compacité de la couche de poudre [93] et intervient après un nombre de couche d'autant plus élevé que la compacité de la couche est faible. Dans le cas présent, la compacité de la couche de poudre n'est pas connue. Cependant, comme proposé dans le Section 4.2.4.1, elle peut être assimilée à la compacité apparente de la poudre, soit dans le cas du mélange de poudres 30P2P4, $\eta = 0,59$. Ainsi, l'épaisseur de couche effective est estimée comme stable à partir de la 7^{ème} couche [93,107], ce qui correspond à une hauteur de 1,05 mm avec $e_{c \text{ programmée}} = 150 \mu\text{m}$. Ainsi pour s'éloigner de ces zones non représentatives des conditions stables de la combinaison paramétrique testée, seuls les quatre derniers millimètres de l'échantillon seront considérés pour la mesure de la densité, cf. Figure 4-6b. De plus afin de ne pas considérer les défauts présents à l'interface entre les contours (paramétrie non optimisée) et le remplissage de l'échantillon, une zone centrale sera isolée pour le calcul de la densité (décalage latéral de $200 \mu\text{m}$ par rapport au bord de l'échantillon). Cette partie de l'échantillon est ensuite seuillée, puis analysée avec le module « *Analyze Particles* » du logiciel *ImageJ* pour identifier la surface surface des défauts. Afin de filtrer des défauts de polissage (reste de solution de polissage), le seuil de prise en compte d'un défaut est fixé à $3 \mu\text{m}^2$. Le taux de porosité est ensuite calculé avec la surface de la zone d'étude et la somme des surfaces des défauts, cf. Équation 4-8.

$$\text{Taux de porosité (\%)} = \frac{100 * \sum \text{Surface des défauts}}{\text{Surface d'étude}} \quad (\text{Équation 4 – 8})$$

La densité du matériau correspond ainsi à $\text{Densité (\%)} = 100 - \text{Taux de porosité}$.

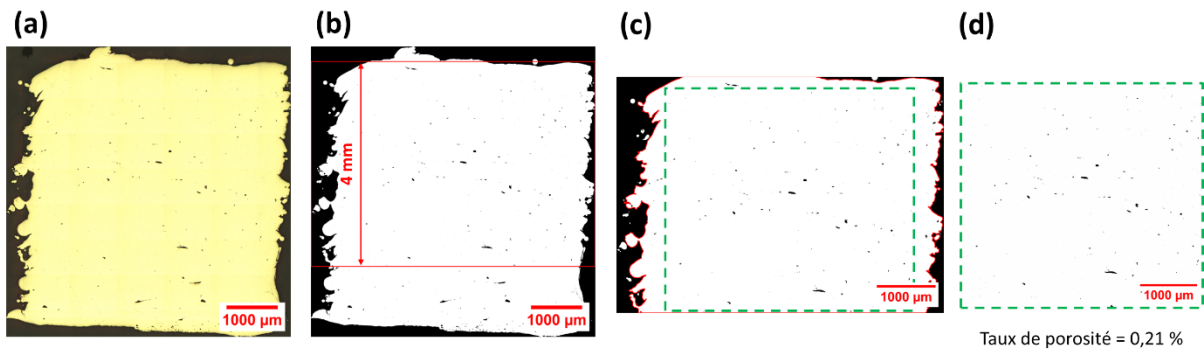


Figure 4-6 : Démarche de calcul de la porosité globale (%), exemple pour l'échantillon 37 du plateau 1. (a) image optique. (b) image seuillée avec la zone de 4 mm en partie haute de l'échantillon. (c) partie haute de l'échantillon isolée, avec la zone pour le calcul du taux de porosité délimitée par le cadre vert en pointillé. (d) calcul de la densité

4.1 Fabrication des monocordons

La fabrication des monocordons a été réalisée avec les poudres P2, P4 et le mélange de poudres 30P2P4 pour une épaisseur de couche de $e_c = 200 \mu\text{m}$ et une vitesse d'étalement $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Comme cela a pu être exposé dans la Section 4.2.4.2, le but est de qualifier la stabilité du cordon fabriqué. Les résultats sont présentés dans les Figure 4-7, Figure 4-8 et Figure 4-9 respectivement pour les poudres P2, P4 et 30P2P4.

Peu de combinaisons paramétriques conduisent à la formation d'un cordon stable. Bien qu'une stabilité soit obtenue pour des conditions de puissance laser et de vitesse de balayage faibles, la hauteur du cordon fabriqué reste faible au regard de l'épaisseur de couche utilisée. Pour la poudre standard P2, la hauteur du cordon le plus stable est de l'ordre de 40 à 50 μm, cf. Figure 4-7b. Suivant les calculs présentés dans la Section 4.2.4.1, la hauteur théorique du cordon devait correspondre à :

$$h_{\text{théorique cordon}} = e_c \text{ programmée} * \eta_{\text{couche}} = e_c \text{ programmée} * \eta_{\text{apparent P2}}$$

$$h_{\text{théorique cordon}} = 200 * 0.53 = 107 \mu\text{m}$$

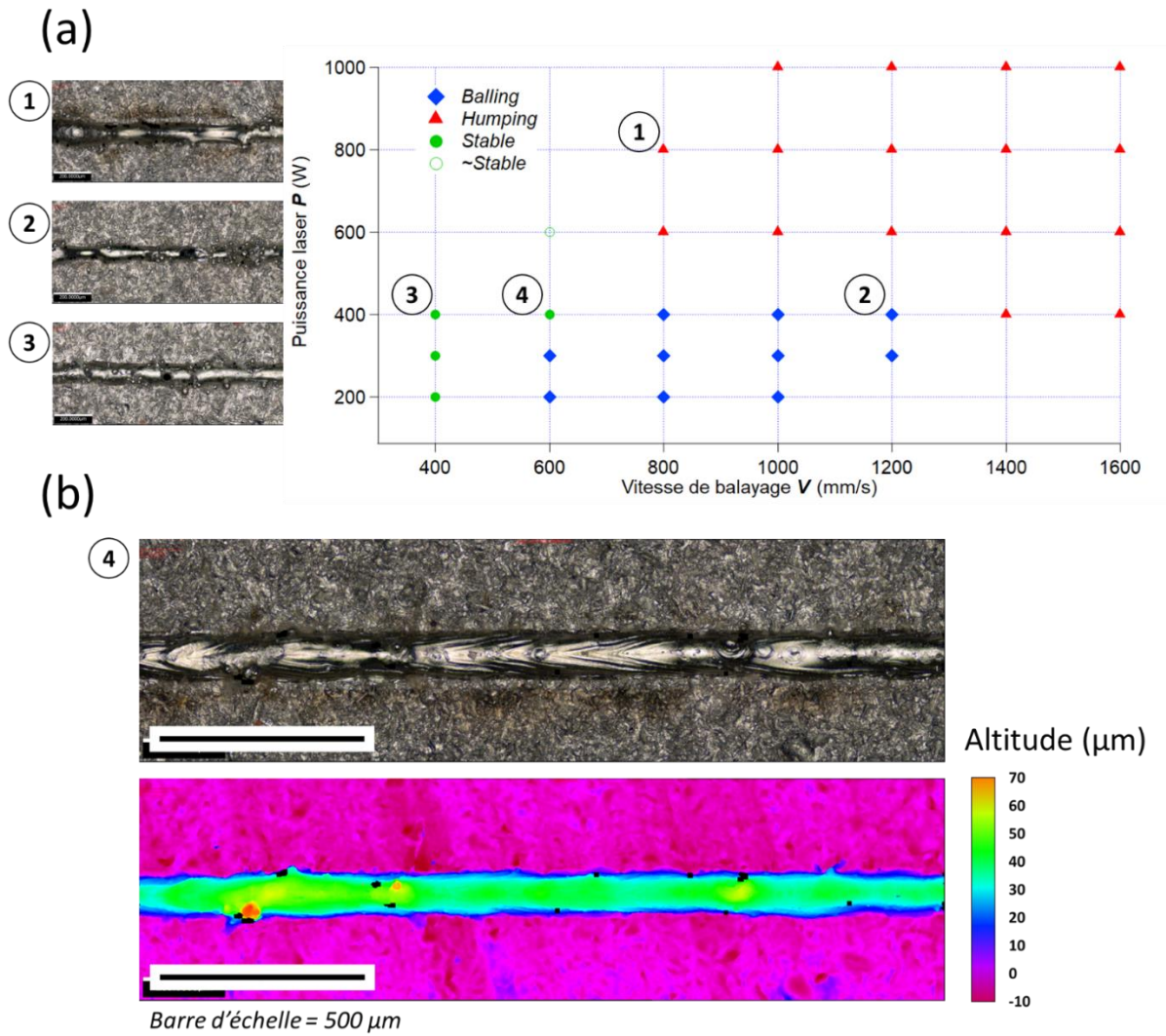


Figure 4-7 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec la poudre P2 et une épaisseur de couche de 200 μm . Identification de 3 cordons présentant (1) du *humping*, (2) du *balling*, (3) une stabilité. (b) Image du cordon 4, avec une *colormap* de la hauteur.

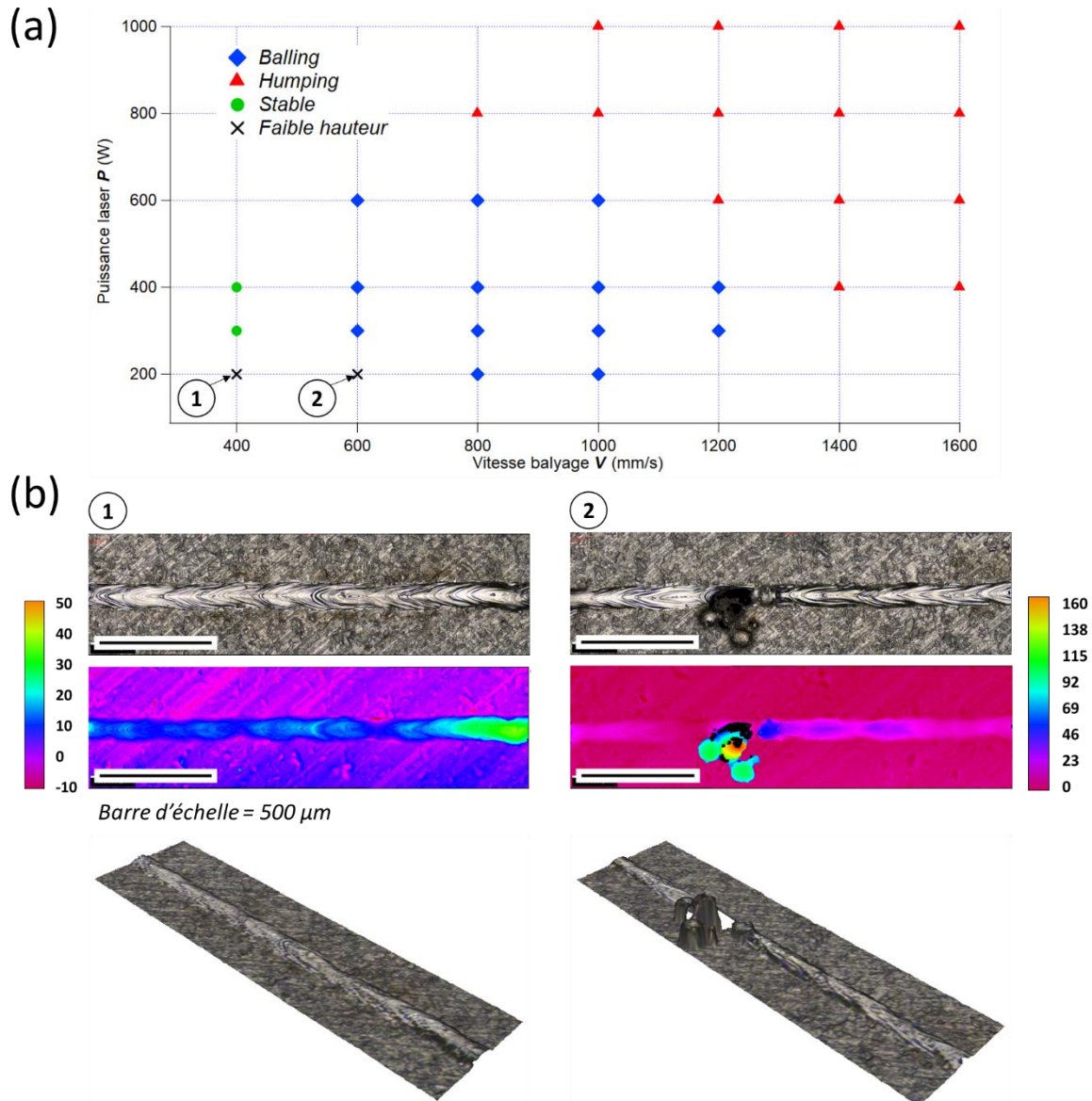


Figure 4-8 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec la poudre P4 et une épaisseur de couche de 200 μm . (b) Images des cordons 1 et 2, avec colormap de hauteur et vue 3D.

Dans le cas du mélange de poudres 30P2P4, la hauteur du cordon atteint entre 40 et 60 μm , cf. Figure 4-9b, pour une hauteur théorique du cordon de 118 μm .

La poudre standard P2 ($d_{50} = 39 \mu\text{m}$) permet d'obtenir des cordons stables à faible vitesse, en raison d'un rapport favorable entre la taille des particules et le diamètre focalisé du laser ($D_{spot} = 80 \mu\text{m}$). Cependant, les poudres P4 et 30P2P4 semblent présenter un domaine de stabilité plus restreint, avec des combinaisons menant dans le cas de la poudre P4 à des cordons de très faible hauteur (< 25 μm), cf. Figure 4-8b. Dans des mêmes conditions de fabrication, à puissance laser et vitesse de balayage faibles, le mélange de poudres 30P2P4 permet de former un cordon plus volumineux que pour la poudre P4, cf. Figure 4-10b et c. Une hypothèse est que la présence des particules fines dans le mélange entraîne une coalescence de ces dernières et la retenue des particules de grand diamètre dans la trajectoire du bain de fusion. Dans le cas de la poudre P4, les mouvements de convections du gaz dénuderait la couche de poudre, ne permettant pas aux particules d'être aspirées par le bain de fusion pour la formation du cordon.

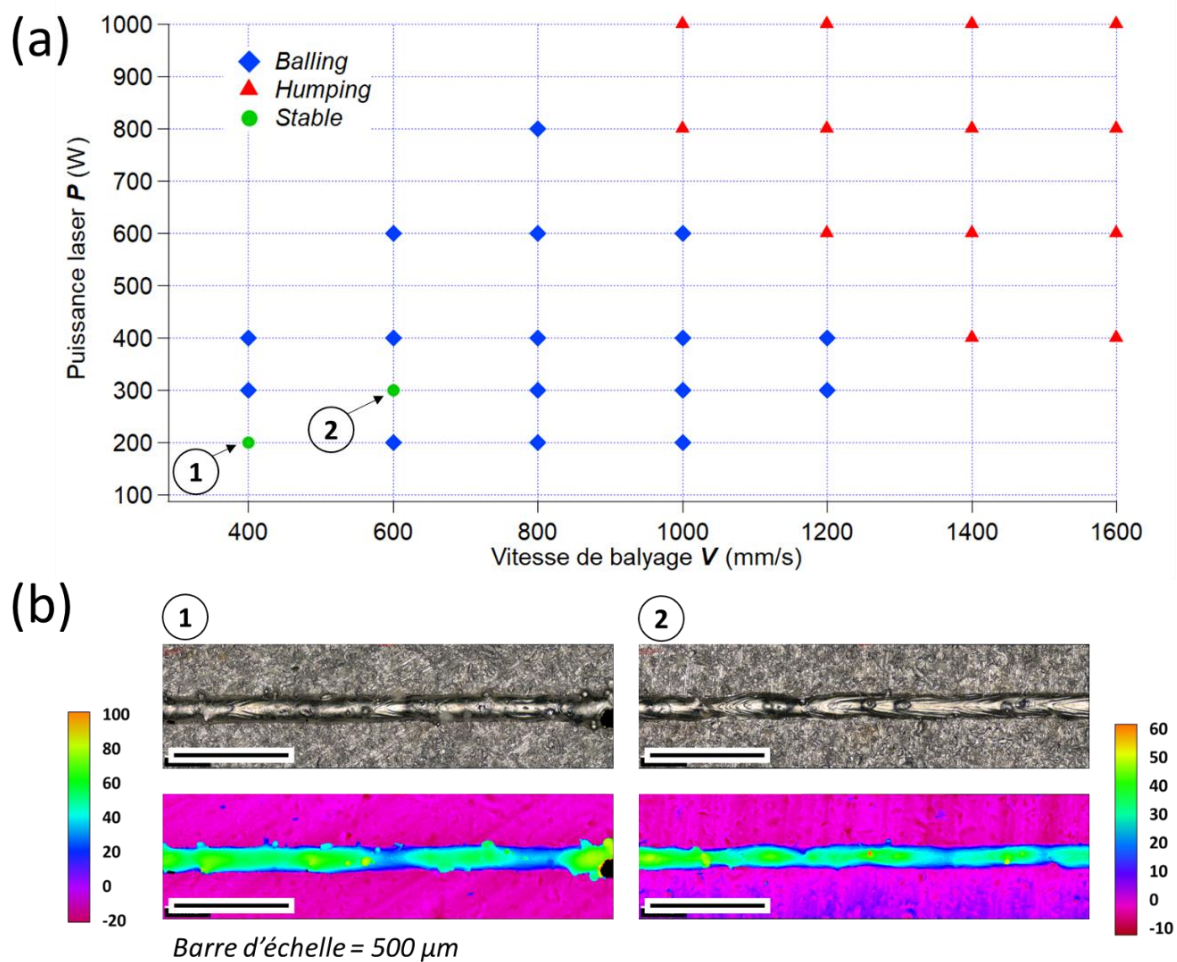


Figure 4-9 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec le mélange de poudres 30P2P4 et une épaisseur de couche de 200 μm . (b) Images des cordons 1 et 2, avec colormap de la hauteur.

Les cordons formés sont de hauteur $< 70 \mu\text{m}$. Ainsi, peu de particules présentes initialement dans la couche de poudre seraient utilisées pour la formation du cordon. D'une part, d'importantes projections ont pu être observées lors des essais et, d'autre part, une zone de dénudation est observée en périphérie du cordon suite à sa fabrication, cf. Figure 4-11.

Concernant les projections, Raza *et al.* [146] ont observé une augmentation de leur quantité, mais aussi de leur taille dans le cadre d'une augmentation de l'épaisseur de couche de 80 à 150 μm . En effet, l'augmentation de l'épaisseur de couche aura pour effet d'augmenter les dimensions du bain de fusion et donc les effets hydrodynamiques à l'origine des projections [51].

De plus, une augmentation de la puissance laser génère une augmentation de la zone dénudée, cf. Figure 4-11. Cette tendance a déjà pu être observée par Matthews *et al.* [40], qui montrent que la largeur de la zone dénudée peut atteindre jusqu'à 4 fois la largeur du cordon, résultat confirmé par Chen *et al.* [202]. Matthews *et al.* montrent que la dénudation est influencée par la pression du gaz dans l'enceinte de fabrication. Les origines du phénomène de dénudation ont d'abord été étudiées par Yadroitsev *et al.* [11], puis par plusieurs auteurs [26,40]. La dénudation provient de l'expansion de la vapeur métallique issue du bain de fusion, générant des courants de convection dans le gaz environnant, entraînant ainsi la poudre située sur les côtés du cordon vers le bain de fusion [34]. Bidare

et al. [34] montrent que la dénudation est réduite dans le cas d'une fabrication multicouche, en comparaison à une fabrication sur la première couche (cas du monocordon). De plus, ils montrent que pour la fabrication d'une seule couche, la dénudation est réduite lorsque l'épaisseur de couche est augmentée. Ceci peut être expliqué par la mobilité des particules de poudre sur la surface sous-jacente. Dans le cas de la première couche, les particules sont mobiles sur la surface du plateau qui a une faible rugosité (surface usinée). Pour les couches suivantes, la surface sous-jacente est une surface fusionnée, présentant une rugosité plus importante que le plateau, ce qui limite la mobilité des particules. De plus, l'épaisseur de couche effective augmente au cours de la fabrication, comme indiqué dans la Section 4.2.4.1, ce qui aurait pour effet de réduire le phénomène de dénudation. Ainsi, la réalisation de monocordons à même le plateau (première couche de poudre) est un cas particulier dans le sens où la dénudation sera plus importante que pour une fabrication multicouche. Ceci pourrait expliquer la différence entre la hauteur réelle du cordon et la hauteur théorique présentée précédemment.

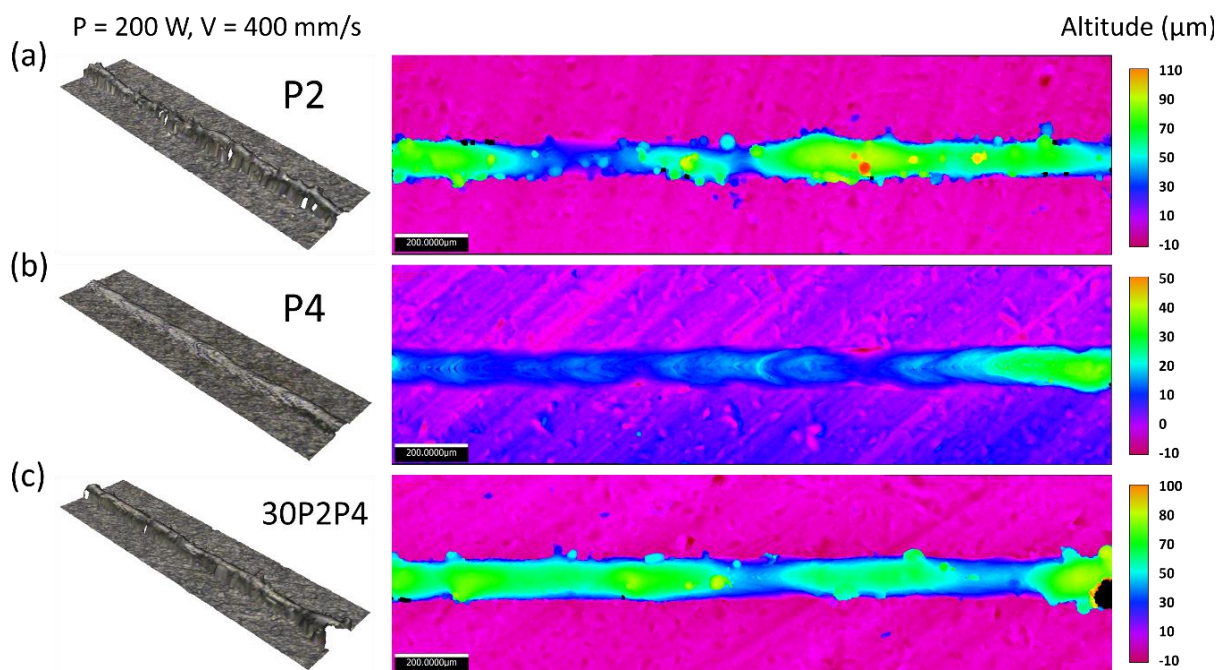


Figure 4-10 : Comparaison des cordons formés pour une combinaison de paramètres de $P = 200 \text{ W}$ et $V = 400 \text{ mm/s}$, pour les poudres (a) P2, (b) P4 et (c) 30P2P4. Colormap de hauteur, la barre d'échelle est égale à $200 \mu\text{m}$.

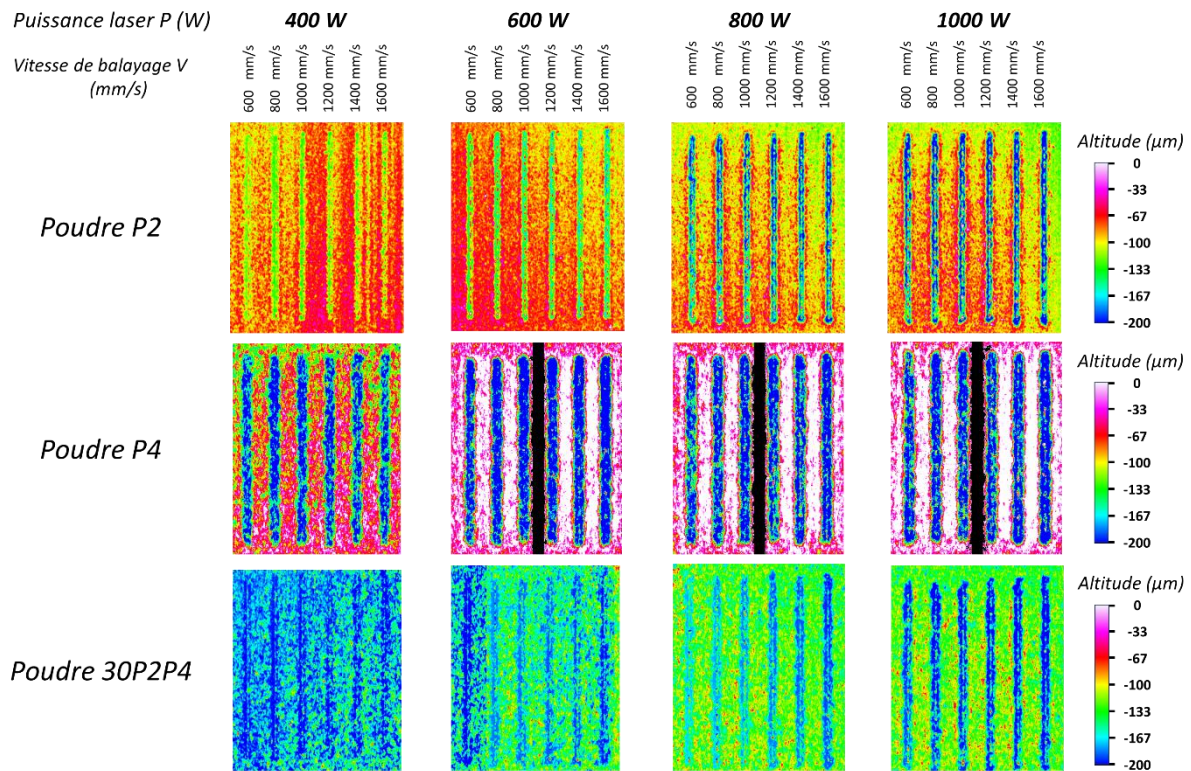


Figure 4-11 : Scan des monocordons et du lit de poudre environnant après fusion. Les zones en bleu correspondent à des zones dénudées où le plateau est visible. Les zones en noir sur les scans de la poudre P4 correspondent à des zones non mesurées. Ces données sont obtenues avec le profilomètre laser installé dans la machine.

La direction envisagée initialement, qui était d'augmenter la puissance laser jusqu'à 1 kilowatt pour compenser l'augmentation de l'épaisseur de couche se révèle infructueuse pour les conditions testées. Pour les conditions à puissance élevée, un phénomène d'instabilité de *humping* est observé. Comme il a été abordé dans la Section 1.1.2.1.3.2, le *humping* apparaît pour des combinaisons de vitesse de balayage et de puissance laser élevées sur des épaisseurs de couche fines (conventionnelles). Dans le cas de cette étude, il est probable que la fusion d'une importante épaisseur de couche favorise un régime d'instabilité du bain de fusion [33].

L'utilisation de conditions de *humping* pour la construction d'échantillons volumiques permettrait d'atteindre des vitesses de construction plus élevées. Cependant, les variations de hauteur du cordon, inhérentes à ce mode de soudage, amèneraient à une rugosité élevée de la surface fusionnée. Cette rugosité mènerait à une variabilité de l'épaisseur de couche locale, qui accentuerait, couche après couche, les instabilités du bain de fusion. De plus, une surface trop rugueuse pourrait endommager le joint du racleur en cas de frottement, ce qui accentuerait à son tour les défauts d'étalement.

Au vu de la plage de stabilité réduite trouvée au travers de cette campagne, la puissance laser sera limitée à 400 W pour les essais suivants sur la machine SLM Solutions.

4.2 Première fabrication : recherche d'une combinaison paramétrique pertinente et étude de l'influence des paramètres de fabrication.

Les premiers essais de réalisation de monocordons ont permis de réduire la fenêtre paramétrique à des puissances entre 200 et 400 W, afin de favoriser la formation d'un cordon stable. Ainsi, pour la réalisation des échantillons volumiques avec la machine SLM Solutions et le mélange de poudres 30P2P4, une puissance laser allant jusqu'à 400 W sera testée.

4.2.1 Préparation de la fabrication

Comme indiqué dans la Section 4.2.4.3, un premier plateau sera produit pour tester des paramètres dans une gamme de DEV_{3D} (Équation 4-3) allant de 35.7 à 190.5 J/mm³, ce qui permet d'encadrer les valeurs abordées dans la littérature, cf. Tableau 4-2.

Les paramètres étudiés sont la puissance laser P (W), la vitesse de balayage du laser V (mm/s) et l'écart vecteur h (μm). Les combinaisons testées doivent permettre d'étudier l'influence de chaque paramètre sur la densité des échantillons. Ainsi, des groupes d'échantillons sont formés, afin de faire varier indépendamment chaque paramètre. De plus, les paramètres sont divisés en deux gammes de DEV_{3D} et sont récapitulés dans le Tableau 4-4 et détaillés en ANNEXE B :

- La première gamme se situe aux alentours de la valeur de DEV identifiée par Nath *et al.* [195] de 63 J/mm³ et couvre une gamme allant de 35.7 à 103.7 J/mm³.
- La seconde gamme se situe aux alentours de $DEV = 128$ J/mm³, ce qui représente la plage centrale des valeurs définies par Saby *et al.*, Zhao *et al.*, Krakhmalev *et al.* et Saeidi *et al.* [190,196–198].

Un écart vecteur de 80 μm (correspond au diamètre focalisé du laser) et une épaisseur de couche de 150 μm sont utilisés, comme indiqué dans la Section 4.2.4.3.

Tableau 4-4 : Combinaisons de paramètres testées pour le premier plateau. Les échantillons 1 à 26 correspondent à la première gamme de $DEV_{3D} \approx 63$ J/mm³ et les échantillons 27 à 52 correspondent à la gamme $DEV_{3D} \approx 128$ J/mm³.

N° Echantillon	P (W)	V (mm/s)	h (μm)	DEV_{3D} (J/mm ³)
1 à 9	150 - 400	350	80	35,7 – 95,2
10 à 18	350	300 - 800	80	36,5 – 97,2
19 à 26	350	450	50 - 110	47,1 – 103,7
27 à 35	150 - 400	185	80	67,6 – 180,2
36 à 44	400	175 - 375	80	88,9 – 190,5
45 à 52	400	280	55 – 110	86,6 – 190,5

Les échantillons sont orientés à 45° par rapport au sens d'étalement afin de limiter l'interaction lors du passage du racleur. La stratégie de balayage du faisceau laser est quant à elle fixée à 0° (c'est-à-dire perpendiculaire au sens de circulation du gaz), cf. Figure 4-12. Cela n'est pas un choix optimal au regard des bonnes pratiques du procédé PBF-LB, pour lequel une orientation des hachures avec une rotation entre couche de 67° est la plus favorable à l'homogénéité de la pièce. Cette orientation à 0°

permet cependant de limiter au maximum l'interaction entre le faisceau laser et la vapeur métallique générée par l'interaction, ce qui est pertinent au vu de l'importance des projections lors de la fusion. Une structure de double contour est appliquée à l'ensemble des échantillons avec une combinaison de paramètres fixée à $P = 250 \text{ W}$, $V = 650 \text{ mm/s}$ et $h = 80 \mu\text{m}$. Les contours sont réalisés de l'extérieur vers l'intérieur, suivi du remplissage par hachure de l'échantillon.

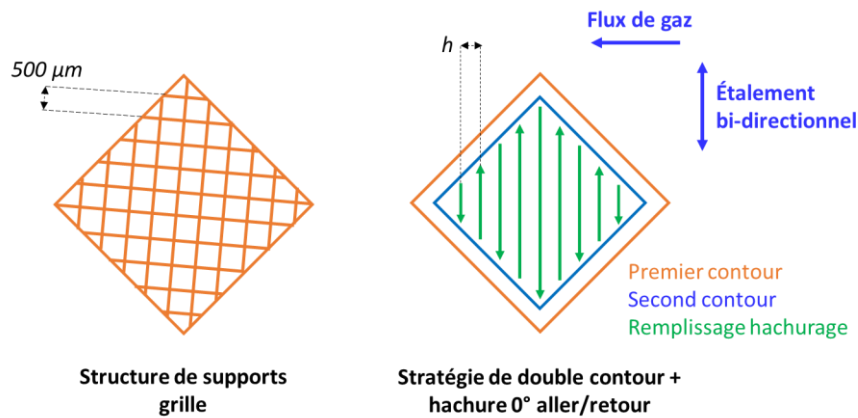


Figure 4-12 : Stratégie de balayage du faisceau laser pour la structure de support en grille et la stratégie de l'échantillon en double contour et remplissage en hachure aller/retour à 0° .

Les échantillons sont fabriqués sur des supports type grille de $0,5 \text{ mm}$ de hauteur afin de faciliter leur retrait du plateau. Les paramètres de support sont fixés à $P = 200 \text{ W}$, $V = 950 \text{ mm/s}$ et $h = 500 \mu\text{m}$ pour l'ensemble des échantillons.

4.2.2 Exploitation des résultats

4.2.2.1 Observations à la suite de la fabrication

D'importantes projections ont été observées lors de la fabrication. Ainsi, afin de chasser de manière plus efficace les projections vers la tuyère d'évacuation des gaz [38], et de limiter le risque d'endommagement des hublots du laser, il a été décidé d'augmenter la puissance de la turbine assurant la circulation du gaz dans l'enceinte de 40% (valeur usuelle sur cette machine) à une valeur de 45% , puis 55% . Le capteur de mesure de la vitesse du flux de gaz, situé entre la turbine et la tuyère d'admission du gaz dans l'enceinte indique une valeur de vitesse du flux de gaz allant de 4 m/s à $4,74 \text{ m/s}$ pour une valeur du flux de 40% à 55% .

Une accumulation de dépôt de projections est observée sur la partie gauche du plateau, c'est-à-dire à l'opposé de l'admission du flux de gaz, cf. Figure 4-13a. De plus, des projections ont pu se déposer dans des zones en aval du flux de gaz, cf. Figure 4-13b. Il est supposé que ces projections soient d'une taille suffisamment importante pour ne pas être emportées par le flux de gaz.

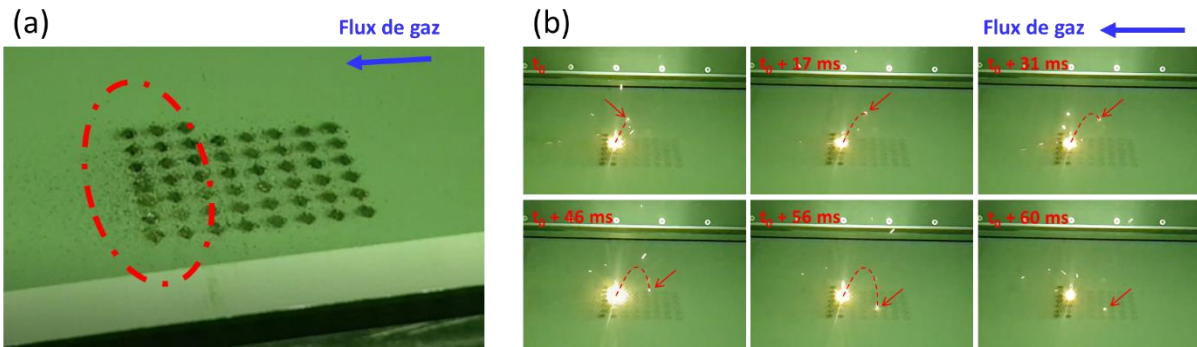


Figure 4-13 : (a) Photo du plateau en cours de fabrication avec le mélange de poudres 30P2P4, une zone de dépôt des projections est entourée en pointillés rouges. (b) Images issues d'une vidéo de la fabrication avec le suivi d'une projection de grande taille se déposant dans la zone de fabrication.

Une observation des échantillons fabriqués révèle un niveau d'oxydation variable en fonction des paramètres de fabrication, cf. Figure 4-14. Une oxydation plus importante est observée dans les coins des échantillons, ce qui est attendu au vu de la stratégie de balayage qui implique la réalisation de vecteur courts dans la trajectoire de balayage du laser. L'enchaînement rapide de ces vecteurs courts mène à une accumulation thermique plus importante. Il est attendu que ces zones présentent un taux de défaut plus important qu'au cœur de l'échantillon, tel qu'ont pu le mettre en évidence Saby *et al.* sur les bord d'une géométrie cylindrique [190].

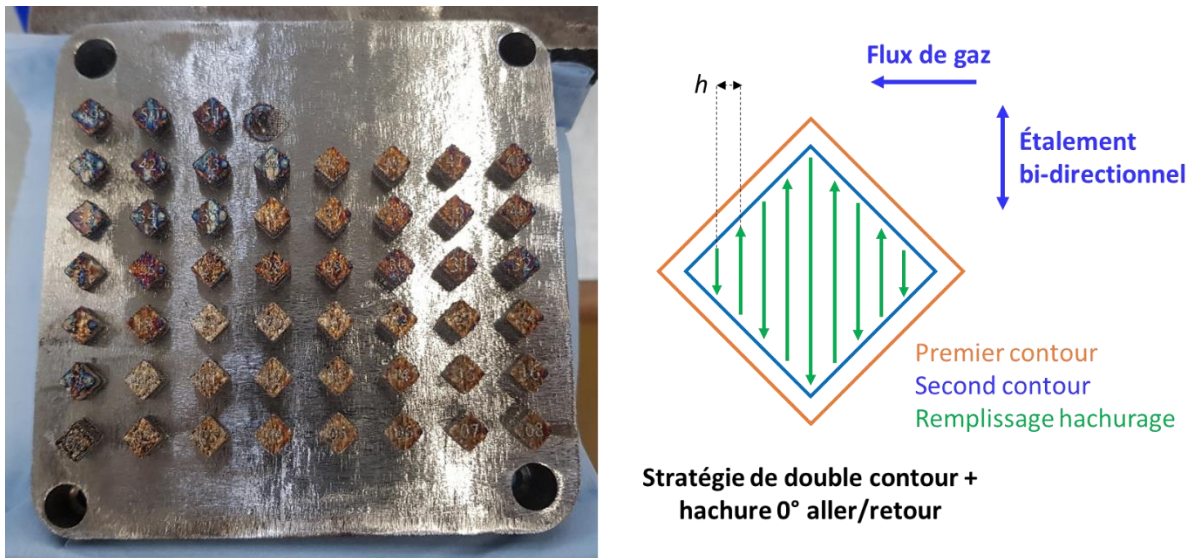


Figure 4-14 : Ensemble des 51 échantillons fabriqués. Une oxydation variable est observée en fonction des paramètres de fabrication

4.2.2.2 Étude des résultats

4.2.2.2.1 Effet des paramètres de fabrication sur la densité

Dans les deux gammes de DEV_{3D} testées, la puissance varie entre 150 et 400 W. Il est observé qu'au-delà de $P = 250$ W, la densité est globalement $> 99\%$, cf. Figure 4-15b, avec cependant des valeurs $< 99\%$, pour les échantillons 9 et 33, qui seront abordés dans la Section 4.2.2.2.2. Au regard des micrographies, les défauts générés sont dans l'ensemble des manques de fusion, où le bain n'a pas permis par endroits de créer un lien métallurgique avec la couche sous-jacente.

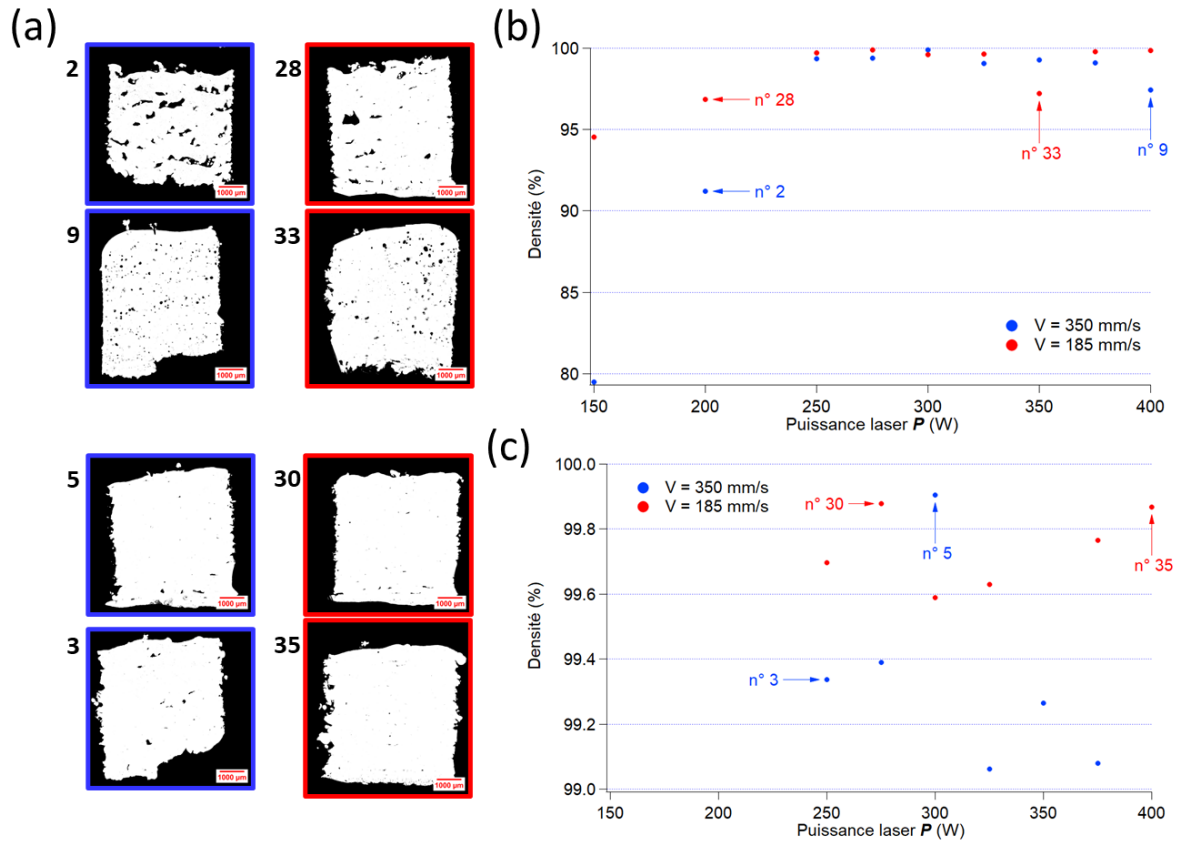


Figure 4-15 : Evolution de la densité en fonction de la puissance laser pour vitesse de balayage de $V = 185$ mm/s et 350 mm/s. (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densité des échantillons pour toute la gamme de densité mesurée. (c) Densités > 99 %.

Pour les puissances laser testées ($P = 350$ et 400 W), des vitesses de balayage inférieures à 500 mm/s ont obtenu une densité > 99%, cf. Figure 4-16b. Lorsque la vitesse devient trop élevée, la couche de poudre n'est pas fusionnée sur toute sa hauteur, ce qui mène à des manques de fusion importants, cf. Figure 4-16a.

L'écart vecteur a peu d'effet sur la densité, dans les conditions testées, avec des densités toutes supérieures à 99 %, cf. Figure 4-17b. Il est noté qu'en employant une puissance laser de 400 W et une vitesse de balayage de 280 mm/s, il est possible d'obtenir une densité > 99.8 % avec un écart vecteur de 110 µm et ainsi une vitesse de construction théorique de 4,62 mm³/s.

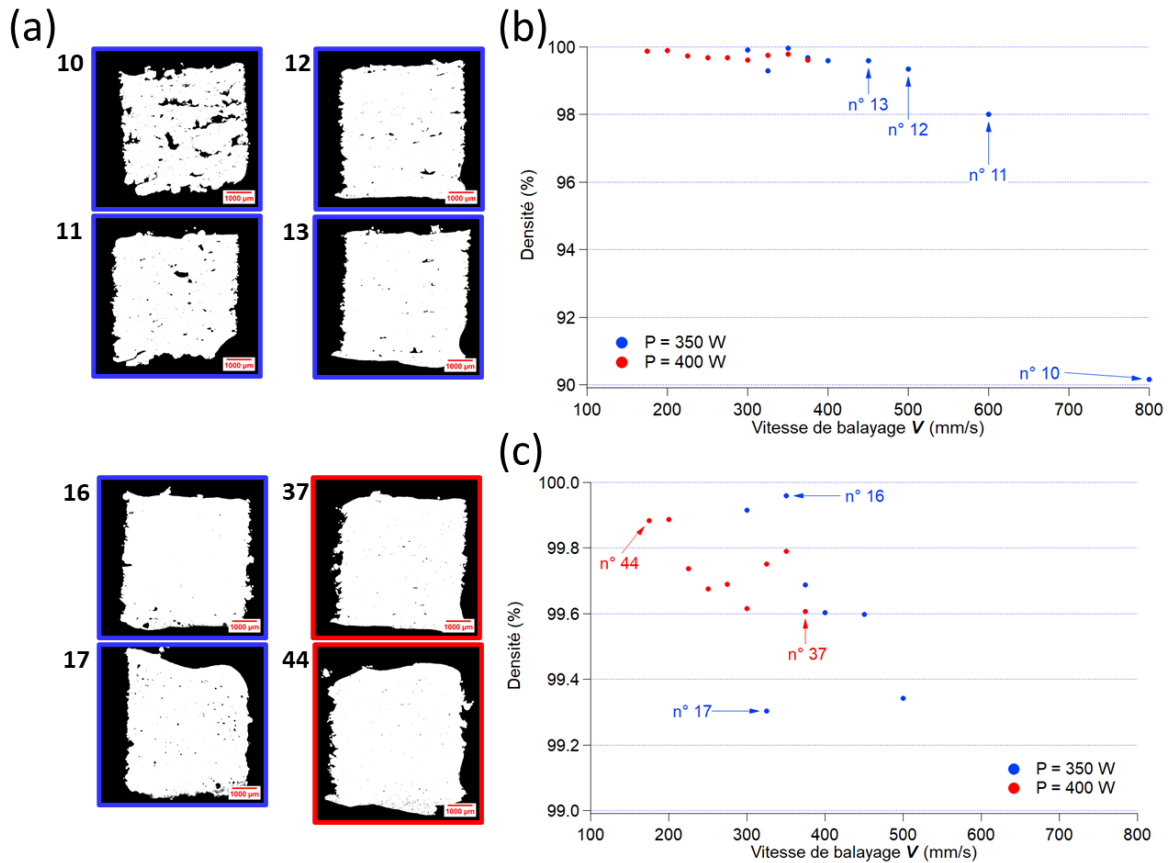


Figure 4-16 : Evolution de la densité en fonction de la vitesse de balayage du laser V , pour des puissances laser de $P = 350$ W et 400 W et un écart vecteur de $h = 80$ μm . (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densité des échantillons pour toute la gamme de densité mesurée. (c) Densités $> 99\%$.

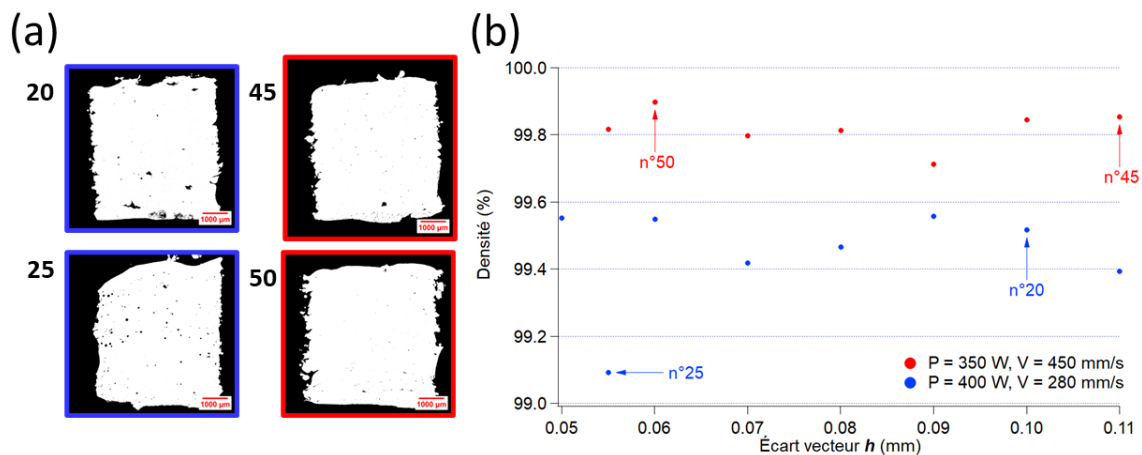


Figure 4-17 : Évolution de la densité en fonction de l'écart vecteur h , pour des conditions de puissance laser et de vitesse de balayage de $P = 350$ W / $V = 450$ mm/s et $P = 400$ W / $V = 280$ mm/s. (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densités des échantillons, tous de densité $> 99\%$.

Ainsi, plusieurs combinaisons de paramètres permettent d'obtenir des densités relativement élevées pour la condition d'épaisseur de couche testée ($e_c = 150$ μm). Il peut être constaté qu'au-delà d'une densité d'énergie volumique DEV_{3D} d'environ 60 J/mm^3 , la densité des échantillons est globalement $> 99\%$, cf. Figure 4-18b. Ceci est cohérent avec les données de la littérature, pour lesquelles la valeur la plus basse trouvée correspond à une $DEV_{3D} = 63$ J/mm^3 [195].

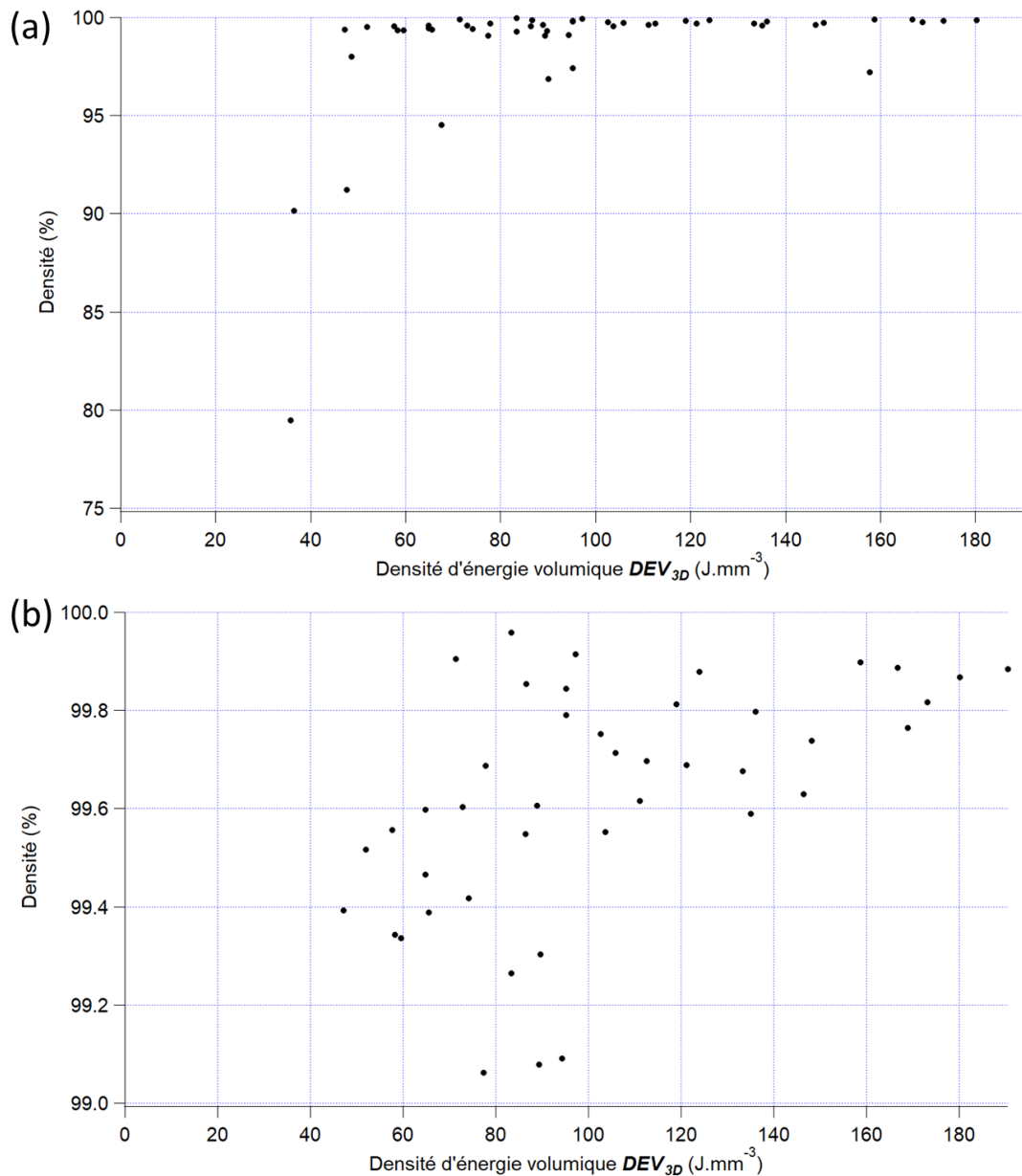


Figure 4-18 : Valeurs de densité des échantillons en fonction de leur DEV_{3D} . (a) Ensemble des échantillons, (b) échantillons avec une densité > 99 %.

4.2.2.2 Types de défauts rencontrés

Il est observé que certains échantillons présentent des défauts de morphologie très différente des autres échantillons. C'est notamment le cas des échantillons n° 9, 17, 25 et 33. Ces échantillons sortent de la tendance du groupe de variation paramétrique dont ils font partie, cf. Figure 4-19a. Les défauts présents dans ces échantillons sont de forme circulaire ou quasi circulaire ce qui est caractéristique des porosités gazeuses. Une hypothèse est que ces défauts proviennent d'un apport énergétique plus important sur les échantillons concernés. L'énergie apporté par le laser peut être atténuée par l'absorption de la plume laser, ce qui pourrait être le cas des échantillons sur la droite du plateau (voir Section 1.1.2.1.3.3) [203]. La différence de comportement entre la gauche et la droite du plateau pourrait être expliquée par une inhomogénéité de la vitesse du flux de gaz, menant à une différence dans l'efficacité de la dispersion de la plume laser, ce qui sera étudié plus en détail dans la Section 4.4.

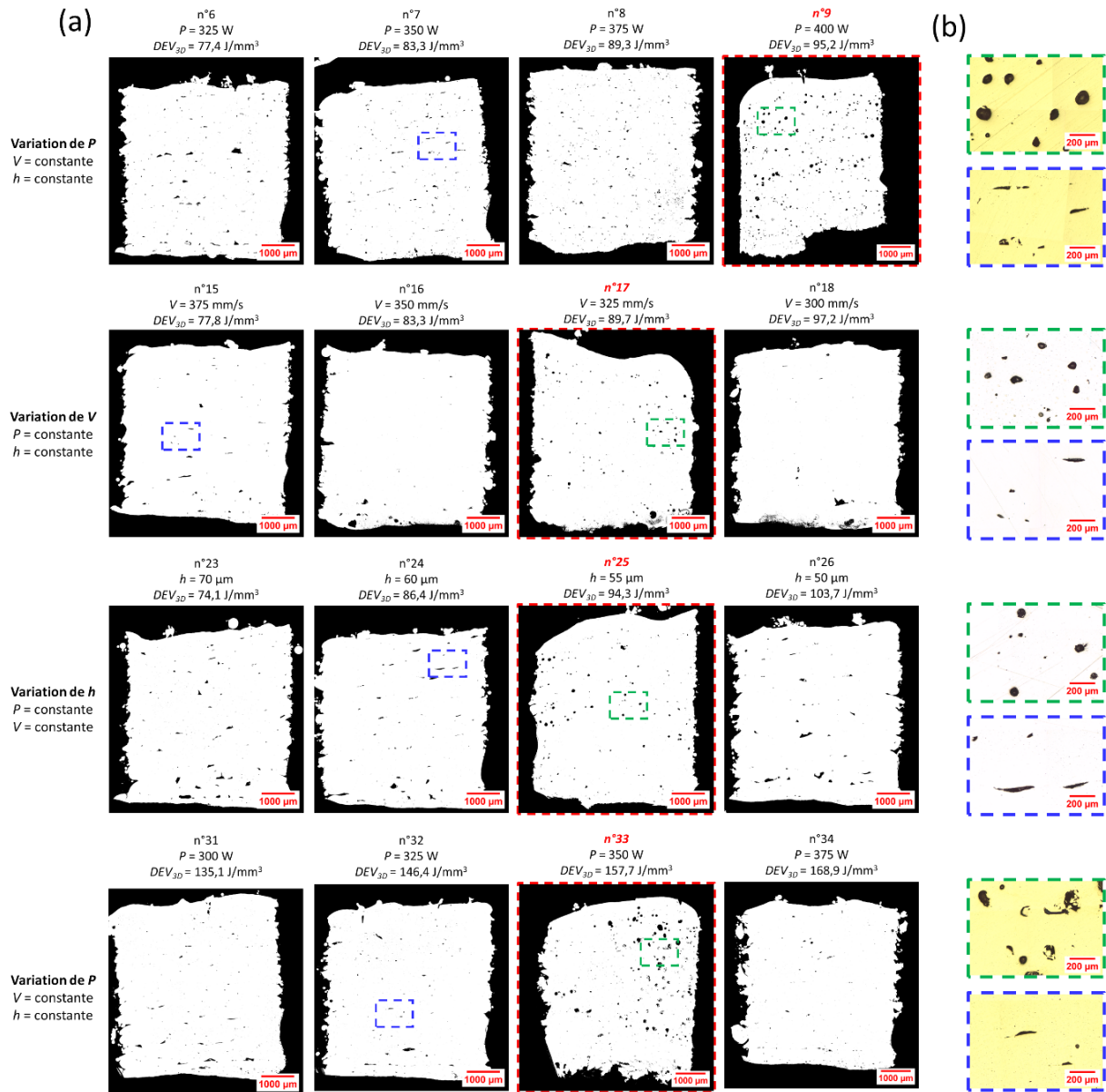


Figure 4-19 : (a) Positionnement des échantillons 9, 17, 25 et 33 au sein de leur groupe de variation paramétrique respectifs. (b) Image optique des défauts présents dans les zones entourées en vert (défauts de type porosité gazeuse) et en bleu (défaut de manque de fusion).

4.2.2.3 Sélection d'une combinaison de paramètres pertinente

4.2.2.3.1 Définition de la fonction objective

Afin de juger de la performance des combinaisons de paramètres testées, une fonction objective est utilisée en première approche. Cette dernière permet de pondérer la densité et la vitesse de construction d'un échantillon afin d'associer un score à une combinaison de paramètres. La vitesse de construction (en mm³/s) est calculée suivant l'Équation 1-13, présentée dans le Chapitre 1 et rappelée ci-dessous :

$$V_{\text{construction théorique}} = V * h * e_c \quad (\text{rappel Équation 1 - 13})$$

Afin de comparer les résultats obtenus entre eux, les valeurs normalisées entre 0 et 1 de la vitesse de construction et de la densité sont obtenues par l'Équation 4-9.

$$Valeur_{normalisée} = \frac{Valeur\ mesurée - \min(Valeurs\ mesurées)}{\max(Valeurs\ mesurées) - \min(Valeur\ mesurées)} \quad (\text{Équation 4 - 9})$$

La fonction objective est définie avec une pondération de la porosité et de la vitesse de construction selon l'Équation 4-10. Le poids appliqué à la porosité est noté w_d et celui appliqué à la vitesse de construction est noté $w_{vc} = 1 - w_d$.

$$F_{Obj} = w_d * Densité_{normalisée} + w_{vc} * Vitesse\ de\ construction_{normalisée} \quad (\text{Équation 4 - 10})$$

Le choix de la pondération w_d est primordial car c'est cette dernière qui définit la performance perçue d'une combinaison paramétrique.

4.2.2.3.2 Présélection des échantillons basée sur leur densité

Suivant l'objectif de ces travaux, la porosité joue un rôle clé, car il est souhaité de conserver une santé matière optimale tout en réalisant un gain en termes de productivité. Comme il peut être observé sur la Figure 4-18a, un nombre d'échantillons présentent une faible densité. Ainsi, si ces échantillons sont pris en compte dans le calcul des valeurs normalisées de la densité et de la vitesse de construction, les échantillons présentant des densités élevées seront difficilement différenciables, cf. Figure 4-20a. Ainsi, afin de réaliser une présélection des combinaisons paramétrique pertinentes, les échantillons dont la densité est inférieure à 99 % ne seront pas pris en compte. La valeur normalisée de la densité peut alors être recalculée en considérant un intervalle de densité allant de 99 % à la valeur maximale de densité mesurée, cf. Figure 4-20b.

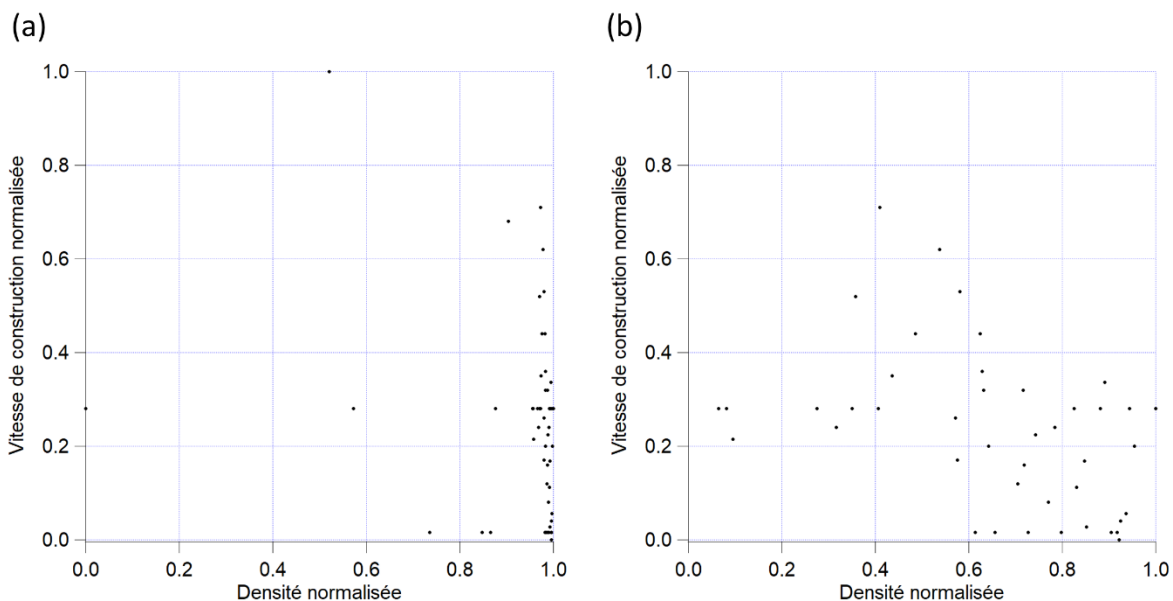


Figure 4-20 : Visualisation des valeurs normalisées entre 0 et 1 de la densité et de la vitesse de construction en prenant en compte (a) l'ensemble des échantillons fabriqués en compte ou (b) seulement les échantillons présentant une densité > 99%.

4.2.2.3.3 Comparaison des combinaisons de paramètres au regard de la pondération

Tracer l'évolution de la fonction objective en fonction de la pondération w_d , cf. Figure 4-21, permet d'identifier deux combinaisons paramétriques :

- Échantillon n°16, représenté en pointillés bleus, présentant une densité de 99.959 % pour une vitesse de construction de 4.2 mm³/s, soit 15,12 cm³/h. La combinaison paramétrique

correspondante est : $P = 350 \text{ W}$, $V = 350 \text{ mm/s}$, $h = 80 \text{ }\mu\text{m}$ et $e_c = 150 \text{ }\mu\text{m}$. Ce qui équivaut à une $DEV_{3D} = 83.3 \text{ J/mm}^3$.

- Échantillon n°19, représenté en pointillés orange, présentant une densité de 99.393 % pour une vitesse de construction de $7.43 \text{ mm}^3/\text{s}$, soit $26.73 \text{ cm}^3/\text{h}$. La combinaison paramétrique correspondante est : $P = 350 \text{ W}$, $V = 450 \text{ mm/s}$, $h = 110 \text{ }\mu\text{m}$ et $e_c = 150 \text{ }\mu\text{m}$. Ce qui équivaut à une $DEV_{3D} = 47.1 \text{ J/mm}^3$.

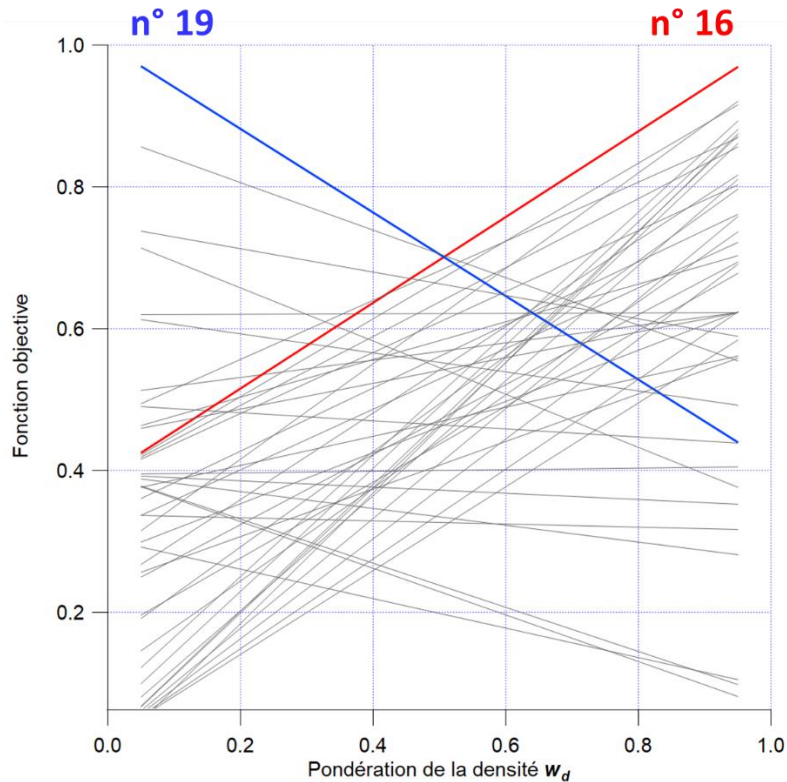


Figure 4-21 : Fonction objective F_{Obj} en fonction de la pondération de la densité w_d . Les droites de couleur correspondent aux échantillons jugés pertinents selon que la densité soit favorisée (droite rouge avec échantillon n°16) ou la vitesse de construction (droite bleue avec l'échantillon n°19).

La combinaison de paramètres n°19 est intéressante, au sens où elle présente une densité d'énergie relativement faible de $DEV_{3D} = 47,1 \text{ J/mm}^3$ et une vitesse de construction élevée de $26,73 \text{ cm}^3/\text{h}$. Ceci permet d'envisager des fabrications rapides et une dépense énergétique faible, en comparaison avec les combinaisons paramétriques testées, tout en présentant une densité relativement élevée (densité = 99,39 %).

La combinaison paramétrique correspondant à l'échantillon n°16 est jugée comme étant la plus pertinente au regard des objectifs de cette thèse. Elle présente une densité > 99.9 % et permet d'atteindre une vitesse de construction de $15,2 \text{ cm}^3/\text{h}$, ce qui équivaut au double de la valeur identifiée par Saby *et al.* avec $7,55 \text{ cm}^3/\text{h}$ [190], cf. Tableau 4-2.

4.3 Etude de l'impact de l'épaisseur de couche

Afin d'étudier l'impact de l'épaisseur de couche sur la génération de défauts, trois plateaux de fabrication sont réalisés. Des épaisseurs de couche de 120, 150 et 180 μm sont testées. De plus, les fabrications sont divisées en trois groupes comportant les mêmes combinaisons paramétriques, répartis suivant la direction d'étalement, afin d'identifier un effet lié à la densité du lit de poudre dans cette direction, cf. Figure 4-23.

4.3.1 Préparation des fabrications

Comme il a pu être observé pour le premier plateau de fabrication, les principaux défauts rencontrés sont des manques de fusion. Afin d'améliorer l'homogénéité des échantillons, la stratégie de balayage a été modifiée. En effet, il est attendu qu'une stratégie de hachure à 45° avec une rotation entre couche de 90° permette une homogénéisation de la fabrication, cf. Figure 4-22.

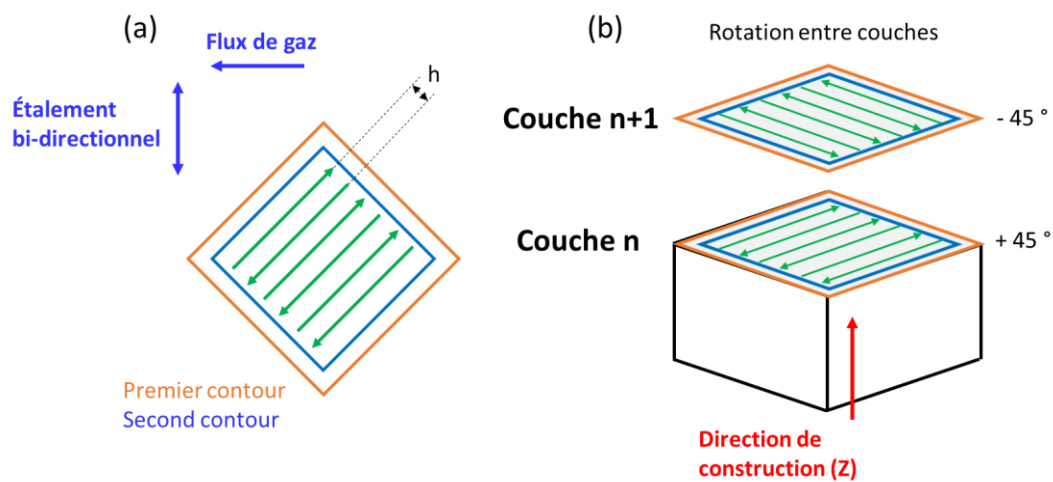


Figure 4-22 : Stratégie de balayage appliquée pour la fabrication des échantillons.

De plus, il est observé que des manques de fusion pouvaient survenir à l'interface entre les couches, cf. Figure 4-19. Afin de réduire la présence de ces défauts, le ratio P/V peut être ajusté. Une augmentation du ratio P/V doit entraîner une augmentation des dimensions du bain de fusion et une zone fondue plus profonde [26]. Pour observer cette tendance, le ratio P/V est modifié en faisant varier la puissance laser de ± 50 W, ce qui revient à une variation de $\pm 14,2\%$ du ratio P/V.

Au vu de la densité satisfaisante obtenue pour l'échantillon 16 du premier plateau, des échantillons avec une augmentation de la vitesse de balayage et de l'écart vecteur ont été fabriqués dans l'optique d'augmenter la vitesse de construction.

L'arrangement des échantillons sur le plateau correspond à celui décrit sur la Figure 4-23. Les paramètres de fabrication sont présentés en ANNEXE C et synthétisés dans le Tableau 4-5. Afin de chasser la plume laser et les projections, le flux de gaz sera maintenu à une puissance de la turbine de 55 %.

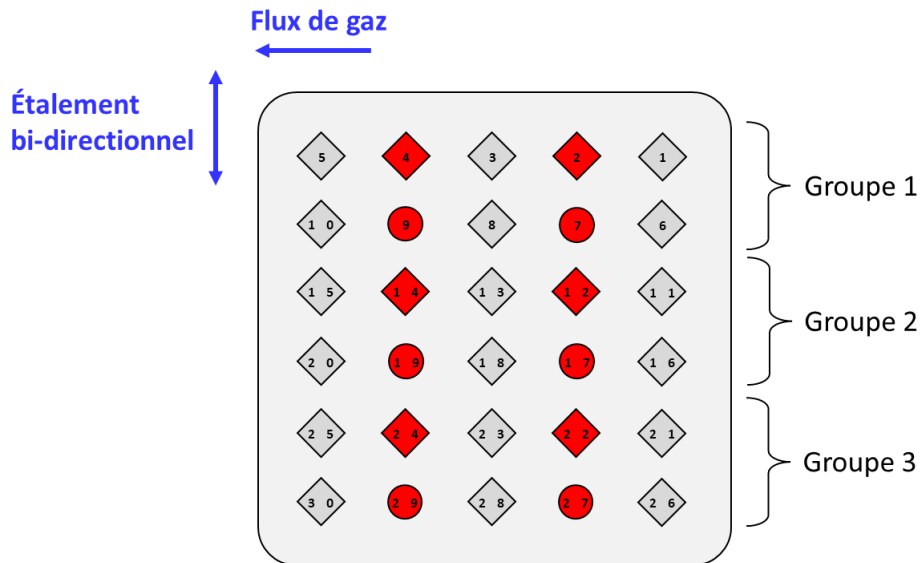


Figure 4-23 : Organisation des échantillons sur le plateau avec une répartition en 3 groupes d'échantillons. Les échantillons en rouge correspondent à la même combinaison paramétrique.

Tableau 4-5 : Paramètres de fabrication pour les épaisseurs de couche $e_c = 120, 150$ et $180 \mu\text{m}$.

Échantillon n°			$e_c (\mu\text{m})$			h (mm)	DEV _{3D} (J/mm ³)	
			120 μm	150 μm	180 μm			
Groupe1	Groupe2	Groupe3	P (W)	V (mm/s)				
1	11	21	300	438	350	292	0,08	71,4
2	12	22	350	438	350	292	0,08	83,3
3	13	23	400	438	350	292	0,08	95,2
4	14	24	350	438	350	292	0,08	83,3
5	15	25	350	500	400	333	0,08	72,9
6	16	26	350	563	450	375	0,08	64,8
7*	17*	27*	350	438	350	292	0,08	83,3
8	18	28	350	438	350	292	0,09	74,1
9*	19*	29*	350	438	350	292	0,08	83,3
10	20	30	350	438	350	292	0,1	66,7

* échantillons cylindriques destinés à une analyse par tomographie rayons-x (non-exploités ici)

4.3.2 Observation à la suite de la fabrication

À la suite des fabrications, il apparaît que les échantillons se situant le plus sur la gauche du plateau (à l'opposé de l'admission du gaz) ont une géométrie déformée, avec une face supérieure creusée, cf. Figure 4-24. Cette différence de morphologie semble influencée par l'épaisseur de couche. Comme dans le cas des précédentes fabrications, un nombre important de projections est constaté. De plus, à la suite de l'étalement de la poudre (sur le banc de la machine à proximité de la zone de fabrication), il a été observé que la poudre est soufflée par le flux de gaz pour des valeurs élevées de la puissance de la turbine (60 %), cf. Figure 4-25.

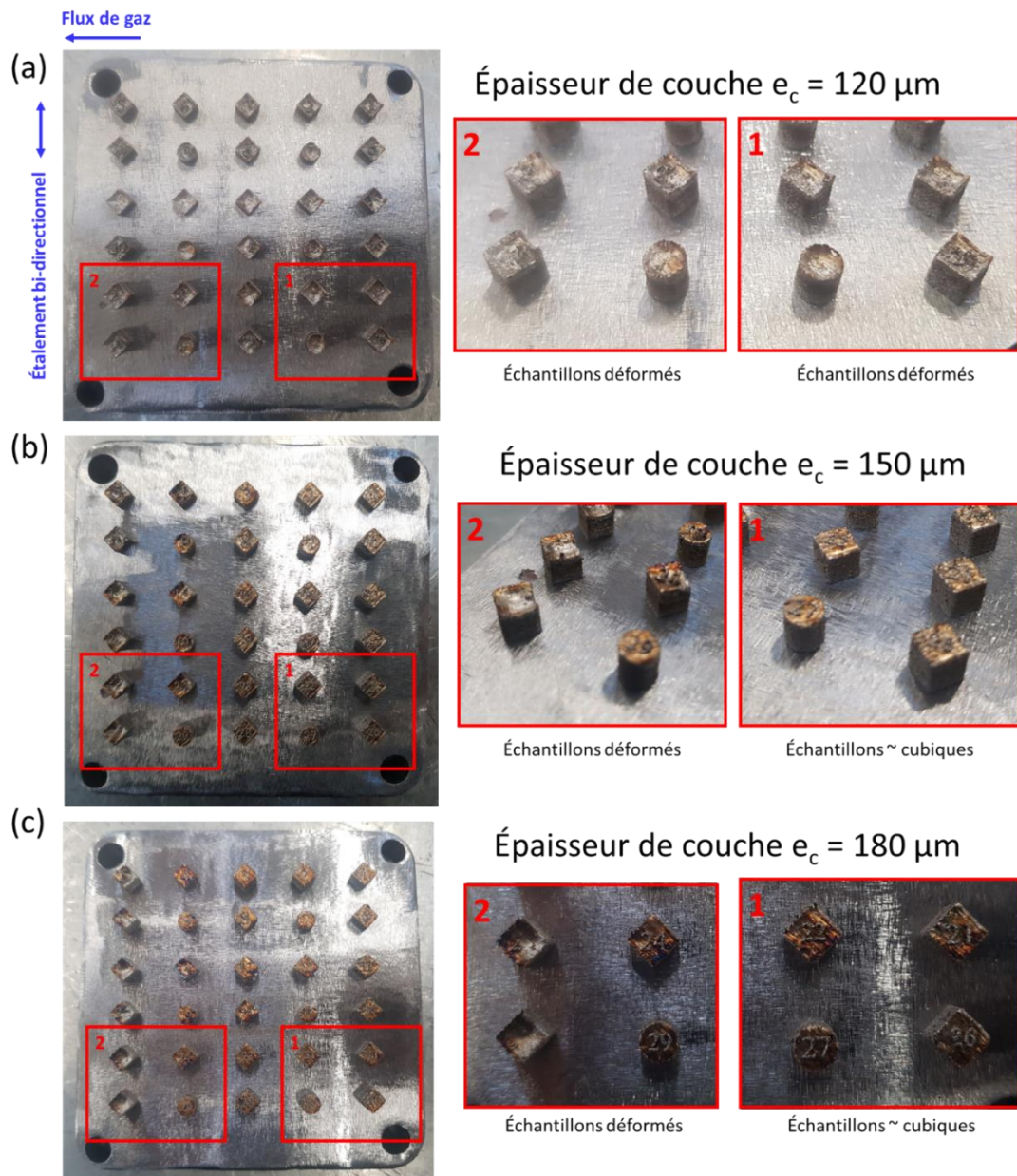


Figure 4-24 : Vue des échantillons fabriqués pour une épaisseur de couche de (a) 120 μm , (b) 150 μm et (c) 180 μm .

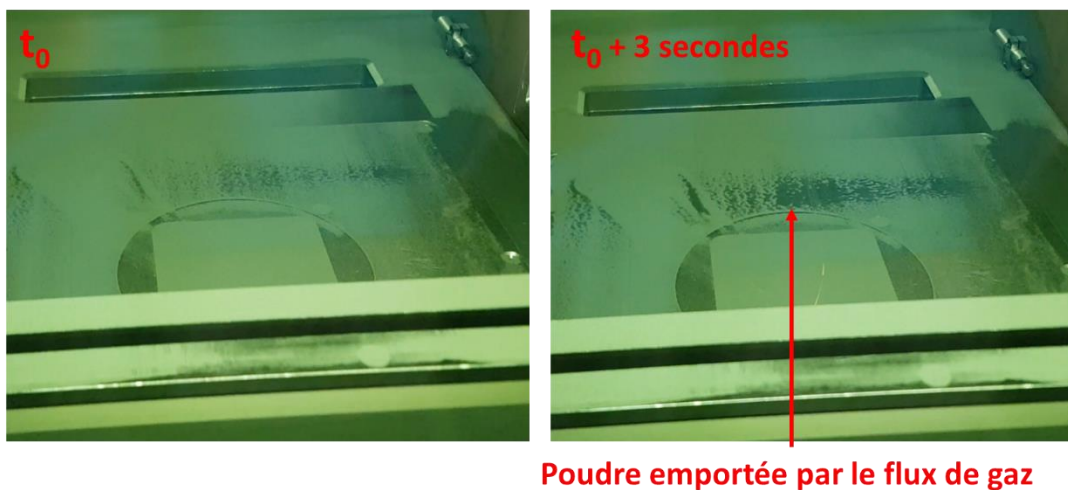


Figure 4-25 : Visualisation de la dénudation de la poudre par le flux de gaz au niveau du banc de la machine.

4.3.3 Exploitation des résultats

Sur le plateau avec une épaisseur de couche de 150 μm , les échantillons 2, 12, et 22 sont situés proches de l'admission du flux de gaz et les échantillons 4, 14 et 24 en sont plus éloignés, cf. Figure 4-26b. Ces 6 échantillons ont été fabriqués avec la combinaison paramétrique identifiée dans la section précédente ($P = 350 \text{ W}$, $V = 350 \text{ mm/s}$ et $h = 80 \mu\text{m}$). Cependant, les densités obtenues pour cette fabrication sont en deçà de la valeur de densité identifiée sur le premier plateau, cf. Figure 4-26a. De plus, les défauts rencontrés sont différents en fonction du positionnement de l'échantillon sur le plateau. La rangée d'échantillons proche de l'admission du gaz présente des défauts de manque de fusion, tandis que la rangée d'échantillons située plus loin présente des porosités gazeuses (échantillons déformés), cf. Figure 4-26.

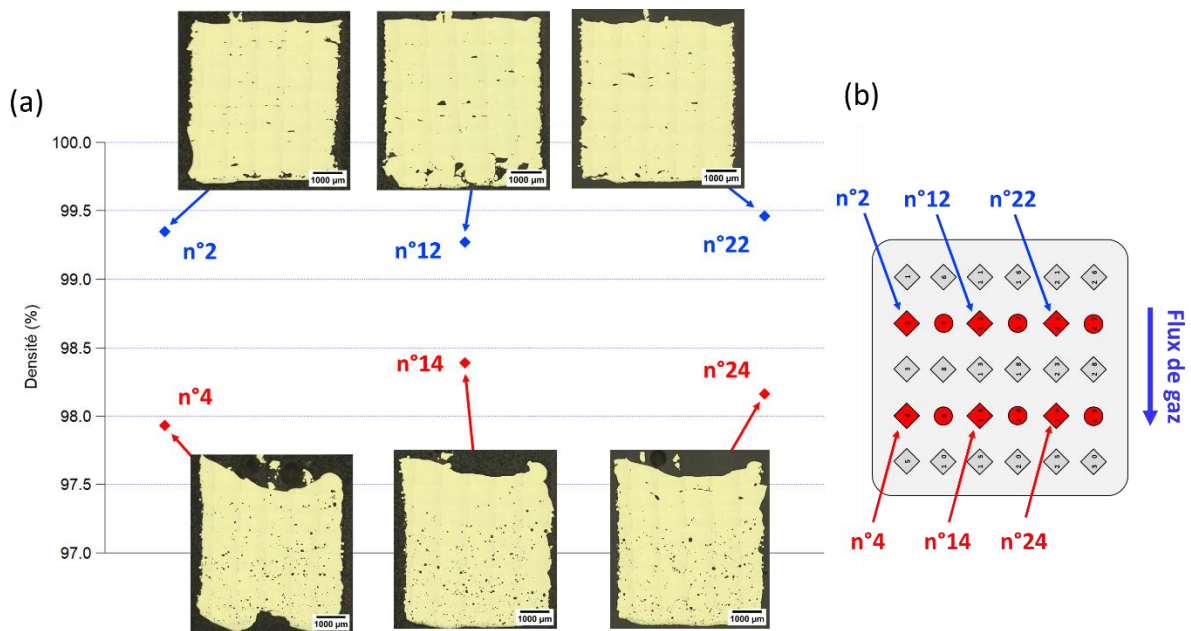


Figure 4-26 : Échantillons fabriqués pour une épaisseur de couche de 150 μm . (a) Densité des échantillons réalisés avec la même combinaison paramétrique, avec les micrographies associées. Les barres d'échelle correspondent à 1000 μm . (b) Rappel du positionnement des échantillons sur le plateau.

Concernant l'effet de l'épaisseur de couche, son augmentation à 180 μm permet de limiter la déformation des échantillons et la présence de porosités gazeuses, cf. Figure 4-27. De plus, l'augmentation de l'épaisseur de couche favorise la formation de manque de fusion.

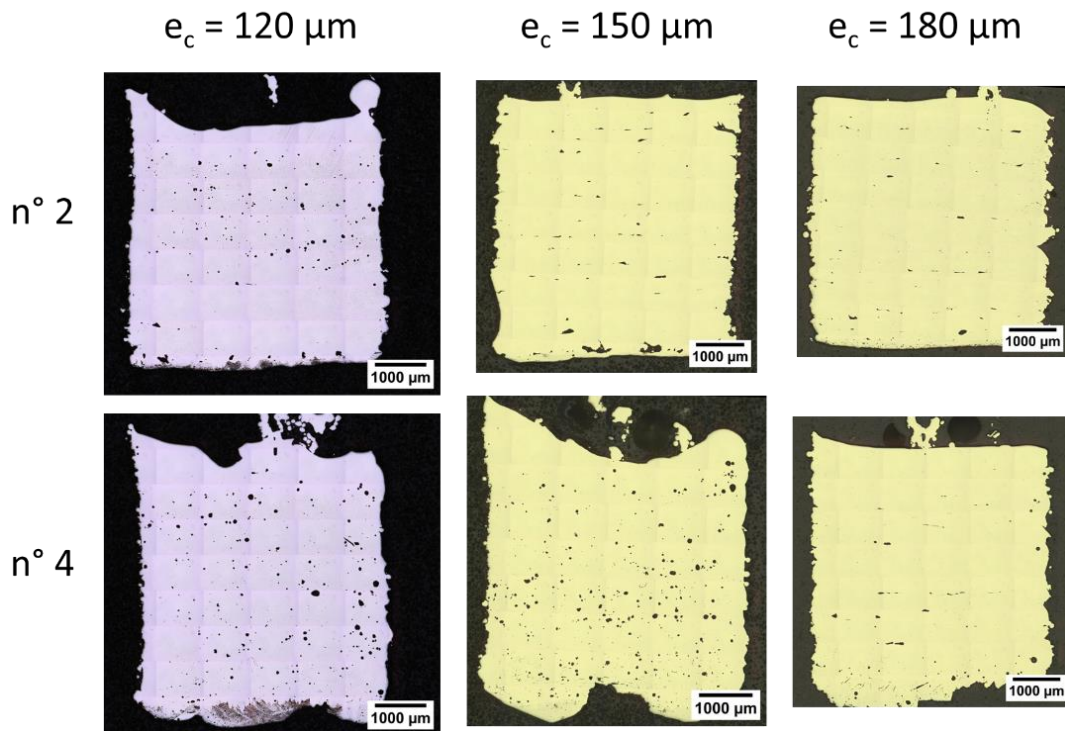


Figure 4-27 : Micrographie des échantillons n°2 (proche de l'admission du gaz) et n°4 (éloigné de l'admission du gaz) pour des épaisseurs de couche de 120, 150 et 180 μm .

La présence des porosités gazeuses pourrait provenir d'un régime de fusion instable de type *keyhole*, lié à un apport énergétique trop important. Cette différence d'apport énergétique entre les deux côtés du plateau pourrait être attribué à des phénomènes concomitants :

- Pour des vitesses élevées du flux de gaz, il a été observé que le poudre présente sur le banc de la machine est soufflée (voir Figure 4-25). Il est possible qu'une dénudation intervienne au niveau du lit de poudre, générant un déficit de poudre à l'aplomb des surfaces fusionnées. Cet effet serait d'autant plus défavorable pour des faibles épaisseurs de couche. L'absence de porosités gazeuses dans le cas d'une épaisseur de couche de 180 μm semble soutenir cette hypothèse.
- La vitesse du flux de gaz pourrait ne pas être homogène entre un coté du plateau et l'autre [203]. Le flux de gaz a pour rôle de chasser la vapeur métallique (plume laser) qui se dégage du bain de fusion, afin que l'énergie apportée par le faisceau laser soit transmise à ce dernier. Dans le cas où cette vapeur métallique n'est pas suffisamment dispersée par le flux de gaz, une partie de l'énergie du laser sera absorbée par la plume laser, menant à la formation d'un plasma (ionisation des espaces métalliques en présence dans la plume). L'énergie transmise par le faisceau au bain de fusion est alors réduite, menant à la formation de manques de fusion [203].

Afin de définir quelle est la cause la plus probable, les éléments ayant été modifiés entre le premier plateau et ceux présentés dans cette section sont étudiés :

- Modification de la stratégie de hachure à 0° vers une fabrication à +/-45°.
- Modification de la puissance de la turbine d'une augmentation graduelle de 40 % à 55 %, à une valeur de 55 % dès le début de la fabrication.

Concernant la stratégie de balayage, deux plateaux ont été réalisés avec des échantillons disposés suivant leur diagonale. La puissance de la turbine a été réglée à 55 %, la combinaison paramétrique utilisée pour les échantillons est celle identifiée dans la Section 4.2.2.3.3 ($P = 350 \text{ W}$, $V = 350 \text{ mm/s}$ et $h = 80 \text{ }\mu\text{m}$) avec une épaisseur de couche de $150 \text{ }\mu\text{m}$. Un plateau est fabriqué avec la stratégie de hachure à 0° et l'autre avec la stratégie à $\pm 45^\circ$. Dans les deux cas, les échantillons fabriqués sont déformés et présentent des porosités gazeuses, cf. Figure 4-28. La stratégie de balayage ne semble donc pas être la source de la déformation des échantillons.

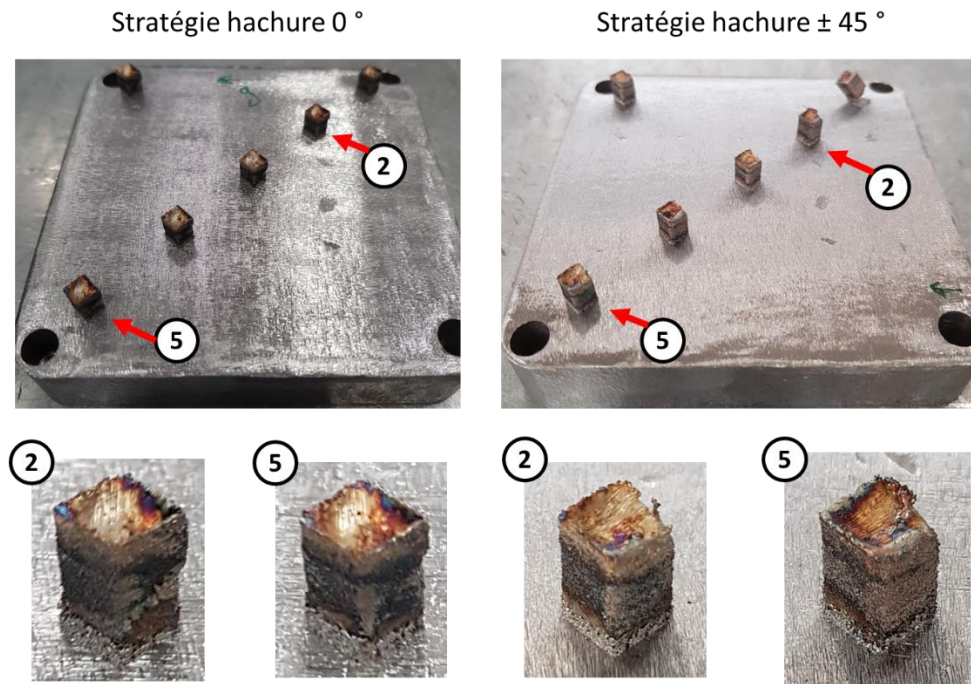


Figure 4-28 : Fabrications avec la stratégie de hachure à 0° et à $\pm 45^\circ$. Zoom sur les échantillons 2 et 5.

4.4 Influence de la vitesse du flux de gaz

Dans la section précédente, il a été observé que la génération de défauts, et notamment la présence de porosité gazeuses ou de manque de fusion, semble influencée par la position de l'échantillon sur le plateau, mettant en cause l'homogénéité du flux de gaz et sa vitesse. Afin d'observer l'effet de ce paramètre sur la géométrie et sur les défauts internes des échantillons, des plateaux composés de quatre échantillons, disposés sur la partie avant du plateau à différentes distances de l'admission du flux de gaz, sont fabriqués, cf. Figure 4-30a. Les échantillons sont fabriqués avec la combinaison paramétrique identifiée dans la Section 4.2.2.3.3 ($P = 350 \text{ W}$, $V = 350 \text{ mm/s}$ et $h = 80 \text{ }\mu\text{m}$) et une épaisseur de couche de $150 \text{ }\mu\text{m}$. Des puissances de la turbine de 20, 30, 45 et 60 % sont testées, dont la correspondance avec un vitesse du flux de gaz est donnée dans la Figure 4-29.

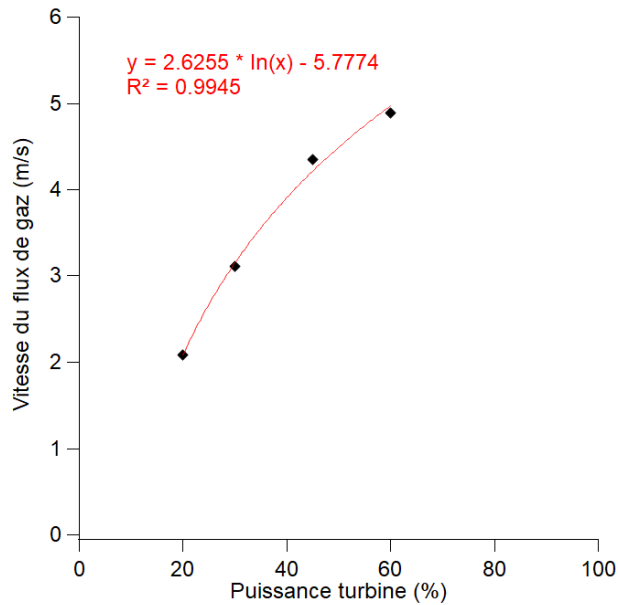


Figure 4-29 : Correspondance entre la puissance de la turbine (valeur renseignée sur la machine) et la vitesse du flux de gaz (valeur mesurée par le capteur).

Comme indiqué sur la Figure 4-30b, une puissance de la turbine entre 20 et 30 % permet d’obtenir des échantillons de géométrie cubique, sans déformation de leur face supérieure. Pour la valeur de $P_{turbine} = 30\%$, une différence de géométrie est observée en fonction du positionnement de l’échantillon, cf. Figure 4-31. En effet, l’échantillon situé le plus proche de l’admission du gaz présente une géométrie cubique tandis que les échantillons plus éloignés sont de plus en plus déformés.

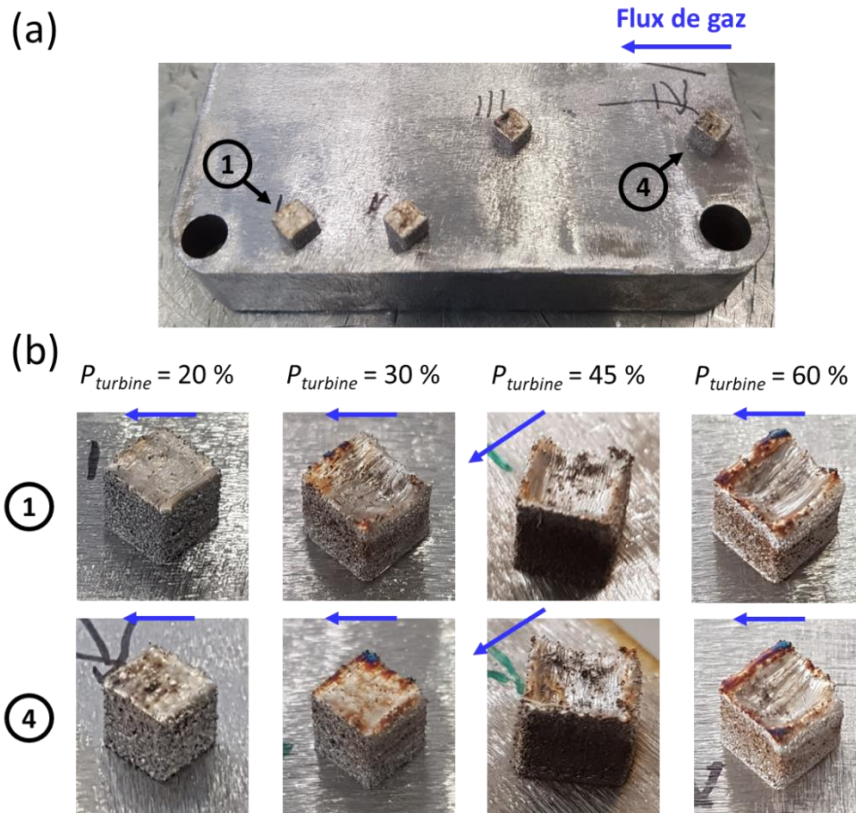


Figure 4-30: (a) Disposition des échantillons sur le plateau (exemple de la fabrication avec $P_{turbine} = 20\%$). (b) Géométrie des échantillons 1 et 4 pour les différentes puissances de la turbine.

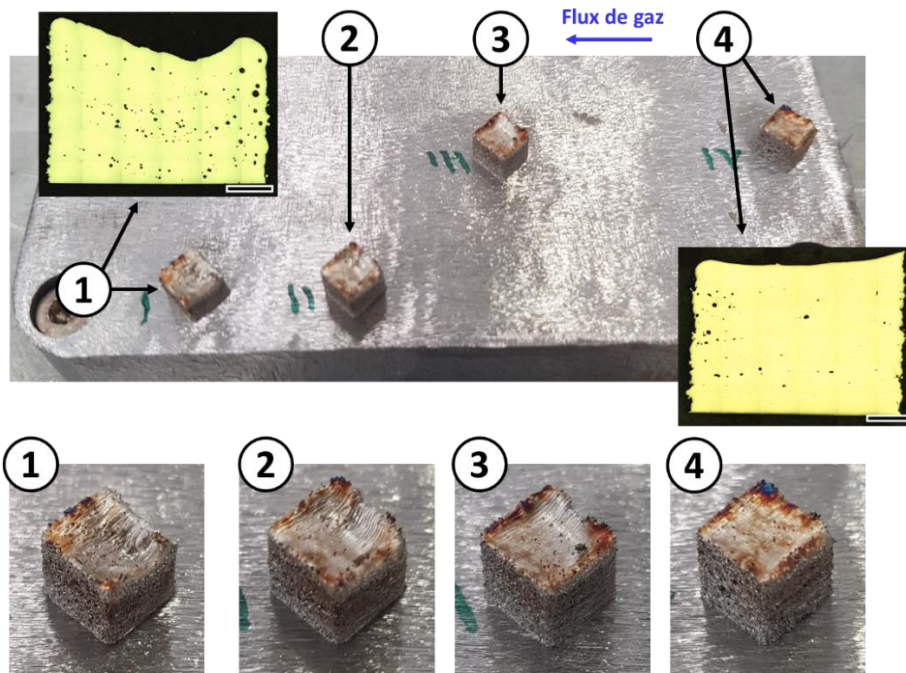


Figure 4-31 : Fabrication avec $P_{turbine} = 30\%$. Les barres d'échelle sur les micrographies sont égales à $1000\ \mu\text{m}$.

Le flux de gaz chasse la vapeur métallique qui se dégage du bain de fusion. Pour une valeur de puissance de la turbine de 20%, la vapeur métallique ne semble pas suffisamment évacuée, entraînant une atténuation du rayonnement laser [203]. Reijonen *et al.* montrent qu'une diminution de la vitesse du flux de gaz sous les 2,5 m/s (correspondant ici à $P_{turbine} = 23.5\%$) aura pour effet de diminuer drastiquement (jusqu'à un facteur 6) la pénétration du bain de fusion, et de mener à la formation de manques de fusion. Sur la Figure 4-32a, il est possible d'observer une interaction plus intense (luminosité plus élevée) pour $P_{turbine} = 20\%$ en comparaison à 60%. Ceci pourrait correspondre à la formation d'un plasma absorbant à l'aplomb de la zone d'interaction. Les défauts rencontrés correspondent alors à des manques de fusion dans le cas où le faisceau est absorbé et des porosités gazeuses lorsqu'il ne l'est pas, ou peu, comme l'indique la Figure 4-32b.

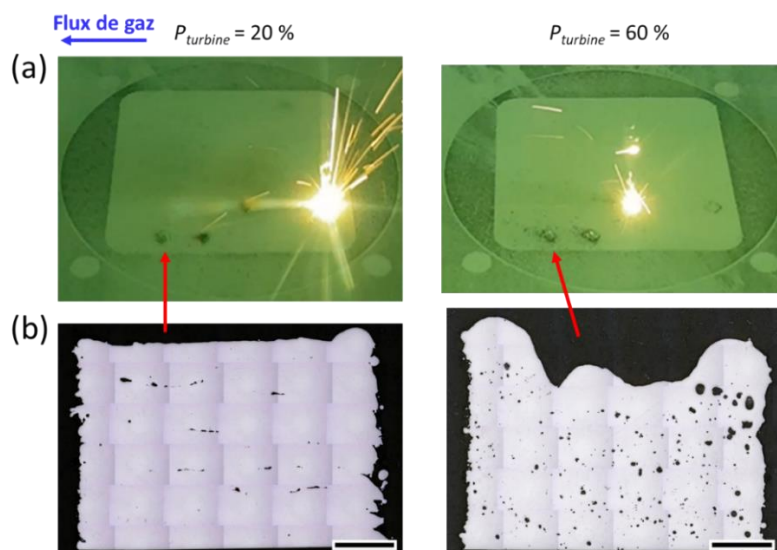


Figure 4-32 : (a) Photos de l'interaction lors des fabrications à $P_{turbine} = 20\%$ et 60% . (b) Micrographies correspondant aux échantillons les plus éloignés de l'admission du flux de gaz. Les barres d'échelle correspondent à $1000\ \mu\text{m}$.

4.5 Comparaison des fabrications avec une poudre standard

Dans cette section, deux fabrications ont été réalisées avec la poudre mélangée et la poudre standard (+20 -53 μm). Chaque échantillon est fabriqué avec la combinaison paramétrique identifiée dans la Section 4.2.2.3.3 ($P = 350 \text{ W}$, $V = 350 \text{ mm/s}$ et $h = 80 \mu\text{m}$), pour une épaisseur de couche de 150 μm et avec une valeur de puissance de la turbine de 20 %. Il peut être observé sur la Figure 4-33 que les échantillons présentent tous une géométrie cubique et que les défauts en présence dans les pièces correspondent bien à des manques de fusion.

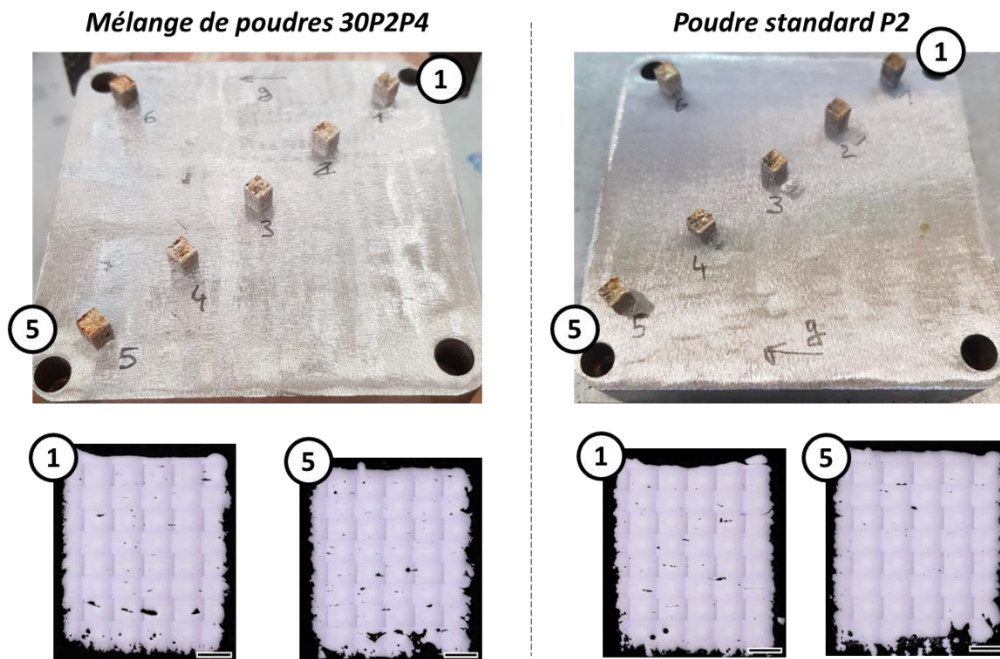


Figure 4-33 : Plateaux fabriqués avec le mélange de poudres 30P2P4 et avec la poudre standard P2. Micrographie des échantillons 1 et 5 pour chaque fabrication. Les barres d'échelle correspondent à 1000 μm .

En ce qui concerne les valeurs mesurées de densité, il peut être observé sur le Tableau 4-6 que les résultats obtenus pour l'utilisation d'une poudre mélangée sont en moyenne $> 99.5 \%$ et proches des valeurs relevées pour l'utilisation d'une poudre standard dans les mêmes conditions. La présence de manques de fusion, dans les deux cas, pourrait être traitée en ajustant les paramètres de fabrication dans le cadre d'une démarche d'optimisation paramétrique.

Tableau 4-6 : Valeurs de densité mesurées pour les échantillons fabriqués avec le mélange de poudres 30P2P4 et avec la poudre standard P2.

n° échantillon	Mélange de poudres 30P2P4	Poudre standard P2
1	99,51	99,75
2	99,39	99,72
3	99,52	99,56
4	99,63	99,52
5	99,71	99,59
6	99,58	99,78
Moyenne	99,56	99,65
Ecart type	0,11	0,11

4.6 Conclusion partielle

Pour évaluer l'efficacité de notre approche visant à améliorer la productivité grâce à l'utilisation de mélanges de poudres, des fabrications ont été réalisées avec le mélange de poudres 30P2P4. Une démarche de fabrication a été mise en œuvre afin de définir des paramètres de fabrication pertinents au regard des objectifs de la thèse. Cette démarche est divisée en deux études :

- La première étude a porté sur la réalisation de monocordons, en balayant une plage de puissance laser et de vitesse de balayage basées sur les données de la littérature. Le but de cette étude préliminaire est d'identifier une zone de stabilité en observant la morphologie des cordons fabriqués.
- La deuxième étude a porté sur la réalisation d'échantillons volumiques. Une large gamme de paramètres de fabrication a été testée. L'objectif était ici de cerner l'influence des paramètres de fabrication sur la densité ainsi que sur la vitesse de construction.

A partir de la première étude, il apparaît que l'utilisation d'une puissance laser élevée ne permet pas l'obtention d'un régime de soudage stable. Les cordons présentant une morphologie pouvant être jugée comme stable ont été obtenus pour une puissance laser de 200 et 300 W avec une vitesse de balayage de 400 mm/s, ce qui correspond à un bord de la fenêtre paramétrique testée. Plusieurs observations ont pu être réalisées, à savoir, une forte projection issue du bain de fusion et une importante dénudation de la couche de poudre en périphérie du cordon. Les fortes puissances laser utilisées, avec un faisceau de diamètre focalisé de 80 μm et une distribution énergétique gaussienne entraînent une forte intensité au centre de la tâche laser, ce qui est associé à la formation d'instabilités du bain. Pour la suite de l'étude, des puissances laser < 400 W seront employées.

La seconde étude a permis d'identifier, dans la large gamme de paramètres testée, des combinaisons paramétriques pertinentes au regard des objectifs de cette thèse. Afin d'affiner la fenêtre paramétrique, une fonction objective pondérant la performance en termes de densité et de vitesse de construction a été utilisée. Sur cette base, une combinaison paramétrique, jugée optimale, a été sélectionnée. Parmi tous les paramètres, la vitesse du flux laminaire de gaz joue un rôle prépondérant sur la morphologie des échantillons et sur le type de défauts internes générés (augmentation des porosités gazeuses avec la vitesse du flux de gaz). Ceci peut être associé à la perturbation du bain de fusion qui, dans cette condition d'épaisseur de couche élevée, est suffisamment volumineux pour être déplacé par le flux de gaz et repoussé vers la gauche du plateau. Des valeurs de la puissance de la turbine, réglant la vitesse du flux de gaz, de 20, 30, 45 et 60% ont été testées, montrant une déformation progressive de la morphologie des échantillons avec une augmentation du flux de gaz. Pour une valeur intermédiaire de 30 %, la perturbation du bain semble dépendre de la position de l'échantillon sur le plateau. Pour finir, un plateau de comparaison a été réalisé avec une poudre conventionnelle, fabriquée avec les mêmes paramètres que la poudre mélangée. Les résultats obtenus sont sensiblement les mêmes qu'avec le mélange de poudres.

Les travaux qui ont été menés dans ce chapitre ont permis de mettre en avant la possibilité de fabriquer des échantillons avec une poudre de distribution bimodale composée de 30 % en masse d'une poudre fine de granulométrie 20 – 53 μm et le complément d'une poudre de granulométrie plus élevée 90 – 150 μm . Ce résultat permet d'envisager une valorisation de fractions granulométriques jusqu'alors non utilisée pour le procédé.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Dans le cadre de ces travaux de thèse, l'objectif est d'améliorer la productivité du procédé de fabrication additive PBF-LB en développant l'utilisation de mélanges de poudres.

La problématique initiale part du constat que l'adoption du procédé PBF-LB est freinée par un coût final par pièce trop élevé pour permettre l'émergence de nombreuses applications. Ce constat est d'autant plus criant pour des pièces de grandes dimensions, immobilisant une machine pendant plusieurs dizaines, voire centaines d'heures de fabrication et mobilisant une grande quantité de poudre. Le procédé PBF-LB, malgré tous les bénéfices qu'il peut apporter, est peu compétitif par rapport à d'autres procédés de fabrication plus conventionnels tels que l'usinage ou la fonderie. Les coûts élevés associés au procédé sont entre autres dus à deux facteurs : une vitesse de construction trop faible et un coût élevé de la poudre utilisée. La problématique de la productivité est un sujet de recherche d'intérêt croissant depuis une dizaine d'année et des avancées majeures en termes de technologie et de maîtrise du procédé ont pu être réalisées. Parmi ces avancées, le développement de machines multi lasers a permis de décupler la capacité de production des acteurs industriels, au prix d'investissements importants dans le parc machines. En termes de maîtrise du procédé, l'augmentation de l'épaisseur de couche est l'un des principaux leviers d'amélioration de la productivité. En ce qui concerne le coût des poudres, des procédés de production alternatifs à l'atomisation gazeuse sont étudiés, sans pour autant qu'ils soient à l'heure actuelle exploités industriellement. Dans cette thèse, il a été proposé de tirer parti d'une augmentation de l'épaisseur de couche pour utiliser des tailles de poudre plus importante que celles utilisées conventionnellement pour le procédé. Cependant, une augmentation de la granulométrie amène des effets indésirables, déjà bien identifiés dans la littérature, à savoir une diminution de la compacité de la couche de poudre et une augmentation du taux de défauts dans les pièces. Il est proposé d'utiliser un mélange de deux poudres de même nature et de tailles différentes, devant amener à une augmentation de la compacité de la couche de poudre et une limitation de la génération de défauts.

Dans l'optique d'utiliser ces mélanges de poudres dans le procédé PBF-LB, un premier objectif a été d'étudier l'impact de leur composition (taille et proportion des poudres constitutives) sur leurs propriétés comportementales, et notamment sur leur dynamique de compaction et d'écoulement. Les résultats de cette étude montrent que la compacité du matériau poudre, de même que la vitesse de compaction, évoluent avec une proportion croissante de poudre fine, jusqu'à un optimum aux alentours de 30 wt% dans le mélange. En ce qui concerne les propriétés d'écoulement, deux comportements sont observés, en fonction du type de mélange réalisé. Dans le cas d'un mélange intégrant une poudre fine cohésive, le mélange formé présente lui aussi un niveau de cohésion élevé, du même ordre de grandeur que la poudre fine. Dans le cas d'un mélange entre deux poudres non-cohésives, le profil de cohésion des mélanges se situe entre les deux profils des poudres constitutives du mélange, avec un niveau de cohésion proche de celui de la poudre fine dès une proportion de poudre fine de 30 wt%. Ces résultats, présentés dans le Chapitre 2, ont permis d'identifier des mélanges de poudre pouvant être pertinents, à savoir les mélanges composés d'une poudre grossière comprise entre 90 et 150 μm et, soit d'une poudre fine cohésive $< 20 \mu\text{m}$, soit d'une poudre fine non-cohésive

comprise entre 20 et 53 μm . Le choix de ces mélanges répond aux besoins d'augmentation, d'une part de la compacité du matériau poudre et, d'autre part, de la valorisation d'une granulométrie plus élevée que celle utilisée conventionnellement.

La mise en œuvre d'une poudre par le procédé PBF-LB repose sur une opération d'étalement, qui à ce jour est encore peu étudiée expérimentalement. En conséquence, dans notre démarche d'utilisation d'une poudre de distribution bimodale, il a semblé nécessaire d'étudier leur comportement à l'étalement. Ainsi, le second objectif de ces travaux correspond à l'étude de l'étalement et des propriétés de la couche de poudre générée par ces mélanges de poudres. Pour cela, des essais ont pu être réalisés sur un banc expérimental répliquant le procédé PBF-LB. Ce banc, disposant de plusieurs capteurs, a permis d'acquérir des informations sur la répartition de la poudre dans le plan de construction et sur la hauteur de poudre réellement déposée lors de l'étalement. Les résultats de ces caractérisations, présentée dans le Chapitre 3, renseignent sur la capacité d'étalement des poudres et des mélanges cohésifs, qui n'ont pas permis de former une couche homogène, malgré les épaisseurs de couche importantes utilisées. Ces observations confirment les mesures d'indice de cohésion obtenues au chapitre précédent. En revanche, les poudres et mélanges non-cohésifs ont permis de couvrir l'ensemble du plateau. La démarche de caractérisation a aussi permis de mettre l'accent sur les conditions opératoires nécessaires pour conduire une étude d'étalement. En effet, les biais opératoires peuvent amener à des épaisseurs de couche réelles différentes de celles programmées. L'ensemble des remarques formulées à ce sujet, dans le Chapitre 3, sont transposables aux études portant sur l'exploitation d'une unique couche de poudre, ce qui correspond à la plupart des études de réalisation de monocordons. De même, les conditions de post-traitement des données acquises par les capteurs (scanner en ligne et profilomètre laser) peuvent amener à des résultats différents. Par exemple, pour l'exploitation des images, trois méthodes de seuillage ont été testées et comparées (seuillage manuel, médian et par la méthode d'Otsu). Parmi ces méthodes, un seuillage manuel conduit à la plus faible dispersion des valeurs de seuil, tandis que les méthodes automatisées sont dépendantes des conditions d'acquisition de l'image.

Le dernier objectif de ces travaux, présentés dans le Chapitre 4, a été de réaliser l'étude de la fabrication d'échantillons avec un mélange de poudres, afin d'identifier les impacts de son utilisation sur la qualité du matériau fabriqué, sur la génération de défauts et sur le gain de vitesse de construction. Pour ce faire, une étude préliminaire de fabrication de monocordons a été menée. Cette étude a fourni des renseignements sur la possibilité de former un cordon stable dans des conditions d'épaisseur de couche et de puissance laser importantes. Les résultats de cette étude indiquent que la fenêtre paramétrique initialement envisagée n'est pas adaptée à la formation d'une interaction laser-matière stable. Dans des conditions d'épaisseur de couche élevée (200 μm), l'augmentation de la puissance laser amène une accentuation des phénomènes de dénudation et de projection. L'exploitation d'une source laser de forte puissance n'a ainsi pas été poursuivie. Dans un second temps, des fabrications volumiques ont été réalisées avec une machine SLM Solutions 280HL. Une étude englobant une large plage de densité d'énergie a permis d'affiner la fenêtre paramétrique en utilisant une fonction objective pondérant la performance en termes de densité et de vitesse de construction. Sur cette base, une combinaison paramétrique, jugée optimale, a été sélectionnée. Parmi tous les paramètres, la vitesse du flux laminaire de gaz joue un rôle prépondérant sur la morphologie des échantillons et sur le type de défauts internes générés (augmentation des porosités gazeuses avec la

vitesse du flux de gaz). Les travaux qui ont été menés dans ce chapitre ont permis de mettre en avant la possibilité de fabriquer, avec une poudre de distribution bimodale, des échantillons ayant une densité > 99,5%, similaire à ceux fabriqués avec une poudre conventionnelle, dans d'égales conditions d'épaisseur de couche.

L'ensemble de ces résultats ont permis de mettre en évidence la faisabilité de fabrications en utilisant des mélanges composés d'une poudre de granulométrie standard (20 – 53 μm) et d'une poudre de granulométrie plus élevée (90 – 150 μm). Des combinaisons de paramètres ont permis d'obtenir des échantillons présentant une densité > 99,5 % avec une vitesse de construction de 15 cm^3/h , ce qui équivaut au double des valeurs trouvées dans la littérature pour l'alliage AISI 420.

Ces résultats de cette thèse permettent d'envisager une valorisation des poudres de granulométrie élevée pour le procédé PBF-LB, ce qui n'est pas le cas à l'heure actuelle.

Perspectives

Les travaux réalisés ont permis de mettre en évidence des besoins en termes de maîtrise de la stabilité de l'interaction laser-matière et d'approfondissement dans la caractérisation de l'étalement.

Lors des fabrications en machine, que ce soit sur le banc expérimental FAIR ou sur la machine SLM Solutions 280HL, d'importantes projections ont été observées. Ces dernières proviennent des instabilités du bain de fusion et sont susceptibles de se redéposer sur des surfaces précédemment fusionnées, cf. Figure 4-13. Dans l'optique de limiter ces projections, des conditions de fusion plus stables devront être recherchées. De plus, la supposée absorption du faisceau par la plume laser semble indiquer que la combinaison paramétrique identifiée dans la section 4.2.2.3.3 est trop énergétique. Ainsi, pour améliorer ces deux points, la zone d'interaction pourrait être élargie [123]. Plusieurs méthodes pourront être testées, avec une difficulté de mise en œuvre croissante :

- En défocalisant le faisceau, avec une défocalisation positive [24].
- En appliquant des méthodes de pilotage des miroirs galvanométriques du scanner de manière à générer une oscillation (*wobbling*) du faisceau dans le plan de construction [204]. Cette oscillation pourrait avoir un effet bénéfique pour le brassage du bain de fusion et l'évacuation des porosités gazeuses formées pour une importante épaisseur de couche.
- En augmentant le diamètre focalisé du laser en modifiant la chaîne optique du laser [123].
- En modifiant la répartition énergétique du laser dans le plan, en passant d'une répartition gaussienne à une répartition gaussienne inverse ou multimode [205,206].

Afin de stabiliser le bain de fusion, un mélange de gaz argon/hélium pourrait être utilisé [149].

Lors des essais, une importante dénudation a été constatée, qui réduit la vitesse de construction en limitant l'approvisionnement en poudre du bain de fusion. Pour pallier à ce phénomène, des conditions de fusion stable devraient limiter le phénomène [34,40]. Le phénomène pourrait aussi être limité par une augmentation de la pression du gaz dans l'enceinte [40].

Lors des essais, il est suspecté que les particules fines du mélange fondent en premier, créant des ponts liquide entre les particules et limitant la mobilité des particules de grand diamètre. Ainsi, pour tirer parti de la différence de taille entre les particules d'un mélange de poudre, il pourrait être

judicieux de procéder à une fusion en deux temps. Dans un premier temps, un faisceau de diamètre focalisé plus important pourrait fusionner en partie les petites particules du lit de poudre avant de passer, dans un second temps, avec un faisceau permettant de fusionner la totalité de la hauteur de couche. Cette démarche de préchauffage / frittage est utilisée dans le procédé PBF-EB, ce qui permet à la poudre de ne pas être dispersée dans l'enceinte sous-vide lors de la formation du bain de fusion.

Enfin, il serait intéressant de vérifier l'impact de ces poudres bimodales sur la microstructure finale des pièces. En effet, une augmentation de l'épaisseur de couche entraîne une augmentation du volume du bain, ce qui modifie les conditions de refroidissement et l'apparition de gradient thermique, menant à des grains colonnaires [139,144].

L'inhomogénéité supposée du flux de gaz laminaire dans le plan de construction devrait être étudiée plus en détails. Car dans le cas de cette étude, une épaisseur de couche importante semble être plus sensible à ces variations. Ces observations sont étayées par la déformation de la surface supérieure des échantillons et la présence de porosité gazeuses. Une étude de l'impact de la taille du bain et de la vitesse du flux de gaz sur la morphologie de la pièce et la génération de défaut permettrait de définir une plage paramétrique adaptée à la mise en œuvre de couches épaisses.

La caractérisation de l'étalement des lots de poudre pourrait être complétée par une démarche de prélèvement locaux du lit de poudre, ou de la couche de poudre, dans la direction d'étalement, permettant d'identifier la variation de la compacité de la couche de poudre et la ségrégation de taille [207].

ANNEXES

Annexe A

Les valeurs rapportées dans les tableaux ci-dessous correspondent aux ajustements des modèles de Knight *et al.* et de Philippe et Bideau, exposés dans la Section 2.4.1.4.

Tableau A : (a) Valeurs moyennes et (b) écarts types des paramètres d'ajustement pour les différents mélanges de poudre et leur proportion de poudre fine X_f . Les paramètres B et β ont été laissés libres afin de rechercher le meilleur ajustement ($R^2 \rightarrow 1$).

(a)	$\bar{\eta}_\infty$					$\bar{\beta}$		\bar{B}		\bar{R}^2	
	Xf (wt%)	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>	Philippe et Bideau	Knight <i>et al.</i>
P1P3	0	0,620	348,2	242,9	10,0	0,536	4,51E-05	1,000	0,998	1,000	0,998
	20	0,712	722,5	153,4	1,5	0,386	2,48E-05	0,999	0,999	0,999	0,999
	40	0,709	0,897	55,0	3,2	0,452	0,119	0,996	1,000	0,996	1,000
	100	0,595	0,639	42,1	3,7	0,472	-1,105	0,993	0,689	0,993	0,689
P1P4	0	0,611	0,945	121,2	8,6	0,560	0,051	0,999	0,999	0,999	0,999
	20	0,714	258,3	106,3	1,5	0,416	0,003	0,998	1,000	0,998	1,000
	30	0,746	0,964	48,3	2,0	0,413	0,103	0,995	1,000	0,995	1,000
	40	0,740	0,948	51,5	2,8	0,434	0,124	0,994	0,999	0,994	0,999
	100	0,595	0,639	42,1	3,7	0,472	-1,105	0,993	0,689	0,993	0,689
P2P4	0	0,611	507,1	121,2	1,8	0,560	2,55E-05	0,999	0,997	0,999	0,997
	20	0,661	339,5	237,8	1,5	0,374	0,002	1,000	0,997	1,000	0,997
	40	0,685	471,2	207,8	1,4	0,380	3,06E-05	0,999	0,996	0,999	0,996
	60	0,686	486,4	292,8	3,3	0,359	2,88E-05	0,999	0,993	0,999	0,993
	100	0,659	0,945	792,4	8,6	0,373	0,051	0,999	0,999	0,999	0,999
P2P5	0	0,602	1050,3	87,9	0,9	0,543	1,91E-05	0,998	0,720	0,998	0,720
	20	0,688	517,6	304,7	1,4	0,333	2,73E-05	1,000	0,997	1,000	0,997
	40	0,717	486,4	139,4	3,3	0,395	2,88E-05	1,000	0,993	1,000	0,993
	60	0,710	0,746	209,8	8,5	0,362	0,123	1,000	1,000	1,000	1,000
	100	0,659	549,5	792,4	1,2	0,373	2,28E-05	0,999	0,996	0,999	0,996
P3P5	0	0,602	156,1	87,9	2,6	0,543	0,010	0,998	0,998	0,998	0,998
	20	0,645	1,483	115,0	3,3	0,455	0,048	1,000	0,998	1,000	0,998
	40	0,655	3,304	85,9	3,4	0,478	0,075	0,999	0,997	0,999	0,997
	60	0,644	79,1	74,0	4,4	0,459	0,012	0,998	0,999	0,998	0,999
	80	0,634	348,2	128,8	10,0	0,500	4,51E-05	0,999	0,998	0,999	0,998
	100	0,620	0,746	242,9	8,5	0,536	0,123	1,000	1,000	1,000	1,000

Suite du tableau sur la page suivante.

(b)	$\sigma_{\eta_{\infty}}$		σ_{τ}		σ_{β}	σ_B	σ_{R^2}		
	Xf (wt%)	Philippe et Bideau	Knight et <i>al.</i>	Philippe et Bideau	Knight et <i>al.</i>	Philippe et Bideau	Knight et <i>al.</i>	Philippe et Bideau	Knight et <i>al.</i>
P1P3	0	0,002	41,781	25,1	1,8	0,021	8,24E-06	5,6E-05	7,7E-04
	20	0,003	32,458	17,1	0,2	0,004	1,21E-06	7,0E-05	2,9E-04
	40	0,002	0,024	3,2	0,2	0,004	0,015	2,6E-04	2,2E-04
	100	0,004	0,049	1,8	3,2	0,009	2,379	4,6E-04	5,4E-01
P1P4	0	0,003	0,117	3,1	2,3	0,023	0,023	8,8E-04	4,0E-04
	20	0,003	270,243	7,3	0,2	0,010	0,005	1,5E-04	8,3E-05
	30	0,002	0,058	5,5	0,4	0,012	0,034	4,8E-04	9,8E-05
	40	0,003	0,063	9,7	0,7	0,019	0,040	9,9E-04	3,6E-04
	100	0,004	0,049	1,8	3,2	0,009	2,379	4,6E-04	5,4E-01
P2P4	0	0,003	0,117	3,1	0,2	0,023	1,24E-06	8,8E-04	8,2E-04
	20	0,003	270,243	60,7	0,6	0,020	0,004	1,2E-04	2,0E-03
	40	0,002	0,058	141,9	0,5	0,048	1,05E-05	4,8E-04	2,3E-03
	60	0,003	0,063	193,3	1,7	0,062	2,30E-06	3,8E-04	3,2E-03
	100	0,004	0,049	640,8	2,3	0,063	0,023	3,2E-04	4,0E-04
P2P5	0	0,002	919,428	10,8	0,7	0,018	1,75E-05	7,1E-04	4,8E-01
	20	0,016	60,299	58,1	0,4	0,013	3,35E-06	1,1E-04	8,3E-04
	40	0,006	39,716	49,6	1,7	0,036	2,30E-06	1,5E-04	3,2E-03
	60	0,006	0,056	42,7	2,4	0,024	0,060	1,2E-04	8,8E-05
	100	0,026	35,774	640,8	0,1	0,063	3,94E-07	3,2E-04	4,7E-04
P3P5	0	0,002	238,017	10,8	1,1	0,018	0,017	7,1E-04	2,2E-04
	20	0,004	1,009	29,3	1,2	0,035	0,037	1,1E-04	1,2E-03
	40	0,002	4,371	13,2	2,5	0,022	0,065	7,9E-04	1,4E-03
	60	0,002	133,783	17,1	1,4	0,054	0,016	3,5E-03	3,7E-05
	80	0,007	41,781	22,8	1,8	0,030	8,24E-06	1,0E-03	7,7E-04
	100	0,002	0,056	25,1	2,4	0,021	0,060	5,6E-05	8,8E-05

Annexe B

Les combinaisons paramétriques présentées dans le tableau ci-dessous correspondent aux échantillons fabriqués dans la Section 4.2.

Tableau B : Combinaison de paramètres testés pour le premier plateau, avec la vitesse de construction associée et la densité mesurée.

N° Ech.	P	V	h	e _c	DEV _{3D}	V _{construction}	Densité	V _{construction} normal. Tous échan.	V _{construction} normal. Échan. d > 99%	Densité normal. Tous échan.	Densité normal. Échan. d > 99%
	W	mm/s	mm	mm	J/mm ³	mm ³ /s	%				
V, h constants P variable	1	150	350	0,08	0,15	35,7	4,20	79,49	0,28		0,00
	2	200	350	0,08	0,15	47,6	4,20	91,23	0,28		0,57
	3	250	350	0,08	0,15	59,5	4,20	99,34	0,28	0,28	0,97
	4	275	350	0,08	0,15	65,5	4,20	99,39	0,28	0,28	0,97
	5	300	350	0,08	0,15	71,4	4,20	99,91	0,28	0,28	1,00
	6	325	350	0,08	0,15	77,4	4,20	99,06	0,28	0,28	0,96
	7	350	350	0,08	0,15	83,3	4,20	99,26	0,28	0,28	0,97
	8	375	350	0,08	0,15	89,3	4,20	99,08	0,28	0,28	0,96
	9	400	350	0,08	0,15	95,2	4,20	97,42	0,28		0,88
P, h constants V variable	10	350	800	0,08	0,15	36,5	9,60	90,15	1,00		0,52
	11	350	600	0,08	0,15	48,6	7,20	98,00	0,68		0,90
	12	350	500	0,08	0,15	58,3	6,00	99,34	0,52	0,52	0,97
	13	350	450	0,08	0,15	64,8	5,40	99,60	0,44	0,44	0,98
	14	350	400	0,08	0,15	72,9	4,80	99,60	0,36	0,36	0,98
	15	350	375	0,08	0,15	77,8	4,50	99,69	0,32	0,32	0,99
	16	350	350	0,08	0,15	83,3	4,20	99,96	0,28	0,28	1,00
	17	350	325	0,08	0,15	89,7	3,90	99,30	0,24	0,24	0,97
	18	350	300	0,08	0,15	97,2	3,60	99,92	0,20	0,20	1,00
P, V constants h variable	19	350	450	0,11	0,15	47,1	7,43	99,39	0,71	0,71	0,97
	20	350	450	0,1	0,15	51,9	6,75	99,52	0,62	0,62	0,98
	21	350	450	0,09	0,15	57,6	6,08	99,56	0,53	0,53	0,98
	22	350	450	0,08	0,15	64,8	5,40	99,47	0,44	0,44	0,98
	23	350	450	0,07	0,15	74,1	4,73	99,42	0,35	0,35	0,97
	24	350	450	0,06	0,15	86,4	4,05	99,55	0,26	0,26	0,98
	25	350	450	0,055	0,15	94,3	3,71	99,09	0,22	0,22	0,96
	26	350	450	0,05	0,15	103,7	3,38	99,55	0,17	0,17	0,98

Suite du tableau sur la page suivante.

N° Ech.	P	V	h	e _c	DEV _{3D}	V _{construction}	Densité	V _{construction} normal. Tous échan.	V _{construction} normal. Échan. d > 99%	Densité normal. Tous échan.	Densité normal. Échan. d > 99%		
	W	mm/s	mm	mm	J/mm ³	mm ³ /s	%						
Gamme entourant la DEV _{3D} = 128 J/mm ³	V, h constants P variable	27	150	185	0,08	0,15	67,6	2,22	94,54	0.02		0.74	
		28	200	185	0,08	0,15	90,1	2,22	96,85	0.02		0.85	
		29	250	185	0,08	0,15	112,6	2,22	99,7	0.02	0.02	0.99	0.73
		30	275	185	0,08	0,15	123,9	2,22	99,88	0.02	0.02	1	0.92
		31	300	185	0,08	0,15	135,1	2,22	99,59	0.02	0.02	0.98	0.61
		32	325	185	0,08	0,15	146,4	2,22	99,63	0.02	0.02	0.98	0.66
		33	350	185	0,08	0,15	157,7	2,22	97,21	0.02		0.87	
		34	375	185	0,08	0,15	168,9	2,22	99,77	0.02	0.02	0.99	0.8
		35	400	185	0,08	0,15	180,2	2,22	99,87	0.02	0.02	1	0.91
	P, h constants V variable	36	400	375	0,08	0,15	88,9	4,5	99,61	0.32	0.32	0.98	0.63
		37	400	350	0,08	0,15	95,2	4,2	99,79	0.28	0.28	0.99	0.83
		38	400	325	0,08	0,15	102,6	3,9	99,75	0.24	0.24	0.99	0.78
		39	400	300	0,08	0,15	111,1	3,6	99,62	0.2	0.2	0.98	0.64
		40	400	275	0,08	0,15	121,2	3,3	99,69	0.16	0.16	0.99	0.72
		41	400	250	0,08	0,15	133,3	3	99,68	0.12	0.12	0.99	0.71
		42	400	225	0,08	0,15	148,1	2,7	99,74	0.08	0.08	0.99	0.77
		43	400	200	0,08	0,15	166,7	2,4	99,89	0.04	0.04	1	0.93
		44	400	175	0,08	0,15	190,5	2,1	99,88	0	0	1	0.92
	P, V constants h variable	45	400	280	0,11	0,15	86,6	4,62	99,85	0.34	0.34	1	0.89
		46	400	280	0,1	0,15	95,2	4,2	99,85	0.28	0.28	0.99	0.88
		47	400	280	0,09	0,15	105,8	3,78	99,71	0.22	0.22	0.99	0.74
		48	400	280	0,08	0,15	119	3,36	99,81	0.17	0.17	0.99	0.85
		49	400	280	0,07	0,15	136,1	2,94	99,8	0.11	0.11	0.99	0.83
		50	400	280	0,06	0,15	158,7	2,52	99,9	0.06	0.06	1	0.94
		51	400	280	0,055	0,15	173,2	2,31	99,82	0.03	0.03	0.99	0.85
		52	400	280	0,05	0,15	190,5	2,1		Non fabriqué			

Annexe C

Les tableaux ci-dessous correspondent aux combinaisons paramétriques utilisées pour la fabrication des trois plateaux de la Section 4.3. Les échantillons identifiés en rouge sont fabriqués avec la même combinaison de paramètres, identifiée comme optimale dans la Section 4.2.2.3.3. Les échantillons en bleu correspondent à une variation du ratio P/V, les échantillons en jaune à une augmentation de la vitesse de balayage V, et les échantillons en vert à une augmentation de l'écart vecteur h.

Tableaux C : Combinaison de paramètres testés pour des épaisseurs de couche de (a) 120, (b) 150 et (c) 180 μm , avec la vitesse de construction associée et la densité mesurée.

(a)		$e_c = 120 \mu\text{m}$					
		P (W)	V (mm/s)	h (mm)	DEV _{3D} (J/mm ³)	V _{construction} (mm ³ /s)	Densité (%)
Groupe 1	1	300	438	0,08	71,4	4,2	99,15
	2	350	438	0,08	83,3	4,2	98,97
	3	400	438	0,08	95,2	4,2	98,22
	4	350	438	0,08	83,3	4,2	98,32
	5	350	500	0,08	72,9	4,8	99,08
	6	350	563	0,08	64,8	5,4	99,10
	7	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	8	350	438	0,09	74,1	4,7	98,37
	9	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	10	350	438	0,1	66,7	5,3	98,44
Groupe 2	11	300	438	0,08	71,4	4,2	98,99
	12	350	438	0,08	83,3	4,2	98,28
	13	400	438	0,08	95,2	4,2	98,01
	14	350	438	0,08	83,3	4,2	98,36
	15	350	500	0,08	72,9	4,8	99,07
	16	350	563	0,08	64,8	5,4	99,14
	17	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	18	350	438	0,09	74,1	4,7	98,61
	19	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	20	350	438	0,1	66,7	5,3	98,41
Groupe 3	21	300	438	0,08	71,4	4,2	99,29
	22	350	438	0,08	83,3	4,2	99,34
	23	400	438	0,08	95,2	4,2	98,19
	24	350	438	0,08	83,3	4,2	98,25
	25	350	500	0,08	72,9	4,8	98,57
	26	350	563	0,08	64,8	5,4	99,34
	27	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	28	350	438	0,09	74,1	4,7	98,76
	29	350	438	0,08	83,3	4,2	/
	30	350	438	0,1	66,7	5,3	98,65

Suite du tableau sur la page suivante.

(b)

		$e_c = 150 \mu\text{m}$					
		P (W)	V (mm/s)	h (mm)	DEV _{3D} (J/mm ³)	V _{construction} (mm ³ /s)	Densité (%)
Groupe 1	1	300	350	0,08	71,4	4,2	99,59
	2	350	350	0,08	83,3	4,2	99,69
	3	400	350	0,08	95,2	4,2	97,83
	4	350	350	0,08	83,3	4,2	97,54
	5	350	400	0,08	72,9	4,8	98,40
	6	350	450	0,08	64,8	5,4	98,66
	7	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	8	350	350	0,09	74,1	4,7	97,67
	9	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	10	350	350	0,1	66,7	5,3	97,92
Groupe 2	11	300	350	0,08	71,4	4,2	99,36
	12	350	350	0,08	83,3	4,2	98,87
	13	400	350	0,08	95,2	4,2	98,31
	14	350	350	0,08	83,3	4,2	98,23
	15	350	400	0,08	72,9	4,8	98,78
	16	350	450	0,08	64,8	5,4	99,36
	17	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	18	350	350	0,09	74,1	4,7	99,30
	19	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	20	350	350	0,1	66,7	5,3	98,02
Groupe 3	21	300	350	0,08	71,4	4,2	98,14
	22	350	350	0,08	83,3	4,2	99,43
	23	400	350	0,08	95,2	4,2	99,70
	24	350	350	0,08	83,3	4,2	98,10
	25	350	400	0,08	72,9	4,8	98,41
	26	350	450	0,08	64,8	5,4	99,65
	27	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	28	350	350	0,09	74,1	4,7	99,75
	29	350	350	0,08	83,3	4,2	/
	30	350	350	0,1	66,7	5,3	96,81

Suite du tableau sur la page suivante.

(c)

		$e_c = 180 \mu\text{m}$					
		P (W)	V (mm/s)	h (mm)	DEV _{3D} (J/mm ³)	V _{construction} (mm ³ /s)	Densité (%)
Groupe 1	1	300	292	0,08	71,4	4,2	99,21
	2	350	292	0,08	83,3	4,2	99,63
	3	400	292	0,08	95,2	4,2	99,74
	4	350	292	0,08	83,3	4,2	99,64
	5	350	333	0,08	72,9	4,8	98,51
	6	350	375	0,08	64,8	5,4	99,28
	7	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	8	350	292	0,09	74,1	4,7	99,42
	9	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	10	350	292	0,1	66,7	5,3	97,74
Groupe 2	11	300	292	0,08	71,4	4,2	98,81
	12	350	292	0,08	83,3	4,2	99,53
	13	400	292	0,08	95,2	4,2	99,76
	14	350	292	0,08	83,3	4,2	98,83
	15	350	333	0,08	72,9	4,8	98,39
	16	350	375	0,08	64,8	5,4	98,95
	17	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	18	350	292	0,09	74,1	4,7	99,53
	19	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	20	350	292	0,1	66,7	5,3	97,27
Groupe 3	21	300	292	0,08	71,4	4,2	99,31
	22	350	292	0,08	83,3	4,2	99,39
	23	400	292	0,08	95,2	4,2	99,62
	24	350	292	0,08	83,3	4,2	99,69
	25	350	333	0,08	72,9	4,8	98,82
	26	350	375	0,08	64,8	5,4	99,24
	27	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	28	350	292	0,09	74,1	4,7	99,43
	29	350	292	0,08	83,3	4,2	/
	30	350	292	0,1	66,7	5,3	98,16

Références bibliographiques

- [1] S.H. Huang, P. Liu, A. Mokasdar, L. Hou, Additive manufacturing and its societal impact: a literature review, *Int J Adv Manuf Technol.* 67 (2013) 1191–1203.
- [2] J.-C. Andre, A.L. Mehaute, O.D. Witte, Device for producing a model of an industrial part, Brevet, FR2567668A1, 1986.
- [3] C.W. Hull, Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography, Brevet US4575330A, 1986.
- [4] C. Hull, On Stereolithography, *Virtual and Physical Prototyping.* 7 (2012) 177–177.
- [5] M. Baumers, P. Dickens, C. Tuck, R. Hague, The cost of additive manufacturing: machine productivity, economies of scale and technology-push, *Technological Forecasting and Social Change.* 102 (2016) 193–201.
- [6] D. Franco, G. Miller Devós Ganga, L.A. de Santa-Eulalia, M. Godinho Filho, Consolidated and inconclusive effects of additive manufacturing adoption: A systematic literature review, *Computers & Industrial Engineering.* 148 (2020) 106713.
- [7] T.G. Spears, S.A. Gold, In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing, *Integr Mater Manuf Innov.* 5 (2016) 16–40.
- [8] Y. Zhang, S. Yang, Y.F. Zhao, Manufacturability analysis of metal laser-based powder bed fusion additive manufacturing—a survey, *Int J Adv Manuf Technol.* 110 (2020) 57–78.
- [9] M. Fischer, Élaboration in situ d’alliages de titane et de structures architecturées par fabrication additive : application aux dispositifs médicaux implantables, Thèse, Université de Lorraine, 2017.
- [10] T. Peng, C. Chen, Influence of energy density on energy demand and porosity of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting, *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.* 5 (2018) 55–62.
- [11] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, I. Smurov, Single track formation in selective laser melting of metal powders, *Journal of Materials Processing Technology.* 210 (2010) 1624–1631.
- [12] S.D. Nath, G. Gupta, M. Kearns, O. Gulsoy, S.V. Atre, Effects of layer thickness in laser-powder bed fusion of 420 stainless steel, *RPJ.* 26 (2020) 1197–1208.
- [13] S. Cacace, A.G. Demir, Q. Semeraro, Densification Mechanism for Different Types of Stainless Steel Powders in Selective Laser Melting, *Procedia CIRP.* 62 (2017) 475–480.
- [14] A. Okunkova, M. Volosova, P. Peretyagin, Y. Vladimirov, I. Zhirnov, A.V. Gusarov, Experimental Approbation of Selective Laser Melting of Powders by the Use of Non-Gaussian Power Density Distributions, *Physics Procedia.* 56 (2014) 48–57.
- [15] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang, C. Song, Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder, *Materials & Design.* 87 (2015) 797–806.
- [16] U. Scipioni Bertoli, A.J. Wolfer, M.J. Matthews, J.-P.R. Delplanque, J.M. Schoenung, On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting, *Materials & Design.* 113 (2017) 331–340.
- [17] J.P. Kruth, B. Vandenbroucke, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, Benchmarking of different SLS/SLM processes as Rapid Manufacturing techniques, *Int. Conf. Polymers & Moulds Innovations* (2005)
- [18] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J.V. Humbeeck, J.-P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V, *Acta Materialia.* 58 (2010) 3303–3312.
- [19] K.G. Prashanth, S. Scudino, T. Maity, J. Das, J. Eckert, Is the energy density a reliable parameter for materials synthesis by selective laser melting?, *Materials Research Letters.* 5 (2017) 386–390.
- [20] W.E. King, H.D. Barth, V.M. Castillo, G.F. Gallegos, J.W. Gibbs, D.E. Hahn, C. Kamath, A.M. Rubenchik, Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, *Journal of Materials Processing Technology.* 214 (2014) 2915–2925.

- [21] D.B. Hann, J. Iammi, J. Folkes, A simple methodology for predicting laser-weld properties from material and laser parameters, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 44 (2011) 9.
- [22] H. Ghasemi-Tabasi, J. Jhabvala, E. Boillat, T. Ivas, R. Drissi-Daoudi, R.E. Logé, An effective rule for translating optimal selective laser melting processing parameters from one material to another, *Additive Manufacturing*. 36 (2020) 101496.
- [23] Z. Chen, Y. Xiang, Z. Wei, P. Wei, B. Lu, L. Zhang, J. Du, Thermal dynamic behavior during selective laser melting of K418 superalloy: numerical simulation and experimental verification, *Appl. Phys. A*. 124 (2018) 313.
- [24] J. Metelkova, Y. Kinds, K. Kempen, C. de Formanoir, A. Witvrouw, B. Van Hooreweder, On the influence of laser defocusing in Selective Laser Melting of 316L, *Additive Manufacturing*. 23 (2018) 161–169.
- [25] M. Tang, P.C. Pistorius, J.L. Beuth, Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion, *Additive Manufacturing*. 14 (2017) 39–48.
- [26] V. Gunenthiram, P. Peyre, M. Schneider, M. Dal, F. Coste, R. Fabbro, Analysis of laser–melt pool–powder bed interaction during the selective laser melting of a stainless steel, *Journal of Laser Applications*. 29 (2017) 022303.
- [27] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers, Selective laser melting of iron-based powder, *Journal of Materials Processing Technology*. 149 (2004) 616–622.
- [28] P.S. Wei, The Physics of Weld Bead Defects, *Welding Processes*. (2012).
- [29] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, W. Jiang, Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process, *Int J Adv Manuf Technol*. 59 (2012) 1025–1035.
- [30] R. Li, Y. Shi, Z. Wang, L. Wang, J. Liu, W. Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, *Applied Surface Science*. 256 (2010) 4350–4356.
- [31] J. Trapp, A.M. Rubenchik, G. Guss, M.J. Matthews, In situ absorptivity measurements of metallic powders during laser powder-bed fusion additive manufacturing, *Applied Materials Today*. 9 (2017) 341–349.
- [32] Y.A. Mayi, M. Dal, P. Peyre, M. Bellet, R. Fabbro, Physical mechanisms of conduction-to-keyhole transition in laser welding and additive manufacturing processes, *Optics & Laser Technology*. 158 (2023) 108811.
- [33] W. Zhang, W. Hou, L. Deike, C. Arnold, Understanding the Rayleigh instability in humping phenomenon during laser powder bed fusion process, *Int. J. Extrem. Manuf.* 4 (2022) 015201.
- [34] P. Bidare, I. Bitharas, R.M. Ward, M.M. Attallah, A.J. Moore, Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion, *Acta Materialia*. 142 (2018) 107–120.
- [35] O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre, J.-D. Penot, N. Saintier, E. Pessard, T. De Terris, C. Dupuy, T. Baudin, Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology*. 264 (2019) 21–31.
- [36] J. Yin, L. Yang, X. Yang, H. Zhu, D. Wang, L. Ke, Z. Wang, G. Wang, X. Zeng, High-power laser-matter interaction during laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing*. (2019).
- [37] D. Wang, S. Wu, F. Fu, S. Mai, Y. Yang, Y. Liu, C. Song, Mechanisms and characteristics of spatter generation in SLM processing and its effect on the properties, *Materials & Design*. 117 (2017) 121–130.
- [38] A.B. Anwar, Q.-C. Pham, Study of the spatter distribution on the powder bed during selective laser melting, *Additive Manufacturing*. 22 (2018) 86–97.
- [39] M.J. Heiden, L.A. Deibler, J.M. Rodelas, J.R. Koepke, D.J. Tung, D.J. Saiz, B.H. Jared, Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process, *Additive Manufacturing*. 25 (2019) 84–103.
- [40] M.J. Matthews, G. Guss, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, P.J. Depond, W.E. King, Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes, *Acta Materialia*. 114 (2016) 33–42.
- [41] L. Haferkamp, L. Haudenschild, A. Spierings, K. Wegener, K. Riener, S. Ziegelmeier, G.J. Leichtfried, The Influence of Particle Shape, Powder Flowability, and Powder Layer Density on Part Density in Laser Powder Bed Fusion, *Metals*. 11 (2021) 418.

- [42] A.T. Sutton, C.S. Kriewall, S. Karnati, M.C. Leu, J.W. Newkirk, Characterization of AISI 304L stainless steel powder recycled in the laser powder-bed fusion process, *Additive Manufacturing*. 32 (2020) 100981.
- [43] T. Delacroix, F. Lomello, F. Schuster, H. Maskrot, V. Jacquier, P. Lapouge, F. Coste, J.-P. Garandet, Measurement of powder bed oxygen content by image analysis in laser powder bed fusion, *Materials & Design*. 226 (2023) 111667.
- [44] S.L. Sing, W.Y. Yeong, Laser powder bed fusion for metal additive manufacturing: perspectives on recent developments, *Virtual and Physical Prototyping*. 15 (2020) 359–370.
- [45] A. Strondl, O. Lyckfeldt, H. Brodin, U. Ackelid, Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing, *JOM*. 67 (2015) 549–554.
- [46] A. Lawley, T.F. Murphy, Metallography of powder metallurgy materials, *Materials Characterization*. 51 (2003) 315–327.
- [47] T.M. Mower, M.J. Long, Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials, *Materials Science and Engineering: A*. 651 (2016) 198–213.
- [48] K. Kempen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, W. Verheecke, Process optimization and microstructural analysis for selective laser, *Solid Freeform Fabrication Symposium* (2011) 12.
- [49] C. Galy, E. Le Guen, E. Lacoste, C. Arvieu, Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences, *Additive Manufacturing*. 22 (2018) 165–175.
- [50] B. Zhang, Y. Li, Q. Bai, Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review, *Chin. J. Mech. Eng.* 30 (2017) 515–527.
- [51] S.A. Khairallah, A.T. Anderson, A. Rubenchik, W.E. King, Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones, *Acta Materialia*. 108 (2016) 36–45.
- [52] T. de Terris, O. Andreau, P. Peyre, F. Adamski, I. Koutiri, C. Gorny, C. Dupuy, Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts, *Additive Manufacturing*. 28 (2019) 802–813.
- [53] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg, *Journal of Materials Processing Technology*. 221 (2015) 112–120.
- [54] A.A. Martin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J. Wang, P.J. Depond, A.Y. Fong, V. Thampy, G.M. Guss, A.M. Kiss, K.H. Stone, C.J. Tassone, J. Nelson Weker, M.F. Toney, T. van Buuren, M.J. Matthews, Dynamics of pore formation during laser powder bed fusion additive manufacturing, *Nat Commun*. 10 (2019) 1987.
- [55] O. Andreau, Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive, Thèse, Ecole nationale supérieure d'Arts et Métiers, 2019.
- [56] H. Ghasemi-Tabasi, C. de Formanoir, S. Van Petegem, J. Jhabvala, S. Hocine, E. Boillat, N. Sohrabi, F. Marone, D. Grolimund, H. Van Swygenhoven, R.E. Logé, Direct observation of crack formation mechanisms with operando Laser Powder Bed Fusion X-ray imaging, *Additive Manufacturing*. 51 (2022) 102619.
- [57] R. Engeli, T. Etter, S. Hövel, K. Wegener, Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology*. 229 (2016) 484–491.
- [58] D. Herzog, K. Bartsch, B. Bossen, Productivity optimization of laser powder bed fusion by hot isostatic pressing, *Additive Manufacturing*. 36 (2020) 101494.
- [59] L. Rickenbacher, T. Etter, S. Hövel, K. Wegener, High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology, *Rapid Prototyping Journal*. 19 (2013) 282–290.
- [60] M.L. Montero-Sistiaga, M. Godino-Martinez, K. Boschmans, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, K. Vanmeensel, Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting), *Additive Manufacturing*. 23 (2018) 402–410.
- [61] J. Kunz, S. Herzog, A. Kaletsch, C. Broeckmann, Influence of initial defect density on mechanical properties of AISI H13 hot-work tool steel produced by laser powder bed fusion and hot isostatic pressing, *Powder Metallurgy*. 65 (2022) 1–12.

- [62] J. Dawes, R. Bowerman, R. Trepleton, Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain, *Johnson Matthey Technol. Rev.* 59 (2015) 243–256.
- [63] P. Sun, Z.Z. Fang, Y. Zhang, Y. Xia, Review of the Methods for Production of Spherical Ti and Ti Alloy Powder, *JOM.* 69 (2017) 1853–1860.
- [64] A. Popovich, V. Sufiarov, Metal Powder Additive Manufacturing, *New Trends in 3D Printing.* (2016).
- [65] R. Gerling, H. Clemens, F. p. Schimansky, Powder Metallurgical Processing of Intermetallic Gamma Titanium Aluminides, *Advanced Engineering Materials.* 6 (2004) 23–38.
- [66] G.S.E. Antipas, Review of gas atomisation and spray forming phenomenology, *Powder Metallurgy.* 56 (2013) 317–330.
- [67] F.C. da Silva, M.L. de Lima, G.F. Colombo, Evaluation of a Mathematical Model Based on Lubanska Equation to Predict Particle Size for Close-Coupled Gas Atomization of 316L Stainless Steel, *Mat. Res.* 25 (2022) e20210364.
- [68] E. Urionabarrenetxea, A. Avello, A. Rivas, J.M. Martín, Experimental study of the influence of operational and geometric variables on the powders produced by close-coupled gas atomisation, *Materials & Design.* 199 (2021) 109441.
- [69] Y. Liu, X. Zhao, Y. Lai, Q. Wang, L.-M. Lei, S. Liang, A brief introduction to the selective laser melting of Ti6Al4V powders by supreme-speed plasma rotating electrode process, *Progress in Natural Science: Materials International.* 30 (2020) 94–99.
- [70] I.E. Anderson, E.M.H. White, R. Dehoff, Feedstock powder processing research needs for additive manufacturing development, *Current Opinion in Solid State and Materials Science.* 22 (2018) 8–15.
- [71] T. Fedina, J. Sundqvist, J. Powell, A.F.H. Kaplan, A comparative study of water and gas atomized low alloy steel powders for additive manufacturing, *Additive Manufacturing.* (2020) 101675.
- [72] A. Rogalsky, I. Rishmawi, L. Brock, M. Vlasea, Low cost irregular feed stock for laser powder bed fusion, *Journal of Manufacturing Processes.* 35 (2018) 446–456.
- [73] S. Hoeges, A. Zwiren, C. Schade, Additive manufacturing using water atomized steel powders, *Metal Powder Report.* 72 (2017) 111–117.
- [74] M. Letenneur, V. Brailovski, A. Kreitchberg, V. Paserin, I. Bailon-Poujol, Laser Powder Bed Fusion of Water-Atomized Iron-Based Powders: Process Optimization, *Journal of Manufacturing and Materials Processing.* 1 (2017) 23.
- [75] M. Asherloo, J. Hwang, R. Leroux, Z. Wu, K. Fezzaa, M. Paliwal, A.D. Rollett, A. Mostafaei, Understanding process-microstructure-property relationships in laser powder bed fusion of non-spherical Ti-6Al-4V powder, *Materials Characterization.* 198 (2023) 112757.
- [76] M.C.H. Karg, A. Munk, B. Ahuja, M.V. Backer, J.P. Schmitt, C. Stengel, S.V. Kuryntsev, M. Schmidt, Expanding particle size distribution and morphology of aluminium-silicon powders for Laser Beam Melting by dry coating with silica nanoparticles, *Journal of Materials Processing Technology.* 264 (2019) 155–171.
- [77] D.P. Barbis, R.M. Gasior, G.P. Walker, J.A. Capone, T.S. Schaeffer, 7 - Titanium powders from the hydride–dehydride process, in: M. Qian, F.H. (Sam) Froes (Eds.), *Titanium Powder Metallurgy*, Butterworth-Heinemann, Boston, 2015: pp. 101–116.
- [78] G. Lumay, F. Boschini, K. Traina, S. Bontempi, J.-C. Remy, R. Cloots, N. Vandewalle, Measuring the flowing properties of powders and grains, *Powder Technology.* 224 (2012) 19–27.
- [79] J.H. Tan, W.L.E. Wong, K.W. Dalgarno, An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process, *Additive Manufacturing.* 18 (2017) 228–255.
- [80] A.B. Spierings, G. Levy, Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with Selective Laser Melting using different powder grades, (2009).
- [81] H. Wadell, Volume, Shape, and Roundness of Rock Particles, *The Journal of Geology.* 40 (1932) 443–451.

- [82] A. Cooke, J. Slotwinski, Properties of Metal Powders for Additive Manufacturing: A Review of the State of the Art of Metal Powder Property Testing, *National Institute of Standards and Technology*, 2012.
- [83] K. Riener, N. Albrecht, S. Ziegelmeier, R. Ramakrishnan, L. Haferkamp, A.B. Spierings, G.J. Leichtfried, Influence of particle size distribution and morphology on the properties of the powder feedstock as well as of AlSi10Mg parts produced by laser powder bed fusion (LPBF), *Additive Manufacturing*. 34 (2020) 101286.
- [84] G. Lumay, N. Vandewalle, C. Bodson, L. Delattre, O. Gerasimov, Linking compaction dynamics to the flow properties of powders, *Applied Physics Letters*. 89 (2006) 093505.
- [85] H.H. Hausner, Friction conditions in a mass of metal powder., *Intern. J. Powder Met.* 3 (1967) 7–13.
- [86] European Pharmacopoeia 6.0, Chapter 2.9.36. Powder flow, in: 6th ed., *Conseil de l'Europe*, 2007: pp. 320–323.
- [87] Z. Li, M. Mizutani, Influence of layer thickness and substrate bed on the void fraction of powder layers for laser powder bed fusion, *Powder Technology*. 418 (2023) 118293.
- [88] S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner, T. Weißgärber, B. Kieback, Powders for powder bed fusion: a review, *Prog Addit Manuf.* (2019).
- [89] A.T. Sutton, C.S. Kriewall, M.C. Leu, J.W. Newkirk, Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes, *Virtual and Physical Prototyping*. 12 (2017) 3–29.
- [90] L. Wang, A. Yu, E. Li, H. Shen, Z. Zhou, Effects of spreader geometry on powder spreading process in powder bed additive manufacturing, *Powder Technology*. 384 (2021) 211–222.
- [91] S. Haeri, Optimisation of blade type spreaders for powder bed preparation in Additive Manufacturing using DEM simulations, *Powder Technology*. 321 (2017) 94–104.
- [92] N.P. Karapatis, G. Egger, Optimization of Powder Layer Density in Selective Laser Sintering, (1999) 10.
- [93] H.W. Mindt, M. Megahed, N.P. Lavery, M.A. Holmes, S.G.R. Brown, Powder Bed Layer Characteristics: The Overseen First-Order Process Input, *Metall and Mat Trans A*. 47 (2016) 3811–3822.
- [94] F.-J. Gürtler, M. Karg, M. Dobler, S. Kohl, I. Tzivilsky, M. Schmidt, Influence of powder distribution on process stability in laser beam melting: Analysis of melt pool dynamics by numerical simulations, (2014).
- [95] W.E. King, A.T. Anderson, R.M. Ferencz, N.E. Hodge, C. Kamath, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges, *Applied Physics Reviews*. 2 (2015) 041304.
- [96] M.R. Alkahari, T. Furumoto, T. Ueda, A. Hosokawa, R. Tanaka, M.S. Abdul Aziz, Thermal Conductivity of Metal Powder and Consolidated Material Fabricated via Selective Laser Melting, *Key Engineering Materials*. Vols. 523-524 (2012) pp 244-249.
- [97] J.S. Weaver, J. Whiting, V. Tondare, C. Beauchamp, M. Peltz, J. Tarr, T.Q. Phan, M.A. Donmez, The effects of particle size distribution on the rheological properties of the powder and the mechanical properties of additively manufactured 17-4 PH stainless steel, *Additive Manufacturing*. 39 (2021) 101851.
- [98] M. Badrossamay, E. Yasa, J. Van Vaerenbergh, J.-P. Kruth, Improving Productivity Rate in SLM of Commercial Steel Powders, in: Technical Paper - Society of Manufacturing Engineers, 2009: pp. 1–13.
- [99] H.H. Zhu, J.Y.H. Fuh, L. Lu, The influence of powder apparent density on the density in direct laser-sintered metallic parts, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 47 (2007) 294–298.
- [100] S. Wang, Y. Liu, W. Shi, B. Qi, J. Yang, F. Zhang, D. Han, Y. Ma, Research on High Layer Thickness Fabricated of 316L by Selective Laser Melting, *Materials*. 10 (2017).
- [101] B.H. Rabin, G.R. Smolik, G.E. Korth, Characterization of entrapped gases in rapidly solidified powders, *Materials Science and Engineering: A*. 124 (1990) 1–7.

- [102] H. Irrinki, M. Dexter, B. Barmore, R. Enneti, S. Pasebani, S. Badwe, J. Stitzel, R. Malhotra, S.V. Atre, Effects of Powder Attributes and Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) Process Conditions on the Densification and Mechanical Properties of 17-4 PH Stainless Steel, *JOM*. 68 (2016) 860–868.
- [103] H. Irrinki, J.S.D. Jangam, S. Pasebani, S. Badwe, J. Stitzel, K. Kate, O. Gulsoy, S.V. Atre, Effects of particle characteristics on the microstructure and mechanical properties of 17-4 PH stainless steel fabricated by laser-powder bed fusion, *Powder Technology*. 331 (2018) 192–203.
- [104] W. Nan, L. Ge, W. Xuan, Y. Gu, Transient jamming of granular flow by blade spreading, *Powder Technology*. (2023) 119057.
- [105] Z. Snow, R. Martukanitz, S. Joshi, On The Development Of Powder Spreadability Metrics And Feedstock Requirements For Powder Bed Fusion Additive Manufacturing, *Additive Manufacturing*. (2019) S2214860418309941.
- [106] T.M. Wischeropp, C. Emmelmann, M. Brandt, A. Pateras, Measurement of Actual Powder Layer Height and Packing Density in a Single Layer in Selective Laser Melting, *Additive Manufacturing*. (2019).
- [107] T.M. Wischeropp, C. Emmelmann, M. Brandt, A. Pateras, Measurement of Actual Powder Layer Height and Packing Density in a Single Layer in Selective Laser Melting, *Additive Manufacturing*. (2019).
- [108] Y. Mahmoodkhani, U. Ali, S. Imani Shahabad, A. Rani Kasinathan, R. Esmaeilzadeh, A. Keshavarzkermani, E. Marzbanrad, E. Toyserkani, On the measurement of effective powder layer thickness in laser powder-bed fusion additive manufacturing of metals, *Prog Addit Manuf*. (2018).
- [109] C.D. Boley, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, Calculation of laser absorption by metal powders in additive manufacturing, *Appl. Opt., AO*. 54 (2015) 2477–2482.
- [110] H. Chen, Q. Wei, Y. Zhang, F. Chen, Y. Shi, W. Yan, Powder-spreading mechanisms in powder-bed-based additive manufacturing: Experiments and computational modeling, *Acta Materialia*. 179 (2019) 158–171.
- [111] A.M. Rausch, V.E. Küng, C. Pobel, M. Markl, C. Körner, Predictive Simulation of Process Windows for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing: Influence of the Powder Bulk Density, *Materials*. 10 (2017) 1117.
- [112] G. Jacob, A. Donmez, J. Slotwinski, S. Moylan, Measurement of powder bed density in powder bed fusion additive manufacturing processes, *Meas. Sci. Technol*. 27 (2016) 115601.
- [113] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, R.J.M. Hague, Investigation the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process, in: 2011.
- [114] M. Letenneur, A. Kreitchberg, V. Brailovski, Optimization of Laser Powder Bed Fusion Processing Using a Combination of Melt Pool Modeling and Design of Experiment Approaches: Density Control, *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 3 (2019) 21.
- [115] M. Ruffo, R. Hague, Cost estimation for rapid manufacturing ' simultaneous production of mixed components using laser sintering, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, *Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 221 (2007) 1585–1591.
- [116] A.-L. Antomarchi, Conception et pilotage d'un atelier intégrant la fabrication additive, Thèse, Université Clermont Auvergne, 2019.
- [117] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann, High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts, *Physics Procedia*. 12 (2011) 271–278.
- [118] Peak Productivity: SLM Solutions launches 12-Laser Machine, SLM Solutions. (n.d.). <https://www.slm-solutions.com/company/news/detail/peak-productivity-slm-solutions-launches-12-laser-machine/> (accessed January 31, 2023).
- [119] Z. Li, W. Liu, B. Liu, S. Yang, Z. Kuai, Y. Nie, Difference-extent of microstructure and mechanical properties: Simulating multi-laser selective melting Ti6Al4V, *Optics & Laser Technology*. 153 (2022) 108249.
- [120] M. Saunders, White paper: Multi-Laser processing strategies for high-integrity component manufacture, (2018).

- [121] T. Heeling, L. Zimmermann, K. Wegener, Multi-Beam Strategies for the Optimization of the Selective Laser Melting Process, in: *Solid Freeform Fabrication 2016: Proceedings of the 27th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*, The University of Texas at Austin, 2016: pp. 1428–1438.
- [122] W. Zhang, W. Hou, L. Deike, C.B. Arnold, Using a dual-laser system to create periodic coalescence in laser powder bed fusion, *Acta Materialia*. 201 (2020) 14–22.
- [123] M.C. Sow, T. De Terris, O. Castelnaud, Z. Hamouche, F. Coste, R. Fabbro, P. Peyre, Influence of beam diameter on Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) process, *Additive Manufacturing*. 36 (2020) 101532.
- [124] A.V. Gusarov, S.N. Grigoriev, M.A. Volosova, Y.A. Melnik, A. Laskin, D.V. Kotoban, A.A. Okunkova, On productivity of laser additive manufacturing, *Journal of Materials Processing Technology*. 261 (2018) 213–232.
- [125] Z. Wu, G. Tang, S.J. Clark, A. Meshkov, S. Roychowdhury, B. Gould, V. Ostroverkhov, T. Adcock, S.J. Duclos, K. Fezzaa, C. Immer, A.D. Rollett, High frequency beam oscillation keyhole dynamics in laser melting revealed by in-situ x-ray imaging, *Commun Mater*. 4 (2023) 1–10.
- [126] C.-Y. Tsai, C.-W. Cheng, A.-C. Lee, M.-C. Tsai, Synchronized multi-spot scanning strategies for the laser powder bed fusion process, *Additive Manufacturing*. 27 (2019) 1–7.
- [127] J.D. Roehling, S.A. Khairallah, Y. Shen, A. Bayramian, C.D. Boley, A.M. Rubenchik, J. DeMuth, N. Duanmu, M.J. Matthews, Physics of large-area pulsed laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing*. 46 (2021) 102186.
- [128] A. Engelhardt, M. Kahl, J. Richter, P. Krooß, A. Kroll, T. Niendorf, Investigation of processing windows in additive manufacturing of AlSi10Mg for faster production utilizing data-driven modeling, *Additive Manufacturing*. 55 (2022) 102858.
- [129] C. Schwerz, F. Schulz, E. Natesan, L. Nyborg, Increasing productivity of laser powder bed fusion manufactured Hastelloy X through modification of process parameters, *Journal of Manufacturing Processes*. 78 (2022) 231–241.
- [130] T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H.A. Richard, T. Tröster, D. Schwarze, Highly Anisotropic Steel Processed by Selective Laser Melting, *Metall and Materi Trans B*. 44 (2013) 794–796.
- [131] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, W.Y. Yeong, Selective laser melting of stainless steel 316L with low porosity and high build rates, *Materials & Design*. 104 (2016) 197–204.
- [132] I. Yadroitsev, Selective laser melting: Direct manufacturing of 3D-objects by selective laser melting of metal powders, 2009.
- [133] H. Schleifenbaum, W. Meiners, K. Wissenbach, C. Hinke, Individualized production by means of high power Selective Laser Melting, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2 (2010) 161–169.
- [134] S. Bremen, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Correlation of the High Power SLM Process with Resulting Material Properties for IN718, *Berg Huettenmaenn Monatsh*. 162 (2017) 179–187.
- [135] M. Ma, Z. Wang, M. Gao, X. Zeng, Layer thickness dependence of performance in high-power selective laser melting of 1Cr18Ni9Ti stainless steel, *Journal of Materials Processing Technology*. 215 (2015) 142–150.
- [136] X. Shi, S. Ma, C. Liu, C. Chen, Q. Wu, X. Chen, J. Lu, Performance of High Layer Thickness in Selective Laser Melting of Ti6Al4V, *Materials*. 9 (2016).
- [137] H. Schleifenbaum, A. Diatlov, C. Hinke, J. Bültmann, H. Voswinckel, Direct photonic production: towards high speed additive manufacturing of individualized goods, *Prod. Eng. Res. Devel*. 5 (2011) 359–371.
- [138] W. Shi, P. Wang, Y. Liu, Y. Hou, G. Han, Properties of 316L formed by a 400 W power laser Selective Laser Melting with 250 μm layer thickness, *Powder Technology*. (2019).
- [139] A. Leicht, M. Fischer, U. Klement, L. Nyborg, E. Hryha, Increasing the Productivity of Laser Powder Bed Fusion for Stainless Steel 316L through Increased Layer Thickness, *J. of Materi Eng and Perform*. (2020).

- [140] P. Paradise, D. Patil, N. Van Handel, S. Temes, A. Saxena, D. Bruce, A. Suder, S. Clonts, M. Shinde, C. Noe, D. Godfrey, R. Hota, D. Bhate, Improving Productivity in the Laser Powder Bed Fusion of Inconel 718 by Increasing Layer Thickness: Effects on Mechanical Behavior, *J. of Materi Eng and Perform.* (2022).
- [141] M. Sinico, J. Metelkova, T. Dalemans, L. Thijs, B. Van Hooreweder, High speed laser powder bed fusion of M789 tool steel with an optimized 120 μm layer thickness approach, *Procedia CIRP.* 111 (2022) 162–165.
- [142] S.A. Khairallah, A. Anderson, Mesoscopic simulation model of selective laser melting of stainless steel powder, *Journal of Materials Processing Technology.* 214 (2014) 2627–2636.
- [143] A. Leicht, Laser powder bed fusion of 316L stainless steel - Microstructure and mechanical properties as a function of process parameters, design and productivity, Thèse, 2020.
- [144] A.A. Popovich, V.S. Sufiarov, E.V. Borisov, I.A. Polozov, D.V. Masaylo, Design and manufacturing of tailored microstructure with selective laser melting, (2018) 10.
- [145] S. Wang, Y. Liu, W. Shi, B. Qi, J. Yang, F. Zhang, D. Han, Y. Ma, Research on High Layer Thickness Fabricated of 316L by Selective Laser Melting, *Materials.* 10 (2017).
- [146] A. Raza, C. Schwerz, C. Pauzon, L. Nyborg, E. Hryha, Effect of layer thickness on spatters oxidation of Hastelloy X alloy during powder bed fusion-laser beam processing, *Powder Technology.* (2023) 118461.
- [147] C. de Formanoir, U. Paggi, T. Colebrants, L. Thijs, G. Li, K. Vanmeensel, B. Van Hooreweder, Increasing the productivity of laser powder bed fusion: Influence of the hull-bulk strategy on part quality, microstructure and mechanical performance of Ti-6Al-4V, *Additive Manufacturing.* 33 (2020) 101129.
- [148] R.M. German, Powder metallurgy science, 2nd ed, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., 1994.
- [149] C. Pauzon, P. Forêt, E. Hryha, T. Arunprasad, L. Nyborg, Argon-helium mixtures as Laser-Powder Bed Fusion atmospheres: Towards increased build rate of Ti-6Al-4V, *Journal of Materials Processing Technology.* 279 (2020) 116555.
- [150] C.C. Furnas, Grading Aggregates - I. - Mathematical Relations for Beds of Broken Solids of Maximum Density, *Ind. Eng. Chem.* 23 (1931) 1052–1058.
- [151] N.P. Karapatis, G. Egger, P.-E. Gygax, R. Glardon, Optimization of Powder Layer Density in Selective Laser Sintering, in: *Solid Free Fabr Symp*, 1999: pp. 255–263.
- [152] R.M. German, Prediction of sintered density for bimodal powder mixtures, *MTA.* 23 (1992) 1455–1465.
- [153] R.K. McGeary, Mechanical Packing of Spherical Particles, *Journal of the American Ceramic Society.* 44 (1961) 513–522.
- [154] J.W. Oh, R. Bollina, W.S. Lee, S.J. Park, Analysis of Nano/Micro Bimodal SUS316L Powder Behavior, in: M. Muruganant, A. Chirazi, B. Raj (Eds.), *Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology*, Springer, Singapore, 2018: pp. 27–34.
- [155] F.-M. Allieux, O. David, M. Etxeberria Benavides, L. Kong, D.A. Pacheco Tanaka, L.F. Dumée, Preparation of Porous Stainless Steel Hollow-Fibers through Multi-Modal Particle Size Sintering towards Pore Engineering, *Membranes.* 7 (2017) 40.
- [156] C. Schneider-Maunoury, L. Weiss, P. Acquier, D. Boisselier, P. Laheurte, Functionally graded Ti6Al4V-Mo alloy manufactured with DED-CLAD® process, *Additive Manufacturing.* 17 (2017) 55–66.
- [157] M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, P. Laheurte, In situ elaboration of a binary Ti–26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders, *Materials Science and Engineering: C.* 62 (2016) 852–859.
- [158] A.P. Clares, Y. Gao, R. Stebbins, A.C.T. van Duin, G. Manogharan, Increasing density and mechanical performance of binder jetting processing through bimodal particle size distribution, *Materials Science in Additive Manufacturing.* 1 (2022) 20.

- [159] Y. Bai, G. Wagner, C.B. Williams, Effect of Particle Size Distribution on Powder Packing and Sintering in Binder Jetting Additive Manufacturing of Metals, *J. Manuf. Sci. Eng.* 139 (2017) 081019–081019–6.
- [160] H.G. Coe, S. Pasebani, Use of Bimodal Particle Size Distribution in Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel, *Journal of Manufacturing and Materials Processing.* 4 (2020) 8.
- [161] C. Schaak, S. Kleszczynski, W. Tillmann, G. Witt, Investigation of LBM-processed bimodal powder mixtures of the nickel base alloy HX and WC–Co, *Prog Addit Manuf.* 4 (2019) 43–54.
- [162] S.A. Farzadfar, M.J. Murtagh, N. Venugopal, Impact of IN718 bimodal powder size distribution on the performance and productivity of laser powder bed fusion additive manufacturing process, *Powder Technology.* 375 (2020) 60–80.
- [163] S. Zhang, Q.S. Wei, G.K. Lin, X. Zhao, Y.S. Shi, Effects of Powder Characteristics on Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel Powder, *Advanced Materials Research.* (2011).
- [164] C. Tornberg, A. Fölzer, New optimised manufacturing route for pm tool steels and high speed steels, in: *The Use of Tool Steels : Experience and Research*, Karlstad University, Sweden, 2002: pp. 363–376.
- [165] Retsch GmbH., Optimising the measurement of fine particles, *Metal Powder Report.* 68 (2013) 34–37.
- [166] N.A. Riley, Projection sphericity, *Journal of Sedimentary Research.* 11 (1941) 94–95.
- [167] G. Lumay, F. Boschini, K. Traina, S. Bontempi, J.-C. Remy, R. Cloots, N. Vandewalle, Measuring the flowing properties of powders and grains, *Powder Technology.* 224 (2012) 19–27.
- [168] J.B. Knight, C.G. Fandrich, C.N. Lau, H.M. Jaeger, S.R. Nagel, Density relaxation in a vibrated granular material, *Phys. Rev. E.* 51 (1995) 3957–3963.
- [169] P. Philippe, D. Bideau, Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping, *EPL.* 60 (2002) 677.
- [170] N. Vandewalle, G. Lumay, O. Gerasimov, F. Ludewig, The influence of grain shape, friction and cohesion on granular compaction dynamics, *Eur. Phys. J. E.* 22 (2007) 241–248.
- [171] J.A. Muñoz-Lerma, A. Nommeots-Nomm, K.E. Waters, M. Brochu, A Comprehensive Approach to Powder Feedstock Characterization for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing: A Case Study on AlSi7Mg, *Materials.* 11 (2018) 2386.
- [172] E.R.L. Espiritu, A. Kumar, A. Nommeots-Nomm, J.A.M. Lerma, M. Brochu, Investigation of the rotating drum technique to characterise powder flow in controlled and low pressure environments, *Powder Technology.* 366 (2020) 925–937.
- [173] J. Mellmann, The transverse motion of solids in rotating cylinders—forms of motion and transition behavior, *Powder Technology.* 118 (2001) 251–270.
- [174] N. Preud'homme, G. Lumay, N. Vandewalle, E. Opsomer, Numerical measurement of flow fluctuations to quantify cohesion in granular materials, *Phys. Rev. E.* 104 (2021) 064901.
- [175] A. Neveu, F. Francqui, G. Lumay, Measuring powder flow properties in a rotating drum, *Measurement.* 200 (2022) 111548.
- [176] R.O. Grey, J.K. Beddow, On the Hausner Ratio and its relationship to some properties of metal powders, *Powder Technology.* 2 (1969) 323–326.
- [177] J. Clayton, D. Millington-Smith, B. Armstrong, The Application of Powder Rheology in Additive Manufacturing, *JOM.* 67 (2015) 544–548.
- [178] A. Saker, M.-G. Cares-Pacheco, P. Marchal, V. Falk, Powders flowability assessment in granular compaction: What about the consistency of Hausner ratio?, *Powder Technology.* 354 (2019) 52–63.
- [179] S. Pillitteri, G. Lumay, E. Opsomer, N. Vandewalle, From jamming to fast compaction dynamics in granular binary mixtures, *Scientific Reports.* 9 (2019) 7281.
- [180] G. Lumay, S. Dorbolo, N. Vandewalle, Compaction dynamics of a magnetized powder, *Phys. Rev. E.* 80 (2009) 041302.
- [181] A. Castellanos, J.M. Valverde, A.T. Pérez, A. Ramos, P.K. Watson, Flow Regimes in Fine Cohesive Powders, *Phys. Rev. Lett.* 82 (1999) 1156–1159.

- [182] J.H. Tan, W.L.E. Wong, K.W. Dalgarno, An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process, *Additive Manufacturing*. 18 (2017) 228–255.
- [183] H. Chen, T. Cheng, Z. Li, Q. Wei, W. Yan, Is high-speed powder spreading really unfavourable for the part quality of laser powder bed fusion additive manufacturing?, *Acta Materialia*. (2022) 117901.
- [184] A.B. Spierings, G. Levy, Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with Selective Laser Melting using different powder grades, (2009).
- [185] D. Sage, D. Prodanov, J.-Y. Tinevez, J. Schindelin, MIJ: Making Interoperability Between ImageJ and Matlab Possible, (2012). <http://bigwww.epfl.ch/sage/soft/mij/Poster-MIJ-Daniel-Sage.pdf>.
- [186] N. Otsu, A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms, *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*. 9 (1979) 62–66.
- [187] S.M. Pizer, R.E. Johnston, J.P. Ericksen, B.C. Yankaskas, K.E. Muller, Contrast-limited adaptive histogram equalization: speed and effectiveness, in: [1990] Proceedings of the First Conference on Visualization in Biomedical Computing, 1990: pp. 337–345.
- [188] T.-P. Le, M. Seita, A high-resolution and large field-of-view scanner for in-line characterization of powder bed defects during additive manufacturing, *Materials & Design*. 164 (2019) 107562.
- [189] S. Nath, Process-property-microstructure relationships in laser-powder bed fusion of 420 stainless steel., Thèse, University of Louisville, 2018.
- [190] Q. Saby, J.-Y. Buffière, E. Maire, T. Joffre, J. Bajolet, S. Garabédian, P. Vikner, X. Boulnat, Laser Powder Bed Fusion printability of cobalt-free steel powders for manufacturing injection molds, *Additive Manufacturing*. 44 (2021) 102031.
- [191] S.D. Nath, S. Dilip, H. Irrinki, M. Gatsche, K. Kate, J. Ballaro, S. Atre, Laser-Powder Bed Fusion of 420 Stainless Steel for Mold and Surgical Tool Applications, 2020.
- [192] X. Zhao, B. Song, Y. Zhang, X. Zhu, Q. Wei, Y. Shi, Decarburization of stainless steel during selective laser melting and its influence on Young's modulus, hardness and tensile strength, *Materials Science and Engineering: A*. 647 (2015) 58–61.
- [193] U. Scipioni Bertoli, G. Guss, S. Wu, M.J. Matthews, J.M. Schoenung, In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing, *Materials & Design*. 135 (2017) 385–396.
- [194] V. Gunenthiram, Compréhension de la formation de porosités en fabrication additive (LBM). Analyse expérimentale de l'interaction laser – lit de poudre – bain liquide., Thèse, Ecole nationale supérieure d'Arts et Métiers, 2018.
- [195] S.D. Nath, H. Irrinki, G. Gupta, M. Kearns, O. Gulsoy, S. Atre, Microstructure-property relationships of 420 stainless steel fabricated by laser-powder bed fusion, *Powder Technology*. 343 (2019) 738–746.
- [196] X. Zhao, Q. Wei, B. Song, Y. Liu, X. Luo, S. Wen, Y. Shi, Fabrication and Characterization of AISI 420 Stainless Steel Using Selective Laser Melting, *Materials and Manufacturing Processes*. 30 (2015) 1283–1289.
- [197] P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, G. Fredriksson, I. Yadroitsev, In situ heat treatment in selective laser melted martensitic AISI 420 stainless steels, *Materials & Design*. 87 (2015) 380–385.
- [198] K. Saeidi, D.L. Zapata, F. Lofaj, L. Kvetkova, J. Olsen, Z. Shen, F. Akhtar, Ultra-high strength martensitic 420 stainless steel with high ductility, *Additive Manufacturing*. (2019) 100803.
- [199] M. Jamshidinia, A. Sadek, W. Wang, S. Kelly, Additive manufacturing of steel alloys using laser powder-bed fusion, *AMP - Advanced Materials & Processes*. 173 (2015) 20–24.
- [200] P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, G. Fredriksson, I. Yadroitsev, Microstructure of SLM manufactured 316L and 420 grades stainless steel, in: Stellenbosch, 2014.
- [201] S. Ly, A.M. Rubenchik, S.A. Khairallah, G. Guss, M.J. Matthews, Metal vapor micro-jet controls material redistribution in laser powder bed fusion additive manufacturing, *Sci Rep*. 7 (2017) 4085.

- [202] H. Chen, Y. Zhang, A. Giam, W. Yan, Experimental and computational study on thermal and fluid behaviours of powder layer during selective laser melting additive manufacturing, *Additive Manufacturing*. (2022) 102645.
- [203] J. Reijonen, A. Revuelta, T. Riipinen, K. Ruusuvuori, P. Puukko, On the effect of shielding gas flow on porosity and melt pool geometry in laser powder bed fusion additive manufacturing, *Additive Manufacturing*. 32 (2020) 101030.
- [204] V. Alfieri, P. Argenio, F. Caiazzo, V. Sergi, Reduction of Surface Roughness by Means of Laser Processing over Additive Manufacturing Metal Parts, *Materials*. 10 (2017) 30.
- [205] A.A. Okunkova, P.Yu. Peretyagin, P.A. Podrabinnik, I.V. Zhirnov, A.V. Gusarov, Development of Laser Beam Modulation Assets for the Process Productivity Improvement of Selective Laser Melting, *Procedia IUTAM*. 23 (2017) 177–186.
- [206] A.S. Metel, M.M. Stebulyanin, S.V. Fedorov, A.A. Okunkova, Power Density Distribution for Laser Additive Manufacturing (SLM): Potential, Fundamentals and Advanced Applications, *Technologies*. 7 (2019) 5.
- [207] U. Ali, Y. Mahmoodkhani, S. Imani Shahabad, R. Esmailizadeh, F. Liravi, E. Sheydaeian, K.Y. Huang, E. Marzbanrad, M. Vlasea, E. Toyserkani, On the measurement of relative powder-bed compaction density in powder-bed additive manufacturing processes, *Materials & Design*. 155 (2018) 495–501.

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Principaux paramètres combinatoires utilisés pour le procédé PBF-LB.	9
Tableau 1-2 : Liste des principaux procédés d'atomisation pour les poudres métalliques à destination de la fabrication additive lit de poudre. Tableau issu et traduit de Dawes et al. et Anderson et al. [62,70].	25
Tableau 1-3 : Synthèse des scénarios d'approvisionnement en poudre pour un utilisateur final. Tableau issu et traduit de Dawes et al. [62].	28
Tableau 1-4 : Relation empirique entre la coulabilité et deux caractéristiques d'une poudre, l'angle de repos et le ratio d'Hausner. Tableau issu de European Pharmacopeia [86]	32
Tableau 1-5 : Critères proposés pour la sélection d'une épaisseur de couche en fonction de la poudre utilisée.	33
Tableau 1-6 : Synthèse des principales études portant sur l'augmentation de l'épaisseur de couche dans un objectif de gain de productivité.	45
Tableau 2-1 : Liste des mélanges réalisés avec les proportions de poudre fine X_f et leur ratio de d_{50} associé.	58
Tableau 2-2 : Valeurs des moyennes et écarts types des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} pour les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond du contenant pour les poudres P1 à P5.	70
Tableau 2-3 : Valeur moyenne des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} , leur écart type de mesure et l'étendue (Span) calculée pour les poudres P1 à P5 tous lieux de prélèvement confondus.	70
Tableau 2-4 : Valeur du mode de la distribution log-normale ajustée sur les données expérimentales pour les différents lieux de prélèvement des poudre P1 à P5.	72
Tableau 2-5 : Valeurs moyennes et écart type des (a) densités et (b) fractions volumiques des états apparent (ρ_0 , η_0) et tapé (ρ_{500} , η_{500}) ainsi que du nombre de tap à demi-compaction $n_{1/2}$ pour les poudres P1 à P5.	78
Tableau 2-6 : Valeurs des paramètres d'ajustement des modèles de Philippe et Bideau et de Knight et al. lorsque qu'ils sont laissés libres afin d'obtenir le meilleur ajustement après 100 000 itérations.	81
Tableau 2-7 : Gain maximum de densité apparente ρ_0 et tapée à 500 tap ρ_{500} pour chaque mélange. Le gain est calculé par rapport à la poudre de densité maximale constituant le mélange.	83
Tableau 3-1 : Poudres monomodales et mélanges de poudres utilisées pour l'étude d'étalement.	96
Tableau 3-2 : Dépendance de la résolution à la vitesse d'avance du capteur. Durée de scan et taille du fichier indicatives pour une acquisition sur une distance de 165 mm. Tableau issu de Delacroix et al. [43].	99
Tableau 3-3 : Liste des poudres testées pour l'étalement avec les paramètres d'étalement associés.	100
Tableau 3-4 : Hypothèse de correspondance de la vitesse de translation de l'étalement V_e (mm/s) à la vitesse de rotation du tambour rotatif (tr/min).	101
Tableau 3-5 : Correspondance des épaisseurs de couche programmées et de la hauteur réelle à l'aplomb du plateau (valeur minimale et maximale). Valeur de seuil retenue pour la topologie du plateau.	111
Tableau 3-6 : Valeur de seuil retenue pour les différentes conditions d'épaisseur de couche testées.	114
Tableau 4-1 : Composition chimique de l'acier martensitique AISI 420 (X30Cr13) selon la norme EN 10088-1 et composition chimique de la poudre utilisée dans cette étude (données issues de la documentation du fournisseur).	134
Tableau 4-2 : Paramètres de fabrication pour l'AISI 420 issus de la littérature avec le calcul de I et des DEV selon les équations citées précédemment.	136
Tableau 4-3 : Tableau des paramètres testés et de la DEV_{1D} associée. L'épaisseur de couche est fixée à 200 μm pour l'ensemble des essais. Les valeurs englobées par les pointillés rouges correspondent aux valeurs de DEV_{1D} de la gamme issue de la littérature.	140
Tableau 4-4 : Combinaisons de paramètres testées pour le premier plateau. Les échantillons 1 à 26 correspondent à la première gamme de $DEV_{3D} \approx 63 \text{ J/mm}^3$ et les échantillons 27 à 52 correspondent à la gamme $DEV_{3D} \approx 128 \text{ J/mm}^3$.	149
Tableau 4-5 : Paramètres de fabrication pour les épaisseurs de couche $e_c = 120, 150$ et $150 \mu\text{m}$.	159

Tableau 4-6 : Valeurs de densité mesurées pour les échantillons fabriqués avec le mélange de poudres 30P2P4 et avec la poudre standard P2.

166

Liste des figures

<i>Figure 1-1 : Vue d'ensemble des principes des procédés de FA directs pour les matériaux métalliques. Identification du procédé de fusion laser sur lit de poudre, Laser Beam Powder Bed Fusion (PBF-LB) au sein de cette classification. Figure issue de la norme ISO/ASTM 52900 :2021.</i>	6
<i>Figure 1-2 : Principaux paramètres du procédé PBF-LB. Figure issue de Zhang et al. [8].</i>	8
<i>Figure 1-3 : Schéma de principe regroupant les principaux paramètres de l'interaction entre le faisceau laser et la couche de poudre. (a) Coupe longitudinale du cordon en cours de formation. (b) Vue du dessus. (c) Coupe transversale de trois cordons adjacents en cours de formation. Figure (a) et (b) issues et adaptées de Fischer [9].</i>	9
<i>Figure 1-4 : Schéma des phénomènes physiques en jeu au niveau du bain de fusion et à sa périphérie. Figure issue de Chen et al. [23].</i>	12
<i>Figure 1-5 : Vue transversale d'un cordon de 316L formé dans un régime de soudage par (a) keyhole et (b) par conduction. Figure issue de Metelkova et al. [24].</i>	12
<i>Figure 1-6 : Profil typique de porosité pour une variation de la vitesse de balayage. Figure issue de Tang et al. [25].</i>	13
<i>Figure 1-7 : Schéma des interactions du bain de fusion avec la poudre environnante et des différents types de projections survenant lors du procédé avec leur caractéristiques chimiques et morphologique pour le cas du 316L. Figure issue de Heiden et al. [39].</i>	15
<i>Figure 1-8 : Mesure à l'aide d'une caméra rapide du nombre de projections et de leur répartition de taille pour des puissances laser de 350, 750, 1150 et 1550 W. Fusion d'un alliage d'Inconel 718 avec une vitesse de balayage du faisceau de 1000 mm/s et une épaisseur de couche de 40 µm. Figure issue de Yin et al. [36].</i>	16
<i>Figure 1-9 : (a) Schéma de formation des différents types d'éjectas (spatter) et leur interaction avec la plume laser et le faisceau laser, identification de la zone dénudée. (b) Vue du dessus d'un cordon et des zones latérales dénudées du lit de poudre. Figures issues de (a) Sutton et al. [42] et (b) Yadroitsev et al. [11]</i>	17
<i>Figure 1-10 : Tomographie rayon X de la formation d'un capillaire lors du changement de direction du faisceau laser, menant à la formation de porosités. Issue de Martin et al. [54].</i>	18
<i>Figure 1-11 : Différents types de porosités, (a) manque de fusion, (b) et (c) porosités gazeuses due au gaz occlus lors du procédé soit sous forme de micropores, soit de pores liés au régime de keyhole. Figure issue de de Terris et al. [52].</i>	19
<i>Figure 1-12 : (a) Schéma de la formation d'un manque de fusion, (b) présence de manque de fusion (flèche rouge) entre deux cordons adjacents en raison d'un recouvrement insuffisant dans le cas d'une impression de 316L. Figure (a) issue de Andreau [55].</i>	20
<i>Figure 1-13 : Micrographies d'échantillons d'Inconel 718LC fabriqués à iso-paramètres avec des poudres provenant de différents fournisseurs (C, D, G, H). La propension à la fissuration à chaud est liée aux faibles variations de la chimie de chaque poudre, qui reste cependant dans le standard de définition de l'alliage. Figure adaptée de Engeli et al. [57].</i>	21
<i>Figure 1-14 : Schéma de principe représentant l'inclusion des projections dans la pièce, avec l'effet de leur taille sur les défauts générés. Figure adaptée de Wang et al. [37].</i>	21
<i>Figure 1-15 : Processus de production de poudre par différents procédés d'atomisation. Figure issue de Dawes et al. [62].</i>	23
<i>Figure 1-16 : Différence de morphologie pour une poudre d'acier inoxydable 316L (a) atomisée au gaz et (b) atomisée à l'eau. Figure issue de Li et al. [30]</i>	23
<i>Figure 1-17 : Courbes typiques de distribution de taille des particules pour des poudres (a) d'alliage de Nickel MAR-M-246 et (b) de Ti produites par différents procédés d'atomisation. Les bornes indiquées sur (a)</i>	

correspondent aux fractions granulométriques utilisées dans les procédés PBF-LB et PBF-EB. Figures issues de (a) Anderson et al. [70] et (b) Sun et al. [63].	26
Figure 1-18 : (a) Évolution de la conductivité thermique d'une poudre de d'acier inoxydable 316L en fonction de son diamètre moyen. (b) Schéma de principe expliquant la différence entre deux tailles de particules. (c) Effet de l'état de compaction de la poudre sur la conductivité thermique. (d) Schéma illustrant l'augmentation des points de contacts dans le cas d'un état compact. Figures issues de Alkahari et al. [96].	34
Figure 1-19 : Simulation de l'étalement d'une couche de poudre pour différentes géométries de système de mise en couche. (a) Vue latérale et du dessus de l'étalement. (b) Effort appliqué par le système de mise en couche sur la surface sous-jacente. (c) Suivi d'un ensemble de particules pour visualiser la migration dans le tas de poudre en cours d'étalement. Figures issues de Wang et al. [90].	36
Figure 1-20 : (a) Banc d'étalement développé par Snow et al. (b) Méthode de mesure du taux de couverture par seuillage. (c) mesure de l'angle d'avalanche avec une caméra positionnée sur le coté du plateau. Figures issues de Snow et al. [105].	37
Figure 1-21 : Impact de (a) l'épaisseur de couche programmée et (b) de la compacité sur l'épaisseur de couche effective. (c) Schéma de principe de l'évolution de l'épaisseur de couche effective lors de la fabrication. (d) Schéma de principe de la densité d'une couche de poudre et des effets de murs. Figures (a) et (b) issues de Mindt et al. [93], Figures (c) et (d) issues de Wischeropp et al. [107].	38
Figure 1-22 : Modélisation de l'influence de la densité du matériau poudre (40, 50 et 60%) sur la présence de défauts à des énergies linéiques de 40, 50 et 60 J/m. Le matériau modèle est le Ti6Al4V. Figure issue de Rausch et al. [111].	39
Figure 1-23 : Microstructures obtenues pour une fabrication avec une épaisseur de couche variable au sein d'une même pièce. (a) et (c) correspondent au matériau brut de fabrication avec une transition entre une épaisseur de couche de 50 μm (à gauche) et 100 μm (à droite). (b) et (c) correspondent à un échantillon après un traitement HIP. Figures issues de Popovich et al. [144]	46
Figure 1-24 : Coupes transversales de cordons en 316L pour une défocalisation du faisceau de +8 mm (au-dessus du plan de construction) et de -8 mm (en dessous du plan de construction) dans une configuration de (a) $P = 800$ W et $V = 50$ mm/s et (b) $P = 400$ W et $V = 250$ mm/s. Figure issue de Metelkova et al. [24].	47
Figure 1-25 : Schéma de principe de la stratégie de construction en peau-noyau. Figure issue de Schleifenbaum et al. [137]	48
Figure 1-26 : Cas d'application d'une stratégie permettant de moduler les propriétés mécaniques de la pièce par tronçon. Les segments en rouge sont réalisés avec une épaisseur de couche de 80 μm dans l'optique de réduire le temps d'impression global de 46% pour 9 pièces par plateau. Figure issue de Leicht [143].	49
Figure 1-27 : Carte de procédé indiquant le compromis entre productivité, densité et état de surface appliqué à une poudre de fer atomisée à l'eau. Figure issue de Letenneur et al. [74].	49
Figure 1-28 : Relation idéalisée de l'augmentation de la densité d'un mélange de poudre en fonction de sa proportion de particules fines. Figure issue de German [152].	52
Figure 2-1 : Principe de mesure de l'instrument CAMSIZER XT. Figure issue de [165].	60
Figure 2-2 : (a) Schéma du principe de mesure de l'instrument GranuPack, avec h la hauteur de la colonne de poudre dans la cellule de mesure, ΔZ la hauteur de chute de la cellule. (b) Représentation de la dynamique de compaction de deux poudres (verte et rouge), avec n le nombre de tap, η la fraction volumique et $n_{1/2}$ le nombre de tap à la demi compaction. Figure adaptée de [167].	62
Figure 2-3 : Régime d'écoulement dans un tambour rotatif en fonction du degré de remplissage de la cellule f et du nombre de Froude Fr . Un régime d'écoulement stable est obtenu dans le régime de "rolling" et de "cascading". Figure issue de Preud'homme et al. [174].	64
Figure 2-4 : Correspondance du nombre de Froude Fr avec la vitesse de rotation du tambour selon l'Équation 2-6. Identification des régimes de Rolling, Cascading et Cataracting. L'ordonnée (nombre de Froude) est représentée en échelle logarithmique.	64

Figure 2-5 : Schéma de la méthode de mesure de l'instrument GranuDrum. (a) Détection de l'interface de l'écoulement sur chaque image (courbes en gris) et interface moyenne calculée (courbe en rouge). (b) Mesure de l'angle d'écoulement α_d à partir de l'interface d'écoulement moyenne au centre de la cellule. (c) Mesure de l'indice de cohésion CI à partir de la variation de la surface libre σ_x . Figure issue de Neveu et al. [175].	65
Figure 2-6 : Méthode de prélèvement pour l'analyse de l'homogénéité en (a) surface, (b) milieu et (c) fond du contenant. Les cercles rouge pointillés correspondent aux lieux de prélèvement dans le contenant.	68
Figure 2-7 : Variation de la valeur moyenne des déciles d_{10} , d_{50} et d_{90} entre les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond du contenant pour les poudres P1 à P5. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type.	69
Figure 2-8 : (a) Courbes des distributions de taille d_{area} pour les poudres P1 à P5. Fraction en volume p_3 normalisée (%) et fréquence cumulée Q_3 (%). Les classes sont de taille $1 \mu\text{m}$. (b) Images MEB des poudre P1 à P5, avec une description des défauts et des morphologies des particules.	71
Figure 2-9 : Valeur du mode des distributions log-normales ajustées pour les deux poudres constituant les mélanges. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type sur la poudre monomodale.	73
Figure 2-10 : Proportion de poudre fine X_f en volume déterminée à partir de l'ajustement de deux distributions log-normales sur les mesures de distribution de taille d_{area} pour les différents mélanges et les lieux de prélèvement en surface, milieu et fond.	74
Figure 2-11 : Relation entre proportion de poudre fine théorique (en masse wt%) et mesurée (en volume vol.%).	75
Figure 2-12 : Valeurs de sphéricité (SPHT) pour les poudres P1 à P5, les valeurs présentées se situent entre le d_{10} et le d_{90} de chaque distribution. La courbe en pointillés noirs correspond aux valeurs mesurées pour le brut d'atomisation. L'ombrage entourant les courbes correspond à \pm l'écart type.	76
Figure 2-13 : Valeur du facteur d'allongement b/l pour les poudres P1 à P5, les valeurs présentées se situent entre le d_{10} et le d_{90} de chaque distribution. La courbe en pointillé correspond à la poudre brute d'atomisation.	76
Figure 2-14 : Courbes de compaction moyennes pour trois mesures et pour un total de 500 tap des poudres monomodales P1 à P5. L'ombrage autour des courbes correspond à \pm l'écart type.	78
Figure 2-15 : Ratio d'Hausner pour les poudres P1 à P5.	79
Figure 2-16 : Densité normalisée pour les poudres P1 à P5. L'écart de droite correspond à la densité normalisée sur les 20 premiers tap.	79
Figure 2-17 : Evolution de la vitesse de compaction (dérivée de la densité) pour les 20 premiers tap pour les poudres P1 à P5.	80
Figure 2-18 : (a) Fraction volumique maximale η_∞ et (b) temps caractéristique de relaxation τ pour les modèles de Knight et al. ($B = 1$) et Philippe et Bideau ($\beta = 0.497$).	82
Figure 2-19 : Évolution de la fraction volumique apparente η_0 en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange. La ligne verte pointillée indique la valeur η_0 de la poudre P2 de référence, avec l'ombrage égal à \pm l'écart type.	84
Figure 2-20 : Évolution de la fraction volumique tapée η_{500} en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange. La ligne verte pointillée indique la valeur η_{500} de la poudre P2 de référence, avec l'ombrage égal à \pm l'écart type.	84
Figure 2-21 : Temps de demi-compaction $n_{1/2}$ pour les mélanges de poudre en fonction de la proportion de poudre fine dans le mélange.	85
Figure 2-22 : Paramètre β trouvé pour un ajustement libre.	86
Figure 2-23 : Valeurs de η_∞ en fonction de la proportion de poudre fine X_f .	86
Figure 2-24 : Ratio d'Hausner H_r en fonction de la proportion de poudre fine X_f dans le mélange.	87
Figure 2-25 : Angle d'écoulement moyens α_d pour des vitesses de rotation du tambour comprises entre $\omega = 5$ et 40 tr/min pour les poudres P1 à P5.	88
Figure 2-26 : Indice de cohésion moyens CI pour des vitesses de rotation du tambour comprise entre $\omega = 5$ et 40 tr/min pour les poudres P1 à P5.	89

Figure 2-27 : Profil de l'indice de cohésion pour les mélanges de poudre (a) P2P4, (b) P2P5 et (c) P3P5. Les courbes en pointillés noirs correspondent à la poudre de référence P2. _____	90
Figure 2-28 : Indice de cohésion CI pour les mélanges de poudres (a) P1P3 et (b) P1P4. La courbe en pointillés verts correspond à la poudre de référence P2. _____	91
Figure 2-29 : Mise en relation des valeurs du ratio d'Hausner Hr et du temps caractéristique de compaction τ . Identification du mélange 30P2P4. _____	92
Figure 3-1 : (a) Vue globale de la machine, image issue des travaux de Sow et al. [123]. (b) Vue de l'intérieur de l'enceinte de travail, avec le montage des capteurs installés. (c) Vue 3D de la zone de travail de la machine avec les chambres d'alimentation et de fabrication, ainsi que le bras du racleur se déplaçant suivant l'axe X. (d) Vue en coupe de la zone de travail, avec un encart du racleur. Il est important de noter que le racleur représenté dans (d) ne correspond pas à celui utilisé dans les essais. _____	97
Figure 3-2 : Dessin technique du plateau. _____	98
Figure 3-3 : Vue et schéma de principe de la section du racleur polymère et du système de maintien dans la machine. _____	98
Figure 3-4 : Capteurs installés sur le banc. (a) Gocator fixé sur la platine motorisée, pouvant être déplacé suivant les axes X et Y. (b) Gocator en cours de mesure à l'aplomb d'un étalement, le cercle pointillé rouge correspond à la position du plateau. (c) Montage de fixation du capteur Contract Image Sensor (CIS), fixé au bras du racleur, le capteur peut être déplacé suivant l'axe X. (d) Caméra et objectif fixés sur la platine motorisée, pouvant être déplacé suivant les axes X et Y. Sur chaque image, les directions X, Y et Z sont rappelées (en vert). _____	100
Figure 3-5 : Niveau de gris obtenu pour un étalement de la poudre P2. (a) Sans revêtement graphite du plateau, (b) avec revêtement graphite du plateau. (c) Distributions du niveau de gris en différentes positions identifiées dans (a) et (b). Les images sont obtenues avec le CIS. _____	102
Figure 3-6 : Etapes du pré-traitement de l'image issue du CIS. (a) Image initiale issue du CIS, ici exemple d'un étalement de la poudre P4, à 150 μm d'épaisseur de couche et 15 mm/s de vitesse d'étalement. (b) ETAPE 1 : recadrage de l'image autour du plateau. (c) ETAPE 2 : Identification des zones à exclure (zones non-ROI, Region Of Interest), ces zones correspondent aux perçages de fixation du plateau dans la machine et à la zone autour du plateau. (d) ETAPE 3 : Suppression des zones à exclure. ETAPE 4 : (e) recadrage d'une bande centrale entre les zones de perçage et (f) création d'un masque. _____	103
Figure 3-7 : Définition d'une valeur de seuillage à partir d'un ajustement manuel local de la valeur de seuillage. (a) Définition des 5 zones où le seuillage manuel sera effectué. (b) Zoom sur les zones à seuiller. (c) Distribution locale du niveau de gris dans la zone d'intérêt, avec la valeur du seuil définie par l'utilisateur. (d) Délimitation des zones correspondant aux deux classes de seuillage. (e) Résultat local du seuillage. Afin de seuiller l'image entière avec une valeur unique de seuil, une moyenne des valeurs seuil définies localement est utilisée. _____	104
Figure 3-8 : (a) Exemple d'image seuillée avec les trois méthodes de seuillage : manuel, médian et Otsu. (b) Distribution du niveau de gris dans l'image initiale, identification des valeurs de seuil correspondant aux méthodes. _____	104
Figure 3-9 : Exemple de la variation du taux de couverture moyen suivant la direction X, l'ombrage entourant les courbes correspond à \pm l'écart type. Les trois méthodes de seuillage sont représentées afin d'observer l'impact de la valeur de seuil sur le taux de couverture calculé. Les courbes des seuillages manuel (noire) et médian (rouge) sont confondues. Valeurs obtenues par le traitement des images issues du CIS. _____	105
Figure 3-10 : Représentation des variations de hauteur présentes initialement dans les données du scan. (a) image du plateau sans poudre issue du capteur CIS (pour représentation). (b) schéma de principe en vue du dessus. (c) profil central A-B indiquant les différences de hauteur entre les deux côtés du banc, ainsi que la différence de hauteur du plateau dans le cas d'une épaisseur de couche de 150 μm . (d) Décalage du nuage de point suivant Z du nuage de point (courbe bleue) et définition du plan associé au plateau (courbe verte). _____	107

Figure 3-11 : (a) Représentation du plateau avec la région d'intérêt ainsi que des 12 zones de mesure de l'altitude z. (b) Informations sur les zones, puis réalisation des combinaisons de 3 zones. (c) Méthode de détermination du plan représentatif du plateau, minimisant la déviation avec ce dernier. _____	108
Figure 3-12 : Exemples d'amélioration du contraste par la méthode CLAHE avec le logiciel ImageJ pour les poudres P2, P4 et 30P2P4. _____	110
Figure 3-13 : Schéma de principe représentant les différentes hauteurs liées à l'étalement mesurées dans le cadre de cette étude. Les valeurs de hauteur sont issues de la mesure du profilomètre laser. _____	111
Figure 3-14 : (a) Profil central de l'étalement, avec le profil de la couche de poudre (en noir), le profil de la couche de poudre lissé (en rouge), le profil du plateau (en bleu) et du plan associé au plateau (en vert). (b) Vue du dessus de l'étalement dans des zones en début et en fin d'étalement. Les flèches orange indiquent des défauts d'étalement causés par le racleur. Les données sont issues du profilomètre laser. _____	113
Figure 3-15 : Schéma de principe des implications du défaut de réglage de la hauteur du racleur. (a) racleur en position initiale appuyé sur le banc de la machine. (b) redressement du joint de racleur lors du passage à l'aplomb du plateau. (c) redressement progressif du joint de racleur lors de l'étalement par la variation du volume du tas de poudre en amont du racleur. Le δh_{couche} correspond à la variation de la hauteur du lit de poudre au cours de l'étalement. _____	113
Figure 3-16 : Valeurs aberrantes (entourées en rouge) observées sur le scan d'un étalement de la poudre P4, pour $e_c = 200 \mu\text{m}$ et $V_e = 15 \text{ mm/s}$. Les données sont issues du profilomètre laser. _____	115
Figure 3-17 : Résultats de l'étalement de la poudre P2, (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones correspondant au plateau. Les données sont issues du profilomètre laser. _____	116
Figure 3-18 : Résultats de l'étalement de la poudre P4, avec un (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones dénuées de poudre. Les données sont issues du profilomètre laser. _____	117
Figure 3-19 : Résultats de l'étalement de la poudre 30P2P4, avec un (a) le pourcentage de remplissage de l'espace compris entre le plateau et le plan zéro (Équation 3-2), (b) couverture du plateau avec en blanc les zones où de la poudre est présente et en noir les zones dénuées de poudre. Les données sont issues du profilomètre laser. _____	118
Figure 3-20 : Schéma des composants du CIS. Figure issue de Le et al. [188]. _____	119
Figure 3-21 : Distribution du niveau de gris pour des conditions d'étalement de $V_e = 30 \text{ mm/s}$ et d'épaisseur de couche variable pour les poudres P1 et P2. Les flèches pointillées indiquent les modes des distributions correspondant au plateau et à la poudre. _____	120
Figure 3-22 : (a) Distributions du niveau de gris pour des étalements des poudres P1, P2 et P4. (b) Fréquence normalisée du niveau de gris pour les conditions $e_c = 300 \mu\text{m}$ et $V_e = 30 \text{ mm/s}$ des poudres P1 et 30P1P4. _____	120
Figure 3-23 : Valeur de seuil retenue pour les trois méthodes de seuillage, pour différentes conditions d'épaisseur de couche / vitesse d'étalement / poudre. Pour la méthode de seuillage manuelle, la barre d'erreur correspond à \pm l'écart type. _____	121
Figure 3-24 : Valeurs de seuil moyennes et écart types observés pour les trois méthodes de seuillage dans différentes conditions d'épaisseur de couche, toutes vitesses d'étalement confondues. Les barres d'erreur correspondent à \pm l'écart type. _____	122
Figure 3-25 : Taux de couverture moyen mesuré pour l'étalement de la poudre P1 pour $V_e = 30 \text{ mm/s}$ et des épaisseurs de couche $e_c =$ (a) $50 \mu\text{m}$, (b) $200 \mu\text{m}$ et (c) $300 \mu\text{m}$. Les données sont issues du traitement des images du CIS. _____	124
Figure 3-26 : Taux de couverture du plateau selon la direction d'étalement X pour les poudres (a) P2 et (b) P4 avec $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Les encarts à droite de la figure correspondent aux images seuillées. Les données sont issues du traitement des images du CIS. _____	124

Figure 3-27 : Visualisation à différentes échelles de l'étalement de la poudre P2 pour $e_c = 200 \mu\text{m}$ et $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Les images (a) et (b) sont issues du CIS. Les images (c) et (d) sont issues de la caméra et objectif de microscope. Les flèches en orange indiquent des zones où le plateau est visible.	125
Figure 3-28 : Visualisation à différentes échelles de l'étalement de la poudre P4 pour $e_c = 300 \mu\text{m}$ et $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Les images (a) et (b) sont issues du CIS. Les images (c) et (d) sont issues de la caméra et objectif de microscope. Les flèches en orange indiquent des zones où le plateau est visible.	126
Figure 3-29 : Comparaison des taux de couverture obtenus pour les poudres P1 et 30P1P4 pour $e_c = 200$ et $300 \mu\text{m}$ avec une vitesse d'étalement $V_e = 30 \text{ mm/s}$. Image des étalements de la poudre 30P1P4, les « nappes » de particules sont visibles sur les encarts. Les données sont issues du traitement des images du CIS.	127
Figure 3-30 : Carte du processus d'étalement proposée par Nan et al. mettant en relation les phénomènes de blocage (jamming) lors de l'étalement à l'espace relatif sous le racleur (Gap size) et à la cohésion de la poudre. Figure issue de Nan et al. [104].	127
Figure 3-31 : Taux couverture du plateau pour les poudres P2, P4 et 30P2P4. Les encarts correspondent aux images de l'étalement seillées avec la méthode manuelle. Les données sont issues du traitement des images du CIS.	128
Figure 3-32 : Taux de couverture pour les poudres P2, P4 et 30P2P4 avec un rapport $e_c/d_{90} \approx 2$. Les données sont issues du traitement des images du CIS.	128
Figure 3-33 : Taux de couverture pour l'étalement des poudres (a)P2, (b)P4 et (c)30P2P4 dans différentes conditions d'épaisseur de couche et de vitesse d'étalement. Pour alléger le graphique, seules les moyennes du taux de couverture sont représentées. Les données sont issues du traitement des images du CIS.	129
Figure 4-1 : Diagramme dureté / résistance à la rupture pour la comparaison de l'AISI 420 (en orange) à d'autres aciers dédiés à l'outillage et pouvant être imprimés. Figure issue de [189].	133
Figure 4-2 : Exemples d'applications de l'AISI 420, (a) et (b) empreinte de moule d'injection plastique avec canaux de refroidissement conformes. (c) Partie d'une pince chirurgicale texturée. Les figures sont issues de (a) et (b) [190] et (c) [191].	134
Figure 4-3 : (a) Schéma de principe de la zone de fabrication de la SLM Solution 280 HL, avec le système de mise en couche bidirectionnel (recoater). (b) Schéma de principe du système de dosage par barillet (vue en coupe). Figure (a) issue de Fischer [9].	137
Figure 4-4 : Etude paramétrique menée par Zhao et al. permettant la définition d'un domaine de stabilité (Zone2) par l'observation morphologique de monocordons pour une épaisseur de couche $e_c = 20 \mu\text{m}$ et un diamètre focalisé $D_{\text{spot}} = 80 \mu\text{m}$. Figure issue de [196]	139
Figure 4-5 : Positionnement du plan de coupe dans l'échantillon pour l'observation au microscope optique.	142
Figure 4-6 : Démarche de calcul de la porosité globale (%), exemple pour l'échantillon 37 du plateau 1. (a) image optique. (b) image seillée avec la zone de 4 mm en partie haute de l'échantillon. (c) partie haute de l'échantillon isolée, avec la zone pour le calcul du taux de porosité délimitée par le cadre vert en pointillé. (d) calcul de la densité	143
Figure 4-7 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec la poudre P2 et une épaisseur de couche de $200 \mu\text{m}$. Identification de 3 cordons présentant (1) du humping, (2) du balling, (3) une stabilité. (b) Image du cordon 4, avec une colormap de la hauteur.	144
Figure 4-8 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec la poudre P4 et une épaisseur de couche de $200 \mu\text{m}$. (b) Images des cordons 1 et 2, avec colormap de hauteur et vue 3D.	145
Figure 4-9 : (a) Carte de stabilité pour une fabrication de monocordons avec le mélange de poudres 30P2P4 et une épaisseur de couche de $200 \mu\text{m}$. (b) Images des cordons 1 et 2, avec colormap de la hauteur.	146
Figure 4-10 : Comparaison des cordons formés pour une combinaison de paramètres de $P = 200 \text{ W}$ et $V = 400 \text{ mm/s}$, pour les poudres (a) P2, (b) P4 et (c) 30P2P4. Colormap de hauteur, la barre d'échelle est égale à $200 \mu\text{m}$.	147

Figure 4-11 : Scan des monocordons et du lit de poudre environnant après fusion. Les zones en bleu correspondent à des zones dénudées où le plateau est visible. Les zones en noir sur les scans de la poudre P4 correspondent à des zones non mesurées. Ces données sont obtenues avec le profilomètre laser installé dans la machine.	148
Figure 4-12 : Stratégie de balayage du faisceau laser pour la structure de support en grille et la stratégie de l'échantillon en double contour et remplissage en hachure aller/retour à 0°.	150
Figure 4-13 : (a) Photo du plateau en cours de fabrication avec le mélange de poudres 30P2P4, une zone de dépôt des projections est entourée en pointillés rouges. (b) Images issues d'une vidéo de la fabrication avec le suivi d'une projection de grande taille se déposant dans la zone de fabrication.	151
Figure 4-14 : Ensemble des 51 échantillons fabriqués. Une oxydation variable est observée en fonction des paramètres de fabrication	151
Figure 4-15 : Evolution de la densité en fonction de la puissance laser pour vitesse de balayage de $V = 185$ mm/s et 350 mm/s. (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densité des échantillons pour toute la gamme de densité mesurée. (c) Densités > 99 %.	152
Figure 4-16 : Evolution de la densité en fonction de la vitesse de balayage du laser V , pour des puissances laser de $P = 350$ W et 400 W et un écart vecteur de $h = 80$ μ m. (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densité des échantillons pour toute la gamme de densité mesurée. (c) Densités > 99 %.	153
Figure 4-17 : Évolution de la densité en fonction de l'écart vecteur h , pour des conditions de puissance laser et de vitesse de balayage de $P = 350$ W / $V = 450$ mm/s et $P = 400$ W / $V = 280$ mm/s. (a) Coupe micrographique d'une sélection d'échantillons. (b) Densités des échantillons, tous de densité > 99%.	153
Figure 4-18 : Valeurs de densité des échantillons en fonction de leur DEV_{3D} . (a) Ensemble des échantillons, (b) échantillons avec une densité > 99 %.	154
Figure 4-19 : (a) Positionnement des échantillons 9, 17, 25 et 33 au sein de leur groupe de variation paramétrique respectifs. (b) Image optique des défauts présents dans les zones entourées en vert (défauts de type porosité gazeuse) et en bleu (défaut de manque de fusion).	155
Figure 4-20 : Visualisation des valeurs normalisée entre 0 et 1 de la densité et de la vitesse de construction en prenant en compte (a) l'ensemble des échantillons fabriqués en compte ou (b) seulement les échantillons présentant une densité > 99%.	156
Figure 4-21 : Fonction objective F_{obj} en fonction de la pondération de la densité w_d . Les droites de couleur correspondent aux échantillons jugés pertinents selon que la densité soit favorisée (droite rouge avec échantillon n°16) ou la vitesse de construction (droite bleue avec l'échantillon n°19).	157
Figure 4-22 : Stratégie de balayage appliquée pour la fabrication des échantillons.	158
Figure 4-23 : Organisation des échantillons sur le plateau avec une répartition en 3 groupes d'échantillons. Les échantillons en rouge correspondent à la même combinaison paramétrique.	159
Figure 4-24 : Vue des échantillons fabriqués pour une épaisseur de couche de (a) 120 μ m, (b) 150 μ m et (c) 180 μ m.	160
Figure 4-25 : Visualisation de la dénudation de la poudre par le flux de gaz au niveau du banc de la machine.	160
Figure 4-26 : Échantillons fabriqués pour une épaisseur de couche de 150 μ m. (a) Densité des échantillons réalisés avec la même combinaison paramétrique, avec les micrographies associées. Les barres d'échelle correspondent à 1000 μ m. (b) Rappel du positionnement des échantillons sur le plateau.	161
Figure 4-27 : Micrographie des échantillons n°2 (proche de l'admission du gaz) et n°4 (éloigné de l'admission du gaz) pour des épaisseurs de couche de 120, 150 et 180 μ m.	162
Figure 4-28 : Fabrications avec la stratégie de hachure à 0° et à $\pm 45^\circ$. Zoom sur les échantillons 2 et 5.	163
Figure 4-29 : Correspondance entre la puissance de la turbine (valeur renseignée sur la machine) et la vitesse du flux de gaz (valeur mesurée par le capteur).	164
Figure 4-30: (a) Disposition des échantillons sur le plateau (exemple de la fabrication avec $P_{turbine} = 20$ %). (b) Géométrie des échantillons 1 et 4 pour les différentes puissances de la turbine.	164

Figure 4-31 : Fabrication avec $P_{\text{turbine}} = 30\%$. Les barres d'échelle sur les micrographies sont égales à $1000\ \mu\text{m}$.

165

Figure 4-32 : (a) Photos de l'interaction lors des fabrications à $P_{\text{turbine}} = 20$ et 60% . (b) Micrographies correspondant aux échantillons les plus éloignés de l'admission du flux de gaz. Les barres d'échelle correspondent à $1000\ \mu\text{m}$.

165

Figure 4-33 : Plateaux fabriqués avec le mélange de poudres 30P2P4 et avec la poudre standard P2.

Micrographie des échantillons 1 et 5 pour chaque fabrication. Les barres d'échelle correspondent à $1000\ \mu\text{m}$.

166

Contribution à l'amélioration de la productivité du procédé de fusion laser sur lit de poudre à l'aide de mélanges de poudres

Fusion laser sur lit de poudre, Productivité, Mélange de poudres, Écoulement, Compaction, Étalabilité

Dans le domaine de la fabrication additive métallique, le procédé de fusion laser sur lit de poudre (PBF-LB) représente une grande part de l'activité industrielle. Les demandes auxquelles font face le procédé évoluent constamment et la demande de pièces de grande taille est en augmentation. Ces pièces peuvent atteindre une hauteur proche de la capacité maximale des machines. Ce type de fabrication représente un défi à la fois technique et financier, car il doit permettre d'exploiter pleinement les possibilités de conception offertes par ce procédé et maintenir une viabilité économique. Le procédé est actuellement entravé par une faible productivité, qui limite sa compétitivité pour de nombreuses applications. Afin de remédier à cet inconvénient, des innovations telles que les systèmes multi laser se développent s'avèrent cependant coûteuses. Une autre approche pour améliorer de la productivité consiste à optimiser le procédé dans des conditions d'épaisseur de couche plus importante. Un autre facteur clé du coût final des pièces est le prix des poudres utilisées. À l'heure actuelle, seule une faible fraction de la production de poudre par atomisation gazeuse est valorisée pour le procédé PBF-LB (environ 20 à 30 % en masse). Dans le cadre de la réalisation de pièces de grande hauteur, le volume de poudre à mobiliser constitue un coût en matière première élevé. Ce travail de thèse propose une démarche d'amélioration de la productivité basée sur une augmentation de l'épaisseur de couche. Cette augmentation de l'épaisseur de couche offre la possibilité d'utiliser des poudres de granulométrie plus importante et de valoriser des fractions aujourd'hui non utilisées pour le procédé. L'originalité de ces travaux réside dans l'utilisation de mélanges de poudres de même nature et de distribution de taille distinctes. L'utilisation de mélanges de poudres dans le procédé PBF-LB a nécessité une caractérisation de ses propriétés de compaction et d'écoulement au regard du ratio de taille et de la proportion des poudres constitutives. Deux types de mélanges ont été identifiés, avec un profil de cohésion dépendant du type de poudre fine utilisé. Le processus d'étalement des poudres a été étudié sur un banc expérimental, et une démarche de caractérisation a été proposée. Le comportement à l'étalement des mélanges de poudres a été étudié au regard du taux de couverture du plateau et de la hauteur de la couche de poudre déposée. Les résultats obtenus ont permis de conforter l'utilisation d'un mélange de poudres non-cohésives pour la réalisation de fabrication dans le procédé PBF-LB. Des fabrications ont été réalisées pour étudier la mise en œuvre de ce mélange de poudres. Ces fabrications ont permis d'identifier une combinaison de paramètres permettant la formation d'échantillons de densité supérieure à 99,5% à partir d'épaisseur de couche de 150 µm. La vitesse de construction atteint ainsi 15 cm³/h et le mélange de poudres utilisé est constitué à 70 % en masse d'une fraction granulométrique n'étant précédemment pas valorisée pour le procédé.

Contribution to the improvement of the laser powder bed fusion process productivity using powder blends

Laser powder bed fusion, Productivity, Powder blend, Flowability, Packing, Spreadability

In the field of metal additive manufacturing, the powder bed fusion laser process (PBF-LB) constitutes a significant share of industrial activity. The demands placed on this process are continually evolving, with an increasing demand for large-sized components. These components can approach the maximum size capacity of the machines. Such manufacturing poses both technical and financial challenges as it must fully exploit the design capabilities offered by this process while maintaining economic viability. Currently, the process faces a limitation in its competitiveness for many applications due to its low productivity. To address this issue, innovations such as multi-laser systems are being developed, albeit at a significant investment cost. Another approach to enhance productivity involves optimizing the process with thicker powder layer conditions. Additionally, a key factor for the final components cost is the price of the powders used. Presently, only a small fraction of the gas atomized powder is utilized for the PBF-LB process, approximately 20 to 30% by mass. When producing tall components, the required volume of powder equals to a high material cost. This thesis work presents an approach aiming to improve productivity by increasing the layer thickness. This increased layer thickness provides the opportunity to use powders with larger particle sizes and make use of atomized fractions that are currently not employed in the process. What sets this research apart is its use of powder blends of the same nature but with distinct size distributions. Employing powder blends in the PBF-LB process required a characterization of their packing and flow properties in relation to the size ratio and proportion of the constituent powders. Two types of blends were identified, with a cohesion profile dependent on the type of fine powder used. The powder spreading process was studied on an experimental platform, and a characterization approach was proposed. The behavior of powder blends during spreading was examined in relation to the platform coverage rate and the height of the deposited powder layer. The results obtained provided support for the use of a blend of non-cohesive powders in the PBF-LB manufacturing process. Fabrication experiments were conducted to investigate the implementation of this powder blend, ultimately identifying a combination of parameters that allowed for the formation of components with a density exceeding 99,5% from a powder layer thickness of 150 µm. As a result, the construction speed reaches 15 cm³/h and the powder blend used consists of 70 % by mass of a coarse particle size fraction that was previously not utilized in the process.