HESAM UNIVERSITÉ

Arts et Métiers Sciences et Technologies

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR
[*PIMM* – Campus de *Paris*]

THÈSE

présentée par : **Guillaume NORDET**

soutenue le : **17 décembre 2021**

pour obtenir le grade de : Docteur d'HESAM Université

préparée à : **École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité : « **Mécanique et Matériaux** »

Fabrication additive de cuivre pur par fusion sélective laser

(Thèse confidentielle jusqu'au 17/12/2024)

THÈSE dirigée par M. PEYRE Patrice

Jury

M. Tiberiu MINEA, Professeur, Université Paris-Saclay	Président
M. Christophe DESRAYAUD, Professeur, Mines Saint-Etienne	Rapporteur
M. Marc THOMAS, Ingénieur de recherche HDR, ONERA	Rapporteur
M. Christophe COLIN, Enseignant chercheur, Mines de Paris	Examinateur
Mme. Emilie LE GUEN, Maitre de conférence, I2M Bordeaux	Examinatrice
M. Patrice PEYRE, Directeur de recherche, PIMM	Examinateur
M. Albin EFFERNELLI, Chef de projet, AddUp	Invité

THÈSE

Remerciements

J’aimerais remercier dans un premier mon directeur de thèse Patrice Peyre pour l’ensemble du travail effectué avec lui. Ses conseils, relectures et corrections tout au long de ces trois années ont permis de grandement améliorer le travail réalisé, les manuscrits et les articles. Ce travail ne serait pas allé au bout sans lui.

Très gros remerciements à l’ensemble des personnes de l’équipe LASER et du PIMM en général. J’ai adoré passer ses trois années au labo à faire les manips. Je remercie particulièrement Cyril GORNY et Frederic COSTE, ce fut un plaisir de partager 3,5 années d’essais sur la plateforme LASER avec vous. Merci aussi à Cherif SOW (dans un premier temps) puis de Pierre LAPOUGE (dans un second) pour leurs aides sur le banc FAIR. Enfin, merci à Socona TRAORE, Gwenaelle CHEBIL (super voisine de bureau), Yaasin MAYI et Julien RODRIGUES DA SILVA pour le partage du poste 4 que je ne rangeais pas forcément très bien. Bon courage à Julien DALIGAULT mon camarade du cuivre (en simulation cette fois) pas facile comme matériau.

Plus généralement je remercie tous les doctorants avec qui j’ai partagé ces trois années de thèses et des bons moments au labo : Maxime, Abbas, Olivier, Thibaut, Elise, Marine, Corentin, Lucas, Maxime, Selen, Jason … Sans oublier Vincent JACQUEMAIN et Agathe MOCELLIN avec qui j’ai passé de bon moment autour des repas du midi (Team KFC le mardi). Petit remerciement à Thierry MALOT qui a été mon cohabitant de bureau pendant le début de la thèse.

Un remerciement spécial pour Benoit DE-MONTEIRO-MERCIER qui a réalisé un bon stage de mesures physiques sur les pièces fabriquées sur le banc FAIR avec le laser vert.

J’en profite pour remercier toutes les personnes d’AddUp pour leur collaboration au cours de la thèse, et leurs questionnements sur le procédé qui ont pu nous faire avancer à des moments de blocage. Je remercie spécialement Albin EFFERNELLI, Etienne BLANCHET et Benjamin VAYRE.

Enfin cette thèse n’aurait pas été possible sans le soutien et le support de ma famille (Papa, maman, frangin …) de ma belle-famille et de mes amis. C’est évident mais merci pour tout Marie-Charlotte.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre du projet Ambition avec le financement de la BPI ainsi que des régions Ile-de-France et Auvergne-Rhône-Alpes.

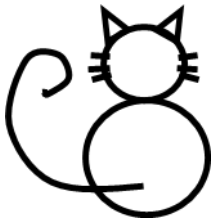
Pour moi l’expérimental a été la meilleure partie de la thèse. Je m’y suis beaucoup caser les dents mais aussi énormément amusé et cela devrait être le principal lorsque l’on travaille sur quelque chose.

Je finirais par une citation de Alan Alexander Milne présente dans un dessin animé qui résume bien le travail de thèse :

« Pense, pense, pense … »

C’est un peu ce que l’on fait tous les jours en thèse quand un problème se pose.

Et bien sûr un chat ^^



Tables des matières

REMERCIEMENTS **3**

TABLES DES MATIERES **4**

NOMENCLATURE **9**

INTRODUCTION **13**

CHAPITRE I : CONTEXTE ET ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES : LA FABRICATION ADDITIVE DU CUIVRE PUR **15**

I.1. GENERALITES SUR LA FABRICATION ADDITIVE **18**

I.1.1. HISTORIQUE ET IMPACT ECONOMIQUE **18**
I.1.2. FORCES ET FAIBLESSES DE LA FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE **18**
I.1.3. APPLICATIONS INDUSTRIELLES DE LA FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE **20**
I.1.4. LES PRINCIPES DE BASE DE LA FA **21**
I.1.5. LES PROCEDES DE FA ET LES MATERIAUX CONCERNES **23**
I.1.5.1. MATERIAUX MIS EN FORME 23
I.1.5.2. LES PROCEDES DE FA METALLIQUE 24

I.2. INTERACTION LASER-MATIERE ET PROCESSUS PHYSIQUES ASSOCIES **26**

I.2.1. GENERALITES **26**
I.2.2. ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER PAR UN METAL : APPLICATION AU CAS DU CUIVRE **27**
I.2.2.1. GENERALITES SUR L'ABSORPTION D'UNE LUMIERE LASER 27
I.2.2.2. MODELES D'ABSORPTION D'UNE LUMIERE LASER 29
I.2.2.3. ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER PAR LE CUIVRE 32
I.2.3. COMPORTEMENT DU MATERIAU AU COURS DE LA FUSION : APPLICATION AU CAS DU CUIVRE **35**
I.2.3.1. REGIMES DE FUSION : CONDUCTION THERMIQUE OU CAPILLAIRE DE VAPEUR (KEYHOLE) 35
I.2.3.2. ESTIMATION DE L'ABSORPTIVITE LASER EN REGIME DE *KEYHOLE* 37
I.2.3.3. HYDRODYNAMIQUE DES BAINS LIQUIDES METALLIQUES EN FUSION LASER 39
I.2.3.4. ORIGINE DES DEFAUTS ET INSTABILITES DE SOUDAGE EN MODE *KEYHOLE* 40
I.2.3.5. MODELES DE SOUDAGE - ESTIMATION DES PROFONDEURS FONDUES 41
III.2.3.6. CAS PARTICULIER DU CUIVRE 42

I.3. MISE EN ŒUVRE ET PRINCIPE PHYSIQUE DU PROCEDE SLM **44**

I.3.1. GENERALITES SUR LE PROCEDE SLM **44**
I.3.1.1. LES ETAPES DE CREATION D'UNE PIECE 44
I.3.1.2. LES PARAMETRES DU PROCEDE SLM 45
I.3.1.3. LES STRATEGIES DE BALAYAGE 47

I.3.2. MECANISMES PHYSIQUES IMPLIQUES LORS DE LA FUSION SLM 48
I.3.2.1. INTERACTION LASER-MATIERE SUR LIT DE POUDRE 48
I.3.2.2. PHENOMENES PHYSIQUES SPECIFIQUES AU PROCEDE SLM : EJECTIONS ET DENUDATION 50
I.3.2.3. DOMAINES DE STABILITE DES MONO-CORDONS REALISES SUR LIT DE POUDRE 52
I.3.3. ORIGINE DES POROSITES EN SLM 53
I.3.4. LES MICROSTRUCTURES DES PIECES ELABOREES PAR SLM 54
I.3.4.1. GENERALITES SUR LA SOLIDIFICATION D'UN CORDON DE FUSION 54
I.3.4.2. MICROSTRUCTURES D'UNE PIECE SLM 56

I.4. LA MISE EN ŒUVRE DU CUIVRE PAR FABRICATION ADDITIVE 57

I.4.1. GENERALITES SUR LE CUIVRE (DOMAINES D'APPLICATION, INTERET DE LA FABRICATION ADDITIVE) 57
I.4.2. SOUDABILITE LASER DU CUIVRE PUR 58
I.4.2.1. SOUDABILITE DU CUIVRE PAR LASER VERT 61
I.4.3. FABRICATION ADDITIVE DU CUIVRE ET DES ALLIAGES DE CUIVRE 62
I.4.3.1. FABRICATION PAR SLM DU CUIVRE PUR 62
I.4.3.2. SLM DES ALLIAGES DE CUIVRE 64
I.4.3.3. SEBM DU CUIVRE PUR 65
I.4.3.4. FABRICATION ADDITIVE DU CUIVRE PAR PROCEDES INDIRECTS 66

I.5. CONCLUSION : OBJECTIFS DE LA THESE 66

CHAPITRE II : MOYENS EXPERIMENTAUX ET MATERIAUX UTILISES 69

II.1. LES CONFIGURATIONS EXPERIMENTALES DE FUSION SLM 72

II.1.1. LA CONFIGURATION FAISCEAU LASER FIXE 72
II.1.1.1. LES DIFFERENTS ELEMENTS DU POSTE DE FUSION SLM FAISCEAU FIXE 72
II.1.1.2. L'ENCEINTE DE TRAVAIL 73
II.1.1.3. L'ETALEMENT DU LIT DE POUDRE 74
II.1.2. LA CONFIGURATION TETE SCANNER - FAISCEAU MOBILE (BANC FAIR) 75

II.2. LES LASERS UTILISES 75

II.2.1. LES LASERS IR 76
II.2.2. LES LASERS VERTS 77
II.2.3. LE LASER BLEU 78

II.3. LES DIAGNOSTICS TEMPS REEL 79

II.3.1. L'IMAGERIE RAPIDE HAUTE RESOLUTION 79
II.3.2. LA MESURE DE REFLECTIVITE PAR SPHERE INTEGRANTE 81
II.3.3. COLLECTE ET ANALYSE DES CONDENSATS DE VAPEUR 83

II.4. LES ANALYSES POST-MORTEM 84

II.4.1. PROFILOMETRIE OPTIQUE ET MECANIQUE : ETUDE DES ETATS DE SURFACE 84
II.4.2. MICROSCOPIE OPTIQUE : ANALYSE DES TAUX DE POROSITE ET DES MICROSTRUCTURES 85
II.4.2.1. PREPARATION METALLOGRAPHIQUE DES ECHANTILLONS 85
II.4.2.2. ANALYSE PAR MICROSCOPIE OPTIQUE 86
II.4.3. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE ET EBSD : ETUDE DES STRUCTURES DE SOLIDIFICATION 87
II.4.3.1. IMAGERIE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE 87
II.4.3.2. ANALYSES EBSD 88
II.4.4. MESURES DE MICRO-DURETE 89
II.4.5. MESURE DES DENSITES DES PIECES 90
II.4.6. MESURE DES PROPRIETES ELECTRIQUES 91

II.5. SIMULATIONS NUMERIQUES SUR COMSOL MULTIPHYSICS 91

II.6. LES POUDRES UTILISEES 92

II.6.1. LA POUDRE DE CUIVRE PUR 92
II.6.2. LES POUDRES REVETUES OU OXYDEES 94

II.7. CONCLUSION DU CHAPITRE II 98

CHAPITRE III : ETUDE DE L'INTERACTION LASER-CUIVRE EN SLM A DIFFERENTES LONGUEURS D'ONDE 99

III.1. ANALYSE DE L'ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER SUR CUIVRE PUR 102

III.1.1. MESURES DE REFLECTIVITE SUR CUIVRE PUR SOLIDE – CAS DE TIRS STATIQUES 102
III.1.1.1. RAPPEL DES CONDITIONS OPERATOIRES 102
III.1.1.1. MESURE DE L'ABSORPTIVITE EN FONCTION DE LA LONGUEUR D'ONDE ET COMPARAISON AVEC LE MODELE ANALYTIQUE DE (GUSAROV ET AL., 2009) 103
III.1.2. MESURES DE REFLECTIVITE SUR MONO-CORDONS – INFLUENCE DE L'ETAT DE LA MATIERE 104
III.1.2.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX : MESURES D'ABSORPTIVITE 104
III.1.2.2. COMPARAISON AVEC DES MODELES DE SOUDAGE 115

III.2. MISE EN ŒUVRE ET ANALYSE DE MONO-CORDONS SLM 117

III.2.1. DIAGRAMME DE STABILITE DES MONO-CORDONS 117
III.2.1.1. LONGUEUR D'ONDE 1070 NM 117
III.2.1.2. LONGUEURS D'ONDE 515 NM ET 532 NM (VERT) 118
III.2.1.3. LONGUEUR D'ONDE 450 NM (BLEU) 119
III.2.1.4. COMPARAISON DES DIFFERENTES LONGUEURS D'ONDE 119
III.2.2. ETUDE PAR IMAGERIE RAPIDE DES BAINS LIQUIDES 120
III.2.3. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS 122
III.2.3.1. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS SLM OBTENUS EN LASER IR 122
III.2.3.2. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS SLM OBTENUS EN LASER VERT 124
III.2.3.3. DISCUSSION SUR L'INFLUENCE DU LIT DE POUDRE 125
III.2.3.4. COMPARAISON DES DEUX LONGUEURS D'ONDE 127

III.2.3.5. Comparaison avec des modeles de soudage 129

III.3. MISE EN ŒUVRE DE SURFACES 2D PAR SLM 132

III.3.1. Mesures de reflectivite resolues en temps sur des surfaces 2D 132
III.3.1.1. Mesures de reflectivite sur des surfaces 2D dans l'IR (1080 nm) 132
III.3.1.2. Mesures de reflectivite sur surfaces 2D dans le vert (515 nm) 133
III.3.2. Discussion sur les surfaces 2D 135
III.3.3. La couche noire 136
III.3.3.1. Origine et mise en evidence 136
III.3.3.2. Analyse de la couche noire 138
III.3.4. Etude des ejections de matiere 139
III.3.4.1. Cas des mono-cordons 139
III.3.4.2. Analyse des ejectas lors de la fusion de surfaces 2D 142

III.4. EFFET D'UN REVETEMENT (NI OU C) OU D'UNE OXYDATION SUR LA FUSION SLM DU CUIVRE PUR PAR LASER IR 143

III.4.1. Proprietes d'absorptivite en fonction de la nature ou de l'epaisseur du revetement (Ni et C) 144
III.4.2. Mono-cordons et draps 2D 145
III.4.2.1. Effet d'un revetement de Nickel sur les poudres 145
III.4.2.2. Effet d'un revetement de Carbone 147
III.4.2.2.1. Essais avec revetement sur pleine tole 147
III.4.2.2.2. Essais de fusion laser IR avec poudre de cuivre revetue de carbone 148
III.4.3. Effet d'une oxydation des poudres 149
III.4.4. Bilan sur l'interet d'un revetement 150

III.5. CONCLUSION DU CHAPITRE III 150

CHAPITRE IV : FABRICATION PAR LE PROCEDE SLM DE PIECES 3D EN CUIVRE PUR 153

IV.1. OPTIMISATION DU PROCEDE SLM SUR CUIVRE PUR AVEC UN LASER IR 156

IV.1.1. Essais realises au PIMM 156
IV.1.1.1. Preambule : tenue au flux des optiques 156
IV.1.1.2. Conditions experimentales 157
IV.1.1.3. Influence des parametres du procede sur le taux de densification 158
IV.1.1.4. Influence de la taille des echantillons 159
IV.1.1.5. Analyses des ejectas 162
IV.1.1.6. Mesure thermique par camera IR 163
IV.1.1.7. Utilisation de poudres revetues 163
IV.1.1.8. Conclusion intermediaire sur la mise en œuvre d'une fusion SLM du cuivre par laser IR 1 kW sur le banc FAIR 164
IV.1.2. Essais realises chez AddUp 165
IV.1.2.1. Conditions experimentales pour la fabrication des pieces 3D 165

IV.1.2.2. Mono-cordons et surfaces sur pieces 3D 166
IV.1.2.3. Influence des parametres SLM sur le taux de densification (essais ADDUP) 168
IV.1.2.4. Influence des parametres du procede sur l'etat de la surface de fabrication 170
IV.1.2.5. Conclusion intermediaire sur les pieces realisees par AddUp 171
IV.1.3. Bilan des essais SLM sur cuivre pur dans l'IR (PIMM et ADDUP) 171

IV.2. OPTIMISATION DU PROCEDE SLM SUR CUIVRE PUR AVEC UN LASER VERT 172

IV.2.1. Conditions experimentales 172
IV.2.2. Influence des parametres du procede sur le taux de densification 172
IV.2.2.1. Influence de P, V, H et Δz 172
IV.2.2.2. Influence du taux de recouvrement entre cordons adjacents 174
IV.2.2.3. Influence de la taille des echantillons 176
IV.2.3. Influence des parametres du procede sur la morphologie des surfaces de construction 177
IV.2.4. Conclusion intermediaire sur la FA par SLM avec un laser vert 1 kW 178

IV.3. ETUDE DES MICROSTRUCTURES 178

IV.3.1. Microstructures des materiaux bruts de fabrication SLM 179
IV.3.1.1. Analyse micrographique 179
IV.3.1.2. Analyses EBSD 183
IV.3.2. Influence d'un traitement thermique 185
IV.3.2.1. Microstructures apres TT 186
IV.3.2.2. Microdurete 186
IV.3.2.3. Analyse par diffraction des rayons X 187
IV.3.3. Bilan sur les microstructures 189

IV.4. ANALYSE DE LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE DES PIECES SLM 189

IV.4.1. Bibliographie : relation conductivite electrique/densite 190
IV.4.2. Resultats experimentaux : conductivite electrique/porosite 191
IV.4.3. Influence du traitement thermique sur la conductivite electrique 192

IV.5. BILAN DU CHAPITRE IV : COMPARAISON VERT/IR 193

CONCLUSION DE LA THESE 195

RÉFÉRENCES 199

TABLE DES FIGURES 205

TABLEAUX 215

Nomenclature

Symbole	Unité	Signification
%D		Densité des pièces 3D
%p		Taux de porosité
A		Pourcentage d'énergie absorbée (taux d'absorptivité)
a	nm	Paramètre de maille
A_0		Absorptivité initiale du matériau
A_A		Absorptivité des effets de peaux anormaux
A_D		Absorptivité du modèle de Drude
A_{IB}		Absorptivité des transitions interbandes
A_{id}		Absorptivité des autres défauts et impuretés
A_m		Absorptivité de l'échantillon mesurée
A_{ox}		Absorptivité due à la présence d'oxyde
A_r		Absorptivité due à la rugosité
A_{ref}		Absorptivité connue de l'échantillon de référence
b	nm	Vecteur de Burgers des dislocations
β_R		Coefficient de recondensation
c	m/s	Vitesse de la lumière
C_p	$J.kg^{-1}.K^{-1}$	Capacité thermique massique (aussi appelée chaleur spécifique)
D	µm	Diamètre du faisceau (pour les faisceau Gaussien on considère le diamètre à $1/e^2$)
d_{hkl}	nm	Distance interatomique des plan cristallins (h k l)
e	C	Charge électronique
e	µm	Profondeur totale fondue d'un mono-cordon (associée ici à la profondeur du *keyhole*)
EBV	$J.m^{-3}$	Densité d'énergie de construction
FWHM	rad	Largeur des pics de rayons X
G		
H	µm	Ecart-vecteur (aussi nommé Hatch)
~~h~~	J.s	Constante de Planck
h_S	$J.m^{-3}$	Enthalpie de fusion
I	$W.m^{-2}$	Intensité transmise dans le matériau
I_0	$W.m^{-2}$	Intensité incidente du faisceau laser
K	$W.m^{-1}.K^{-1}$	Conductivité thermique
κ	$m^2.s^{-1}$	Diffusivité thermique
k_B	$m^2\ kg\ s^{-2}\ K^{-1}$	Constante de Boltzmann
k_λ		Partie imaginaire de l'indice optique
κ_λ		Coefficient de la partie imaginaire de l'indice optique
l	µm	Largeur des mono-cordons
L_0	V^2/K^2	Nombre de Lorentz
L_{abs}	nm	Epaisseur d'absorption du rayonnement laser
L_m	$J.kg^{-1}$	Chaleur latente de fusion
L_{th}	mm	Profondeur fondue ou affectée thermiquement
L_v	$J.kg^{-1}$	Chaleur latente de vaporisation

m, n		Paramètres de la Fonction de Péclet de Fabbro, 2020
m*	kg	Masse effective de l'électron
Ma		Nombre de Marangoni
M_{Cu}	$kg.mol^{-1}$	Masse molaire du cuivre
m_e	kg	Masse de l'électron
n_0	m^3	Densité d'électron de conduction
Na		Nombre d'Avogadro
n_e	m^3	Densité d'électron libre (électron de valence)
n_I		Nombre de photons émis par le faisceau incident
n_R		Nombre de photons réfléchis dans la sphère intégrante
n_λ		Partie réelle de l'indice optique
P	W	Puissance incidente du faisceau laser
P_{abl}	MPa	Pression d'ablation
P_{atm}	MPa	Pression atmosphérique
P_{dym}	MPa	Pressions dynamiques
Pe		Nombre de Peclet
Pr		Nombre de Prandtl
P_{recul}	MPa	Pression de recul
P_{sat}	MPa	Pression de vapeur saturante
P_{surf}	MPa	Pressions induites par les tensions de surfaces
R		Pourcentage d'énergie réfléchie (taux de réflectivité)
ρ	$kg.m^{-3}$	Masse volumique
Ra	µm	Rugosité arithmétique
Re		Nombre de Reynolds
R_{gp}		Constante des gaz parfait
R_m		Réflectivité de l'échantillon mesurée
R_{ref}		Réflectivité connue de l'échantillon de référence
S	mm^2	Surface
T		Pourcentage d'énergie transmise
T_m	K	Température de fusion
T_v	K	Température de vaporisation
U_m	V	Tension mesurée (Photodiode) pour l'échantillon à analyser
U_{ref}	V	Tension mesurée (Photodiode) pour l'échantillon de référence
V	m/s	Vitesse de balayage du laser
VED	$J.m^{-3}$	Densité d'énergie volumique
Vs		
α_{BL}		Coefficient de la loi de Beer-Lambert
Γ	$rad.s^{-1}$	Interaction phonon-électron
ΔH	$J.m^{-3}$	Enthalpie libre
Δz	µm	Epaisseur de couche (=descente de plateau sur les machines)
$\dot{\varepsilon}$		Ecart type de la déformation du réseau cristallin
$\bar{\varepsilon}$	$F.m^{-1}$	Permittivité diélectrique complexe
ε_0	$F.m^{-1}$	Permittivité du vide
ε_1	$F.m^{-1}$	Partie réelle de la permittivité diélectrique du matériau
ε_2	$F.m^{-1}$	Partie imaginaire de la permittivité diélectrique du matériau
θ_{hkl}	°	Angle de diffraction des rayons X (loi de Bragg)
λ	nm	Longueur d'onde du faisceau laser

μ_{visco}	$N.s.m^{-2}$	Viscosité dynamique
ρ_{dis}	m^{-2}	Densité de dislocation
σ	$N.m^{-1}$	Tensions de surface
σ_{el}	$S.m^{-1}$	Conductivité électrique
τ	ms	temps d'interaction entre le faisceau laser et la matière
χ		Rapport d'aspect (=e/D)
ω	$rad.s^{-1}$	Pulsation de l'onde laser incidente
ω_P	$rad.s^{-1}$	Pulsation de plasma électronique

FA	Fabrication Additive
SLM	Selective Laser Melting
IR	Infra-Rouge
TT	Traitement Thermique

Introduction

La fabrication additive (FA) rassemble des procédés innovants permettant de réaliser des pièces à géométrie complexe par ajout de matière couches après couches. Parmi ces procédés, les procédés de fusion sur lit de poudre, et en particulier le procédé de *Selective Laser Melting* (SLM), [1]font l'objet d'un fort intérêt industriel en raison de la bonne qualité géométrique des pièces avec, entre autres thématiques d'actualité, le développement d'une plus large gamme de matériaux imprimables.

Les métaux les plus couramment élaborés par fusion laser lit de poudre sont pour l'instant des matériaux non fissurant et absorbant bien le rayonnement IR comme les superalliages (base Nickel, Co-Cr ...), les aciers (inoxydables austénitiques, Maraging), les alliages de titane, et quelques nuances d'alliages d'aluminium de fonderie (AlSi7, AlSi12).

Le cuivre et ses alliages occupent pour l'instant une place mineure dans la gamme de matériaux de la FA par fusion laser lit de poudre, en raison de certaines propriétés physiques qui limitent leur fabricabilité :

- Une conductivité thermique élevée qui dissipe rapidement l'énergie apportée
- Une forte réflectivité optique dans l'IR qui limite l'efficacité du couplage laser-matière.

Cette haute conductivité thermique/électrique du cuivre en fait cependant un matériau intéressant à fabriquer par FA pour les secteurs de la distribution d'énergie, de l'automobile ou de l'aérospatial pour augmenter les possibilités de fabrication et de conception et développer des composants plus performants. L'impression 3D de cuivre ou d'alliage de cuivre facilite également la personnalisation des pièces, offrant de nouvelles perspectives pour l'industrie du luxe.

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre du projet FUI Ambition. Ce projet collaboratif de recherche et développement associe de grands industriels (Schneider Electric, ESI, Varinor, LIFCO, PSA et AddUp) et des laboratoires de recherche (PIMM, SIMAP, LPGP, G-SCOP et LERMPS) pour évaluer la faisabilité et les conditions de succès technico-économique d'une impression 3D sur lit de poudre de cuivre, d'alliage de cuivre et de métal précieux.

Dans ce cadre, nous nous sommes intéressés lors de cette étude à la problématique de la fusion laser de cuivre pur et plus spécifiquement à l'utilisation du procédé de *Selective Laser Melting* (SLM). La thèse a été effectuée dans le cadre d'une bourse CIFRE entre l'industriel AddUp et le laboratoire PIMM des Arts et Métiers, tous les deux acteurs du projet FUI.

Les travaux sont organisés et présentés en 4 chapitres :

- Chapitre I : Contexte et éléments bibliographiques : la fabrication additive du cuivre pur
- Chapitre II : Moyens expérimentaux et matériaux utilisés
- Chapitre III : Etude de l'interaction laser-cuivre en SLM à différentes longueurs d'onde
- Chapitre IV : Fabrication par le procédé SLM de pièces 3D en cuivre pur

[1] Selon la normalisation actuelle, le terme SLM (Selective Laser Melting), qui correspond à une marque déposée, est censé ne plus être utilisable et être remplacé par L-PBF (laser Powder Bed Fusion). Néanmoins, nous avons choisi, pour des raisons de simplicité de le conserver tout au long du mémoire.

Chapitre I :

Contexte et éléments bibliographiques : la fabrication additive du cuivre pur

Plan du chapitre I

I.1. GENERALITES SUR LA FABRICATION ADDITIVE 18

I.1.1. HISTORIQUE ET IMPACT ECONOMIQUE 18
I.1.2. FORCES ET FAIBLESSES DE LA FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE 18
I.1.3. APPLICATIONS INDUSTRIELLES DE LA FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE 20
I.1.4. LES PRINCIPES DE BASE DE LA FA 21
I.1.5. LES PROCEDES DE FA ET LES MATERIAUX CONCERNES 23
I.1.5.1. MATERIAUX MIS EN FORME 23
I.1.5.2. LES PROCEDES DE FA METALLIQUE 24

I.2. INTERACTION LASER-MATIERE ET PROCESSUS PHYSIQUES ASSOCIES 26

I.2.1. GENERALITES 26
I.2.2. ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER PAR UN METAL : APPLICATION AU CAS DU CUIVRE 27
I.2.2.1. GENERALITES SUR L'ABSORPTION D'UNE LUMIERE LASER 27
I.2.2.2. MODELES D'ABSORPTION D'UNE LUMIERE LASER 29
I.2.2.3. ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER PAR LE CUIVRE 32
I.2.3. COMPORTEMENT DU MATERIAU AU COURS DE LA FUSION : APPLICATION AU CAS DU CUIVRE 35
I.2.3.1. REGIMES DE FUSION : CONDUCTION THERMIQUE OU CAPILLAIRE DE VAPEUR (KEYHOLE) 35
I.2.3.2. ESTIMATION DE L'ABSORPTIVITE LASER EN REGIME DE *KEYHOLE* 37
I.2.3.3. HYDRODYNAMIQUE DES BAINS LIQUIDES METALLIQUES EN FUSION LASER 39
I.2.3.4. ORIGINE DES DEFAUTS ET INSTABILITES DE SOUDAGE EN MODE *KEYHOLE* 40
I.2.3.5. MODELES DE SOUDAGE - ESTIMATION DES PROFONDEURS FONDUES 41
I.2.3.6. CAS PARTICULIER DU CUIVRE 42

I.3. MISE EN ŒUVRE ET PRINCIPE PHYSIQUE DU PROCEDE SLM 44

I.3.1. GENERALITES SUR LE PROCEDE SLM 44
I.3.1.1. LES ETAPES DE CREATION D'UNE PIECE 44
I.3.1.2. LES PARAMETRES DU PROCEDE SLM 45
I.3.1.3. LES STRATEGIES DE BALAYAGE 47
I.3.2. MECANISMES PHYSIQUES IMPLIQUES LORS DE LA FUSION SLM 48
I.3.2.1. INTERACTION LASER-MATIERE SUR LIT DE POUDRE 48
I.3.2.2. PHENOMENES PHYSIQUES SPECIFIQUES AU PROCEDE SLM : EJECTIONS ET DENUDATION 50
I.3.2.3. DOMAINES DE STABILITE DES MONO-CORDONS REALISES SUR LIT DE POUDRE 52
I.3.3. ORIGINE DES POROSITES EN SLM 53
I.3.4. LES MICROSTRUCTURES DES PIECES ELABOREES PAR SLM 54
I.3.4.1. GENERALITES SUR LA SOLIDIFICATION D'UN CORDON DE FUSION 54
I.3.4.2. MICROSTRUCTURES D'UNE PIECE SLM 56

I.4. LA MISE EN ŒUVRE DU CUIVRE PAR FABRICATION ADDITIVE 57

I.4.1. GENERALITES SUR LE CUIVRE (DOMAINES D'APPLICATION, INTERET DE LA FABRICATION ADDITIVE) 57
I.4.2. SOUDABILITE LASER DU CUIVRE PUR 58

I.4.2.1. SOUDABILITE DU CUIVRE PAR LASER VERT 61
I.4.3. FABRICATION ADDITIVE DU CUIVRE ET DES ALLIAGES DE CUIVRE 62
I.4.3.1. FABRICATION PAR SLM DU CUIVRE PUR 62
I.4.3.2. SLM DES ALLIAGES DE CUIVRE 64
I.4.3.3. SEBM DU CUIVRE PUR 65
I.4.3.4. FABRICATION ADDITIVE DU CUIVRE PAR PROCEDES INDIRECTS 66

I.5. CONCLUSION : OBJECTIFS DE LA THESE 66

I.1. Généralités sur la fabrication Additive

I.1.1. Historique et impact économique

Les technologies de fabrication additive sont considérées comme très récentes, avec le premier brevet déposé aux Etats-Unis en 1967 (WOHLERS, 2018). Concrètement, la fabrication additive (FA) ne devient une réalité commerciale qu'à partir de 1987 avec le procédé de stéréolithographie et les procédés de dépôts de fil fondu (WOHLERS, 2018). Les pièces fabriquées, généralement en polymères, sont alors essentiellement des prototypes de démonstrations (maquettage) et non des pièces fonctionnelles, avec des propriétés mécaniques moins bonnes que celles obtenues avec les moyens de fabrication usuels en raison des faibles densités résiduelles. Finalement, ce n'est qu'à partir des années 2000 que les procédés de FA, et en particulier les procédés métalliques, ont réellement commencé à se développer pour la fabrication de pièces fonctionnelles (WOHLERS, 2018).
Sur les 20 dernières années, le marché de la fabrication additive, incluant la production de machines et de services, n'a cessé d'augmenter. Ce marché représentait en 2018, 9.3 milliards de dollars, avec sur les dernières années (2014-2017) une croissance moyenne de 24.9 %. Le rapport Wohlers 2020 estime le marché global de la fabrication additive pour l'année 2019 à 11,8 milliards de dollars, soit une croissance de 21,2 %

I.1.2. Forces et faiblesses de la fabrication additive métallique

Pour rappel, les moyens de fabrication de pièces métalliques ou polymères peuvent se décomposer en quatre catégories :

- Moulage - fonderie
- Mise en œuvre par déformation (à chaud ou à froid) : laminage, étirage, forgeage, extrusion
- Fabrication soustractive (par enlèvement de matière) : usinage mécanique, usinage laser
- Fabrication additive (par ajout de matière)

Par rapport aux autres procédés de fabrication, la FA possède de nombreux avantages largement mis en avant par ailleurs (PIPAME et al., 2017) (INSA Rouen, 2015):

- Moins de contraintes géométriques : elle autorise une plus grande liberté de forme et la réalisation de pièces impossibles à obtenir avec les autres procédés.
- La personnalisation des pièces : la fabrication étant généralement directe (de la matière première à la pièce finale, sans ré-usinage), la personnalisation peut se faire directement au niveau du fichier CAO sans adaptation de la stratégie d'usinage.
- La réduction des zones assemblées : la FA permet de limiter le nombre de pièces assemblées (soudées, rivetées, vissées, collées) permettant de répondre à un cahier des charges donné en construisant souvent la pièce d'un seul tenant. Ces zones étant considérées comme critiques mécaniquement, la suppression des interfaces est un réel point positif.

- La facilité à passer de la conception au prototype : la FA permet de réduire les étapes entre la conception et la pièce finale, ce qui permet une simplification des étapes de conception.
- La minimisation de la perte de matière, surtout par rapport à l'usinage (absence de copeaux)
- La réduction de la masse des pièces et de la quantité de matière nécessaire à leur fabrication. L'optimisation topologique (Figure I. 1), qui a pour but de mettre de la matière uniquement aux endroits nécessaires pour le bon fonctionnement de la pièce (« *la juste matière au bon endroit* »), permet de réduire la masse des pièces sans affecter leurs caractéristiques mécaniques. La liberté de forme apportée par les procédés de FA permet alors de fabriquer des géométries complexes souvent impossibles à fabriquer par les autres procédés.

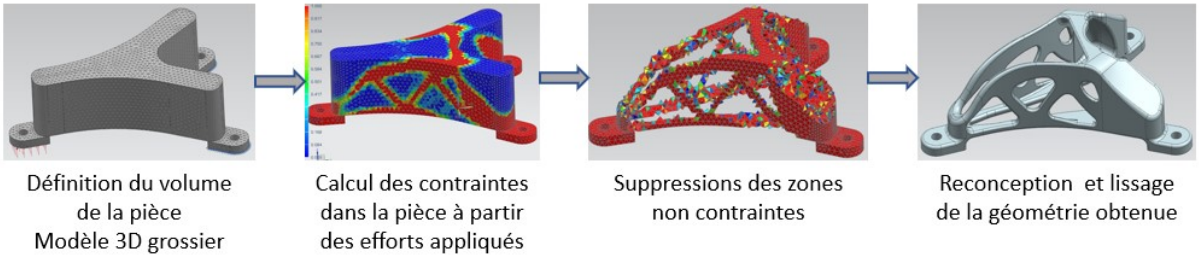


Figure I. 1 : Principe de l'optimisation topologique avec les grandes étapes de conception associées ("L'optimisation topologique pour l'impression 3D," 2016)

Les procédés de FA présentent cependant un certain nombre d'inconvénients qui limitent leur déploiement industriel :

- En raison du temps d'élaboration souvent important par rapport aux procédés usuels, ils sont rarement compétitifs pour la fabrication de grandes séries. La FA est donc majoritairement utilisée pour de petites séries, et pour des pièces personnalisées (cas des prothèses dentaires élaborées par fusion laser lit de poudre). Toutefois, il convient d'intégrer le cycle de production global pour estimer l'intérêt économique de la FA par rapport aux procédés usuels. Par exemple, la fonderie permet d'élaborer très rapidement un grand nombre de pièces moulées de géométrie équivalente, mais en cas de modification géométrique, l'élaboration des nouveaux moules de fonderie prend du temps …
- Les dimensions des pièces fabricables sont limitées par les tailles des machines actuelles. Même si ces dernières évoluent (les volumes de fabrication maximaux des machines SLM actuelles sont de l'ordre de ~ 50 x 50 x 50 cm actuellement), des problèmes technologiques viennent se rajouter dans l'élaboration de pièces massives de grande taille (contraintes thermiques, difficultés de manutention, contamination des enceintes…), qui sont encore peu traités aujourd'hui.
- La technologie, récente et évolutive, est soumise à une obsolescence rapide des machines et souvent d'une méconnaissance des procédés de FA par les concepteurs eux-mêmes. Les pièces conçues le sont souvent avec les contraintes des procédés usuels (usinage ou moulage) sans tenir compte des possibilités de la FA. Le Design for Additive Manufacturing (DFAM) prend ici toute sa place (François, 2020). Dans le même registre, les techniques étant récentes, elles demandent une formation assez poussée des utilisateurs.
- La sécurité des utilisateurs est un problème récurrent. C'est le cas de l'utilisation des poudres métalliques fines (< 100 µm) faciles à inhaler qui nécessitent la mise en place de protection dédiées (masques filtrants, combinaisons, gants). C'est également le cas des rayonnements laser utilisés en L-PBF ou en DED, invisibles à l'œil nu (souvent dans le proche IR), mais de classe IV, donc très dangereux pour les opérateurs lors d'expositions directes. Même si la grande majorité des machines isolent l'opérateur du rayonnement laser, les risques ne sont jamais complètement absents, en particulier lors de développements spécifiques.

- Le nombre de matériaux fabricables, bien qu'en constante augmentation, reste réduit (faible nombre de fils et surtout de poudres métalliques disponibles sur catalogue).

La *Figure I. 2* permet de résumer les forces et faiblesses des technologies de FA.

Forces	**Faiblesses**
• Géométrie de pièces complexes : structures lattices ; optimisation topologique • Personnalisation des pièces • Technologie innovante • Adapté aux petites séries	• Inadapté à la fabrication de grandes séries : fabrication assez lente • Technologie récente (méconnue des concepteurs, coûts élevés)
Opportunités	**Menaces**
• Nombre de matériaux fabricables en augmentation • Nouvelles opportunités de conceptions : des formes impossibles à réaliser en usinage ou en moulage • Variations continues de propriétés fonctionnelles (pièces avec gradient de composition chimique)	• Obsolescence des machines due aux développements rapides de nouvelles technologies • Peu de normes et de certifications existantes

Figure I. 2 : Diagramme SWOT des procédés de fabrication additive

I.1.3. Applications industrielles de la fabrication additive métallique

La FA, tous procédés confondus, est en fort développement dans de nombreux domaine industriels tels que :

- Le domaine aérospatial avec, par exemple, la fabrication de moteurs spatiaux Aurora (AddUp WebSite, 2020). La technique permet de fabriquer des pièces complexes d'un seul bloc, de réduire le nombre de pièces (de mille à une !) et les problèmes d'étanchéité dus à l'assemblage. Le moteur possède de plus de petits canaux internes dont la création n'est possible que grâce à la FA (Figure I. 3-a).
- L'industrie du moule et de l'outillage. La FA a ainsi été développée par Michelin (puis par AddUp) à l'origine pour développer des pneus plus performants en créant par fabrication additive des formes de lamelles rentrant dans la fabrication des moules (AddUp WebSite, 2020; "TOP 5 des vidéos de la semaine," 2018). Les lamelles ainsi fabriquées ont des formes plus complexes que celles issues de procédés classiques (usinage ou matriçage).
- Le secteur de l'énergie avec la fabrication d'échangeurs thermiques possédant des canaux internes (Figure I. 3-b-c) (AddUp WebSite, 2020), mais aussi la fabrication de pièces de remplacement unitaires dans des centrales nucléaires (AddUp WebSite, 2020)
- Le médical et le paramédical pour la fabrication de prothèses personnalisables au patient et d'outils (prothèses dentaires, prothèses de hanches, implants maxillo-faciaux).
- Le luxe et plus globalement l'industrie de la mode pour fabriquer des pièces aux formes originales, dotées d'un esthétisme nouveau.



Figure I. 3 : Exemples de pièces réalisées par AddUp (a) vision des canaux internes du moteur spatial Aurora, (b) échangeur thermique, (c) échangeur-réacteur de méthanation

I.1.4. Les principes de base de la FA

La fabrication additive consiste à créer couches par couches des pièces physiques à partir d'un modèle 3D numérique. Le cheminement pour obtenir une pièce est illustré par la Figure I. 4. Les étapes de la fabrication d'une pièce de la CAO à l'obtention de la pièce finale sont alors les suivantes (AddUp WebSite, 2020) :

- Conception CAO de la pièce avec création d'un fichier STL
- Positionnement dans le logiciel d'impression 3D
- Création des supports utiles à la fabrication (lorsque nécessaire, ce qui n'est pas le cas par exemple, du procédé lit de poudre de *Metal Binder Jetting*)
- Tranchage (*slicing*) de la pièce pour définir les couches de fabrication, nettoyage du fichier numérique, définition des paramètres et des stratégies de fabrication
- Fabrication de la pièce par le procédé choisi
- Récupération de la pièce (désolidarisation des plateaux-substrats) et enlèvement des supports
- Contrôle géométrique post fabrication
- Opérations de post-traitements de la pièce : ré-usinage éventuel des parties fonctionnelles, traitements de surface (par voie mécanique, chimique, électrochimique), traitement thermique (qui peut également être pratiqué avant désolidarisation, par exemple en SLM/L-PBF), traitements thermomécaniques (Compaction isostatique à chaud CIC …) …

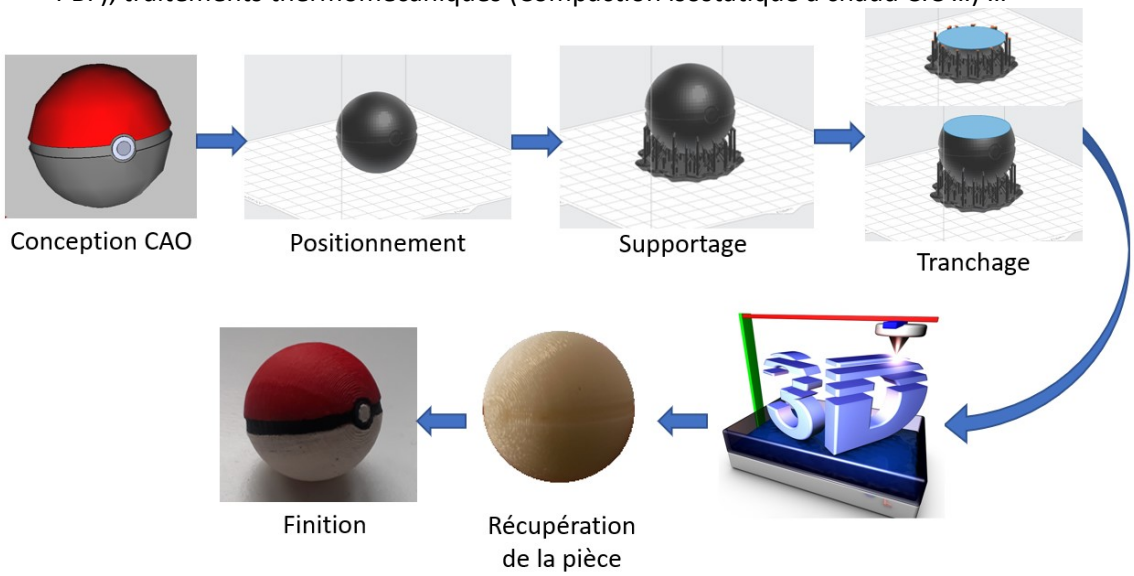


Figure I. 4 : Etapes de la fabrication d'une pièce par un procédé de FA : de la CAO à la pièce finale

Ces différentes étapes sont un peu plus détaillées dans ce qui suit.

Le modèle 3D est issu d'une conception numérique à l'aide d'un logiciel de CAO. Pour pouvoir être fabriquée sur les machines, la pièce doit être enregistrée dans un format numérique dédié,

généralement le format STL comme *stereolithography*. Ce format enregistre une discrétisation et un maillage de la surface de la pièce 3D sous forme de triangles et de vecteurs normaux à ces triangles. La position des points est enregistrée et permet au logiciel de reconstruire dans le logiciel d'impression 3D la forme de la pièce.

Dans le logiciel d'impression 3D, le fichier numérique de la pièce est positionné sur le plateau de fabrication de la machine et orienté pour pouvoir créer les supports nécessaires à la fabrication de la pièce. Le supportage de la pièce, quoique non systématique, est souvent primordial pour la réalisation de la pièce par fabrication additive, et en tout cas par le procédé SLM qui fait l'objet de cette thèse. Ces supports ont plusieurs vocations : (1) rendre solidaire la pièce du plateau de construction pour la rigidifier lors de la construction et éviter qu'elle ne bouge sous l'effets des déformations-contraintes thermiques ou au contact du rouleau-racleur, (2) favoriser la dissipation de la chaleur, en particulier dans les zones en surplomb afin d'homogénéiser l'état de la matière. Le positionnement adéquat de la pièce et son orientation par rapport au plateau permettent alors de réduire la présence des supports, dont l'enlèvement mécanique (découpe fil ou pince) constitue une étape longue et potentiellement préjudiciable aux états de surface et aux propriétés d'usage. Concrètement, le supportage est imposé au-delà d'un angle d'inclinaison seuil de la pièce par rapport à la verticale = direction de fabrication, qui varie entre 40° et 70° selon les matériaux, les procédés et (pour les procédés lit de poudre) l'état de compacité du lit. Ainsi, les nouvelles générations de machines SLM utilisant des rouleaux favorisant un bon degré de compaction (ex : FORM'Up 350 de ADDUP), peuvent permettre d'éviter le supportage pour des angles proches de 90°.

Une fois les supports créés, le logiciel tranche la pièce en couches d'épaisseur généralement constante (entre 20 µm et 1 mm) définie par l'utilisateur ou conditionnée par le procédé. Du fait de la fabrication couche par couche, les surfaces de la CAO initiale non parallèles au sens de fabrication sont discrétisées par la superposition des couches (Figure I. 5). Cela entraîne un « l'effet escalier » qui vient s'ajouter à la rugosité naturelle issue des agglomérations de grains de poudre ou des ménisques des zones fondues. Plus la couche créée sera fine, plus le contour externe des pièces pourra être respecté lors de la fabrication. On a donc un impact important de l'épaisseur de couche Δz et de l'angle d'inclinaison θ dans la rugosité moyenne R_a de la pièce finale, comme défini par (Strano et al., 2013) dans la formulation simplifiée suivante.

$$R_a = \frac{1}{4} . \ \Delta z \, . \cos(\theta) \qquad \text{(I.1)}$$

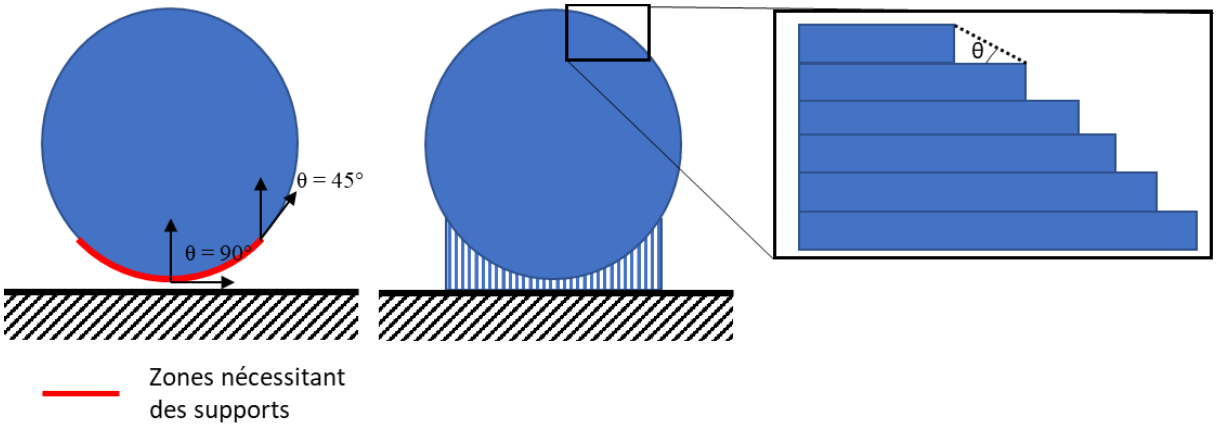


Figure I. 5 : Zones ayant besoin de support et effet escalier des pièces obtenues en fabrication additive

Une fois la pièce fabriquée, les supports sont enlevés, et la pièce est désolidarisée du plateau. La suppression du support peut se faire soit mécaniquement - le support est alors cassé ou découpé - soit chimiquement (un bain de soude peut par exemple permettre de dissoudre le support lorsqu'il n'est

pas réalisé dans le même matériau que la pièce fabriquée). Des traitements thermiques de détensionnement peuvent également être réalisés juste avant l'étape de désolidarisation, dans le but de supprimer les contraintes résiduelles issues des cycles thermiques imposés par le procédé.

Les étapes de finition sont ensuite menées par aboutir à la pièce finale. Dans le cadre des procédés de mise en forme utilisant des poudres, les pièces peuvent subir les post-traitements suivants :

- Un sablage pour supprimer les traces résiduelles du support ou atténuer l'effet escalier, mais également enlever les grains de poudres mal fondus incrustés à la surface de la pièce.
- Un polissage qui peut être laser ou mécanique pour améliorer l'état de surface de la pièce. Ce dernier peut être complexe sur certaines parties des pièces issues de FA (canaux internes, zones d'accès difficile), ce qui présente encore aujourd'hui un challenge technologique majeur.
- Un ré-usinage de certaines parties fonctionnelles de la pièce.
- Des traitements thermiques ou thermomécaniques (Compaction Isostatique à Chaud) destinés respectivement à homogénéiser la microstructure dans le cas des métaux, ou à densifier la pièce par réduction du nombre de porosités.

I.1.5. Les procédés de FA et les matériaux concernés

I.1.5.1. Matériaux mis en forme

La fabrication additive permet de mettre en forme un nombre croissant de matériaux (Senvol, 2020). On distingue deux types de matériaux majoritairement mis en forme par les procédés de FA : les polymères et les métaux, les céramiques étant encore assez peu représentées. Les polymères sont principalement utilisés dans les imprimantes 3D dites de bureau pour des applications de maquettage (petites pièces sans critère de résistance mécanique). On y retrouve donc une forte utilisation des thermoplastiques : PA, ABS, PLA et des élastomères : TPU. L'évolution du nombre de polymères fabricables par FA est résumée dans la Figure I. 6-a.

Les métaux élaborés par FA sont majoritairement des aciers (inoxydables ou à outils), des alliages de titane (surtout Ti-6Al-4V) ou de nickel (Inconel 625, Inconel 718 …), et des alliages d'aluminium (essentiellement alliages de fonderie de type Al-Si). L'évolution du nombre de métaux fabricables par FA est résumée en Figure I. 6-b. A ce niveau, les alliages de cuivre, au même titre que les métaux précieux (or, argent) restent pour l'instant assez minoritaires au sein du catalogue de matériaux proposés en fabrication additive. L'une des explications à cet état de fait, comme nous le verrons plus loin, tient aux propriétés atypiques du cuivre.

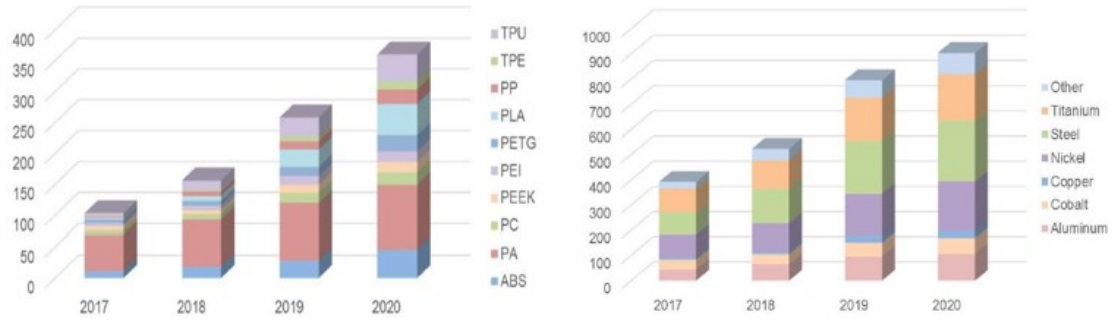


Figure I. 6 : Evolution du nombre de polymères (a) et métaux (b) fabricable par FA (Senvol, 2020)

Comme évoqué ci-dessus, ces deux familles (métaux et polymères) représentent la grande majorité (89%) des matériaux proposés sur le marché de la FA, le reste étant composé de sables, utilisés pour la

conception de moule pour la fonderie, de cires, de céramiques et de matériaux composites (Senvol, 2020).

Les procédés utilisant des poudres, et en particulier les procédés de fusion sur lit de poudre (*Powder Bed Fusion* PBF), sont ceux offrant la plus grande flexibilité dans le choix de matériaux métalliques. Les matériau polymères sont eux principalement réalisés par photopolymérisation (VPP) et par extrusion (MEX) en se basant sur les données Tableau I. 1 du site Senvol Database (Senvol, 2020).

	BJT	DED	MEX	MJT	PBF	SHL	VPP	Total
Ceramic	3	1	6				24	34
Composite	5	5	106		62	2	12	191
Metal	58	176	7		804	18		904
Polymer	3		412	63	125		492	1095
Sand	5							5
Wax			1	2			13	16
Total	36	60	532	65	831	20	541	2245

Source: Senvol Database™

Tableau I. 1 : Répartition de nombre de matériaux fabricables en fonction du procédé de FA utilisé BJT : Binder Jetting ; DED : Direct Energy Deposition ; MEX : Material Extrusion ; MJT : Metal jetting ; PBF : Powder Bed Fusion SHL : Sheet Lamination ; VPP : Vat Photopolymerization (Senvol, 2020)

I.1.5.2. Les procédés de FA métallique

La norme ISO/ASTM 52900 (Norme ISO, 2015) définit les termes généraux liés à la fabrication additive. Cette norme discerne sept procédés de fabrication additive détaillés ci-dessous. Avant la fabrication, les matériaux sont sous trois formes (poudre, liquide ou solide) qui dépendent du type de procédé (PIPAME et al., 2017). On discerne 7 familles de procédés de FA qui sont les suivants :

- BJT : Binder Jetting (Projection de liant)
- DED : Direct Energy Deposition (Dépôt sous énergie concentrée)
- MEX : Material Extrusion (Extrusion de matière)
- MJT : Metal jetting (Projection de matière)
- PBF : Powder Bed Fusion (Fusion de lit de poudre)
- SHL : Sheet Lamination (Laminage de feuille)
- VPP : Vat Photopolymerization (Photopolymérisation)

Les métaux sont pour leur part principalement mis en forme à partir de procédés utilisant de la poudre, comme les procédés PBF, DED_p, MBJ ou du fil (procédé WAAM).

Ces procédés sont détaillés ci-dessous en fonction du matériau d'apport.

- Procédés métalliques utilisant de la poudre :
    - Fusion sur lit de poudre (Powder Bed Fusion) :

Une source d'énergie thermique (laser, faisceau d'électron) fond de manière sélective certaines zones d'un lit de poudre pré-étalé, par rouleau ou racleur. Les procédés de fusion sur lit de poudre sont séparés en sous-catégories suivant que la poudre est fondue par un laser (SLM *Selective Laser Melting* ou L-PBF *Laser Powder Bed Fusion*), par un faisceau d'électron (EBM *Electron Beam Melting* ou E-PBF *Electron Powder Bed Fusion*) ou frittée par un laser (SLS).

    - Dépôt de matière sous énergie concentrée (Direct Energy Deposition DED_p) :

Une source d'énergie (laser) focalisée fond les poudres pendant leur dépôt. Ce procédé utilise la projection de poudres chauffées et fondues qui sont déposées par une buse vers la pièce à fabriquer. La poudre est alors fondue par la source thermique. Les procédés sont classés en sous-catégories suivant la nature de la source thermique (Laser, faisceau d'électron ou arc plasma). Dans la même catégorie DED, on retrouvera plus loin les procédés utilisant du fil (DED_w).

- Projection de liant (Binder Jetting = BJT ou MBJ *Metal Binder Jetting*) :

Un agent de liaison liquide (liant) est déposé de manière sélective pour coaguler des matériaux poreux. Dans ce procédé il n'y a pas de fusion de la poudre. La nature du liant et sa mise en forme définissent les sous-catégories du procédé.

Le Tableau I. 2 résume les procédés utilisant la poudre comme matériau de base.

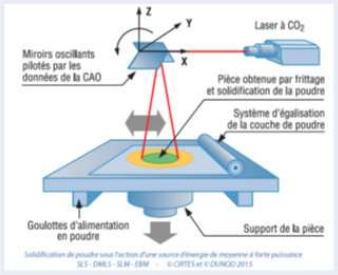
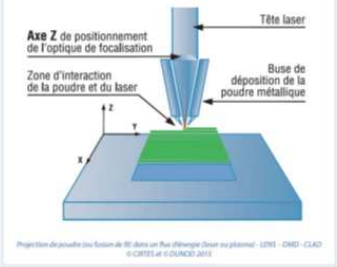
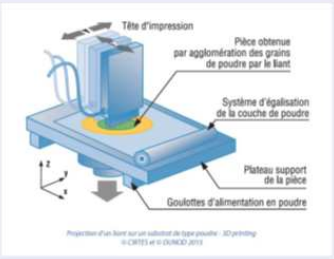
Procédés utilisant un matériau de base sous forme de poudre			
Procédé	Fusion sur lit de poudre	Dépôt de matière sous énergie concentrée	Projection de liant
Illustration du procédé			
Technologie	SLS ; SLM ; EBM	DMD ; LENS ; SLC ; LPD	ExOne ; Voxeljet

Tableau I. 2 : Procédés de FA utilisant un matériau de base sous forme de poudre (Barlier and Bernard, 2015)

- Procédés métalliques utilisant de la matière solide
  - DED_w (Direct Energy Deposition – wire)

Contrairement à son équivalent avec poudre projetée, la matière est ici déposée sous forme de fil, et fondue par un laser (WLAM *Wire and Laser Additive Manufacturing*), un faisceau d'électrons ou un arc électrique (WAAM *Wire and Arc Additive Manufacturing*), cette dernière technologie étant la plus développée actuellement. L'un de ses principaux avantages de la technologie WAAM est sa productivité, qui lui permet d'élaborer des structures de grande taille dans des temps compatibles avec les critères industriels (exemple : pale de bateau réalisée à l'Ecole Centrale de Nantes : Figure I. 7).

- Extrusion de matière (Material Extrusion) :

Une buse ou un orifice permet de distribuer de manière sélective le matériau. Le matériau de base dans ce procédé est un fil de diamètre connu qui définit l'épaisseur d'une couche. Le fil est alors chauffé par effet joule pour permettre de le modeler sur la couche précédente. Il n'y a donc pas de fusion du matériau dans ce procédé.

La fabrication de Cuivre par un procédé d'extrusion de matière a déjà été démontrée (Kumar et al., 2017) mais peu documentée. Les procédés d'extrusion utilisant un fil sont souvent moins précis que les procédés de fusion sur lit de poudre.

- Strato-conception (Sheet Lamination) :

Il s'agit d'un procédé dans lequel des couches de matériau, issue de plaques découpées, sont liées les unes aux autres pour former un objet 3D. Ce procédé, au même titre que le précédent, reste minoritaire au sein des matériaux métalliques.

Ce bref tour d'horizon des procédés additifs métalliques montre bien que la principale source d'énergie utilisée actuellement est le laser (L-PBF, DED_p, WLAM). Par ailleurs, cette thèse étant dédiée à la FA du cuivre par L-PBF, le prochain paragraphe présente les principaux éléments régissant l'interaction laser-matière en FA.

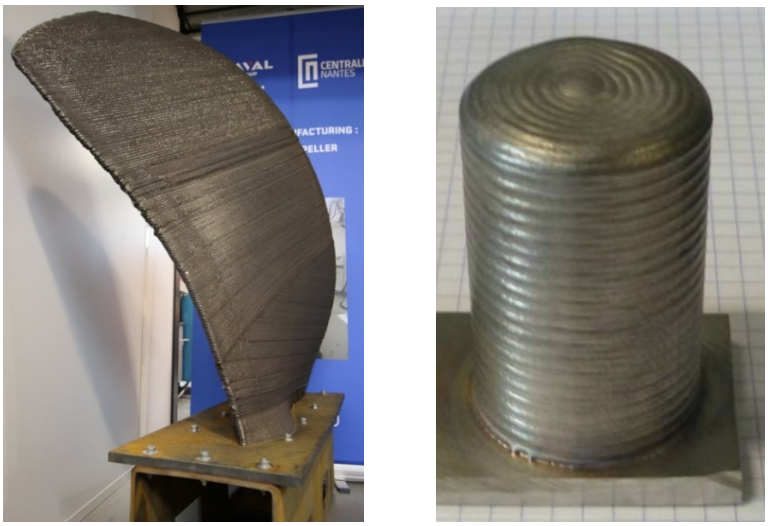


Figure I. 7 : Exemples de Pièces fabriquées par (a) WAAM (pale de bateau, EC Nantes) et (b) WLAM (Cylindre plein, Institut Maupertuis)

I.2. Interaction laser-matière et processus physiques associés

I.2.1. Généralités

Le terme LASER est l'acronyme de *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation* = Amplification de lumière par émission stimulée de rayonnement, et indique le fait qu'un tel dispositif peut être considéré comme un amplificateur optique.

Physiquement, le rayonnement LASER, qui correspond à une onde électromagnétique, est issu de la désexcitation stimulée d'atomes ou d'ions à partir d'un niveau excité (obtenu par pompage électrique ou optique et inversion de population) pour déclencher l'émission d'un photon de même caractéristique que le photon incident. En cela, le LASER, dont l'invention date de 1960 (T. Maiman, USA) met en application le principe d'émission stimulée décrit par Einstein en 1917. La longueur d'onde émise par le laser dépend donc directement du matériau ou du dopant utilisé pour réaliser l'amplification, et de la transition énergétique associée, du niveau excité vers le niveau fondamental (Figure I. 8). On retrouve dans la plupart des lasers industriels des milieux d'amplification solide (Nd :YAG, Yb :YAG, diodes), et plus rarement liquide, ou gazeux (Ar, CO_2, KrF, XeCl).

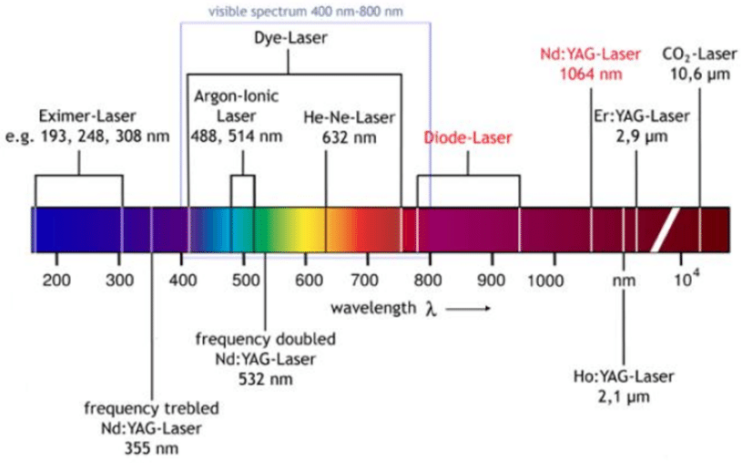


Figure I. 8 : Longueurs d'onde du laser suivant le matériau d'amplification (Magnus, 2012)

Dans tous les cas, le rayonnement créé est monochromatique, cohérent et directif. Cela signifie que les photons émis par le laser ont la même longueur d'onde, sont en phase et se propagent dans une seule direction (Hanna, 2012; Subran et al., 2009). Une autre caractéristique importante des lasers est leur qualité optique, qui autorise des niveaux de focalisation importants. C'est le cas des lasers fibres monomodes (Gaussiens) typiquement utilisés en SLM qui émettent autour de 1.064 µm et peuvent être focalisés sur des diamètres de faisceau inférieurs à 100 µm, favorisant ainsi la qualité géométrique et la résolution des pièces produites.

Récemment, de nouvelles sources laser émettant dans le visible, de haute puissance (> 100-200 W) et de suffisamment bonne qualité optique, ont vu le jour. C'est le cas des lasers verts pour lesquels la fréquence c/λ de l'onde émise peut-être doublée par effet Raman à partir d'un rayonnement incident à 1064 nm, pour obtenir des rayonnements verts à la longueur d'onde de 532 nm ("TruDisk à longueur d'onde verte | TRUMPF," n.d.). C'est également le cas de diodes basées sur l'utilisation du Nitrure de Gallium (GaN), qui permettent d'obtenir des rayonnements dans le bleu (λ = 450 nm)("High Power Blue Laser | NUBURU," n.d.).

I.2.2. Absorption du rayonnement laser par un métal : application au cas du cuivre

I.2.2.1. Généralités sur l'absorption d'une lumière laser

Lorsque l'onde incidente rencontre un matériau, l'onde peut soit être réfléchie, absorbée ou transmise (Figure I. 9). L'équation (I.2) ci-dessous permet d'exprimer cette décomposition du faisceau incident, où T correspond au pourcentage d'énergie transmis, A au pourcentage absorbé et R au pourcentage réfléchi.

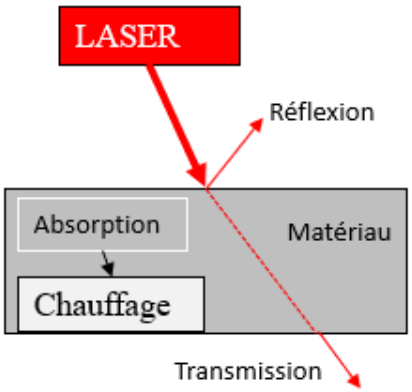


Figure I. 9 : Schéma de répartition de l'onde incidente lors de l'interaction avec un matériau

$$R + A + T = 1 \quad \text{(I.2)}$$

$$A = 1 - R \quad \text{(I.3)}$$

Les métaux sont considérés dans les longueurs d'onde usuelles des lasers (0.3 µm à 10,6 µm) comme opaques, on peut considérer qu'il n'y a pas de transmission du rayonnement (T = 0). L'énergie du laser est donc soit réfléchie soit absorbée. On a donc pour les métaux la relation entre l'absorptivité et la réflectivité donné par l'équation (I.3) On définit donc ce qui est absorbé par les métaux, dans ces longueurs d'ondes, comme l'ensemble du rayonnement n'étant pas été réfléchi par la surface considérée. Les mesures d'absorptivité A lors des procédés laser se font donc alors généralement par des expériences de réflectivité, souvent basées sur des sphères intégrantes de Ulbricht *(Allen et al., 2020; Simonds et al., 2018)*.

La seule partie de l'énergie permettant de chauffer la matière est la partie absorbée. En effet, d'un point de vue atomique, lorsqu'un photon issu du rayonnement incident rencontre un électron il lui transmet son énergie. Si l'énergie du photon est suffisante, l'électron va changer de couche électronique (Perrot, 2011). L'électron se retrouve donc dans un état excité. En revenant au niveau fondamental, l'électron va émettre de l'énergie.

L'intensité transmise dans le matériau décroît exponentiellement avec la profondeur de pénétration, selon une loi de Beer-Lambert (Steen and Mazumder, 2010) :

$$I = I_0 \exp(-\alpha_{BL} z) \quad avec \quad \alpha_{BL} = \frac{4\pi k_\lambda}{\lambda} \tag{I.4}$$

Avec I ($W.m^{-2}$) = Intensité transmise, I_0 ($W.m^{-2}$) = intensité incidente, λ (m) = longueur d'onde, z = profondeur parcourue, k_λ= partie imaginaire de l'indice optique à la longueur d'onde λ ($\sim$ 4.35 sur Fe et $\sim$ 9 sur Cu pour λ = 1.06 µm) (Lacroix, 1997).

A partir d'une telle formulation, on peut estimer l'épaisseur d'absorption (ou d'extinction) L_{abs} du rayonnement laser par les métaux par $L_{abs} \sim 1/\alpha_{BL}$, ce qui donne des valeurs de l'ordre de 5 nm à 50 nm pour λ= 1.06 µm (Peyre and Vignal, 2012) donc dans tous les cas, largement inférieure à la profondeur fondue et/ou affectée thermiquement L_{th} (I.5). A titre indicatif, sur le cuivre, les profondeurs d'absorption et de diffusion thermique pour une configuration classique de SLM (D = 100 µm, V = 0.5 m/s => τ = 0.2 ms) sont respectivement de L_{abs} = 10 nm et L_{th} = 300 µm. L'absorption du rayonnement laser est donc un phénomène très superficiel et la fusion du matériau lors du procédé SLM se fait donc uniquement par diffusion de la chaleur dans le matériau.

$$L_{th} = 2\sqrt{\frac{K\,\tau}{\rho C_p}} \tag{I.5}$$

Avec L_{th} (m) = épaisseur affectée thermiquement, K ($W.m^{-1}.K^{-1}$)= conductivité thermique, τ = temps d'interaction laser-matière $\sim$ D/V, ρ = masse volumique ($kg.m^{-3}$), C_p ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)= Capacité thermique massique.

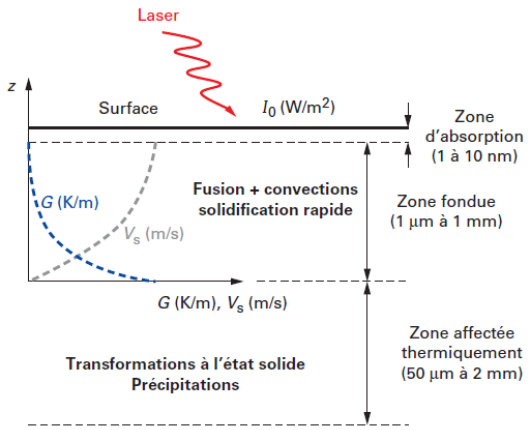


Figure I. 10 : Absorption du rayonnement laser (Peyre and Vignal, 2012)

Différents autres paramètres ont un impact sur l'absorptivité d'une surface réelle. Ils peuvent être séparés en deux catégories comme présenté dans la thèse de (Bergström, 2008) et explicités dans l'équation (I.6) :

$$A = A_{int} + A_{ext} = A_D + A_A + A_{IB} + A_r + A_{ox} + A_{id} \tag{I.6}$$

L'absorption A_{int} est due aux propriétés intrinsèques du métal et correspond à l'absorption minimale d'une surface réelle. Il s'agit de l'absorption à une longueur d'onde qu'aurait une surface polie miroir sans défauts. On y retrouve trois caractéristiques :

- A_D : Absorption du modèle de Drude-Lorentz. Cette absorption sera développée dans la partie suivante. Il s'agit de l'absorption due aux caractéristiques physiques du matériau (conductivité électrique, masse volumique, composition atomique) mais aussi à celles de la lumière incidente (longueur d'onde, polarité).
- A_A : Effet de peau anormaux (traduction de *Anomalous Skin Effect*) apparaissent quand le libre parcours moyen des électrons dépasse ou s'approche de l'épaisseur de peau ($\omega/\Gamma << 1$). Il est alors nécessaire de rajouter un terme d'absorptivité. Nous verrons par la suite que pour les longueurs d'onde utilisées : $\omega/\Gamma > 100$. Ces effets n'entrent donc pas ou peu en jeu dans notre cas.
- A_{IB} : Transition inter bande correspond à l'absorption d'une partie de l'énergie par les transitions entre la couche de valence et celle de conduction de l'atome.

L'absorption A_{ext} est celle de la surface réelle du matériau via les différents éléments suivants qui tendent à augmenter cette absorptivité. On y retrouve :

- A_r : Absorption due à la rugosité de surface. La rugosité d'une surface réelle permet de réaliser un piégeage géométrique de l'onde incidente ce qui permet d'augmenter la quantité d'énergie globalement absorbée. Les réflexions du rayonnement incident vont rencontrer une nouvelle fois la surface réelle et être réabsorbées.
- A_{ox} : Absorption due à la présence d'une couche d'oxyde. Un oxyde est un élément souvent plus absorbant que le matériau pur mais, s'avère aussi en partie transparent à la longueur d'onde (visible ou IR) créant un « effet de serre » et piégeant une partie du rayonnement réfléchi. (Article Jadhav, 2019)
- A_{id} : Absorption du aux autres défauts et impuretés du matériau. La présence d'impuretés de nature autre que le matériau de base qui ont une absorptivité différente du matériau de base et qui vont augmenter la quantité d'énergie absorbée.

I.2.2.2. Modèles d'absorption d'une lumière laser

Différents modèles existent pour déterminer l'absorptivité d'une surface métallique. Ces modèles permettent de déterminer l'absorptivité intrinsèque A_{int} du matériau en fonction de ses paramètres physiques qui varient avec la température. On peut donc par exemple, à partir de la conductivité électrique, et grâce à la loi de Hagen-Rubens décrite ci-dessous, estimer la valeur de l'absorptivité d'un matériau présentant une surface miroir.

- Loi de Hagen-Rubens

Cette relation, issue d'une résolution simplifiée des équations de Maxwell dans le cas où $\sigma_{el} \gg \omega\varepsilon_0$, traduit la dépendance de l'absorptivité à l'inverse de la conductivité électrique σ_{el} et à la pulsation ω de l'onde incidente.

$$A = 2\sqrt{\frac{2\varepsilon_0\omega}{\sigma_{el}}} \tag{I.7}$$

Avec :

- $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$: pulsation de l'onde = $1.78.10^{15}$ rad. s^{-1} pour λ=1.06 µm
- ε_0 : permittivité du vide = $8{,}854.10^{-12}$ F/m
- σ_{el} (Cu) = $59.6.10^6$ S/m à T_0 = 300 K et σ_{el} (Cu) = $4.9.\ 10^6$ S/m pour T_m = 1356 K

En vérifiant le critère d'applicabilité de cette loi dans le cas du cuivre à T_0 = 300 K et à T_m (Cu) = 1356 K, on obtient donc à T_0 : $\frac{\sigma_{el}}{\varepsilon_0 \omega} = 3.47\ 10^3$ et à T_m : $\frac{\sigma_{el}}{\varepsilon_0 \omega} = 3.13\ 10^2$.

On peut donc valider l'approximation permettant d'appliquer la relation de Hagen–Rubens. Pour le cuivre éclairé par un laser infrarouge à 1.06 µm, cette relation donne donc les valeurs approximatives suivantes pour l'absorptivité : 4.8 % à température ambiante et 16 % à la température de fusion T_m.

- Modèle de Drude-Lorentz (Neuenschwander, B.; et al., 2013; Prokhorov, 1990; Callet, 2018; Mas, 2003; Drude, 1900)

L'absorptivité peut s'exprimer à partir de la formule de Fresnel pour une onde non-polarisée à partir des coefficients optiques n_λ et k_λ du matériau suivant l'équation ci-dessous. Cette expression permet de corréler l'absorptivité avec les coefficients optiques du matériau. Cependant il reste à déterminer la valeur de ces coefficients pour chaque matériau, notamment en fonction de la température.

$$A = 1 - \frac{(n_\lambda - 1)^2 + {k_\lambda}^2}{(n_\lambda + 1)^2 + {k_\lambda}^2} \tag{I.8}$$

Le modèle de Drude permet de définir le métal soumis à un rayonnement laser comme un plasma électronique. L'interaction avec le laser peut alors être modélisée comme des collisions entre les photons incidents et un plasma d'électrons libres. On peut ainsi relier la permittivité diélectrique complexe $\bar{\varepsilon}$ d'un métal avec ses paramètres optiques (issus des équations de Maxwell) et en particulier l'indice de réfraction complexe $\overline{n_\lambda}$:

$$\overline{n_\lambda} = \sqrt{\bar{\varepsilon}\bar{\mu}} \tag{I.9}$$

Pour les métaux la perméabilité magnétique μ est considérée égale à 1. On a donc une simplification de la relation :

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2 = (n_\lambda + ik_\lambda)^2 \tag{I.10}$$

On retrouve grâce au modèle de gaz d'électrons libre de Fermi l'expression des composantes de la permittivité diélectrique en fonction des propriétés physiques du gaz d'électrons libres et de la longueur d'onde du laser.

$$\begin{aligned} \varepsilon_1 &= 1 - \frac{\omega_P^2}{\omega^2 + \Gamma^2} = {n_\lambda}^2 - {k_\lambda}^2 = {n_\lambda}^2\left(1 - \kappa_\lambda^2\right) \\ \varepsilon_2 &= \frac{\Gamma \omega_P^2}{\omega\ (\omega^2 + \Gamma^2)} = 2n_\lambda k_\lambda = 2{n_\lambda}^2 \kappa_\lambda \end{aligned} \tag{I.11}$$

- ω_P : pulsation de plasma électronique $\omega_P^2 = \frac{n_e e^2}{m^* \varepsilon_0}$ (en s^{-1})
- Γ : interaction phonon-électron $\Gamma = \frac{\varepsilon_0 \omega_P^2}{\sigma_{él}} = \frac{n_e e^2}{m^* \sigma_{él}}$ (en s^{-1})
- n_e : densité d'électron libre (électron de valence) (en m^3)
- e : charge électronique (= $1.602.10^{-19}$ C)
- m* : masse effective de l'électron $m^* = \frac{n_0}{n_e} m_e$ (en kg)
- n_0 : densité d'électron de conduction (en m^3)
- ε_0 : permittivité du vide (en F/m)
- ω : pulsation ou fréquence du laser $\omega = \frac{2\pi\ c}{\lambda}$ (en rad/s)

On peut alors calculer n et κ de la manière suivante (Callet, 2018)

$$n_\lambda = \sqrt{\frac{Q\Gamma}{2\omega\kappa_\lambda}}$$

$$\kappa_\lambda = \frac{(Q-1)\omega + \sqrt{Q^2\left(\Gamma^2+\omega^2\right) + (1-2Q)\omega^2}}{2Q\Gamma} \qquad \text{(I.12)}$$

$$Q = \frac{\omega_P^2}{\omega^2 + \Gamma^2}$$

Dans les équations ci-dessus, ω, ω_P et Γ sont tous trois censés représenter des pulsations. Or ω_P et Γ ne sont pas définis comme des pulsations mais comme des fréquences au vu de leur unité (s^{-1}). L'article de Prokhorov, 1980 (Prokhorov, 1990), propose une expression modifiée de ω_P : $\omega_P^2 = \frac{4\pi\, n_e e^2}{m^*}$ dans laquelle la présence du 2π permet de faire apparaitre ω_P comme une pulsation. Par la suite, dans l'utilisation du modèle de Drude, les termes ω_P et Γ seront multipliés par 2π pour faire les calculs.

Au final, cette théorie montre surtout que l'absorptivité d'un métal décroit en fonction de la longueur d'onde de la lumière incidente. Ce résultat est confirmé par l'expérience comme présenté en Figure I. 11. On observe cependant deux catégories de métaux : (1) ceux présentant une absorptivité relativement élevée et constante sur le spectre de longueur d'onde des lasers comme le fer ou le nickel, (2) ceux, comme le cuivre et l'argent, qui présentent une faible absorptivité (< 5 %) dans l'IR à 1.06 µm (longueur d'onde la plus utilisée par les machines SLM) et une augmentation d'absorptivité aux courtes longueurs d'onde. Seul l'aluminium présente un comportement atypique, avec une faible absorptivité à 1.06 µm (< 10 %), mais globalement constante sur le spectre de longueur d 'onde.

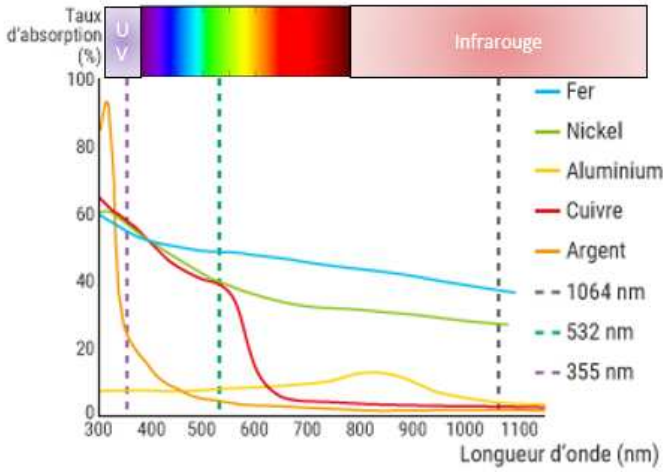


Figure I. 11 : Variation de l'absorptivité des métaux solides en fonction de la longueur d'onde ("Marqueurs laser | Connaissances | Centrale du marquage laser | KEYENCE France," n.d.)

On observe donc pour le cuivre une nette augmentation de l'absorptivité en utilisant des lasers de longueur d'onde inférieure à celle couramment utilisée sur les machines SLM. On s'attend donc, en utilisant un laser vert (λ = 0.53 µm) sur du cuivre, à avoir une nette augmentation d'absorptivité (~40 % à 532 nm contre 5 % à 1064 nm) et une amélioration du couplage laser-matière. Ces résultats ne sont toutefois valables qu'à température ambiante. Or, les équations de Drude montrent une très forte influence de la conductivité électrique et de la densité d'électrons qui varient en fonction de la température, et modifient fortement l'absorptivité du métal, en particulier lors du passage à l'état liquide. Dans ce qui suit, nous nous concentrerons sur les propriétés d'absorption du cuivre.

I.2.2.3. Absorption du rayonnement laser par le cuivre

L'utilisation des lois d'absorption (Hagen-Rubens et Drude-Lorentz) présentées ci-dessus passe par la connaissance des propriétés du cuivre, et en particulier de sa structure électronique et de ses propriétés électriques.

- Structure électronique du cuivre

Pour déterminer les densités d'électrons de valence du cuivre il faut repartir de la maille cristalline cubique faces centrées du cuivre mais aussi de la structure électronique de l'atome de cuivre constituant cette maille (Figure I. 12). Le paramètre de maille du cuivre peut être déterminé à partir de sa masse volumique et ainsi prendre en compte la variation de la taille de la maille a avec la température.

$$a = \left(\frac{4M_{Cu}}{N_a \rho}\right)^{1/3} \tag{I.13}$$

Avec M_{Cu} la masse molaire de l'atome de cuivre et N_a le nombre d'Avogadro qui sont indépendants de la température et ρ la masse volumique du cuivre.

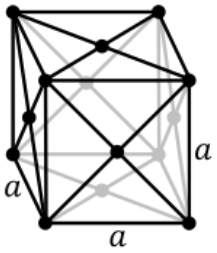


Figure I. 12 : Maille CFC du cuivre pur

L'atome de cuivre 29Cu s'écrit avec la configuration électronique suivante :

$$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^1 3d^{10}$$

Le nombre d'atome de valence, pour le cuivre, est alors de 1 (la couche 4s non remplie) et un nombre d'atome de conduction de 28. On détermine donc la densité d'électrons de valence :

$$n_e = \frac{4}{a^3}$$
$$n_0 = 28 n_e \tag{I.14}$$

- Propriétés électriques du cuivre

La conductivité électrique élevée du cuivre le qualifie pour un grand nombre d'applications potentielles pour des pièces élaborées par FA. Elle peut être reliée directement à la conductivité thermique par la relation de Wiedemann-Franz (Delomel, 2003). Le transfert de chaleur dans un matériau se fait en effet par excitation des électrons comme pour le courant électrique. Cette relation fait apparaitre le facteur L_0 de Lorentz qui est indépendant du matériau considéré. Le cuivre (comme l'aluminium) sont donc à la fois des très bons conducteurs électriques et thermiques.

$$K = L_0 \, T \, \sigma_{él} \tag{I.15}$$

Avec

L_0 : nombre de Lorentz, $L_0 = \frac{\pi^2}{3}\left(\frac{k_B}{e}\right)^2 = 2.45 \times 10^{-8} \; V^2/K^2$, k_B : constante de Boltzmann, k_B = 1,38064852 × 10^{-23} m^2 kg s^{-2} K^{-1}, e : charge de l'électron, e = 1.6. 10^{-19} C

La Figure I. 13 montre l'évolution des propriétés de conductivité électrique et de résistivité électrique en fonction de la température calculée à partir des données de conductivité thermique et la relation de Wiedemann-Franz.

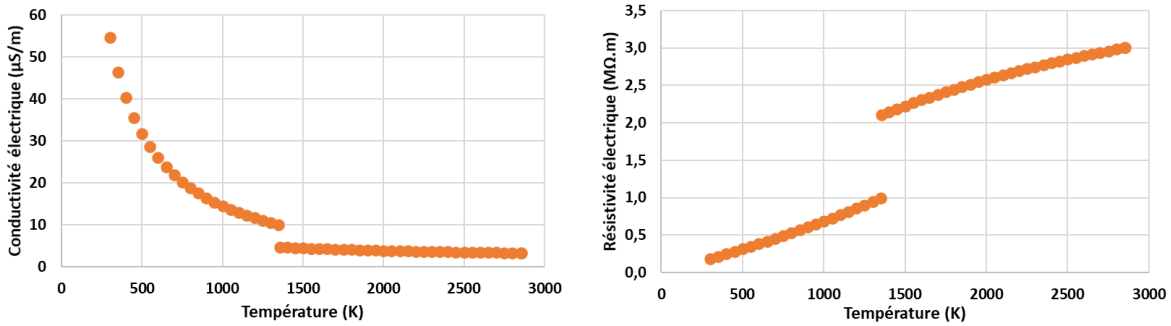


Figure I. 13 : Propriétés électriques du cuivre en fonction de la température (Cagran, 2000; Mills, 2002)

- Application des modèles d'absorptivité au cuivre pur et confrontation avec l'expérience

A partir de l'ensemble des données présentées précédemment, il est possible de déterminer la variation d'absorptivité d'une surface de cuivre. On observe, quel que soit le modèle utilisé, une augmentation de l'absorptivité dans l'infra-rouge avec la température, ainsi qu'un saut d'absorptivité lors du passage à l'état liquide (Figure I. 14-a).

La confrontation de l'expérience avec les modèles d'Hagen-Rubens et Drude-Lorentz donne un accord assez satisfaisant pour le cuivre solide dans l'IR, mais représente un peu moins bien l'effet du passage à l'état liquide. Comme nous le verrons plus tard, l'interaction laser-matière se faisant majoritairement sur une phase liquide, il est cependant essentiel d'évaluer correctement les absorptivités des phases liquides, et leur évolution avec la longueur d'onde.

Des mesures présentées par (Engler, 2011) (Engler et al., 2011) et (Chung, 2020) (Chung et al., 2020) (Figure I. 15) montrent que : (1) l'absorptivité du cuivre pur dans le vert est clairement améliorée par rapport à l'IR , (2) l'absorptivité du cuivre liquide est supérieure à celle de la phase solide dans l'IR mais inférieure dans le vert. Par ailleurs, les mesures présentées par (Chung, 2020) sont plus élevées que celle de (Engler, 2011) et surtout plus élevées que ce qu'on pourrait s'attendre pour un matériau solide poli miroir. Enfin, les modèles d'absorptivité ne donnent donc pas la bonne évolution d'absorptivité pour la longueur d'onde verte (515-530 nm). La justification pourrait se trouver dans une mésestimation de la valeur de la pulsation ou une prédominance de l'effet miroir du liquide, qui tend à augmenter la réflectivité du métal à faible longueur d'onde.

Lorsque l'on compare ces données expérimentales aux approximations données par les modélisations deux éléments peuvent être mis en avant :

(1) L'approximation d'Hagen-Rubens et la modélisation de Drude sont cohérentes avec les mesures dans l'IR. Les valeurs expérimentales à l'état liquide sont comprises entre celles des deux modèles (10 % pour Drude et 20 % pour Hagen-Rubens. L'effet du changement d'état et l'augmentation d'absorptivité est également bien traduit : 5 % à l'état solide à 10 % à l'état liquide, en accord avec l'augmentation de résistivité électrique.

(2) Les modèles ne permettent pas de transcrire l'évolution d'absorptivité à la longueur d'onde verte, et en particulier la diminution d'absorptivité mesurée lors du passage à l'état liquide (de $\sim$ 45 % à $\sim$ 35 %). Les limites de ces modèles dans le visible ne sont pas complètement élucidées.

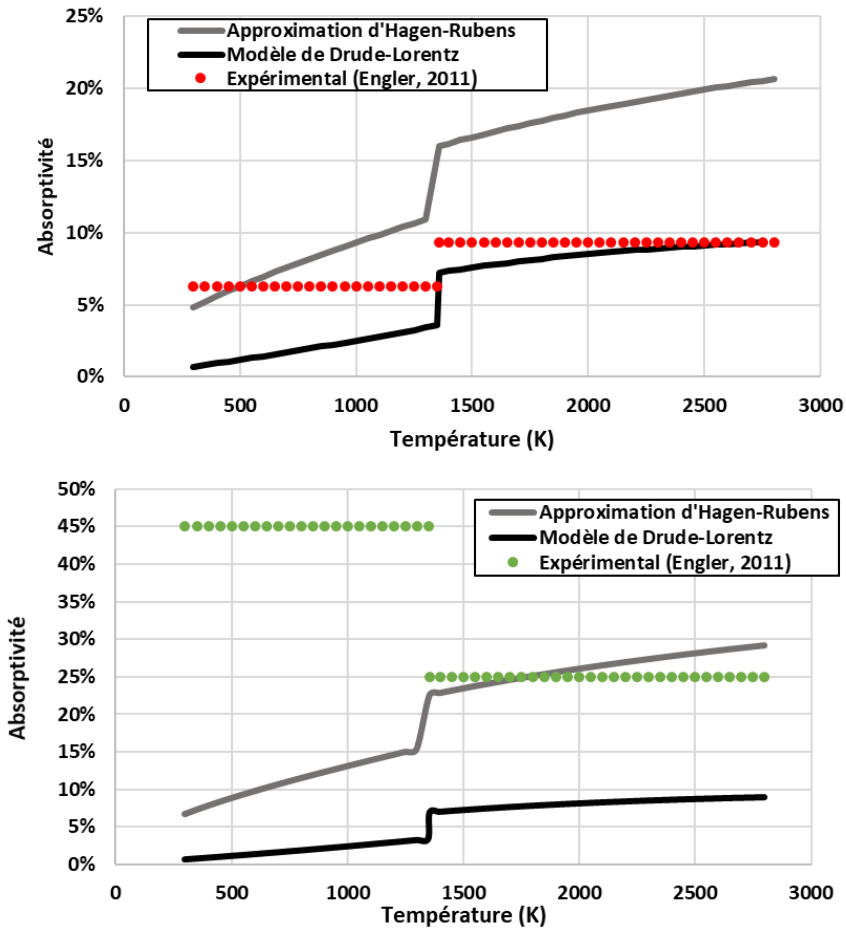


Figure I. 14 : Estimation analytique de l'évolution de l'absorptivité du cuivre pur à 1.06 µm (haut) et 0.53 µm (bas) en fonction de la température pour les deux modèles de Hagen-Rubens et Drude-Lorentz et comparaison avec les résultats de (Engler, 2011)

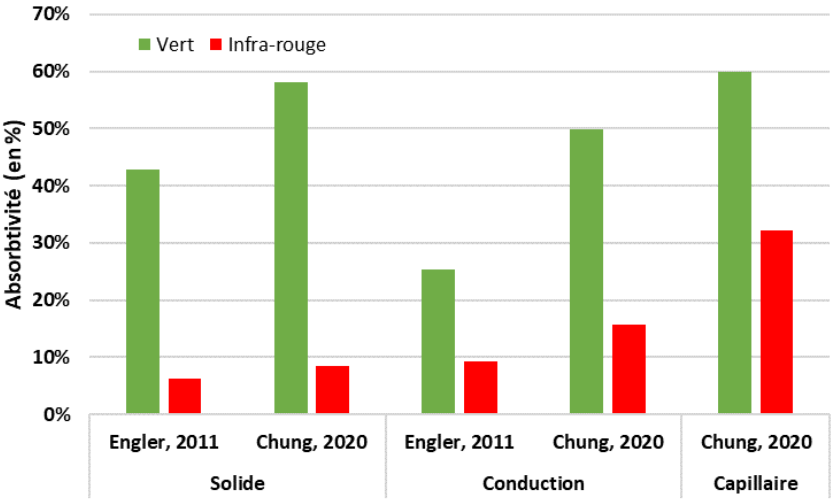


Figure I. 15 : Comparaison des absorptivités du cuivre à l'état liquide pour des longueurs d'onde vert et infra-rouge, résultats expérimentaux issus de (Engler et al., 2011) et (Chung et al., 2020)

I.2.3. Comportement du matériau au cours de la fusion : application au cas du cuivre

I.2.3.1. Régimes de fusion : conduction thermique ou capillaire de vapeur (keyhole)

Lors d'un régime continu de soudage laser, l'interaction entre le laser et la matière se fait soit à basse densité de puissance (< 1 MW/cm²) sur une phase liquide non déformée en régime de conduction thermique soit à haute densité de puissance (> 1 MW/cm²) avec vaporisation et formation d'un capillaire de vapeur ou *keyhole* (= trou de serrure en anglais). Le comportement et la stabilité du cordon de fusion dépendent du régime de soudage mis en œuvre. Les deux régimes d'interaction (Figure I. 16) se distinguent essentiellement par les profondeurs fondues (inférieures en mode conductif) et l'absorption du laser (en extrême surface en régime conductif, et en profondeur, sur les parois liquides du capillaire de vapeur en mode *keyhole*.

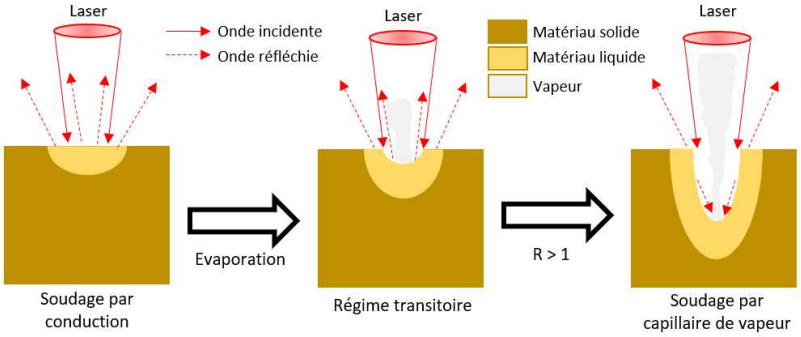


Figure I. 16 : Illustration des modes de soudage : régime de conduction (gauche) ; régime transitoire (milieu) ; régime de capillaire de vapeur (droite)

Le régime de soudage par conduction, mis en œuvre à faible intensité laser (< 1 MW/cm²) est principalement utilisé pour le traitement de surface (Peyre and Vignal, 2012). Les profondeurs fondues restent assez faibles de l'ordre de la taille du diamètre du faisceau laser. Il n'y a généralement pas ou peu d'évaporation et de déformation du bain liquide, ce qui permet d'obtenir des surfaces de cordons relativement lisses (Figure I. 17).

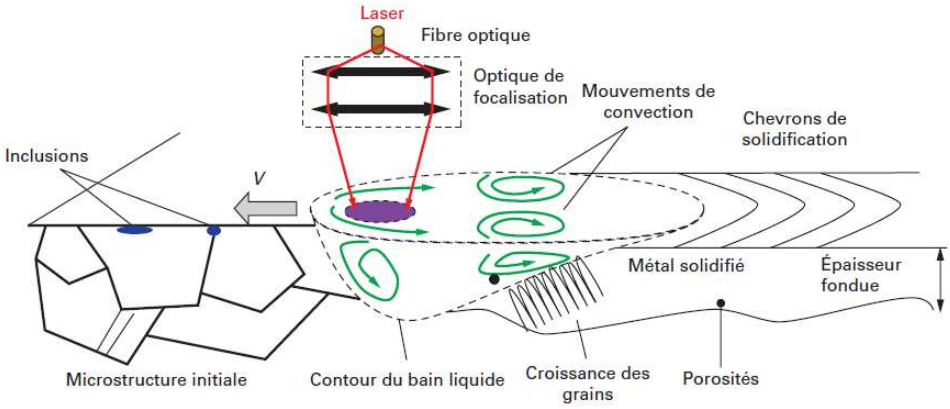


Figure I. 17 : Illustration du régime de soudage conductif lors d'un traitement de surface (Peyre and Vignal, 2012)

A plus haute intensité laser, la surface du métal liquide commence à se vaporiser. La pression de recul générée par l'éjection verticale de la phase vapeur déforme alors le liquide comme illustré en Figure I. 18b. Plus il y a d'énergie absorbée, plus la pression de recul augmente (quelques fois la pression

atmosphérique), en accord avec la pression de vapeur saturante donnée par la relation de Clausius-Clapeyron (équation (I-16)) et le bain liquide se déforme. Par la suite, si la surface déformée du liquide métallique dépasse un angle seuil avec la direction du rayonnement laser, le rayonnement incident se réfléchit vers la phase liquide, ce qui contribue à la formation d'un capillaire de vapeur avec piégeage géométrique du rayonnement laser.

Plus précisément, en considérant la réflexion comme majoritairement spéculaire, l'optique géométrique permet de déterminer que le faisceau sera dévié dans le capillaire à partir du moment où le faisceau réfléchi sera redirigé horizontalement (Figure I. 18c). Cela correspond à un angle de la surface du bain liquide de $\alpha = 45°$ par rapport au faisceau. En introduisant la notion de rapport d'aspect $\chi = e/D$, entre la profondeur e du capillaire et le diamètre d du faisceau, cet angle de 45° est obtenu pour un rapport d'aspect $\chi = 1$ (Fabbro et al., 2018). Pour $\chi > 1$, on peut donc considérer que l'interaction se fait en mode *keyhole*, ce qui est le cas de la plupart des configurations de fusion SLM, utilisant des faisceaux monomodes Gaussiens de l'ordre de 80 µm de diamètre à $1/e^2$. Mayi (Mayi, 2021) évoque même le fait qu'avec de tels faisceaux gaussiens, le diamètre équivalent pourrait être considéré égal à la moitié du diamètre à $1/e^2$. Dans ce cas, le mode *keyhole* serait donc même obtenu pour des profondeurs de fusion assez faibles de l'ordre de 40-50 µm.

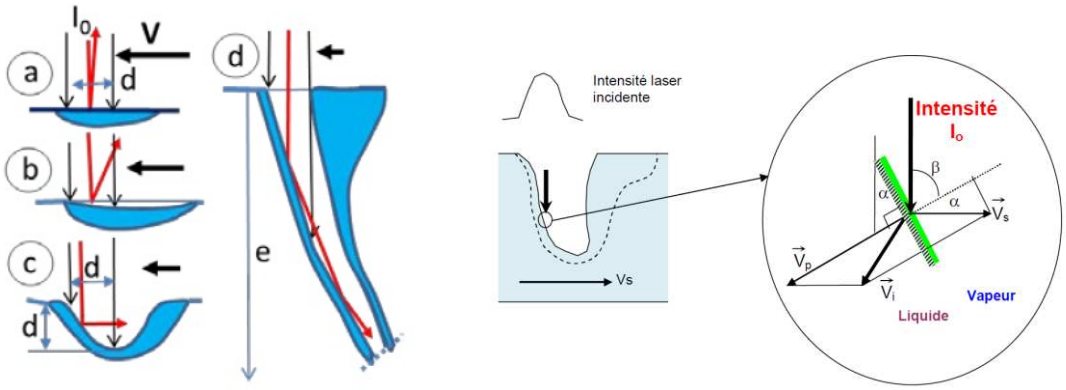


Figure I. 18 : (a-d) Schémas de création d'un capillaire de vapeur (Fabbro et al., 2018) et (e) angle du capillaire lors de la fusion

Ce régime de *keyhole*, est plus ou moins instable en fonction de son épaisseur et de son ouverture. Pour des fortes pénétrations (Figure I. 18-d), le capillaire de vapeur, stabilisé par la pression de recul peut se refermer sous l'effet des tensions de surface $P_{surf} = \gamma / r$ ou des pressions dynamiques $P_{dyn} = \rho V^2$ dans le liquide, conduisant à des fermetures en racine à l'origine de macro-porosités. Pour des profondeurs de pénétration plus faibles proches du seuil (Figure I. 18-c), la déflection horizontale du faisceau laser vers le liquide situé en arrière du capillaire déstabilise le bain liquide et peut contribuer à l'éjection de métal liquide. Au final, la quantité d'énergie absorbée par le capillaire dépendra donc du nombre de réflexions sur ses parois. Plus il y a de multi-réflexions, moins il y a d'énergie qui ressort du capillaire et plus le piégeage géométrique est efficace.

La pression de recul P_{recul} appliquée sur la zone fondue, et contribuant à la formation du keyhole, est égale à plusieurs fois la pression atmosphérique P_{atm}. Elle peut être estimée en utilisant la loi de Clausius-Clapeyron énoncée ci-dessous qui estime la pression de vapeur saturante P_{sat}.

$$P_{sat}(T) = P_{atm}\, exp\left[\frac{M_{Cu}L_v}{RT_v}\left(1 - \frac{T_v}{T}\right)\right] \qquad \text{(I.16)}$$

Avec P_{atm} (Pa) = pression atmosphérique, T_v (K) = température de vaporisation, L_v ($J.kg^{-1}$) = chaleur latente de vaporisation, R= constante des gaz parfaits, M (kg) = Masse molaire.

$$P_{abl} = \frac{1}{2}(1 + \beta_R)\, P_{sat}(T) \tag{I.17}$$

Avec β_R = coefficient de recondensation (~ 0.17)

I.2.3.2. Estimation de l'absorptivité laser en régime de *keyhole*

L'augmentation d'absorptivité occasionnée par le piégeage géométrique du laser en régime de *keyhole* peut être estimée en utilisant un modèle issu de la théorie de (Gouffé, 1945) pour le cas des corps noirs. (Gouffé, 1945) considère les multi-réflexions d'un rayonnement incident dans un corps noir de géométrie variable (cône ou cylindre) par une surface d'entrée s pour déterminer la quantité d'énergie globalement absorbée par le corps noir. Il ressort de ce modèle l'expression de l'absorptivité A d'un corps noir de surface totale S pour un rayon incident pénétrant dans le corps noir par un interstice de surface s. Dans l'équation ci-dessous, représentative d'une cavité optique conique, S_0 est la surface d'une sphère de profondeur équivalente à celle du corps noir considéré (= $4\pi(e/2)^2$), et A_0 l'absorptivité de la paroi (= celle du liquide dans le cas du *keyhole*).

$$A = \frac{A_0}{A_0\left(1 - \frac{s}{S}\right) + \frac{s}{S}}\left(1 + \left(\frac{s}{S} - \frac{s}{S_0}\right)(1 - A_0)\right) \tag{I.18}$$

On peut modéliser le capillaire de différentes manières pour avoir une approximation de la surface réelle du capillaire S. Le capillaire peut alors être représenté soit par un cylindre, soit par un cylindre incliné d'un angle α soit par un cône d'angle d'ouverture α (Figure I. 19). L'angle d'inclinaison α est déterminé (équation I.19) à partir du modèle du piston (Semak and Matsunawa, 1997), en fonction de l'intensité du rayonnement incident, de l'absorptivité de la surface, de la vitesse de déplacement de la source laser et d'un facteur k dépendant du matériau considéré (pour le cuivre, k ≈ 0.101 mm^3/J et pour l'inconel 718, k ≈ 0.07 mm^3/J)

$$\tan\alpha = k * A_0 * VED = kA_0\frac{4P}{\pi D^2 V} \tag{I.19}$$

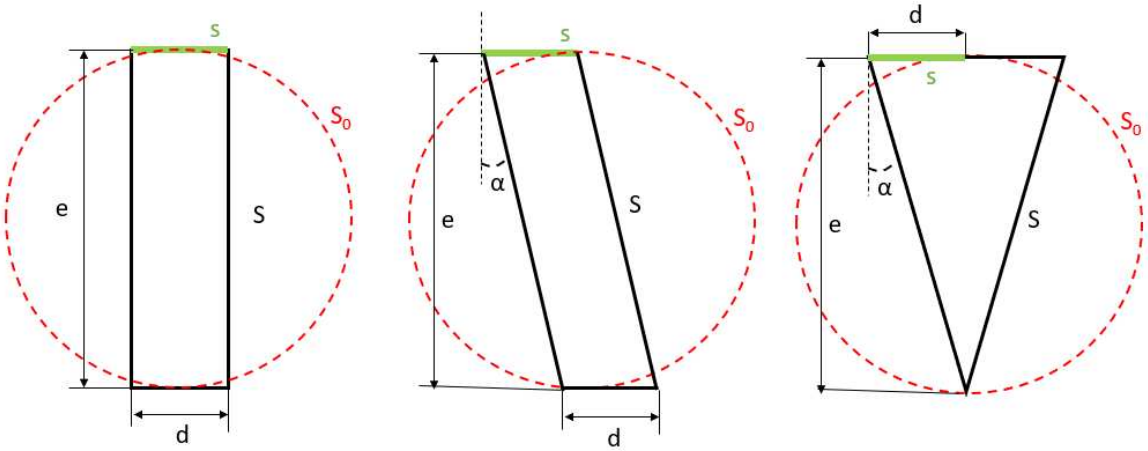


Figure I. 19 : Modélisation géométrique du capillaire de vapeur (Gouffé, 1945)

En appliquant le modèle de Gouffé, on obtient l'évolution suivante de l'absorptivité du cuivre en fonction du rapport d'aspect (Figure I. 20) :

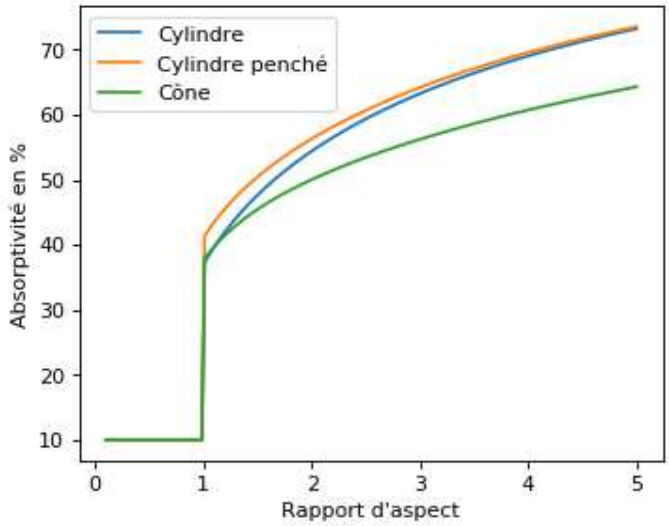


Figure I. 20 : Evolution de l'absorptivité dans le capillaire en fonction de la forme du capillaire (application du modèle de Gouffé dans le cas du cuivre pur)

Cette évolution d'absorptivité en fonction du rapport d'aspect peut également être reproduite numériquement en utilisant des méthodes de lancers de rayons (*ray tracing*) qui permettent de calculer de façon autoconsistante l'énergie absorbée en tout point de la surface d'un liquide déformé par la pression de recul (Mayi, 2021). Récemment, (Fabbro, 2020) a également proposé une nouvelle approche analytique permettant de modéliser la transition d'absorptivité de façon moins brutale au niveau du seuil de keyhole (autour de R=1) .

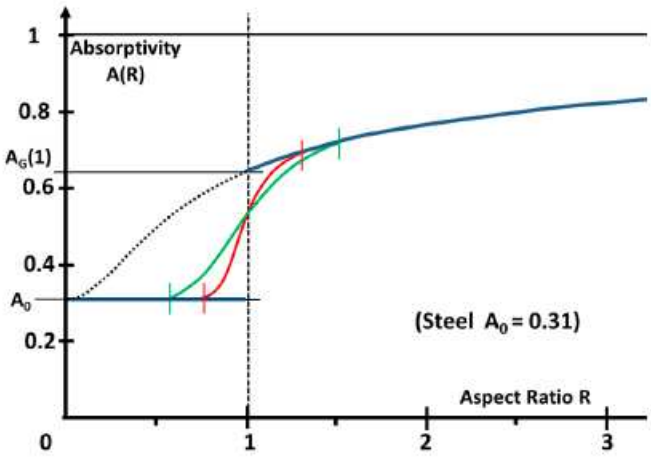


Figure I. 21 : Calcul analytique de la transition d'absorptivité laser entre le régime de conduction (R<1) et le régime de keyhole (R>1) (Fabbro, 2020)

A titre comparatif, l'évolution des absorptivités mesurées par (Trapp 2017) (Trapp, 2017) sur un acier inoxydable 316L (Figure I. 22) montre une bonne cohérence avec l'évolution d'absorptivité obtenue à partir du modèle de Gouffé. Les résultats issus de (Trapp, 2017) présenté en Figure I. 22-a montre aussi l'importance du lit de poudre, l'absorptivité dans le lit de poudre étant toujours plus importante à une même puissance incidente que pour un tir pleine tôle. Ces résultats mettent en avant un effet plus absorbant de la poudre sur lequel nous reviendront en partie I.3.2.1 et dans le chapitre III.

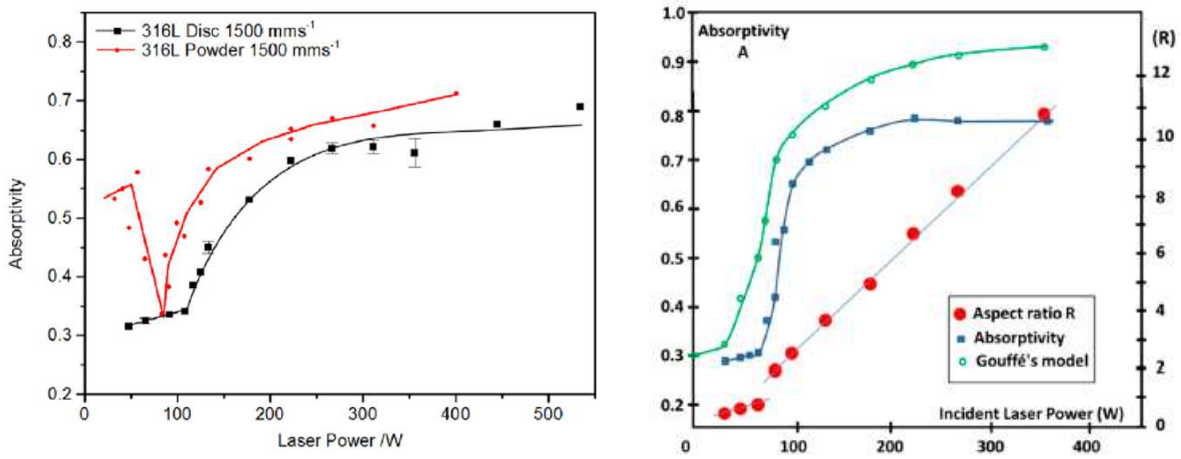


Figure I. 22 : (a) Mesures d'absorptivité sur un acier 316L sous forme solide et sous forme de lit de poudre en fonction de la puissance laser incidente (Trapp, 2017), (b) comparaison avec le modèle de (Gouffé, 1945)(d'après (Fabbro, 2020))

I.2.3.3. Hydrodynamique des bains liquides métalliques en fusion laser

Plusieurs forces motrices s'exercent sur la zone fondue en soudage comme en SLM, qui conditionnent la stabilité de la zone fondue et la formation éventuelle de défauts.

- La convection de Marangoni

Le bain liquide se solidifie rapidement lors du procédé de SLM, avec des vitesses de refroidissement de l'ordre de 10^5 à 10^7 K/s selon le matériau, et des vitesses de solidification qui peuvent se rapprocher en valeur maximale des vitesses de balayage (entre 0.5 m/s et 1 m/s). Le bain liquide ainsi formé est de petite taille (< 0.5 mm) et est le siège de très forts gradients thermiques G (K/m), avec un pic de température généralement situé au centre de la ZF (= pic de la Gaussienne laser en SLM). La tension de surface du liquide dépendant de sa température, un gradient de tension de surface se créé donc dans le bain liquide, générant des mouvements convectifs au sein du cordon de métal liquide. Il s'agit de la convection de Marangoni (ou convection thermo-capillaire). Les mouvements fluides associés ont des vitesses de l'ordre de 1 à 10 m/s, et leur direction varie en fonction de l'évolution de la tension de surface en fonction de la température (Figure I. 23). Sur la plupart des métaux liquides, la tension de surface diminue avec la température ($\frac{\partial \sigma}{\partial T} < 0$), ce qui provoque des mouvements centrifuges vers l'extérieur du bain liquide et tend à élargir les zones fondues. En présence d'éléments chimiques contaminants (O, S), les mouvements du bain liquide peuvent devenir centripètes, correspondant à un coefficient thermocapillaire positif ($\frac{\partial \sigma}{\partial T} > 0$) qui fait plonger les zones fondues.

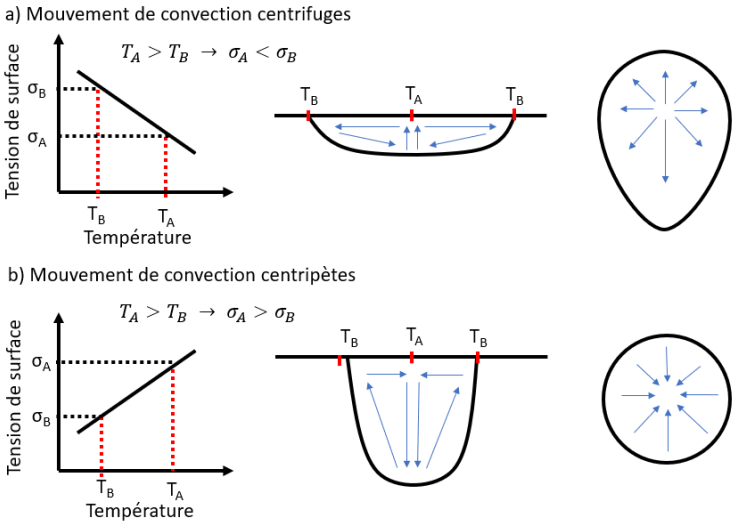


Figure I. 23 : Représentation schématique des mouvements au sein du bain liquide dans le cas d'un éclairement Gaussien sous l'effet de la convection de Marangoni a) mouvements centrifuges pour $\frac{\partial \sigma}{\partial T} < 0$*; b) mouvements centripètes pour* $\frac{\partial \sigma}{\partial T} > 0$ *(Kou, 2003)*

- La convection induite par le *keyhole*

En régime de *keyhole*, les mouvements de Marangoni ne sont pas considérés comme majoritaires devant ceux issus de la pression de recul exercée sur la zone fondue, donc de la présence du *keyhole*. Ce dernier est à l'origine d'au moins deux types d'écoulements vers l'arrière de la zone fondue : (1) le premier issu de la friction de la vapeur métallique sur le front arrière du capillaire de vapeur, et qui éjecte le fluide vers l'arrière à la vitesse V_1, (2) le second à vitesse V_2 issu du pincement de la zone fondue entre le capillaire et le bord solide externe, et de *l'accélération* du fluide qui en résulte (par effet Venturi). La combinaison de ces deux régimes d'écoulements (Figure I. 24), qui s'amortissent vers l'arrière de la ZF en la faisant osciller verticalement, conditionne la géométrie des zones fondues, et en particulier leur longueur.

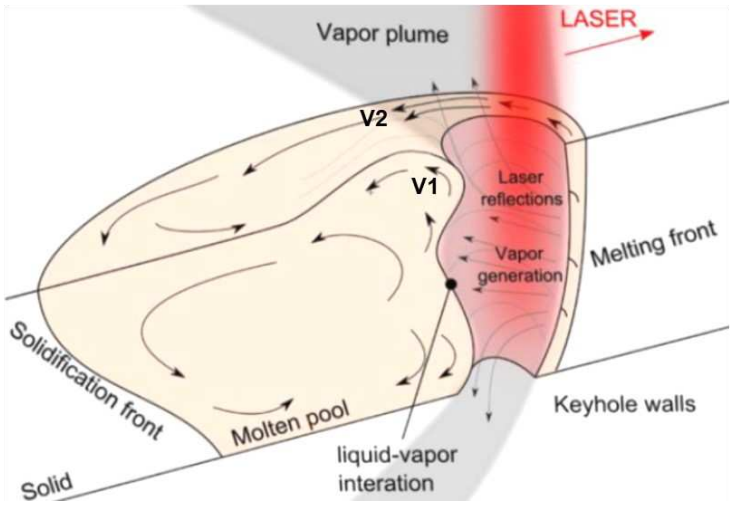


Figure I. 24 : Représentation schématique du soudage keyhole et mouvements de convection associés (Courtois, 2014)

I.2.3.4. Origine des défauts et instabilités de soudage en mode *keyhole*

Lorsqu'un capillaire est formé, le bain liquide est soumis à des pressions qui tendent soit à le refermer soit à le maintenir ouvert. L'équilibre du capillaire de vapeur est alors conditionné par une compétition

entre les pressions exercées par le liquide environnant (tensions de surface σ/r, gravité ρ g h, pression hydrodynamique ½ ρV² liée à la vitesse du fluide en mouvement), qui tendent à le refermer et la pression d'ablation P_{abl} issue de l'évaporation du métal liquide qui tend à le maintenir ouvert (Figure I. 25).

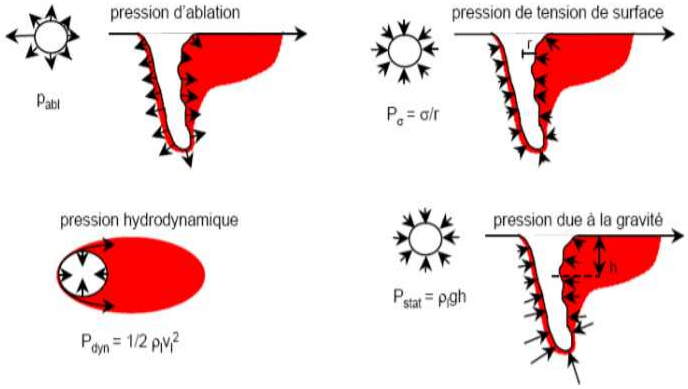


Figure I. 25 : Pressions exercées sur le capillaire de vapeur

Les mouvements fluides (notamment ceux de convection) et les pressions associées dans le bain liquide peuvent amener à la fermeture du bas du capillaire. Cette fermeture du capillaire participe à la création d'une bulle de gaz dans le bain liquide, qui n'a pas tout le temps la possibilité de remonter à la surface libre et peut se retrouver piégée en cas de fortes profondeurs de capillaires.

Un second type d'instabilité, est rencontré à proximité du seuil de *keyhole*, lorsque le laser est réfléchi de façon directionnelle vers l'arrière du *keyhole* (cas d'une inclinaison proche de 45 ° du capillaire). Dans ce cas, comme évoqué par Mayi (2020) le flux de vapeur exercé vers le front arrière du capillaire éjecte le métal liquide vers l'arrière, et peut entraîner la formation de *spatters* lorsque l'énergie cinétique du métal liquide (1/2 mV²) dépasse la tension de surface du liquide métallique. Nous reviendrons plus tard sur d'autres types d'éjections qui sont plus spécifiques au procédé SLM et à la présence du lit de poudre autour de la zone fondue.

I.2.3.5. Modèles de soudage - Estimation des profondeurs fondues

Différents auteurs ont proposé des modèles analytiques de soudage permettant de décrire l'évolution des géométries des zones fondues en fonction des paramètres de fusion et des propriétés du matériau. (Fabbro, 2019) montre que les données de (Heider, 2013) respectent une évolution affine (e = a/V + b) de l'inverse du rapport d'aspect en fonction de la vitesse. Cette modélisation affine diffère des modélisations linéaires proposées par (King et al., 2014) & (Rubenchik et al., 2018).

(Fabbro, 2019) détermine grâce à l'équation (I.20) l'évolution du rapport d'aspect en fonction des paramètres de soudage et d'une fonction g(Pe) du nombre de Peclet (Pe). Le nombre de Peclet (équation (I.21)) traduit ici le rapport entre le transport de chaleur convectif et diffusif.

$$\chi = \frac{e}{D} = \frac{A\,P}{\mathrm{D}\,K\,(T_V - T_0)\,g(Pe)} \tag{I.20}$$

$$Pe = \frac{VD}{2\kappa}\ ;\ g(Pe) = m\,Pe + n \tag{I.21}$$

(Rubenchik et al., 2018) établit plutôt une relation linéaire entre le rapport $\Delta H/h_s$, c'est à dire l'enthalpie libre ΔH divisée par l'enthalpie à la fusion h_s et la profondeur fondue à partir de mesures réalisées sur des alliages de titane, d'acier et d'inconel et des équations (I.22) développées par (King 2014).

L'interpolation linéaire a aussi été confirmée sur des mono-cordons SLM dans les thèses de (Gunenthiram, 2018) et (Traore, 2021).

$$\frac{\Delta H}{h_S} = \frac{AP2^{3/4}}{\pi h_S \sqrt{\kappa V \left(\frac{D}{2}\right)^3}} \qquad (I.22)$$

$$h_S = \rho C_P T_m \; ; \; \Delta H = A \, . VED \; Pe^{1/2} 2^{1/4}$$

Avec VED la densité d'énergie volumique (J/mm³) $= \frac{4P}{\pi D^2 V}$ et κ la diffusivité thermique du cuivre (m²/s).

III.2.3.6. Cas particulier du cuivre

Nous revenons ici sur certaines propriétés du cuivre susceptibles de lui conférer un comportement spécifique lors d'une fusion SLM.

Comme évoqué précédemment, le cuivre présente une forte conductivité thermique (Cagran, 2000; Mills, 2002), jusqu'à 10 fois supérieure à celle d'autres matériaux classiquement utilisés en FA. A titre comparatif, nous avons représenté l'évolution de ses propriétés thermo-physiques par rapport à celles d'un superalliage base nickel, l'inconel 718 en Figure I. 26 (Mills, 2002). A masse volumique quasiment équivalente, la conductivité thermique du cuivre est entre 5 fois (à l'état liquide) et 40 fois (à 300 K) supérieure à celle de l'Inconel 718. L'écart est quasiment le même pour ce qui concerne la diffusivité thermique $\kappa = {}^{K}/_{\rho \, Cp}$.

Il est important de noter que la conductivité thermique du cuivre diminue fortement avec la température, et en particulier lors du changement d'état solide-liquide. Cette spécificité aura un impact sur la fusion SLM du matériau, augmentant l'effet de seuil : en raison de la forte diffusivité du cuivre solide, il sera compliqué d'atteindre la fusion, mais une fois celle-ci dépassée, la chute de conductivité contribuera à amplifier les températures en ZF et la sévérité du régime de fusion, en limitant la dissipation de chaleur. En cela, le cuivre présente des propriétés de conduction thermique atypiques par rapport à l'ensemble des matériaux classiquement utilisés en SLM (base Ni, Fe, Ti) pour lesquels la conductivité augmente avec la température en phase solide, et varie peu lors du changement d'état. L'origine physique de ce phénomène est toutefois mal documentée.

Cette forte diffusivité thermique du cuivre a également pour effet de refroidir très rapidement le liquide métallique. (Zhou et al., 2015) a ainsi déterminé le temps de refroidissement d'une gouttelette de métal en fusion en fonction de la température et du matériau considéré. Comme montré en Figure I. 27 une gouttelette de 100 µm de diamètre de cuivre présente un temps de refroidissement plus rapide (< 20 µs) et plus stable que d'autres matériaux couramment utilisés en SLM. Dans la compétition possible entre écoulement du liquide par capillarité et solidification, ces fortes cinétiques de refroidissement sont donc susceptibles de limiter les capacités d'écoulement et, dans tous les cas, de limiter les tailles de zones fondues.

Pour évaluer le comportement du cuivre à l'état liquide, on peut se baser sur deux propriétés physiques du matériau : sa viscosité dynamique et sa tension de surface. L'évolution de ces propriétés en fonction de la température est présentée (Figure I. 28). On remarque que le cuivre est sensiblement moins visqueux que l'Inconel 718, ce qui favorisera son écoulement et la densification du lit de poudre, mais peut également rendre les zones fondues plus instables. Le cuivre présente également des tensions de surface en moyenne 40% plus faibles que celles de l'Inconel, et un coefficient thermo-capillaire $\frac{\partial \sigma}{\partial T} < 0$ supérieur en valeur absolue. Globalement, ces deux paramètres sont censés favoriser la déstabilisation des surfaces de zones fondues, moins « maintenues » par les tensions de surface.

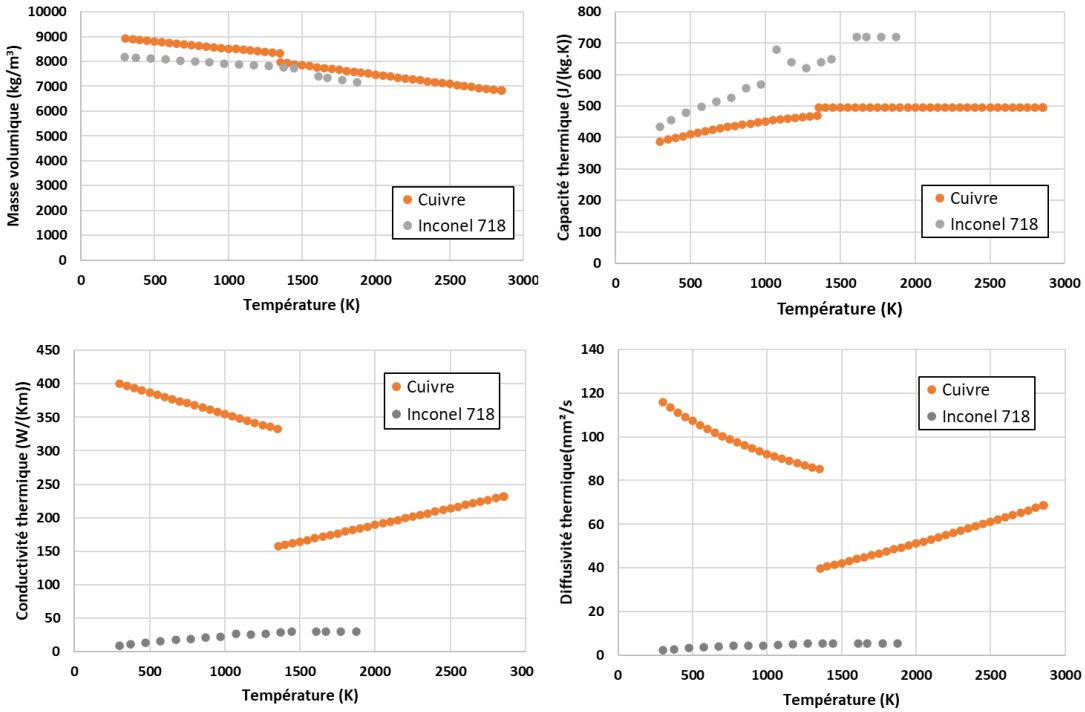


Figure I. 26 : Propriétés thermo-physiques du cuivre et de l'Inconel 718 en fonction de la température

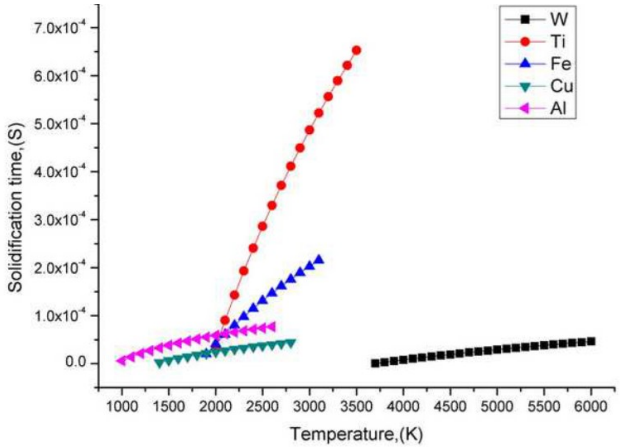


Figure I. 27 : Vitesse de refroidissement d'une sphère de liquide (diamètre = 100 µm) en fonction de la température initiale du matériau (Zhou et al., 2015)

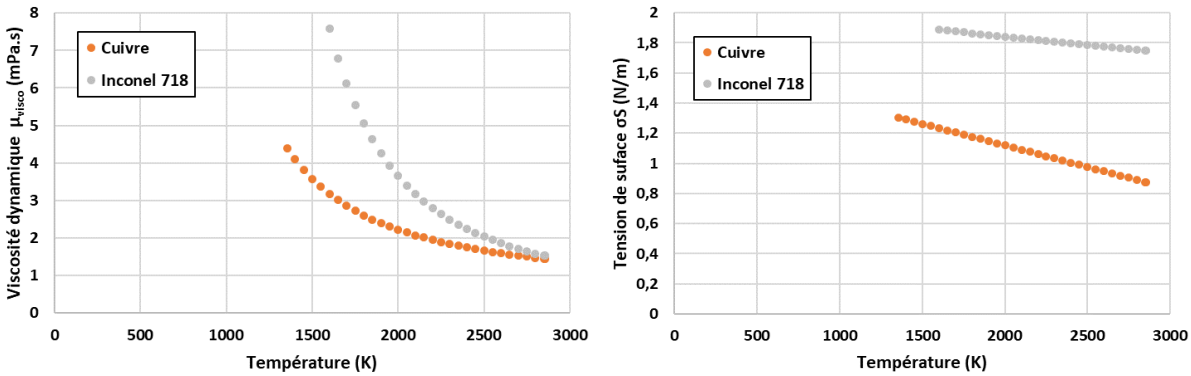


Figure I. 28 : Viscosité dynamique et tension de surface en fonction de la température pour le cuivre et l'inconel 718

En mécanique des fluides, des nombres adimensionnés sont souvent utilisés pour déterminer le comportement d'un liquide. Ces nombres permettent de hiérarchiser les phénomènes physiques dominants. Dans ce qui suit (tableau I.3), nous avons calculé différents nombres caractéristiques pour le cuivre, et des métaux SLM typiques. En première approximation, liée aux conditions de fusion SLM, on considèrera des vitesses caractéristiques équivalentes à la vitesse de déplacement du laser (~ 0.5 m/s) et des longueurs caractéristiques équivalentes au diamètre du faisceau laser ($\sim$ 100 µm).

Nombres adimensionnés					
Nom -symbole	*Formulation*	*Cuivre*	*316L*	*Al4047*	*Inconel 718*
Reynolds - Re	$Re = \frac{V L_C}{\nu}$	*69*	*47*	*62*	*40*
Prandtl - Pr	$Pr = \frac{\nu}{\kappa}$	*0,005*	*0,243*	*0,027*	*0,169*
Peclet - Pe	$Pe = \frac{V L_C}{\kappa}$	*0,323*	*11,400*	*1,651*	*6,680*
Marangoni - Ma	$Ma = \frac{\partial\sigma}{\partial T}\frac{1}{\mu\kappa} L_C \Delta T$	*42*	*563*	*749*	*334*

Tableau I. 3 : Valeurs des nombres adimensionnés pour divers matériaux couramment utilisés en SLM

Tout d'abord, pour tous les métaux liquides considérés, le nombre de Reynolds assez faible (< 100) tend à montrer que l'écoulement du fluide est laminaire, sans caractère spécifique pour le cuivre.

Le faible nombre de Prandtl (Pr<<1) du cuivre indique que la conduction thermique est dominante vis-à-vis des effets convectifs, et que la vitesse fluide aura peu d'effet sur le profil de température. Dans le même registre, le fait que le nombre de Peclet (= produit de Pr x Re) soit inférieur à 1 indique une prépondérance de la conduction thermique devant les effets convectifs forcés (déplacements du fluide), donc a priori un effet limité de la vitesse de soudage vis-à-vis des dimensions des zones fondues. Enfin, le cuivre présente un nombre de Marangoni environ 10 à 15 fois plus faible que les autres matériaux, ce qui caractérise des effets thermo-capillaires réduits par rapport aux effets de conduction thermique.

Dans tous les cas, les faibles valeurs de ces trois derniers nombres adimensionnés (Pr, Pe, Ma) montrent qu'en raison de la forte conductivité thermique du cuivre, on peut s'attendre à avoir des bains liquides relativement petits et peu dépendants de la vitesse, en raison d'une contribution réduite de la convection, et en particulier de la convection forcée vis-à-vis de la conduction thermique.

I.3. Mise en œuvre et principe physique du procédé SLM

I.3.1. Généralités sur le procédé SLM

I.3.1.1. Les étapes de création d'une pièce

Le procédé SLM (*Selective Laser Melting*) ou L-PBF (*Laser Power Bed Fusion*) est une technologie de fabrication additive de fusion sur lit de poudre. Comme pour tous les procédés de fabrication additive, la pièce à fabriquer est issu d'un modèle CAO découpé en tranches correspondant aux couches successives de fabrication, et d'épaisseur comprise entre 20 µm et 100 µm. La technologie SLM utilise des lasers fibres de forte puissance (P > 100-200 W) émettant dans l'infrarouge (λ = 1.07 µm) pour fusionner « sélectivement » les particules de poudres métalliques à chaque couche. Le faisceau laser collimaté est alors déplacé à grande vitesse et focalisé sur le lit de poudre par l'intermédiaire d'une tête

scanner équipée de deux miroirs galvanométriques, et d'une lentille de focalisation f-theta de longueur focale variable (souvent proche de 400 mm pour éviter les projections métalliques sur les optiques).

La fabrication d'une couche se déroule de la manière suivante : (1) un racleur (ou un rouleau) étale une couche de poudre, (2) le laser fond la poudre uniquement aux endroits déterminés par la stratégie de lasage du fichier de fabrication, (3) le plateau de fabrication descend d'une hauteur fixe Δh et le racleur étale une nouvelle couche de poudre.

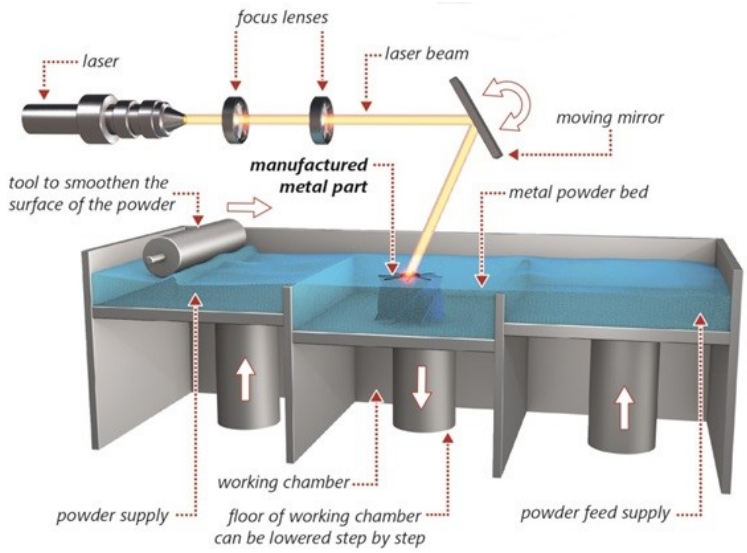


Figure I. 29 : Description schématique d'une machine de SLM (double plateau + étalement par rouleau) ("Additive manufacturing," n.d.)

Durant la fabrication, la chambre de fabrication est inertée avec un gaz neutre (argon ou azote) qui permet de diminuer le taux d'oxygène dans la chambre (en général en dessous de 1000 ppm = 0.1 %) pour limiter l'oxydation durant la fusion, qui peut être source d'instabilités et surtout affecter les propriétés finales des pièces (cas du titane dont les propriétés de ductilité chutent au-delà de 2000 ppm). Un flux latéral d'argon (*crossflow*) est aussi utilisé pour décaler la plume de vapeur métallique issue de la fusion en régime *keyhole*, qui peut interagir avec la caustique (= enveloppe des rayons lumineux lors de leur propagation) du laser incident et gêner l'interaction laser-matière (Traore, 2021). Un second *crossflow* est installé sous le hublot supérieur de la machine, afin d'éviter son encrassement lors de la production. Les plateaux de fabrication, de diamètre 100 mm à 500 mm, peuvent également être préchauffés entre 100°C et 500°C afin de limiter les gradients thermiques et les contraintes résiduelles. La pièce, une fois fabriquée, est retirée du volume de poudre non fusionnée. Les supports sont ensuite retirés manuellement. Enfin la pièce est nettoyée à l'aide d'un sablage pour supprimer les poudres non fusionnées agglomérées en surface. Les pièces fabriquées peuvent enfin subir des traitements thermiques afin de stabiliser et/ou d'homogénéiser l'état du matériau. Les traitements les plus couramment utilisés sont : (1) les traitements de relaxation à basse température (autour de 200-300°C sur le cuivre (Barbery, 1991)) permettant de diminuer les contraintes résiduelles dans la pièce (ces derniers peuvent être effectués avant désolidarisation du plateau), (2) les traitements de recuit à plus haute température (autour de 600-800°C sur le cuivre) permettant d'homogénéiser la microstructure et (3) les traitements de type HIP permettant de réduire les porosités interne de la pièce. Enfin les pièces peuvent être usinées pour satisfaire aux exigences dimensionnelles.

I.3.1.2. Les paramètres du procédé SLM

Le procédé SLM met en œuvre un très grand nombre de paramètres qui influencent plus ou moins directement la qualité des pièces produites. Ces paramètres, liés à l'éclairement laser, aux propriétés

du lit de poudre, à l'enceinte de fabrication ou à la stratégie de lasage sont résumés dans le Tableau I. 4. Certains paramètres, intrinsèques à la pièce, au matériau choisi ou à la machine ne sont pas ou peu modifiables. Les autres liés à la stratégie de balayage et aux paramètres d'éclairement laser peuvent plus facilement être modifiés en amont et auront un impact plus direct sur les propriétés de la pièce fabriquée.

Parmi les paramètres pouvant être considérés du premier ordre, on retrouve donc principalement les paramètres liés à l'interaction laser-matière : la puissance laser P(W), la vitesse de balayage V (m/s) et le diamètre du faisceau D'µm), auxquels on vient ajouter l'écart vecteur H (µm) (espacement entre cordons de lasage) et la hauteur de couche Δz (µm) = hauteur d'incrément plateau.

Paramètres du procédé SLM						
Pièces	Faisceau laser	Poudre	Machine		Stratégie de lasage	
			Plateau	Chambre	Remplissage	Contour
• Dimensions de la pièces : - hauteur - surface à laser • Orientation • Présence de support	• Puissance • Diamètre de spot • Distribution du faisceau • Mode : - continu - pulsé	• Propriétés du matériau • Degrés d'oxydation • Forme de la poudre • Granulométrie • Compacité • Coulabilité	• Température de chauffage du plateau • Descente du plateau (= hauteur de couche)	• Température de la chambre • Gaz d'inertage • Lame d'air : - hauteur/plateau - pression - débit	• Hatch (écart-vecteurs) • Vitesse de balayage • Ordre de balayage • Mode de balayage (sky-writting/delay)	• Présence ou absence • Vitesse de balayage • Nombres

Tableau I. 4 : Paramètres du procédé SLM (Vert paramètres modifiables ; rouge paramètres non modifiables)

Actuellement les machines de SLM sont principalement utilisées pour fabriquer des métaux peu réfléchissants dans l'IR et assez peu conducteurs thermiques : aciers, alliages de titane, superalliages base nickel. Les puissances nécessaires pour réaliser des pièces denses se situent majoritairement entre 200 W et 300 W pour des diamètres de faisceau compris entre 50 et 100 µm. Les vitesses de balayage sont pour leur part comprises entre 0.5 et 1.5 m/s. L'ensemble des valeurs associées aux paramètres de fabrication du procédé sont résumées dans le Tableau I. 5.

Paramètres du procédé SLM	
Laser	
Puissance (P)	100 à 1000 W
Diamètre de faisceau (D)	50 à 200 µm
Longueur d'onde (λ)	1,07 µm (infra-rouge)
Lit de poudre	
Hauteur de poudre (Δz)	40 à 100 µm
Granulométrie	15-45 µm
Conductivité équivalente (K_{eq})	Dépend de matériau, compacité
Absorptivité	Dépend du matériau
Machine	
Vitesse (V)	0,2 à 2 m/s
Ecart vecteur (H)	0.05 – 0.15 mm
Stratégie de lasage	Lignes/Damier
Gaz d'inertage	Ar ou N_2

Tableau I. 5 : Paramètres types utilisés pour optimiser le procédé SLM

Les principaux paramètres (P, V, D, Δz, H) du procédé SLM peuvent être combinés en paramètres énergétiques souvent utilisés dans la littérature pour tenter de comparer les apports énergétiques et l'échauffement moyen et/ou les dimensions de zones fondues issus de grandes plages paramétriques.

Différents paramètres combinés peuvent être utilisés, de façon plus ou moins pertinente et représentative de la réalité du procédé SLM.

- La densité d'énergie linéique LED (*Linear Density Energy*)

La densité d'énergie linéique LED (J/m) est une expression très utilisée en soudage qui correspond simplement au rapport entre la puissance et la vitesse. A diamètre de faisceau constant, on la retrouve dans certaines expressions analytiques des dimensions des zones fondues.

$$LED = \frac{P}{V} \tag{I.23}$$

- La densité d'énergie volumique VED (*Volume Energy Density*)

La densité d'énergie volumique VED (J/m^3) traduit l'apport volumique d'énergie pour un mono-cordon lors du soudage laser. Cette expression, qui correspond au rapport entre l'intensité laser I (W/m²) et la vitesse de balayage V, peut être reliée directement aux profondeurs fondues d'après des modèles de soudage (Fabbro, 2020; King et al., 2014). Le fait qu'elle intègre le diamètre de faisceau permet de mieux traduire l'apport énergétique local au niveau d'un mono-cordon.

$$VED = \frac{4\,P}{\pi\,D^2\,V} \tag{I.24}$$

- La densité d'énergie par volume construit EBV (*Energy per built volume*)

La densité d'énergie par volume construit est la formule la plus couramment utilisée pour traduire l'apport énergétique en SLM (Liu et al., 2015). Contrairement au VED, l'EBV (J/m^3) considère un volume global de matière irradié lors de la fabrication d'une pièce en SLM en prenant en compte l'épaisseur de couche (Δz) et l'écart vecteur h entre deux cordons. Comme la précédente, cette formulation n'a pas de réalité physique mais présente l'avantage de prendre en compte une bonne partie des paramètres importants en SLM, à l'exception du diamètre du faisceau (souvent constant il est vrai).

$$EBV = \frac{P}{H\,\Delta z\,V} \tag{I.25}$$

D'autres paramètres combinés sont également utilisés dans la littérature associée au procédé SLM. Dans tous les cas cependant, ces paramètres qui sont censés pouvoir être reliés à des grandeurs thermiques (température moyenne, gradient thermique) ou thermomécaniques (contraintes et déformations résiduelles) ne prennent pas en compte un paramètre important et très variable : le temps de refroidissement entre écart vecteurs successifs (à l'échelle d'une couche) et entre couches successives (à l'échelle de la fabrication de la pièce). Ce paramètre dépend entre autres : de la longueur des écarts vecteurs et de la taille des pièces et plus globalement de la stratégie de balayage et, à un degré moindre, du nombre de pièces sur le plateau et du temps d'étalement de la poudre. Dans la thèse, nous utiliserons majoritairement le VED qui traduit bien l'évolution des profondeurs fondues.

I.3.1.3. Les stratégies de balayage

En SLM la fusion d'une couche de poudre se décompose classiquement en deux étapes :

- La réalisation d'un ou plusieurs contours pour délimiter les bords de la pièce.
- Le remplissage, destiné à densifier le cœur de la pièce

Les paramètre de balayage recommandés par les fabricants de machine sont en général différents entre la fabrication du contour et le remplissage de la pièce, souvent avec des P/V comparables mais des puissances et vitesses inférieures dans les étapes de contour (par exemple P= 275 W, V = 0.8 m/s pour

le remplissage et P = 150 W, V = 0.4 m/s pour le contour sur un Inconel 625), peut-être pour favoriser la résolution spatiale, sans affecter la productivité de la pièce (surtout conditionnée par l'étape de remplissage majoritaire).

Le remplissage du cœur de la pièce consiste en une superposition de mono-cordons espacés d'un écart vecteur H (hatch). Dans les stratégies de remplissage couramment utilisées en SLM, le hatch est inférieur à la largeur du mono-cordon cela entraîne un recouvrement partiel des mono-cordons et une topographie de surface régulière. Le taux de recouvrement latéral associé est souvent proche de 50-70 %. La Figure I. 30 résume les différents éléments participant à la création d'une surface de balayage en SLM (Louvis, 2011). Outre l'écart vecteur, la direction et l'angle de balayage (variable entre chaque couche), on y trouve également différents *offset* (décalage géométrique) : entre le contour et le remplissage, entre les différents traits de contour, qui sont importants à maîtriser pour limiter la formation des porosités à proximité des surfaces de pièces.

Au final, l'optimisation de la stratégie de balayage et plus généralement de la paramétrie procédé traduit un compromis entre un objectif de qualité pour les pièces finales (par exemple un taux de porosité minimum à atteindre), la nécessité de stabiliser le procédé (éjections de matière, vaporisation excessive) et le temps nécessaire à la création d'une pièce (Olakanmi et al., 2015; Valente et al., 2019).

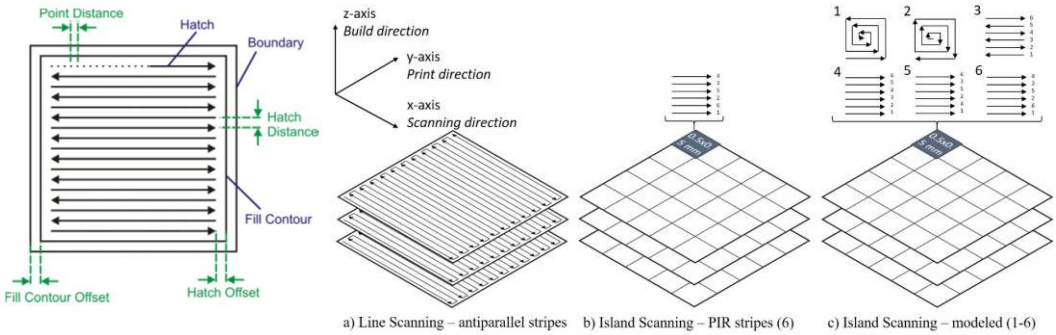


Figure I. 30 : Stratégies de balayage utilisées pour le procédé de SLM (Louvis, 2011; Valente et al., 2019)

I.3.2. Mécanismes physiques impliqués lors de la fusion SLM

La plupart des études d'optimisation du procédé SLM commencent par réaliser des plans paramétriques basés sur la puissance laser P, la vitesse de balayage V et la hauteur de couche Δh dans le cadre d'essais mono-cordons afin d'identifier des domaines de stabilité. Par rapport à des simples cordons de soudage sur substrat tels que présentés au paragraphe 2, la présence de poudre modifie les conditions aux limites des procédés de fusion laser, impactant à la fois l'absorption de l'énergie et la stabilité du bain liquide. Nous rappelons donc ici les spécificités de la fusion laser sur lit de poudre.

I.3.2.1. Interaction laser-matière sur lit de poudre

Un lit de poudre est constitué d'une multitude de grains de poudre ayant pour absorptivité spécifique l'absorptivité du matériau considéré. Par contre, l'ensemble des grains constituant le lit de poudre constitue également, au même titre que le keyhole, une géométrie de piégeage pour le rayonnement laser. Ainsi, un lit de poudre est globalement plus absorbant qu'un grain à cause des multi-réflexions que subit le laser à la surface des grains. Ce rayonnement réfléchi vers le lit de poudre est de nouveau absorbé par les grains (Gusarov et al., 2009), ce phénomène se répétant tant que le rayonnement peut être réabsorbé. On a donc une quantité d'énergie globalement absorbée par le lit de poudre qui va être plus importante (Figure I. 31) que sur un substrat massif.

Le modèle de (Gusarov et al., 2009), présenté en Figure I. 32 fournit une approximation de la valeur d'absorptivité du lit de poudre connaissant les dimensions du lit de poudre, la granulométrie de la

poudre et la réflectivité du matériau de base. Deux cas sont considérés : (1) un lit de poudre épais, et (2) un lit de poudre d'épaisseur finie pour lequel peut intervenir une réflexion sur le substrat sous-jacent. L'équation (I.26) fournit cette valeur d'absorptivité dans le cas d'un matériau d'épaisseur finie. Nous utiliserons cette équation au chapitre 3 et la confronterons à des valeurs obtenues expérimentalement sur des lits de poudre de cuivre.

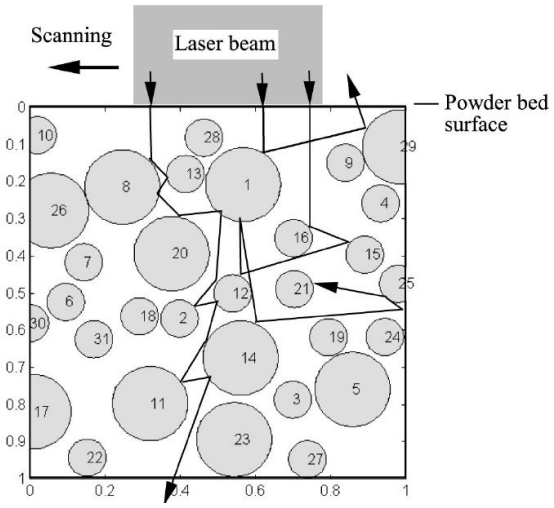


Figure I. 31 : Modélisation des multi-réflexions du laser dans un lit de poudre (Laumer et al., 2013)

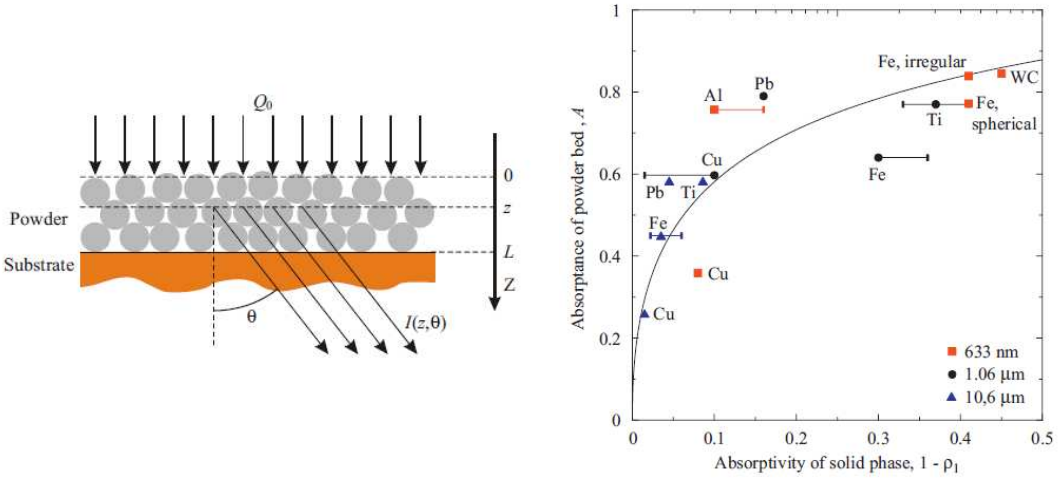


Figure I. 32 : Modèle d'absorption de l'énergie laser par un lit de poudre et application à différents matériaux et différentes longueurs d'onde dans le cas d'un lit de poudre épais (Gusarov et al., 2009), ρ_i = réflectivité du solide constituant les grains

$$A = \frac{R\,a_G}{(4R-3)D}\Big\{2(1-R^2)e^{-\lambda_G} - \left(3+R\,e^{-2\lambda_G}\right) \times \left\{[1+a_G-R(1-a)]e^{2a_G\lambda_G} + [1-a_G-R(1+a_G)]e^{-2a_G\lambda_G}\right\}\Big\} - \frac{3(1-R)\left(1-R\,e^{-2\lambda_G}\right)}{4R-3} \quad \text{(I.26)}$$

$$D = (1-a_G)[1-a_G-R(1+a_G)]e^{-2a_G\lambda_G} - (1+a_G)[1+a_G-R(1-a_G)]e^{2a_G\lambda_G}$$

Avec R : la réflectivité du matériau solide ; a : un paramètre dépendant de la réflectivité R : $a = \sqrt{1-R}$; λ_G : l'épaisseur optique définie par $\lambda_G = \frac{3}{2}\frac{1-\varepsilon}{\varepsilon}\frac{L_{couche}}{D_{poudre}}$; ε : le taux de porosité du lit de

poudre ε = 1 – C (C étant la compacité du lit de poudre) ; L_{couche} est l'épaisseur de la couche et D_{poudre} le diamètre des grains de poudre

I.3.2.2. Phénomènes physiques spécifiques au procédé SLM : Ejections et dénudation

Lors de la fusion SLM, plusieurs phénomènes spécifiques interviennent, qui différencient un cordon de soudure réalisé sur lit de poudre d'un cordon réalisé sur substrat :

- Lors de la fusion de la poudre, qui présente un taux de compacité χ variable (compris entre 0.4 et 0.6) dépendant des conditions d'étalement et de la distribution granulométrique, un retrait s'opère, et la surface initiale du lit de poudre s'abaisse d'un facteur $1/\chi$. Pour cette raison, lors d'une fabrication multi-cordons, les hauteurs de poudre réelles tendent vers $\Delta z/\chi$. Ainsi, des incréments plateaux de Δh = 50 µm appliqués à une poudre de compacité 0.5 entraîneront, au bout de quelques couches, la création d'une hauteur de poudre stabilisée de l'ordre de ~100 µm.

- Une zone de dénudation en poudre se forme de part et d'autre du cordon de fusion (Figure I. 33). Cette zone appauvrie en poudre va réduire les dimensions des cordons suivants (Figure I. 33), et conditionner le choix des écarts vecteurs (espacements entre cordons adjacents). Elle est créée par un mouvement latéral de recirculation gazeuse issu de la friction de la vapeur métallique ascendante avec l'atmosphère environnante (Matthews, 2016). Cette détente de vapeur crée une dépression locale qui provoque un flux d'Ar dirigé vers la zone fondue (mouvement de Bernoulli). Lorsque sa vitesse V_g est suffisante, ce flux latéral, d'énergie cinétique $\frac{1}{2}\rho V_g^2$ entraîne les particules de poudre qui sont soit incorporées dans le bain liquide, soit entraînées verticalement sous forme de micro-éjectas (Figure I. 35). Ce phénomène, dont l'importance peut varier avec l'état de la surface de fabrication traduit une différence significative par rapport à un simple cordon de soudage : la présence d'un mode de fusion indirect dans lequel des grains de poudre éloignés de la zone éclairée par le laser, vont venir alimenter le cordon de fusion.

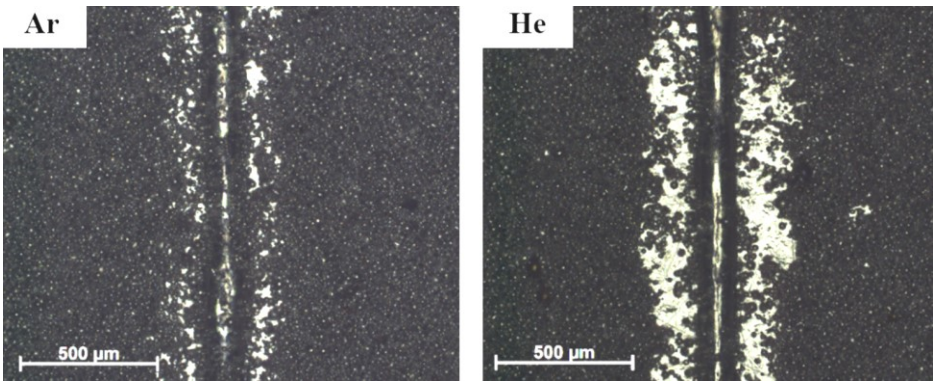


Figure I. 33 : Cordons de soudure réalisés sur lit de poudre en Inconel 625. Influence de l'atmosphère de travail sur les largeurs dénudées (Traore et al., 2020)

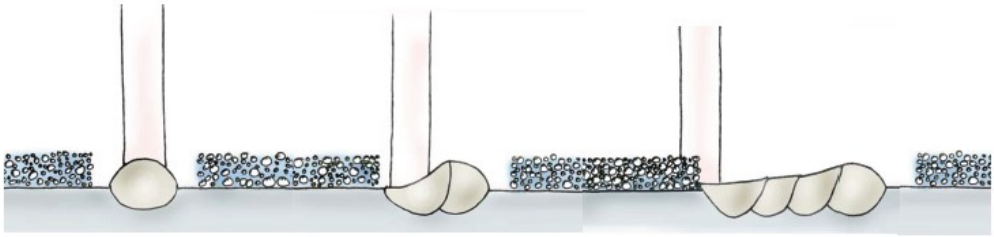


Figure I. 34 : Effet de la dénudation sur la taille des cordons lors de la fabrication d'une surface 2D par SLM (Yadroitsev, 2011)



Figure I. 35 : (a) Formation des zones dénudées et éjectas de matière issus du lit de poudre (Matthews, 2016) et (b) éjections de matière en cours de procédé

- Des éjections de matière sont systématiquement présentes lors d'une fabrication SLM (Figure I. 35), en plus des modes de déstabilisation des zones fondues typiques du mode *keyhole* (paragraphe 2). Ces éjections, de taille souvent comprise entre 20 µm et 100 µm, s'expliquent en partie par le même principe physique que celui conduisant à la dénudation : les particules attirées vers la zone fondue sont entraînées verticalement et éjectées, soit à l'état solide, soit à l'état liquide si elles interagissent avec le faisceau laser sur leur temps de vol. On peut limiter leur nombre en travaillant à faible VED (Gunenthiram et al., 2018) ou en modifiant l'atmosphère de travail (hélium au lieu d'argon) (Traore, 2021). D'autres types d'éjectas, plus gros (100-200 µm) et directement issus de la déstabilisation de la zone fondue SLM, ont également été mis en évidence par des études récentes (Wang et al., 2017). La direction des éjections dépend de la forme du bain liquide et de la direction de la plume de vapeur, comme décrit par (Bidare, 2018). Pour les cordons présentant peu de déformation du bain liquide par la vapeur, les éjections vont principalement avoir lieu vers l'avant du bain liquide. Avec l'augmentation de la déformation de la surface du bain liquide par l'évaporation du bain liquide, les éjections vont plutôt se faire vers le haut. Enfin, plus le capillaire est profond et incliné plus les éjections se feront vers l'arrière du bain liquide (Figure I. 36).

A ce jour, aucune étude n'a cependant décrit ces mécanismes physiques (éjections, dénudation) dans le cas de fabrication additive par SLM du cuivre, les auteurs se contentant d'optimiser – avec difficulté - le taux de densification.

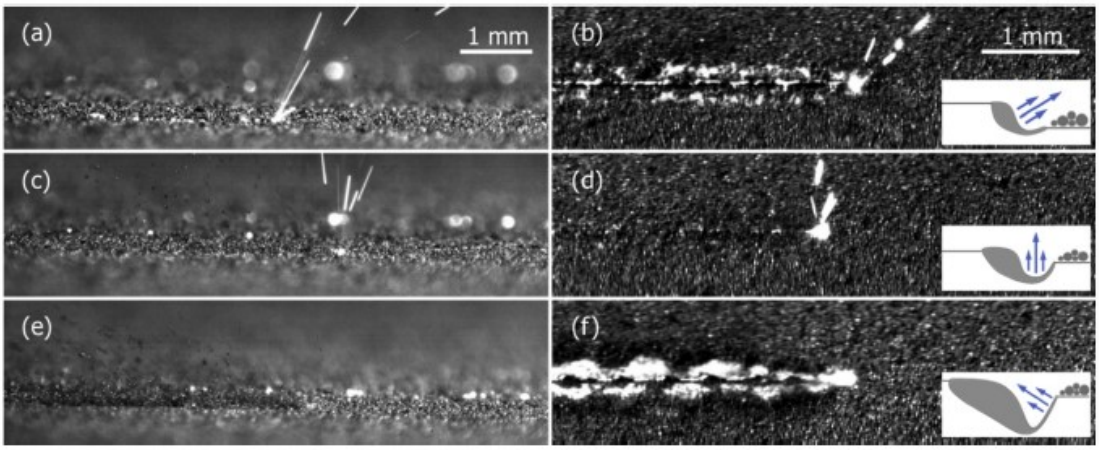


Figure I. 36 : Directions des éjections de matière en fonction de la morphologie du cordon de soudure (Bidare, 2018)

I.3.2.3. Domaines de stabilité des mono-cordons réalisés sur lit de poudre

L'optimisation de mono-cordons passe par la définition de diagrammes de stabilité pour déterminer les conditions (Puissance – Vitesse) pour lesquelles le cordon obtenu est continu. La Figure I. 37 montre un exemple de diagramme de stabilité (Gunenthiram et al., 2017). L'obtention de cordon continu est une condition souvent considérée comme nécessaire – pour favoriser le recouvrement latéral entre cordons - mais pas suffisante pour obtenir une pièce 3D dense.

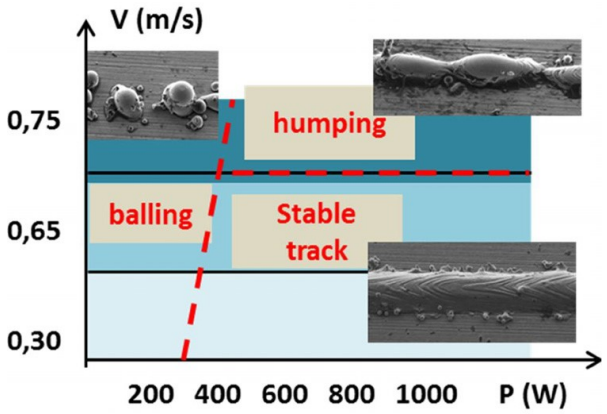


Figure I. 37 : Diagramme de stabilité de cordons de soudure réalisés sur lit de poudre en 316L (Gunenthiram et al., 2017)

On peut distinguer trois domaines distincts des cordons suivant les conditions énergétiques (P/V).

Le premier cas correspond à l'obtention de cordons continus présentant une forme linéaire et stable, et des hauteurs régulières. On peut y distinguer facilement les chevrons de solidification formés lors du refroidissement du bain liquide. Ces cordons, de profondeur suffisante pour assurer une dilution (= refusion) de la couche précédente sont généralement issus d'un mode *keyhole* peu profond, avec des rapports d'aspect (profondeur/diamètre de faisceau) compris entre 1 et 3 en SLM.

Pour des faibles rapports P/V donc des apports énergétiques insuffisants, la fusion SLM conduit à du *Balling*. Le cordon est alors discontinu et composé de sphères de liquide disjointes. Le faible niveau de dilution donc la profondeur fondue insuffisante ne permettent pas de solidariser le cordon au substrat. Il en résulte une sphéroïdisation du bain liquide sous l'effet des tensions de surface, associé à la minimisation de l'énergie libre du système, et la formation de gouttelettes de métal. Le seuil de *Balling* est souvent associé au critère de Plateau- Rayleigh (Longueur de ZF /largeur de ZF > π) dans lequel un capillaire de liquide libre se déstabilise sous l'effet de tensions de surface (Gusarov et al., 2009). Ce régime de *Balling* est incompatible avec la fabrication de pièces 3D.

Un deuxième type d'instabilité est associé au phénomène de *humping* (bosselage). Il se traduit par la formation périodique de creux (*valleys*) et de bosses (*humps*) et apparaît pour des puissances et des vitesses de balayage élevées (Figure I. 38). Son origine physique est directement liée à l'interaction entre le capillaire de vapeur et le bain liquide métallique. Au-delà d'une vitesse fluide critique (environ 10 fois la vitesse de balayage selon Seiler (Seiler et al., 2016)) dirigée vers l'arrière (Figure I. 24), les mouvements de convection vident le cordon, repoussent le métal liquide vers le front de solidification, et le font remonter au-dessus de la ligne de base (Tang, 2020). Cette instabilité, a priori moins pénalisante que le *Balling* car les cordons restent quasi-continus, peut quand même poser des problèmes sur pièces 3D lorsque les *humps* sont trop hauts (risques d'interaction avec le racleur lors de l'étalement de poudre), ou lorsque les *valleys* sont trop profondes (risques de surépaisseur du lit de poudre et formation de manques de fusion).

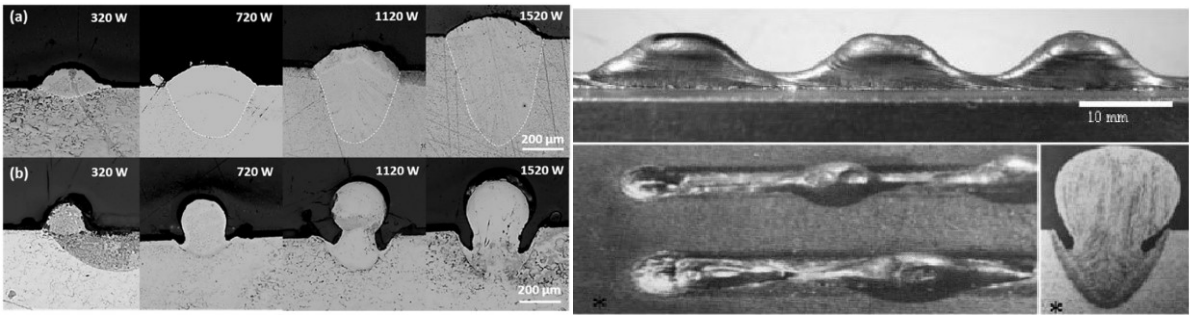


Figure I. 38 : (a) Coupes de cordons SLM d'acier 316L en fonction de la puissance et de la vitesse ((a) 0.3 m/s et (b) 0.75 m/s) (Gunenthiram et al., 2018) - Le humping est obtenu à vitesse et puissance élevée ; (b) Morphologies de cordons en condition de humping (Cai et al., 2017)

I.3.3. Origine des porosités en SLM

Le principal défaut présent dans les pièces SLM, comme dans les procédés de fonderie classique, est la porosité. La plupart des optimisations paramétriques visent donc à limiter le taux de porosité pour optenir les pièces les plus denses possible. Ces porosités sont dues aux instabilités de fusion et plus majoritairement à une mauvaise optimisation paramètrique et des recouvrements insuffisants entre cordons.

On peut discerner deux types de porosités en SLM. Les premières sont dues à des inclusions de gaz lors de la fusion. Ces porosités sphériques sont généralement dues à des fermetures de capillaires de vapeur, souvent localisées dans des zones en bordure des pièces SLM, pour lesquelles les profondeurs de fusion sont excessives en raison d'un mauvais contrôle de la vitesse de balayage. Dans ces zones périphériques, correspondant à des débuts ou des fins de vecteurs de lasage, les vitesses peuvent être inférieures aux vitesses de consigne en raison d'une inertie de la tête scanner. L'apport énergétique P/V est donc augmenté, et le *keyhole* profond déstabilisé.

Une illustration de la fermeture d'un capillaire de vapeur modélisé par (Lin,2017) (Figure I. 39) montre bien la création de ces porosités sphériques dans un bain liquide d'alliage d'aluminium (Lin et al., 2017).

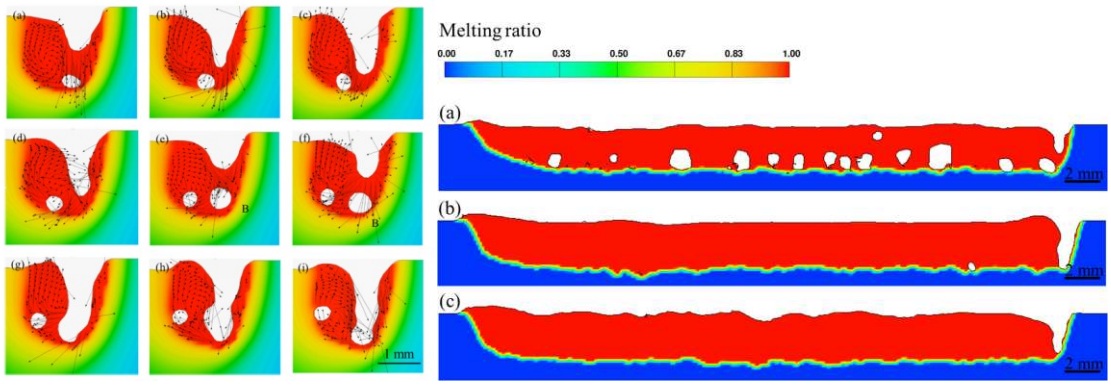


Figure I. 39 : Modélisation du capillaire de vapeur avec apparition des porosités (Lin et al., 2017)

Les seconds types de porosités sont des manques de fusion, généralement dus à un mauvais recouvrement entre cordons (Tang et al., 2017), associés par exemple à des écarts vecteurs trop grands, et entraînant des chapelets de porosités non sphériques alignées. L'optimisation paramétrique doit donc se faire dans le but de minimiser les manques de fusion entre deux cordons juxtaposés.

(Tang et al., 2017) a proposé un critère géométrique simplifié permettant d'optimisation du recouvrement en fonction de la géométrie du cordon unitaire (largeur l et hauteur H), de l'écart vecteur h et de la hauteur de couche Δh (Figure I. 40).

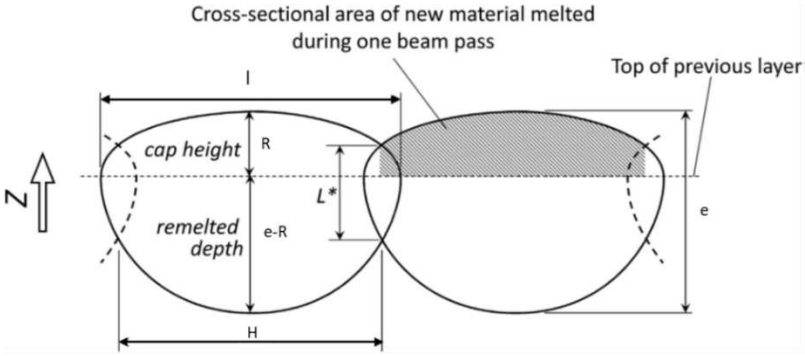


Figure I. 40 : Modèle géométrique de recouvrement de cordons adjacents (Tang et al., 2017)

$$\left(\frac{H}{l}\right)^2 + \left(\frac{\Delta z}{e}\right)^2 \leq 1 \qquad \text{(I.27)}$$

Enfin, la présence d'éjectas redéposés sur le lit de poudre et sur la surface de construction des pièces en cours de fabrication peut également causer la formation de porosités (Figure I. 41). Si l'éjecta est trop volumineux, la poudre ne peut pas être correctement étalée et la matière ne peut pas être fondue de façon homogène. Il subsiste alors des manques de fusion situés autour des macro-éjectas sphériques.

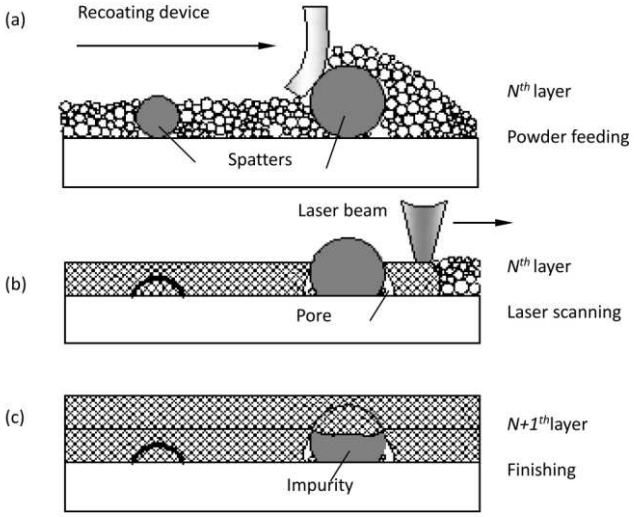


Figure I. 41 : Formation de porosité due à la non refusion des éjections de matière (Wang et al., 2017)

I.3.4. Les microstructures des pièces élaborées par SLM

Les microstructures issues du procédé SLM résultent de très grandes vitesses de refroidissement ($10^{5\text{-}7}$ K/s) associées à une solidification rapide du métal fondu (0.1 < R < 1 m/s). Elles sont donc très spécifiques par rapport à celles issues des procédés plus conventionnels (fonderie, forge).

I.3.4.1. Généralités sur la solidification d'un cordon de fusion

Le mode de solidification (planaire, cellulaire, équiaxe dendritique ou colonnaire dendritique) et la taille des structures de solidification sont les deux principales caractéristiques définissant les structures des grains issus de la solidification de bains liquides métalliques (Kou, 2003). Ces deux caractéristiques sont pilotées par le gradient thermique (G en K/mm) et la vitesse de solidification (Vs en mm/s).

D'après (Kou, 2003), le ratio G/R définit le mode de solidification et le produit G x R, la taille de la structure de solidification. A partir de ces deux données, il est possible d'établir une cartographie de la microstructure de solidification issue des procédés de fonderie ou de soudage (Figure I. 42). La taille, la forme et l'orientation des grains est donc définie à partir de ces deux paramètres. Plus G/R est grand, plus la microstructure tendra vers une structure dendritique ou cellulaire colonnaire (avec des grains allongés selon la direction du gradient thermique). A l'opposé, de faibles valeurs de G/R favorisent une structure équiaxe = sans orientation privilégiée. Enfin, plus G x R (K/s) est élevé, plus la microstructure est fine. A titre indicatif, nous avons reporté ci-dessous la position des différents procédés de FA métallique. Le procédé L-PBF (ou SLM) est associé aux cinétiques les plus rapides.

Au sein d'un même cordon de soudure, les conditions thermiques locales varient et conduisent également à des microstructures variables lors du refroidissement du bain liquide. Ainsi, si l'on considère les grandeurs thermiques à la périphérie d'un cordon de soudage entre les points A (cœur de zone fondue) et B (arrière du cordon), et en décrivant toute l'ellipse de l'isotherme de fusion (Figure I. 43), on montre que :

- La partie basse du cordon présente un gradient thermique élevé, des rapports G/Vs élevés, et des Vs faibles qui favorisent une croissance colonnaire à partir des structures de grain déjà existantes. On retrouve donc sur les bords d'un cordon de soudure des grains allongés dans la direction du déplacement de la source de chaleur.
- La partie haute correspondant à la fin de solidification (B) correspond à un gradient thermique réduit et des Vs rapides (Figure I. 43), qui favorisent une croissance plus équiaxe et plus fine. A forte vitesse de soudage, la zone fondue est plus allongée et la proportion de grains équiaxes tend à augmenter.

Cette évolution des vitesses de solidification suit la loi : Vs = V cos α avec α = angle entre la vitesse de balayage V et la normale au front de fusion.

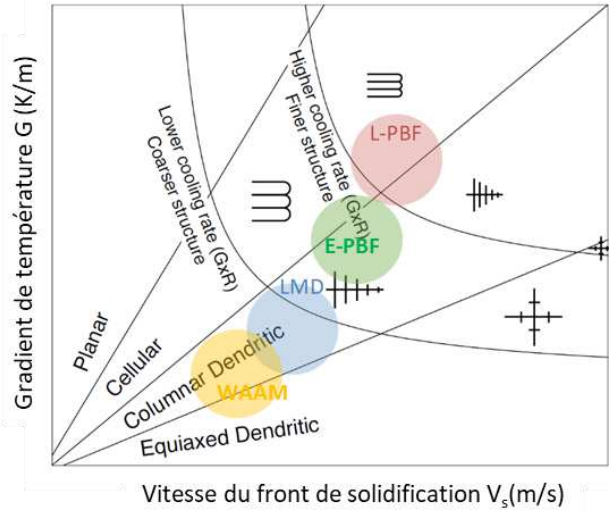


Figure I. 42 : Cartographie des microstructures formées en soudage (Kou, 2003)

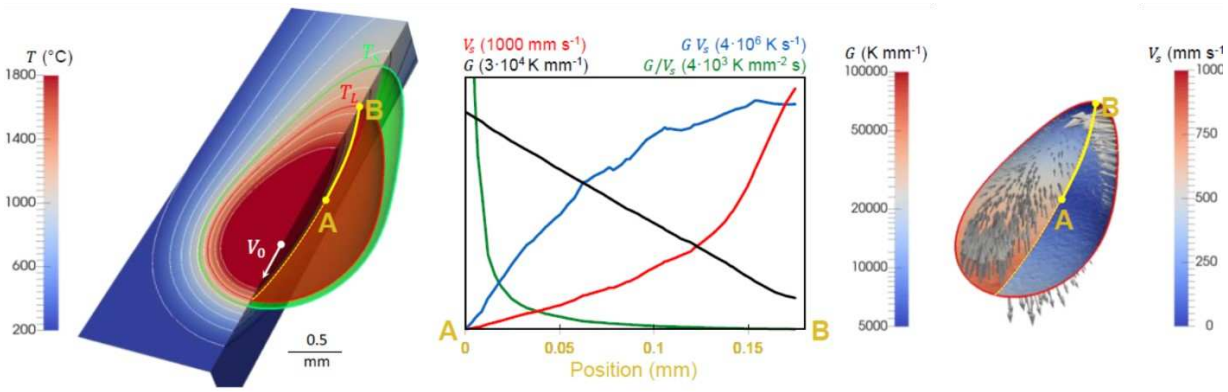


Figure I. 43 : Cartographie de solidification d'un cordon de soudage. Evolution des conditions thermiques locales (Gandin, 2021) le long de l'isotherme de fusion

I.3.4.2. Microstructures d'une pièce SLM

La microstructure de solidification d'une pièce élaborée par SLM résulte du recouvrement latéral et vertical de milliers de mini-cordons de fusion laser qui, individuellement présentent sur coupes transverses des microstructures colonnaires et perpendiculaires à l'isotherme de fusion en périphérie et souvent équiaxes dans la partie centrale et supérieure des cordons. Le recouvrement des cordons implique une refusion partielle du cordon précédent et donc une modification des grains. Globalement, l'orientation des grains qui résulte de ces recouvrements dépend à la fois du gradient thermique principal au cœur de la pièce (généralement dirigé verticalement, dans le sens de fabrication), de la courbure de la zone fondue au sein de chaque cordon, du taux de recouvrement entre cordons, et de la stratégie de balayage (aller-retour, aller-aller …). Un exemple de microstructure de solidification en lien avec la position des mono-cordons est présenté en Figure I. 44. On y retrouve un liseré de grains colonnaires (en rouge) orientés <001> selon la direction de fabrication, ce qui est attendu pour un alliage CFC, et alignés en vis-à-vis du bas des cordons (dans la zone ou l'isotherme de fusion est dirigé verticalement). Ces zones rouges sur l'imagerie EBSD correspondent à une croissance épitaxiée verticale, sans refusion latérale (Andreau et al., 2019). Les zones vertes, orientées <110> par rapport à la direction de fabrication traduisent l'orientation moyenne à 45° des bords des cordons fortement recouverts latéralement par rapport à la direction verticale. Cette orientation <110> est majoritaire dans le cas du 316L.

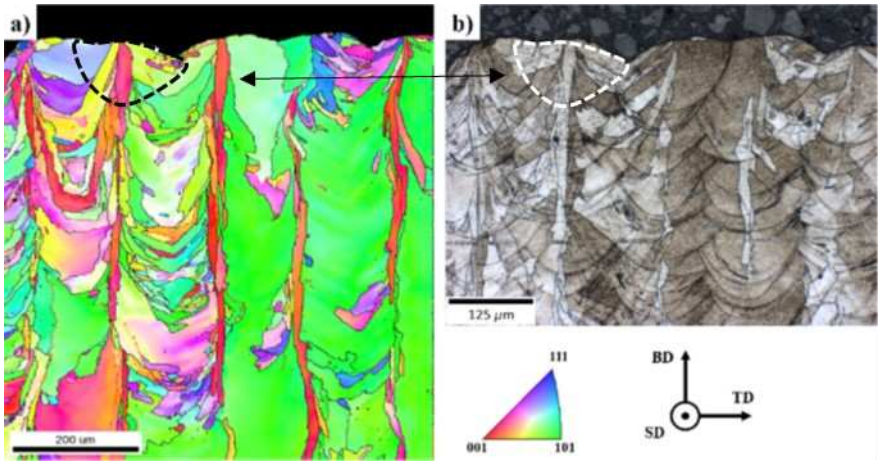


Figure I. 44 : Microstructure d'une pièce en 316L fabriquée par le procédé SLM (Andreau et al., 2019)

A des échelles inférieures (au cœur des grains), les matériaux SLM présentent une microstructure cellulaire fine (taille moyenne de cellule ~1 µm) qui traduit leur refroidissement rapide (~ 10^6 K/s), et un taux de dislocations élevé (environ 10 à 100 fois supérieur à un alliage recuit), attribué à un écrouissage thermique lors de la solidification rapide (Bertsch et al., 2020; De Terris, 2019). L'origine de ces dislocations fait encore l'objet de controverses mais est sans doute liée à la contraction rapide d'un petit volume de métal liquide, plus ou moins bridée par un volume de matière environnant important. Ces dislocations sont généralement localisées au niveau des espaces intercellulaires enrichis en éléments secondaires par micro-ségrégation (dans le cas des alliages). L'une des conséquences de ce taux de dislocations élevé est la capacité des matériaux bruts de SLM à recristalliser lors des recuits, que le matériau soit pur ou allié (De Terris et al., 2021).

I.4. La mise en œuvre du cuivre par fabrication additive

I.4.1. Généralités sur le Cuivre (domaines d'application, intérêt de la fabrication additive)

D'un point de vue industriel, le cuivre pur est essentiellement utilisé pour sa très bonne conductivité thermique et électrique. On le retrouve donc dans la plupart des installations visant à conduire de la chaleur (échangeurs thermiques) ou de l'électricité (bâtiment, lignes électriques, électronique), Les différents domaines d'utilisation sont résumés dans la Figure I. 45. Considéré comme un matériau précieux, il peut également être utilisé pur ou sous forme d'alliage pour la bijouterie, l'architecture, l'horlogerie. Ces derniers domaines s'intéressent plus à l'aspect esthétique du matériau qu'à ses propriétés physiques.

Le cuivre est avec l'argent et l'or le meilleur conducteur électrique (Ashby, 2011) (Figure I. 46-b). Toutefois il est plus facilement accessible et beaucoup moins onéreux ("Prix des métaux : les tarifs des métaux en avril 2020," n.d.) que l'or ou l'argent comme illustré par la Figure I. 46-a.

La fabrication de formes complexes en cuivre à la fois pour réduire la masse et pour l'esthétique des pièces font que la FA est un donc un enjeu majeur pour les industries de l'électricité, de l'électronique et de la bijouterie. L'objectif est alors de fabriquer des pièces denses permettant d'avoir la meilleure conductivité thermique/électrique. Il passe par la maîtrise de la FA du cuivre, et en particulier de sa densité via le procédé SLM.

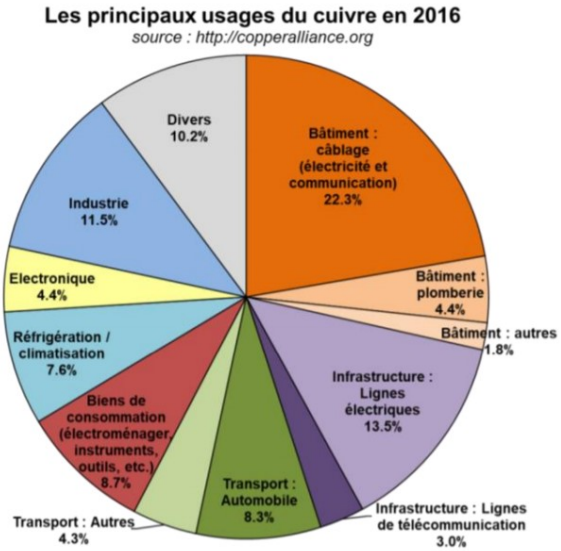


Figure I. 45 : Répartition de l'utilisation du cuivre ("Institut Européen du Cuivre - France," n.d.)

Métal	Prix (€/kg)
Acier	0,49
Inox	2,334
Nickel	11,04
Titane	3,96
Aluminium	1,578
Or	49 000
Argent	600
Cuivre	5,368
Fer	0,085
Plomb	1,712
Zinc	2,095
Ferraille	0,205

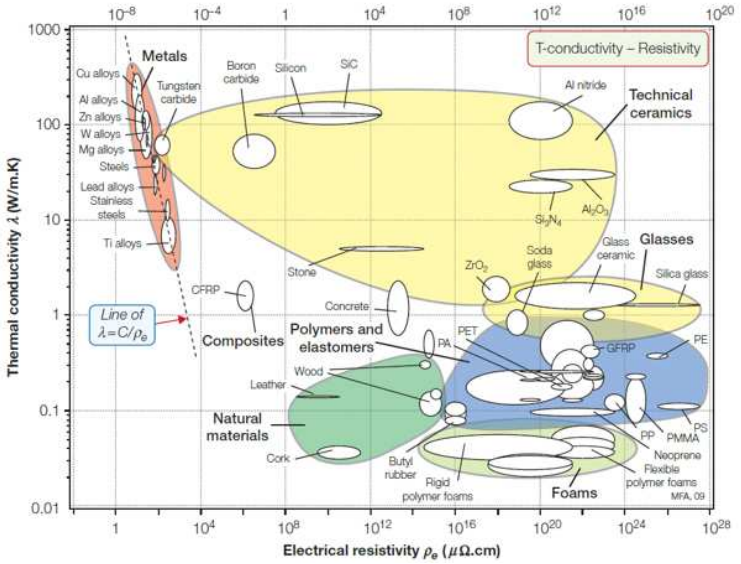


Figure I. 46 : (a) Tableau comparatif des prix des métaux et (b) conductivité thermique en fonction de la résistivité électrique (Ashby, 2011)

I.4.2. Soudabilité laser du cuivre pur

La problématique associée au soudage laser du cuivre pur est, sous de nombreux points, proche de celle de la SLM. Nous en présentons ici une revue rapide.

Les essais de soudage classiquement réalisés avec des lasers IR sur le cuivre sont généralement très perturbés par de nombreuses éjections. Ces essais nécessitent une forte densité de puissance pour réussir à fondre le matériau. Ces fortes instabilités en laser IR sur du cuivre pur sont essentiellement dues à la forte réflectivité du cuivre aux longueur d'onde infrarouge et à sa forte diffusivité thermique qui favorisent toutes deux la formation de petits volumes fondus. On a ainsi un faible pourcentage de l'énergie du laser (entre 5 % et 10 %) permettant de réellement chauffer la matière vers l'état liquide avant une brutale augmentation de l'absorptivité dans le capillaire (partie I.2.3.2). Le *keyhole* ne se crée pas progressivement en fonction de l'intensité incidente comme pour les autres matériaux, mais selon

un effet de seuil très brutal avec une grande quantité d'énergie absorbée dans le capillaire augmentant la vaporisation de la matière dans ce dernier. Par ailleurs, en raison de la taille réduite des ZF, le métal liquide projeté vers l'arrière interagit rapidement avec le front de solidification peu éloigné du *keyhole.* Il en résulte des instabilités hydrodynamiques (mouvements de convection rapides et chaotiques du liquide métallique, explosion du métal liquide) qui sont contrôlées surtout par l'instabilité du front arrière du *keyhole* (Miyagi and Zhang, 2014).

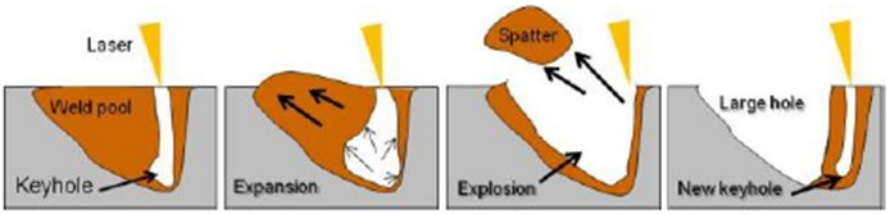


Figure I. 47 : Phénomène d'explosion du capillaire de vapeur avec la création d'une bulle de gaz dans le fond du keyhole (Miyagi and Zhang, 2014)

Les éjections de matières se caractérisent alors par la présence de trous sur la longueur du cordon. La Figure I. 48 présente ainsi une vue d'un cordon de soudure réalisé par Heider, 2014 sur un substrat de cuivre pur. Ces trous proviennent des instabilités du *keyhole* susmentionnées : une macro-bulle de gaz se forme par augmentation de la taille du capillaire de vapeur et par fermeture de la racine du *keyhole*. Cette bulle, en remontant à la surface, fait littéralement exploser le petit bain liquide en train de refroidir ou se retrouve piégée dans le bas des cordons sous forme de porosité en raison de la solidification rapide du cuivre. Elles sont également favorisées par une faible viscosité et des tensions de surface réduites (Tableau I. 3) qui favorisent l'instabilité de la surface fondue. Ces différents facteurs favorisent les éjections de matière (Heider et al., 2014), bien que la nature instable des ZF en cuivre ne soit pas totalement expliquée.

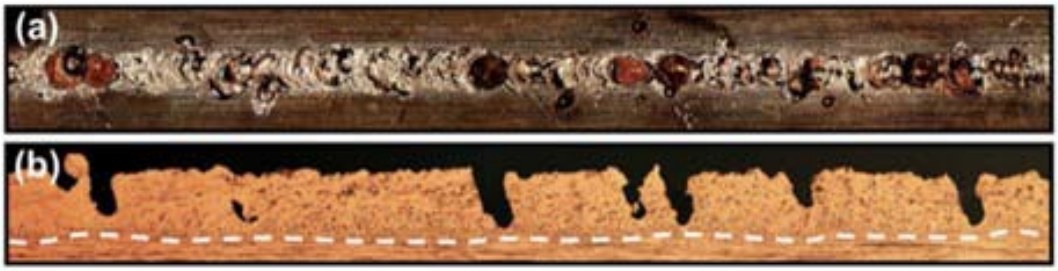


Figure I. 48 : Cordon de soudure de cuivre réalisé avec un laser IR (P = 1500 W ; D = 100 µm ; V = 0.1 m/s) (Heider et al., 2014)

L'influence des différents paramètres de soudage sur la qualité des cordons en cuivre a été évaluée par (Heider et al., 2014) et (Miyagi and Zhang, 2014). On remarque, comme pour des matériaux plus classiques, une évolution linéaire de la profondeur fondue en fonction de la puissance (Figure I. 49) et une évolution de la profondeur inversement proportionnelle à la vitesse (Figure I. 50). Les deux auteurs notent de nombreuses instabilités du cordon de soudure pour des faibles pénétrations (proches du seuil de *keyhole*) mais moins d'instabilités avec des capillaires profonds. Les instabilités du capillaire serait donc favorisées par des niveaux d'énergie plus faibles et des régimes de *keyhole* moins établis, un capillaire profond permettant de stabiliser le procédé de soudage (Heider et al., 2014). Ce phénomène d'instabilité au seuil de *keyhole*, n'est pas une spécificité du cuivre et a déjà été démontré analytiquement par (Fabbro, 2020).

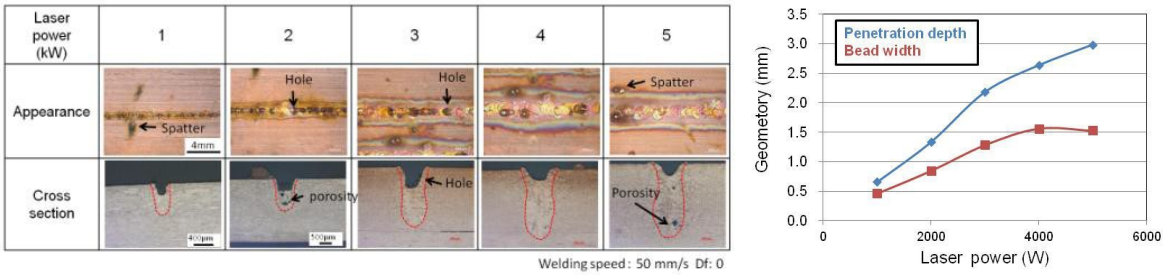


Figure I. 49 : Influence de la puissance sur la fusion laser du cuivre(Miyagi and Zhang, 2014)

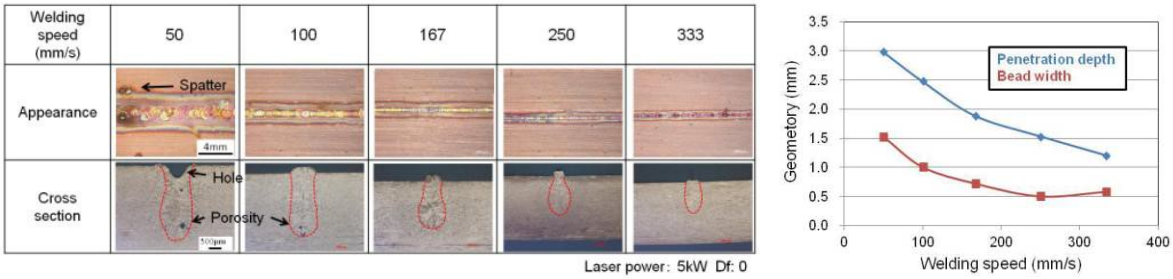


Figure I. 50 : Influence de la vitesse sur la fusion laser du cuivre (Miyagi and Zhang, 2014)

Différentes méthodes ont été testées pour stabiliser le soudage du cuivre ou améliorer l'absorption du laser. (Miyagi et al., 2017) a ainsi montré que, pour le cuivre, l'utilisation d'un mode *wobbling* (= rotation-oscillation du laser autour de la direction de balayage pour agrandir le bain liquide) permet de stabiliser le cordon de soudure tout en l'élargissant à condition que la fréquence d'oscillation du laser soit suffisamment importante (Figure I. 51). Dans son cas, il a utilisé des fréquences de *wobbling* de 285 Hz (période = 1/285 = 3.5 ms) avec un diamètre de faisceau de 54 µm, et une vitesse de déplacement de 50 mm/s (temps d'interaction laser matière d/V ~ 1 ms). Une utilisation éventuelle en SLM passerait sans doute par des fréquences bien supérieures en raison de la vitesse de balayage au moins 10 fois plus grande, et des temps d'interaction dix fois plus courts.

Une autre solution envisagée pour le soudage du cuivre consiste à améliorer le couplage laser-cuivre par utilisation d'un revêtement absorbant, dans le but de diminuer la quantité d'énergie nécessaire pour réaliser une bonne soudure. (Chen, 2015) (Chen et al., 2015) a ainsi montré que l'utilisation d'un revêtement composite constitué de poudre de cuivre et de polymère permet de diminuer en moyenne d'un facteur 2 la puissance nécessaire pour fondre une même épaisseur de cuivre.

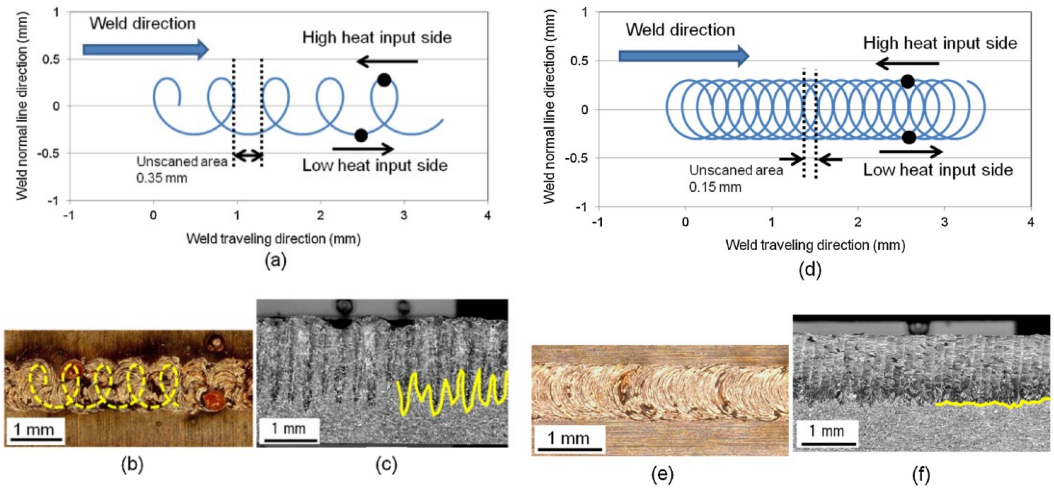


Figure I. 51 : Laser de soudure réalisé avec (a) une fréquence de wobbling trop faible (b) une fréquence assez importante pour stabiliser le bain liquide (Miyagi et al., 2017)

I.4.2.1. Soudabilité du cuivre par laser vert

L'utilisation de laser présentant des longueurs d'onde visibles a été explorée récemment en soudage laser. Comme expliqué précédemment, la longueur d'onde verte est mieux absorbée par le cuivre (Engler et al., 2011). De nombreux articles (Engler et al., 2011; Haubold et al., 2018; Kaiser et al., 2018) ont ainsi montré que les cordons réalisés avec un laser vert, pour une même énergie linéique, sont plus stables (Figure I. 52). Pour une même puissance linéique, l'amélioration d'absorptivité du laser vert permet d'obtenir des cordons plus continus avec un laser vert qu'un laser IR avec des puissances incidentes plus faibles (vert = 300 W < IR = 800 W). On peut donc diviser par deux la puissance nécessaire pour obtenir des cordons stables avec un laser vert.

(Kaiser et al., 2018) a montré que, pour deux faisceaux *top-hat* similaire avec un diamètre de 50 µm, il était possible d'augmenter les profondeurs fondues de ~ 400 µm à puissance constante (1 kW) quelle que soit la vitesse. Cette augmentation de profondeur peut s'expliquer par la meilleure absorptivité du rayonnement vert. Pour obtenir une même profondeur fondue, (par exemple 800 µm), il est nécessaire de diviser la vitesse par 4 en IR (5 m/min en IR vs 20 m/min en vert). Dans le vert, on peut alors diviser par 2 les densités de puissance pour obtenir des profondeurs fondues équivalentes.

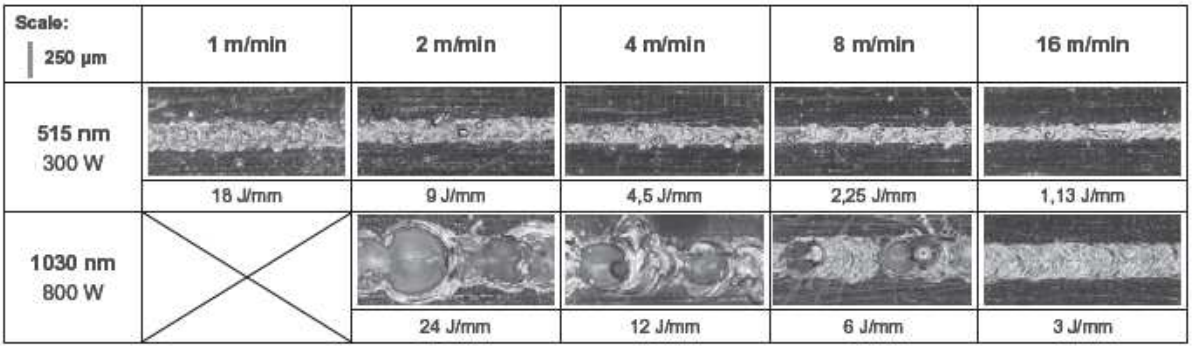


Figure I. 52 : Comparaison des cordons de soudure réalisés avec un laser infra-rouge 800 W et un laser vert 300 W (Engler et al., 2011)

Parameter	TruDisk 1000	TruDisk 1020
Pulse peak power	1 kW	1 kW
Average power	1000 W	1000 W
Wavelength	1030 nm	515 nm
Pulse duration	cw	cw
LLK diameter	≥ 50 µm	≥ 50 µm
No. of outputs	max. 2	max. 2
BPP	2 mm·mrad	2 mm·mrad
WPE	33 %	25 %

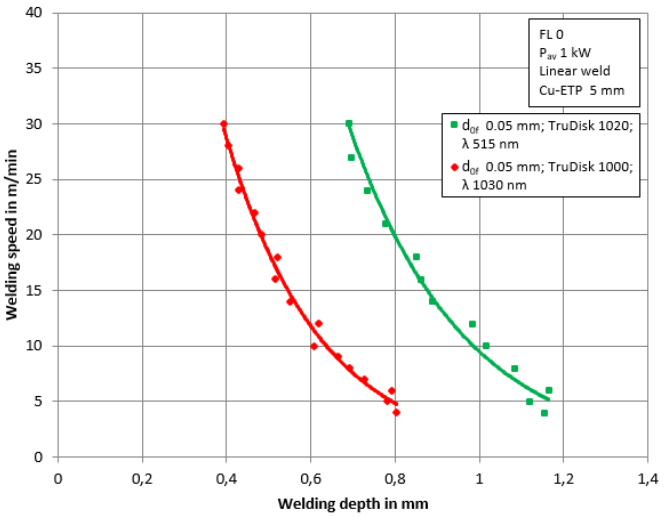


Figure I. 53 : Laser IR et vert utilisés par (Kaiser et al., 2018) et (b) profondeur des mono-cordons de soudage observé par (Kaiser et al., 2018) en fonction de la vitesse et de la longueur d'onde

L'utilisation de rayonnement vert a aussi été utilisé couplé à un rayonnement infrarouge (Heider et al., 2011; Hess et al., 2011). Comme indiqué précédemment, l'absorptivité IR du cuivre semble augmenter avec la température (Figure I. 14-a). Le laser vert peut alors être utilisé en amont du laser infra-rouge pour préchauffer le métal et augmenter son absorptivité. (Hess et al., 2011) a ainsi montré sur du CuSn6 une nette augmentation de la profondeur fondue en combinant un laser vert à 70 W et un laser IR à 500 W pour une même vitesse. Un laser vert de faible puissance peut donc être envisagé en préchauffage d'une surface pour améliorer l'absorptivité du laser IR. Ce procédé permet de réduire la puissance du laser infra-rouge et ainsi de stabiliser un peu le processus de fusion.

I.4.3. Fabrication additive du cuivre et des alliages de cuivre

I.4.3.1. Fabrication par SLM du Cuivre pur

De récents articles présentent des résultats de fabrication de pièce en cuivre pur par le procédé SLM, mais avec des densités maximales qui restent assez faibles (<99%). De plus, les densités d'énergie couramment associées sont plus importantes que pour des matériaux classiquement utilisés en SLM. Ainsi, pour le cuivre, la densité d'énergie (VED) optimale varie entre 200 et 2000 J/mm^3, alors que pour d'autre matériaux, comme l'acier 316L, la densité d'énergie est généralement comprise entre 50 et 200 J/mm^3. La Figure I. 54 et le Tableau I. 6 présentent une comparaison des différents densités maximales des pièces présentées dans la littérature *(Colopi et al., 2018, 2019; Ikeshoji et al., 2018; S. D. Jadhav et al., 2019; Lykov et al., 2016)*.

Les conductivités électriques obtenues jusqu'alors pour des pièces SLM sont inférieures à celles attendues pour du cuivre pur. (S. D. Jadhav et al., 2019) a ainsi mesuré des conductivités électriques inférieures à 90% IACS pour des pièces ayant une densité de 98.5%. La conductivité électrique chutant énormément avec la présence de porosité (voir partie IV.4.1), l'obtention de pièces très denses est donc essentielle pour obtenir la meilleure conductivité électrique possible.

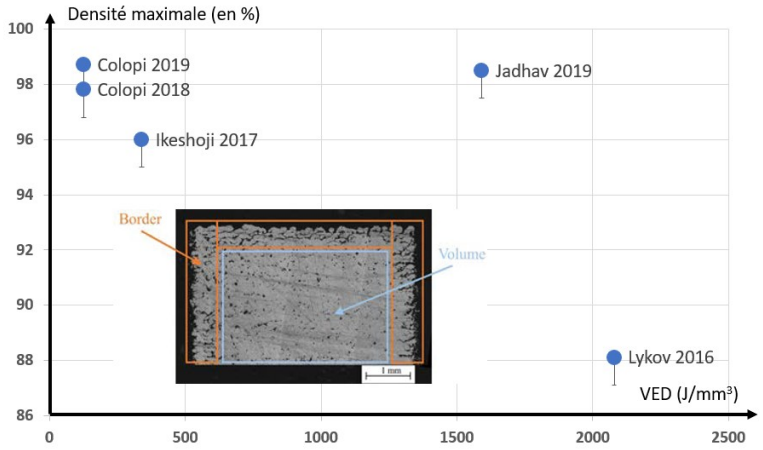


Figure I. 54 : Comparaison des densités maximales des pièces en cuivre pur en fonction de la densité d'énergie volumique (VED)

Article	P (W)	D (µm)	V (m/s)	H (µm)	VED (J/mm^3)	EBV (J/mm^3)	D%
Ikeshoji 2017	800	100	0,3	100	340	533	96%
Jadhav 2019	800	40	0,4	90	1592	741	98,5%
Colopi 2018	600	78	1	70	126	171	97,8%
Colopi 2019	600	78	1	100	126	120	98,7%
Lykov 2016	200	35	0,1	50	2079	667	88,1%

Tableau I. 6 : Résumé des conditions expérimentales utilisées pour la fabrication de pièces 3D en cuivre pur

Plusieurs pistes ont été explorées par (Jadhav et al., 2019, 2020) et (Colopi et al., 2019) pour améliorer les états de densification. Jadhav a tout d'abord mis en évidence la possibilité de réduire la densité d'énergie en modifiant la poudre de base. Dans un premier article (Jadhav et al., 2020), l'oxydation sèche des poudres est utilisée pour réduire la densité d'énergie utile pour réaliser des pièces aussi denses que celles fabriquées avec le même procédé sans oxydation. Une oxydation sèche de la poudre à 200°C pendant 2 heures, permet alors de réduire d'un facteur 3 (1500 => 500 J/mm^3) la densité d'énergie nécessaire pour obtenir une pièce dense à 98 %, et des conductivités électriques similaires d'environ 88% IACS.

La deuxième piste explorée est l'ajout de nanoparticules de carbone dans le lit de poudre (Jadhav et al., 2019). La poudre de cuivre est alors mélangée mécaniquement (au turbula) avec les nanoparticules de carbone pour avoir un mélange homogène de particules. Le carbone possède une très grande absorptivité au rayonnement infra-rouge ce qui permet d'augmenter l'absorptivité global du lit de poudre. (Jadhav, 2019) montre alors une réduction des densités d'énergie à 250 J/mm^3 avec l'ajout de nanoparticule de carbone pour obtenir des pièces à 98% de densité. Toutefois, l'ajout d'impuretés dans le cuivre fait drastiquement diminuer la conductivité électrique à 40% IACS. Cette chute de conductivité semble surtout due à la présence de phosphore dans les pièces fabriquées.

La dernière possibilité d'optimisation du procédé (Colopi et al., 2019) consiste à modifier la stratégie de balayage en effectuant une double passe. On compare alors l'influence de la stratégie usuelle à deux nouvelles stratégies développées spécifiquement : (1) la première consiste à répartir l'énergie utilisée en un passage en deux passages, (2) La seconde stratégie consiste à réaliser un pré-frittage de la poudre avec moins d'énergie avant de réaliser la stratégie de fusion usuelle. La répartition énergique des différentes stratégies est résumée Figure I. 55. La stratégie en deux passages consiste à réaliser une 2nde fusion de la surface avec les mêmes conditions paramétriques.

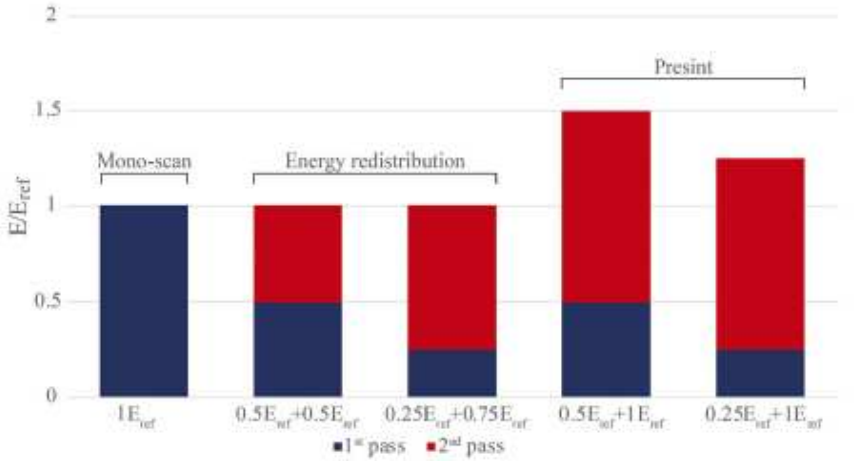


Figure I. 55 : Répartition énergétique suivant la stratégie de balayage pour la fusion SLM du cuivre pur avec un laser IR à (Colopi et al., 2019)

Il est important de mentionner que toutes les études dont nous avons eu connaissance n'ont jamais étudié les microstructures SLM du cuivre pur en raison d'un taux de porosité excessif.

I.4.3.2. SLM des alliages de Cuivre

Les alliages de cuivre (Cu-Cr, Cu-Sn …) absorbent mieux le rayonnement infra-rouge que le cuivre pur et présentent des conductivités thermiques et électriques plus faibles que le cuivre pur. La FA par SLM des alliages de cuivre est donc favorisée par rapport à celle du cuivre pur et les alliages de cuivre SLM ont globalement des densités plus importantes après fabrication. La poudre utilisée est généralement de la poudre pré-alliée, atomisée à partir d'un alliage de cuivre et non issue d'un mélange de poudre.

Par exemple, des pièces en alliage Cuivre-Chrome ont été fabriquées par SLM avec une densité maximale de 99.8% pour des densités d'énergie inférieures à 300 J/mm^3 (Uchida et al., 2018), largement plus faibles que celles utilisées pour le cuivre pur. L'utilisation de post-traitement sur ces alliages montre également qu'un recuit permet d'augmenter drastiquement la conductivité électrique des alliages par réduction de l'écrouissage des pièces et par homogénéisation chimique du matériau. Sans recuit, la conductivité électrique de la pièce est de 71 % IACS. Avec recuit, cette conductivité augmente jusqu'à 90 % IACS pour un cuivre allié à 1.3% de Chrome.

L'alliage de Cuivre-Chrome-Zirconium (composition de la poudre : 1 % Cr et 0.3 % Zr) présente également une très bonne densité après fabrication pour des densité d'énergie plus faible que le cuivre pur comme indiqué en Figure I. 56 (Wallis and Buchmayr, 2019). Enfin, des pièces ont été réalisées par SLM en bronze (cuivre-étain : Sn = 21%) (Yana, 2018) sur une machine 3D Systems - ProX DMP 200. Ici également, les puissances nécessaires pour densifier le bronze (260 W maximum) sont inférieures à celle utilisées pour le cuivre pur (600 W minimum). Il est donc possible de fabriquer des pièces denses (99.1%) avec des conditions de SLM utilisées pour des matériaux classiques.

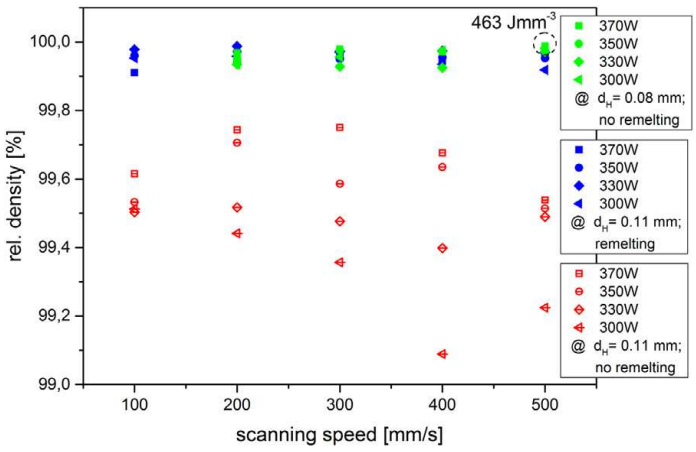


Figure I. 56 : Densité relative de pièces fabriquées en CuCrZr (Wallis and Buchmayr, 2019)

I.4.3.3. SEBM du Cuivre pur

A la différence du procédé SLM, le procédé SEBM (*Selective Electron Beam Melting*) utilise un faisceau d'électrons pour fondre le lit de poudre de cuivre. Le cuivre étant très bon conducteur électrique, le couplage énergétique est très favorable et l'absorptivité du cuivre est de l'ordre de 80 % pour le faisceau d'électron (Guschlbauer et al., 2018). Par ailleurs, les électrons sont absorbés sur des plus grandes distances (≈ quelques µm) que les photons des sources laser (≈ 10-50 nm). On a donc une absorption plus volumique pour les faisceaux d'électrons.

Concrètement, le procédé SEBM se différentie du procédé SLM par l'atmosphère de travail (un vide secondaire) et la réalisation d'une étape supplémentaire de pré-frittage à grande vitesse de balayage de l'ensemble du lit de poudre, juste avant la passe de fusion sélective. Cette étape permet en particulier d'éviter le phénomène de *smoke* issu d'interactions électrostatiques entre grains, tout en supprimant les phénomènes d'oxydation. La poudre ressortant de la machine est donc un « gâteau » de poudre frittée entourant les pièces fabriquées.

Plusieurs articles récents (Griñán, 2018; Guschlbauer et al., 2020, 2018) ont validé le fait que le procédé SEBM permet de réaliser des pièces denses (99.5 à 99.95 %) en cuivre pur. Cependant, d'autres problèmes peuvent survenir comme la surélévation des bords des pièces fabriquées, démontrant que des optimisations du procédé restent nécessaires (Figure I. 57).

L'optimisation de ce procédé et l'analyse fine des microstructures et des propriétés électriques a fait l'objet de la thèse de Alizée Thomas (Thomas, 2021), également dans le cadre du FUI AMBITION. Cette thèse a permis de mettre en avant les conditions paramétriques permettant de réaliser des pièces denses (>99.9 %) en cuivre pur. Une étude de la microstructure des pièces a été menée. Cette étude a montré que, avec le procédé SEBM, les pièces dispose d'une microstructure colonnaire majoritairement orientée <001> selon la direction de fabrication. Cette microstructure étant relié à la présence de grand bain liquide créé lors de la fusion par faisceau d'électron.

En conclusion, le procédé SEBM permet actuellement de fabriquer des pièces en cuivre pur plus denses qu'avec le procédé SLM. Parmi les inconvénients récurrents du procédé, la résolution et la qualité de surface des pièces issues du procédé SEBM sont généralement moins bonnes que pour le procédé SLM ("The difference between various AM technologies," n.d.).

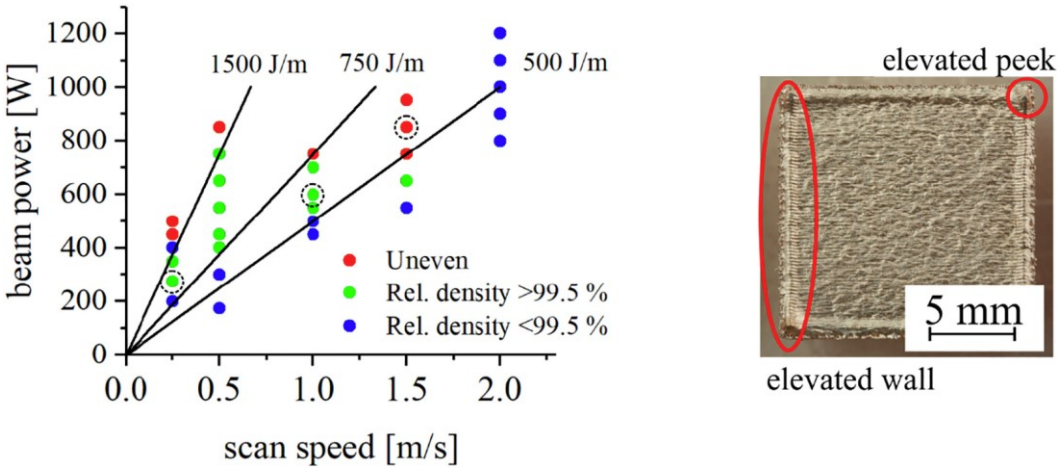


Figure I. 57 : Densité des pièces en fonction des paramètre opératoire et surélévation des bords observée lors de la fabrication SEBM de pièces en cuivre pur (Guschlbauer et al., 2018)

I.4.3.4. Fabrication additive du cuivre par procédés indirects

D'autres procédés de FA ont été appliqués au cuivre pur. Ainsi, les procédés de Binder jetting a été mis en œuvre par (Kumar et al., 2017) et permettent de réaliser des pièces denses en cuivre pur après traitement thermique HIP de 180 minutes à 1075°C et à une pression de 206.84 MPa. Le traitement HIP permettant de faire passer des pièces peu denses brute de Binder Jetting (55 %) à des densités supérieures à 99,5%. L'utilisation de traitement thermique est ainsi à envisager pour redensifier des pièces après un procédé SLM.

(Hou et al., 2018) a notamment montré la possibilité de réaliser des circuits électroniques fonctionnels par frittage de poudre de cuivre mélangées à des poudre de polymère (HDME) par fusion laser à faible densité de puissance (20 W). Le procédé ne fond alors que le polymère pour agglomérer les grains de poudre de cuivre et un post-frittage est nécessaire.

I.5. Conclusion : objectifs de la thèse

Les applications du cuivre pur sont nombreuses, en particulier pour les pièces nécessitant une haute conductivité électrique et/ou thermique. Il est donc logique que l'élaboration de ce matériau par SLM corresponde à un vrai enjeu industriel, la SLM étant considérée comme le procédé de fabrication additive autorisant les designs les plus complexes et les meilleures résolutions spatiales. Pourtant, à l'aune des recherches bibliographiques réalisées, aucun article n'a encore été publié présentant des pièces denses (> 99 %) en cuivre pur élaborées par SLM, contrairement aux différents travaux réalisés en SEBM.

Différentes tentatives ont pourtant été recensées en laser IR, avec des densités maximales de l'ordre de 99%, jugées insuffisantes pour conférer de hautes propriétés de conductivité électrique. L'origine de ces tentatives avortées tient surtout à la complexité de mise en œuvre de la fusion laser du cuivre (mauvais couplage énergétique, forte instabilité des zones fondues).

Après avoir présenté des notions générales sur le soudage laser et la fabrication additive, ce premier chapitre s'est attaché à présenter différents éléments qui différencient le cuivre pur d'un matériau SLM classique : forte réflectivité dans l'IR, forte conductivité thermique, prédominance de la conduction sur la convection …

Par ailleurs, des sources laser émettant dans le vert (515-532 nm) ou le bleu (~460 nm) ont récemment été mises sur le marché, avec à la clé une meilleure absorption présumée par le cuivre pur, et une plus grande efficacité supposée du procédé SLM. Une machine industrielle dotée d'un laser vert de 500 W est même commercialisée par TRUMPF depuis la fin 2020 ("TruPrint 1000 Green Edition," n.d.).

Compte-tenu des éléments présentés dans la première partie, nous nous sommes fixés deux objectifs technologiques :

- En adaptant les configurations SLM de lasage classiques dans IR, contribuer à l'amélioration de la fusion SLM dans l'IR sur le cuivre pur en développant ou en reprenant différentes solutions technologiques issues de la littérature : modification des poudres, adaptation des stratégies ou des énergies de lasage …
- Valider la possibilité de densification du cuivre pur par un laser vert, via la location de sources laser adéquates

Derrière ces deux pistes d'étude bien distinctes, résumées dans le tableau ci-dessous (

Figure I. *58*), se cachent les enjeux scientifiques suivants :

- Quelles sont les particularités de la fusion laser du cuivre ? D'où proviennent les instabilités du procédé ?
- Comment évolue l'absorptivité du cuivre sous rayonnement laser en fonction de ses différents états (solide, poudre, liquide, keyhole), et de la longueur d'onde incidente (IR, visible) ?
- Existe-t-il une spécificité des microstructures du cuivre issu de SLM par rapport à d'autres matériaux ?

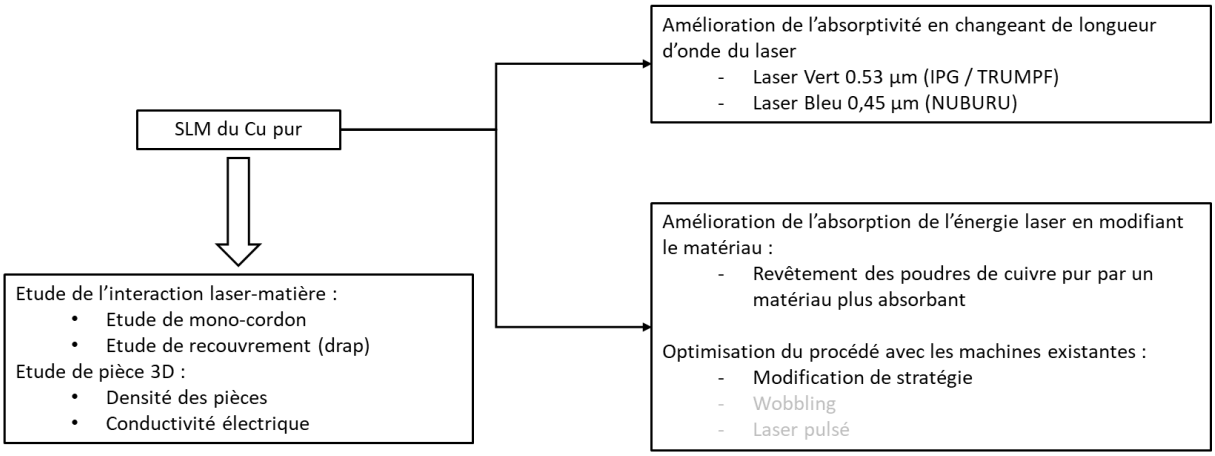


Figure I. 58 : Résumé des pistes d'étude envisagée durant la thèse

Chapitre II :

Moyens expérimentaux et matériaux utilisés

Plan du chapitre II

II.1. LES CONFIGURATIONS EXPERIMENTALES DE FUSION SLM 71

II.1.1. LA CONFIGURATION FAISCEAU LASER FIXE 72
II.1.1.1. LES DIFFERENTS ELEMENTS DU POSTE DE FUSION SLM FAISCEAU FIXE 72
II.1.1.2. L'ENCEINTE DE TRAVAIL 73
II.1.1.3. L'ETALEMENT DU LIT DE POUDRE 74
II.1.2. LA CONFIGURATION TETE SCANNER - FAISCEAU MOBILE 75

II.2. LES LASERS UTILISES 75

II.2.1. LES LASERS IR 76
II.2.2. LES LASERS VERTS 77
II.2.3. LE LASER BLEU 78

II.3. LES DIAGNOSTICS TEMPS REEL 79

II.3.1. L'IMAGERIE RAPIDE HAUTE RESOLUTION 79
II.3.2. LA MESURE DE REFLECTIVITE PAR SPHERE INTEGRANTE 81
II.3.3. COLLECTE ET ANALYSE DES CONDENSATS DE VAPEUR 83

II.4. LES ANALYSES POST-MORTEM 84

II.4.1. PROFILOMETRIE OPTIQUE ET MECANIQUE : ETUDE DES ETATS DE SURFACE 84
II.4.2. MICROSCOPIE OPTIQUE : ANALYSE DES TAUX DE POROSITE ET DES MICROSTRUCTURES 85
II.4.2.1. PREPARATION METALLOGRAPHIQUE DES ECHANTILLONS 85
II.4.2.2. ANALYSE PAR MICROSCOPIE OPTIQUE 86
II.4.3. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE ET EBSD : ETUDE DES STRUCTURES DE SOLIDIFICATION 87
II.4.3.1. IMAGERIE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE 87
II.4.3.2. ANALYSE EBSD 88
II.4.4. MESURES DE MICRO-DURETE 89
II.4.5. MESURES DES DENSITES DES PIECES 90
II.4.6. MESURES DES PROPRIETES ELECTRIQUES 91

II.5. SIMULATIONS NUMERIQUES SUR COMSOL MULTIPHISICS 91

II.6. LES POUDRES UTILISEES 92

II.6.1. LA POUDRE DE CUIVRE PUR 92
II.6.2. LES POUDRES REVETUES OU OXYDEES 94

II.7. CONCLUSION DU CHAPITRE II 98

II.1. Les configurations expérimentales de fusion SLM

Au début de cette thèse il n'existait pas de machine industrielle dédiée à la FA par SLM du cuivre pur, en raison des faibles puissances laser disponibles sur les systèmes commercialisés (400 à 500 W maximum). Pour cette raison, l'utilisation de systèmes prototypes a été privilégiée dans cette étude. Deux configurations principales ont été utilisées : (1) la première, assez simplifiée, dédiée à l'étude instrumentée de la fusion SLM en mono-cordons, (2) la seconde plus proche d'un environnement industriel, destinée majoritairement à la réalisation de pièces 3D. Ces deux configurations sont présentées ci-dessous.

II.1.1. La configuration faisceau laser fixe

Le poste expérimental en configuration faisceau laser fixe est un banc simplifié de fabrication SLM. Cette configuration de travail est associée à un déplacement du lit de poudre par une table linéaire sous un ensemble optique (fibre laser + tête de focalisation) fixe. La position laser fixe facilite l'observation des mono-cordons car le point d'interaction laser-matière reste fixe par rapport à la caméra lors du déplacement. Ce banc expérimental de SLM est principalement utilisé pour réaliser des mono-cordons sur lit de poudre et des surfaces de fabrication (ou draps) 2D sous forme de superpositions de mono-cordons. Au début de l'étude, le déplacement latéral en –Y était réalisé manuellement mais en fin de thèse, grâce à la motorisation de l'axe Y, la réalisation de draps (surface 2D dans le plan x,y) a été simplifiée.

II.1.1.1. Les différents éléments du poste de fusion SLM faisceau fixe

Le banc d'essai, visible sur les images de la Figure II. 1, est constitué :

- D'un dispositif laser de puissance. Pour majorité, le laser utilisé sur le banc simplifié est un laser disque Yb:YAG de longueur d'onde 1030 nm et de puissance maximale 10 kW transporté par une fibre optique en silice de 200 µm de diamètre. Nous reviendrons sur les différents types de lasers utilisés dans le paragraphe II.2.
- Des optiques de collimation et de focalisation du laser permettant d'obtenir l'image de la sortie de la fibre optique (distribution spatiale quasi *top-hat*) au plan focal.
- Suivant l'axe X, d'une table de déplacement linéaire motorisée permettant d'atteindre des vitesses linéaires proches de 1 m/s hors phases d'accélération et de décélération.
- Suivant l'axe Y, dans un premier temps d'une table de déplacement micrométrique puis d'un axe motorisé pas-à-pas.
- D'une mini-enceinte de travail permettant de réaliser un inertage contrôlé lors de la fusion SLM tout en permettant l'installation de diagnostics
- Du substrat et du lit de poudre pré-étalé

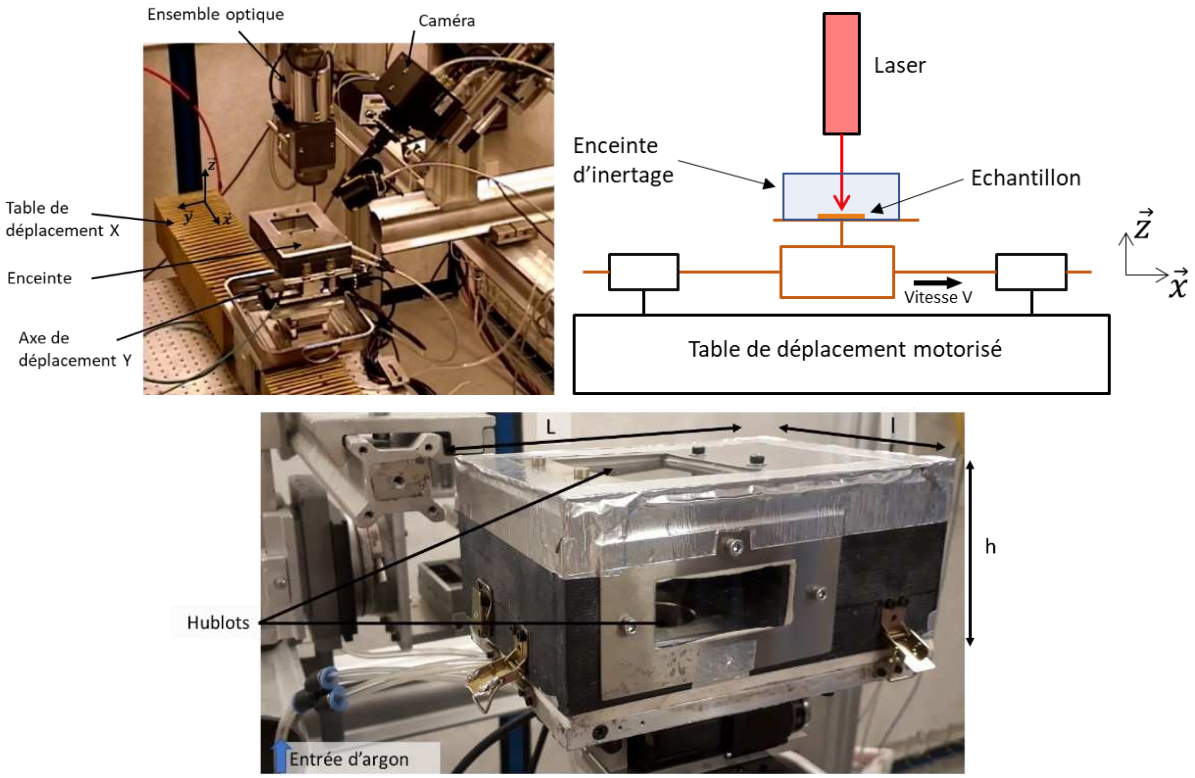


Figure II. 1 : Photo du poste expérimental laser fixe (b) schéma de principe du fonctionnement du paste et (c) Photo de l'enceinte de travail

II.1.1.2. L'enceinte de travail

L'inertage de l'ensemble est assuré par une petite enceinte dont la forme et la dimension a varié au cours des essais en fonction de la distance focale du laser et des besoins d'éclairage et de positionnement des caméras. Le Tableau II. 1 regroupe les différentes formes d'enceinte utilisées sur un plan de coupe. Pour la forme 2, la Figure II. 2 montre l'évolution du niveau d'oxygène dans l'enceinte en fonction du temps et du débit d'argon. L'argon est injecté en continu lors de la fusion d'un mono-cordon et arrêté uniquement après le tir. On observe une diminution du niveau d'argon à un niveau inférieur à 1000 ppm (0.10 %) de manière assez rapide (en 50 s) pour un débit de 10,4 L/min. Plus le débit est important plus la vitesse de remplissage est importante et l'inertage rapide. Utiliser des débits trop importants peut toutefois souffler la poudre pré-étalée.

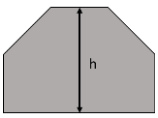
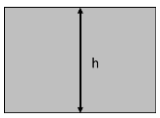
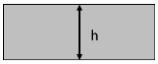
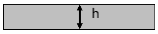
Enceinte	1	2	3	4
Forme (sur coupe)				
Hauteur	87.5 mm	87.5 mm	45.5 mm	27.5 mm
Sources laser utilisées	TruDisk 10002 / IR IPG QCW / Vert	TruDisk 10002 / IR TruDisk 1020 / Vert	TruDisk 10002 / IR TruDisk 1020 / Vert	Blue Weld /Bleu

Tableau II. 1 : Dimensions (sur coupe transverse) des mini-enceintes utilisées

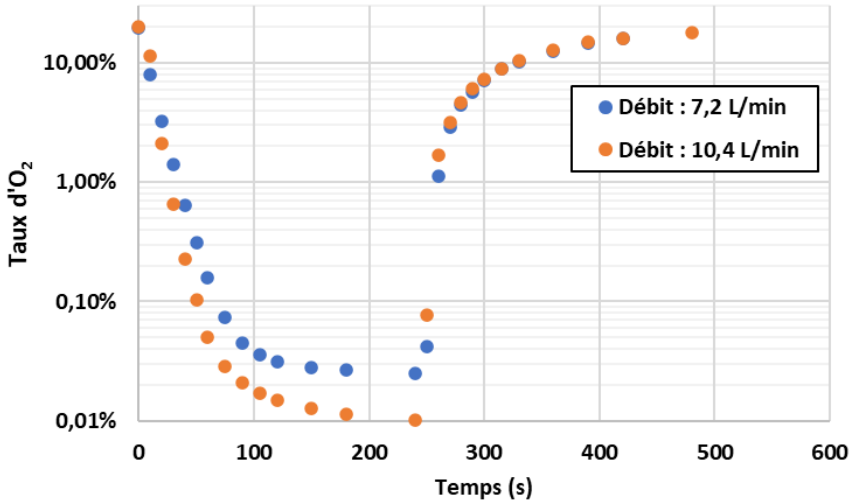


Figure II. 2 : Mesures du taux d'oxygène dans l'enceinte 2 lors du remplissage en argon et de l'arrêt du remplissage en fonction de deux débits d'argon

II.1.1.3. L'étalement du lit de poudre

Le banc d'essai ne dispose pas de racleur pour étaler la poudre. L'utilisation de ce banc implique donc un étalement manuel de la poudre sur les échantillons, comme déjà utilisé dans les études précédentes de (Gunenthiram, 2018) et (Traore, 2021). Pour cela, on définit une surface et une profondeur de poudre à étaler (donc un volume de poudre étalée) à l'aide d'un scotch d'épaisseur 70 µm (Figure II. 3). La poudre est étalée à la main à l'aide d'une lame de rasoir qui fait office de racleur. En réalisant des pesées des substrats avec et sans poudre et une mesure de l'épaisseur de poudre avec un profilomètre optique Alicona, on peut déterminer une épaisseur du lit de poudre de 80 +/- 10 µm et une compacité de 40 % +/- 5 %, considérée comme assez faible par rapport à un étalement automatique en machine.

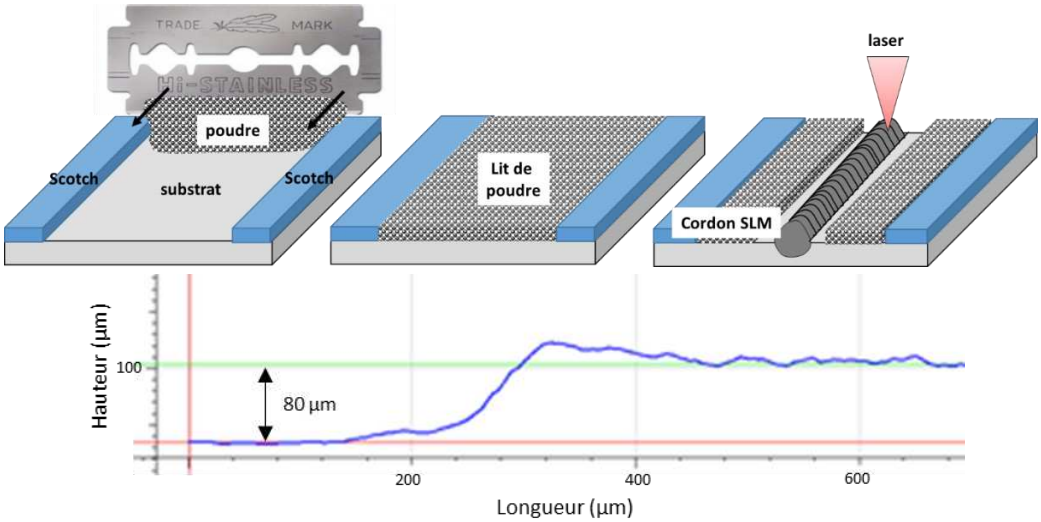


Figure II. 3 : Schéma de principe de la méthode d'étalement de la poudre de manière manuelle (haut) et profil de l'épaisseur de poudre mesuré au profilomètre optique ALICONA.

Pour rappel, les épaisseurs de lits de poudre considérées correspondent approximativement à des hauteurs d'incréments plateaux Δz de l'ordre de 80 x 0.4 = 32 µm lors d'une séquence de fabrication SLM multicouche (au bout de quelques couches, la hauteur de poudre réelle tend vers Δh/compacité en raison du retrait de la zone fondue).

II.1.2. La configuration tête scanner - faisceau mobile (banc FAIR)

Comme indiqué précédemment, les machines SLM actuelles permettent difficilement de réaliser des pièces en cuivre pur. La puissance laser estimée nécessaire pour la fusion du cuivre de haute conductivité thermique est plus importante que la puissance disponible sur les machines. Au cours de la thèse, une machine prototype instrumentée de SLM : le banc FAIR (acquis dans le cadre du projet PSPC FAIR : https://www.bpifrance.fr/A-la-une/Actualites/Fair-un-projet-collaboratif-ambitieux-dans-le-domaine-de-l-impression-3D-26815) a donc été utilisé. Ce banc, développé par la société ILS pour le PIMM, est très modulable et peut être adapté à différentes sources laser. Au cours du projet deux sources ont été utilisées sur ce dispositif : (1) le laser IR SPI *redPower* de 1 kW et (2) le laser vert Trumpf TruDisk 1020 de 1 kW.

Contrairement au poste laser fixe considéré comme une version très simplifiée de la fusion SLM, le banc FAIR est une vraie machine SLM prototype composée de 3 axes, l'un pour le racleur (selon la direction Y), le deuxième pour la montée du plateau d'alimentation en poudre et le dernier pour la descente du plateau de fabrication (selon la direction Z dans les deux cas).

Sa grande enceinte (1 m^3) permet également d'intégrer des diagnostics de mesures pour suivre l'évolution de la fabrication en direct. Pour le laser vert, des caméras rapides Photron pour filmer, en latéral les éjections de matières et en coaxial le bain liquide, ont été utilisées. Pour le laser IR, une caméra thermique (SC4000 FLIR) a également été installée ponctuellement pour suivre l'évolution de la température moyenne des pièces, alors qu'un scanner LMI Gocator de Stemmer a permis de contrôler les surfaces en cours de fabrication en interrompant le procédé.

L'adaptation d'un laser vert sur le banc FAIR a demandé des modifications structurelles du banc, réalisées en partie par Frédéric Coste. Le programme de pilotage des axes a dû être modifié ne permettant pas de réaliser des pièces complexes à partir d'un fichier .stl. La Figure II. 4 montre le banc dans sa configuration adaptée au laser vert TruDisk 1020, avec une distance focale réduite (230 mm contre 400 mm dans l'IR).

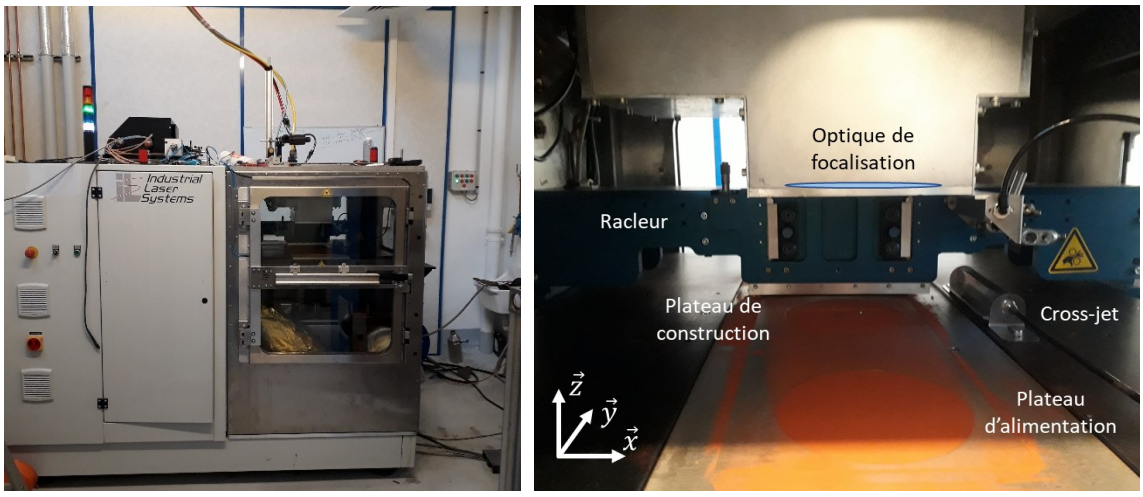


Figure II. 4 : Banc instrumenté SLM (FAIR) dans sa configuration adaptée à l'installation du laser vert TruDisk 1020

II.2. Les lasers utilisés

L'une des spécificités et l'une des richesses de cette étude est d'avoir eu l'opportunité d'évaluer la pertinence de différentes sources laser pour la fabrication par SLM du cuivre pur. La faible absorptivité

du matériau dans le proche IR (λ~1.03 µm), classiquement utilisé en SLM, nous a ainsi conduit à tester des nouvelles sources laser émettant dans le visible (vert, bleu) potentiellement mieux absorbées par le cuivre. En parallèle nous avons quand même testé des sources laser IR de haute puissance (1 à 3 kW) et leur possibilité de mise en œuvre sur le cuivre pur.

II.2.1. Les lasers IR

Deux sources laser ont été utilisé dans le proche IR. L'une sur le banc FAIR et l'autre sur le poste laser fixe (poste 4 de la plateforme laser) du PIMM.

Le laser *redPOWER* QUBE de la marque SPI Laser utilisé uniquement sur le banc FAIR avec un système optique permettant une focalisation qui a variée de 60 µm à 90 µm au cours de la thèse et des évolutions du banc FAIR. Le faisceau laser est Gaussien de longueur d'onde 1080 nm. Le balayage laser est assuré par un scanner 2D modèle IntelliScanIII20 de la société ScanLab. La focalisation du faisceau se fait grâce à une lentille FTheta de focale 420 mm permettant de focaliser le faisceau issu de la tête scanner à la surface du plateau. La puissance maximale du laser est de 1 kW.

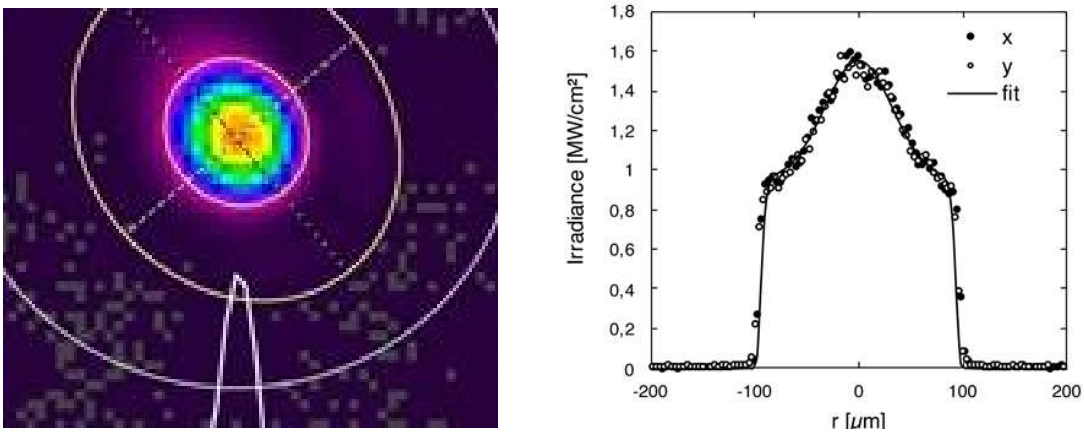


Figure II. 5 : Distributions spatiales des faisceaux laser IR au plan focal : (a) laser monomode SPI redPOWER, (b) laser multimode à disque (F_{foc}= 200 mm, F_{col} = 200 mm)

Le laser à disque TruDisk HL 10002 de la marque TRUMPF a été utilisé uniquement sur le poste laser fixe, et avec des puissances maximales de 3 kW (pour 10 kW disponibles). Le faisceau laser multimode top-hat de longueur d'onde 1030 nm est transporté vers le banc SLM par une fibre optique de 200 µm de diamètre. En sortie de fibre optique, le faisceau divergent est ensuite collimaté puis refocalisé par un système de deux lentilles (une lentille de collimation de 200 mm de focale et une lentille de focalisation). Le diamètre de faisceau au plan focal est alors déterminé par le facteur de grandissement des distances focales des deux lentilles (F_{foc}/F_{col}) multiplié par le diamètre de faisceau en sortie de fibre. Deux lentilles de focalisation de 150 mm et 200 mm de distance focale ont été utilisées au cours de la thèse. La première permet d'obtenir un faisceau d'un diamètre d'environ 150/200 x 200 = 150 µm, et a été utilisée pour réaliser les mono-cordons. La seconde permet d'obtenir un faisceau de diamètre 200 µm, et a été utilisée pour les mesures de sphère intégrante.

Le contrôle de la distance focale se fait grâce à des tirs statiques courts (≈1 ms) à faible puissance (P~400 W) sur une plaque anodisée en faisant évoluer progressivement la distance du système optique à l'échantillon. Les diamètres des taches sont observés ensuite au microscope optique pour déterminer la position du plus petit diamètre correspondant au plan focal. L'opération peut être recommencée pour affiner la position.

II.2.2. Les lasers verts

Les deux types de lasers vert utilisés sont des laser IR doublés en fréquence pour obtenir une longueur d'onde verte. Le premier laser utilisé est un laser *QCW Green SM Fiber* modèle GLPN-500-R prêté par IPG, et de longueur d'onde 532 nm. Un système optique d'adaptation placé en sortie de la tête optique permet d'obtenir un diamètre de faisceau inférieur à 100 µm sur l'échantillon. Tout d'abord, le faisceau est collimaté à l'aide d'un doublet de lentilles de focales 10 mm et 100 mm, puis une lentille de focale 150 mm permet de focaliser le faisceau sur l'échantillon. Le laser en sortie de tête optique a un diamètre 600 µm et un angle de divergence de 0.573°. Ce laser fonctionne en régime modulé-pulsé avec une fréquence de 150 MHz et une durée d'impulsion de 1.6 ns, correspondant à un rapport cyclique (duty cycle = time on / time total) de 0.24. Le diamètre de faisceau mesuré en sortie du système optique sur une plaque anodisée est de 80 µm après un tir statique de P = 1 W, t = 20 ms.

Le laser IPG a été utilisé uniquement sur le poste laser fixe, pour réaliser essentiellement des mesures d'absorptivité, des mono-cordons SLM, et des surfaces SLM 2D (recouvrement de mono-cordons).

Ce laser présente cependant deux limitations pour l'adaptation à une machine SLM. Le premier est sa puissance, limitée à 450 W, et le second encore plus critique est lié à un temps de montée important du faisceau laser à la puissance de consigne (32 ms) (Figure II. 6) pour atteindre la puissance de consigne, incompatible avec le procédé SLM.

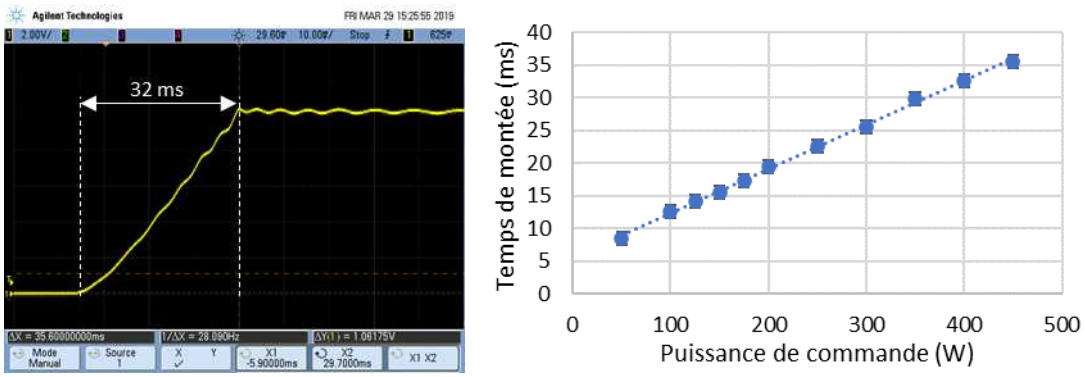


Figure II. 6 : Mesure à l'oscilloscope du temps de montée du laser pour une puissance de consigne de 400 W et variation du temps de montée en fonction de la puissance de consigne

Le second laser vert utilisé est le laser *TruDisk 1020* de la marque Trumpf, qui a été loué pendant 6 mois dans le cadre du projet AMBition. Il s'agit d'un laser de longueur d'onde 515 nm correspondant à un faisceau infra-rouge (λ = 1030 nm) de 3 kW doublé en fréquence. Le laser peut fournir en continu une puissance maximale de 1 kW en régime continu (contrairement à l'IPG) avec une distribution spatiale uniforme (*top-hat*). Ce laser, déjà utilisé dans la littérature pour du soudage laser sur cuivre pur (Kaiser et al., 2018), est équipé d'une tête scanner et d'une lentille de focalisation de focale 190 mm, permettant de balayer sur le lit de poudre une surface correspondant à une ellipse de grand axe 80 mm et de petit axe 60 mm. Comme montré par la caustique du faisceau en Figure II. 8, le diamètre du faisceau au plan focal est d'environ 90 µm. Enfin, comme indiqué sur la Figure II. 7 ci-dessous, ce laser est beaucoup moins compact que le laser IPG.

Ce laser a été utilisé sur deux postes différents :

- Dans un premier temps, il a permis de réaliser sur le poste laser fixe des mesures d'absorptivité en utilisant une sphère intégrante de diamètre 160 mm et de l'imagerie rapide en latéral et coaxial. Contrairement aux mesures d'absorptivité réalisées avec le laser vert IPG qui n'ont été que statiques, la tête scanner a permis de réaliser des mesures d'absorptivité sur des mono-cordons et des draps (surface 2D).

- Dans un second temps, il a été installé et utilisé sur la machine prototype FAIR afin de fabriquer des pièces 3D, et de tester son potentiel industriel.

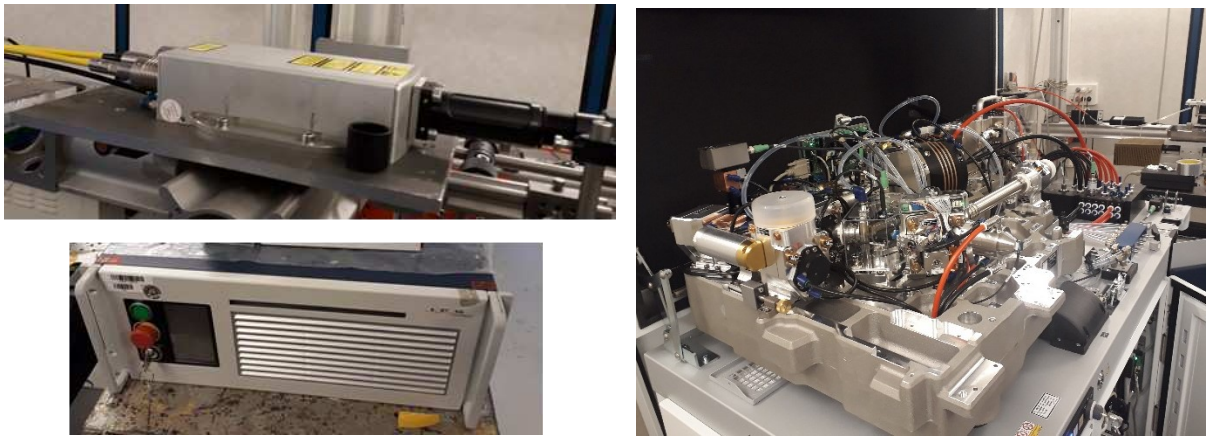


Figure II. 7 : Photos des deux lasers verts utilisés pour l'étude : (a) laser 500 W GLPN-500 R de IPG, (b) intérieur du laser 1 kW Trumpf TruDisk 1020

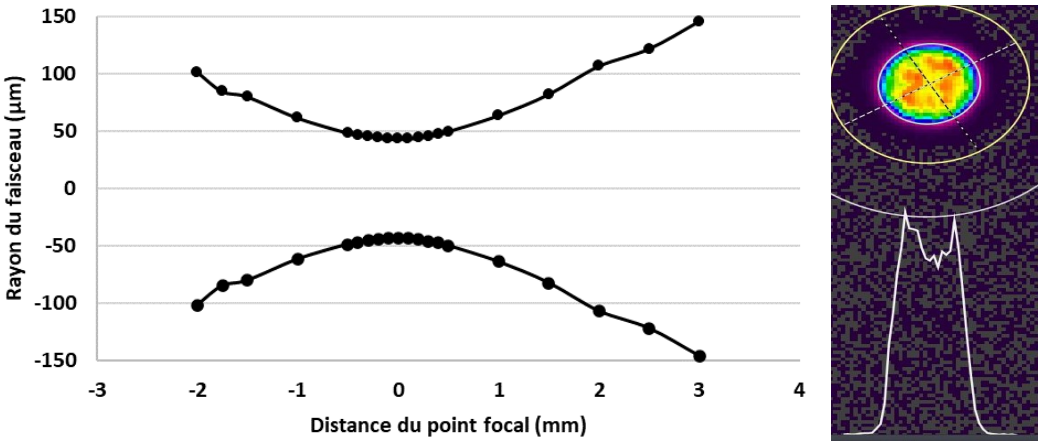


Figure II. 8 : Caustique du laser vert TruDisk 1020, forme du faisceau et distribution spatiale au plan focal

II.2.3. Le laser bleu

La longueur d'onde 450 nm (bleu) du laser *Blue Weld* de NUBURU a été envisagée pour augmenter l'absorptivité du laser. Ce laser, prêté au laboratoire, possède une faible puissance maximale de 200 W, ce qui nécessite d'utiliser une faible distance de travail (68 mm) du laser pour obtenir un faisceau suffisamment petit, de l'ordre de 100 µm. Ces deux critères combinés ont compliqué à la fois l'installation et l'utilisation du laser. Ce dernier a été installé exclusivement sur le poste laser fixe pour réaliser : (1) des mesures d'absorptivité avec une petite sphère de 80 mm de diamètre et (2) des mono-cordons de fusion.

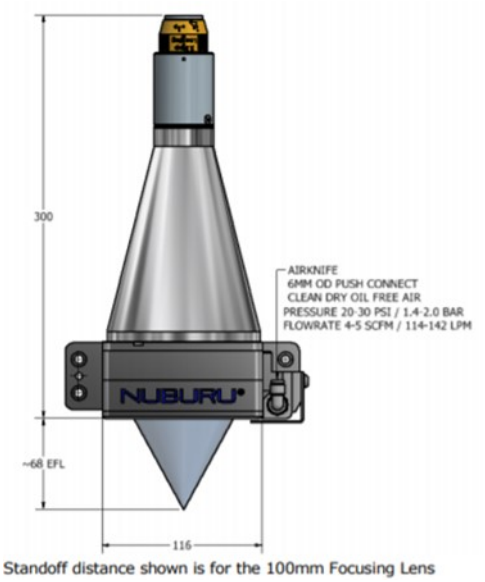


Figure II. 9 : Image du laser bleu Nuburu et configuration optique associée

Le Tableau II. 2 résume les propriétés des différents lasers utilisés dans notre étude.

Nom commercial	redPOWER QUBE	TruDisk HL 10002	TruDisk 1020	QCW Green SM Fiber Laser	Blue Weld
Marque	SPI Laser	TRUMPF	TRUMPF	IPG	NUBURU
Longueur d'onde	1080 nm	1030 nm	515 nm	532 nm	450 nm
Couleur associée	IR	IR	Vert	Vert	Bleu
Forme du faisceau	Gaussien	Top-hat	Top-hat	Gaussien	Gaussien
Puissance maximale (continue)	1 kW	10 kW	1 kW	500 W	180 W
Diamètre du faisceau au plan focal	80 µm	150 µm -200 µm	90 µm	80 µm	100 µm
Distance focale	420 mm	150 mm - 200 mm	170 mm	150 mm	60 mm
Type (pulsé ou continu)	Continu	Continu	Continu	Pulsé HF	Pulsé HF
Densité de puissance maximale	19,9 MW/cm²	56,6 MW/cm²	15,7 MW/cm²	9,9 MW/cm²	2,3 MW/cm²

Tableau II. 2 : Les différents lasers utilisés au cours de la thèse

II.3. Les diagnostics temps réel

La maitrise du procédé SLM passe autant par la qualité des pièces finales que par l'évaluation de la stabilité du procédé ou de son rendement énergétique. Afin de répondre à ces deux derniers critères, nous avons mis en place deux types de diagnostics : (1) l'imagerie rapide pour l'analyse de la dynamique du procédé et (2) les mesures par sphère intégrante pour l'étude du couplage laser-matière.

II.3.1. L'imagerie rapide haute résolution

L'imagerie rapide est utilisée pour observer les éjectas en vue latérale ou observer le bain liquide en vue de dessus. La Figure II. 10 résume les configurations utilisées sur le poste laser fixe. L'avantage de la configuration laser fixe est que la caméra est centrée sur l'endroit où se produit l'interaction laser-matière sur toute la durée du cordon, ce qui permet de suivre la dynamique du procédé avec une bonne résolution spatiale. Lors de l'analyse des zones fondues, un éclairage annexe par diode laser @815 nm (Cavilux), synchronisé avec la fréquence d'acquisition des caméras rapides a été utilisé. Un filtre interférentiel passe-bande centré sur 800 nm et d'une largeur de bande de 40 nm est utilisé pour ne garder que la longueur d'onde du Cavilux. Les échantillons ont été incliné d'un petit angle (1 à 2 °) par rapport au laser pour limiter les retours de réflexion directe du laser dans la fibre

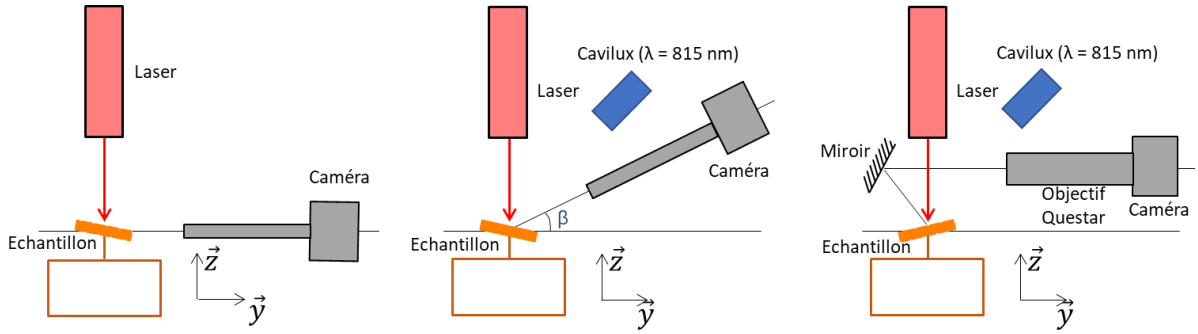


Figure II. 10 : Schéma de principe des installations caméra rapide pour (gauche) l'observation des éjections, (milieu) l'observation des bains liquides avec une caméra inclinée, et (droite) l'observation des bains liquides en utilisant l'objectif Questar à fort grandissement

L'observation par imagerie rapide permet d'estimer les quantités d'éjectas émis lors de l'interaction laser-matière, et pour différents paramètres (P, V) du procédé. La caméra est positionnée perpendiculairement au faisceau laser. Pour limiter les surintensités lumineuses dues à la longueur d'onde laser des filtres sont positionnés devant la caméra : un filtre passe-haut λ = 600 nm pour supprimer la longueur d'onde du laser vert et un filtre passe-bas λ = 975 nm pour couper la longueur d'onde IR. L'objectif utilisé pour zoomer sur la zone d'interaction est un objectif 12X Zoom de NAVITAR. La fenêtre finale est de dimension 4.1 mm x 10.8 mm (480 x 1280) soit une résolution de 8.5 µm/pixel. La fréquence d'acquisition oscille entre 8 et 10 kfps.

Les données issues de ces films sont traitées par un programme Python développé par Gwenaëlle Chebil doctorante PIMM/ONERA. La routine Python exécute les étapes suivantes (Figure II. 11) :

- Détection et suppression de la plume de vapeur pour mieux discerner les éjectas. Pour le cuivre la plume de vapeur est assez peu visible par rapport à ce qui a pu être observée sur des superalliage base nickel (Inconel 625) ou des alliages d'aluminium Al-Si
- L'image est ensuite binarisée pour faire apparaître les éjectas en pixels blancs sur fond noir
- Le programme recherche ensuite les particules et les compte. La détection des contours des particules permet alors de déterminer leur diamètre équivalent et leur centre.

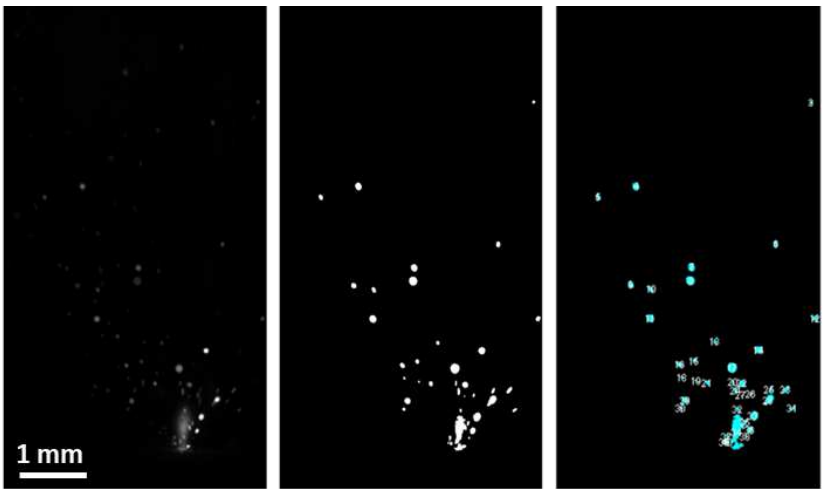


Figure II. 11 : Principe de comptage des particules éjectées. (a) image issue de la caméra rapide, (b) image binarisée après suppression de la plume de vapeur, (c) détection et comptage des particules

L'observation des bains liquides permet d'obtenir des informations in-situ sur l'hydrodynamique et les dimensions du bain liquide. Trois configurations ont été utilisées pour observer les bains liquides. La première présentée en Figure II. 10 (milieu) consiste à incliner la caméra par rapport à l'échantillon d'un angle β (environ 60°). Cette configuration a été utilisée sur les postes laser fixe pour les laser IR et bleu. Dans la seconde configuration (Figure II. 10 - droite), un objectif QUESTAR est utilisé pour obtenir une image fenêtre de 3,4 mmx 0,8 mm (1280 x 312) soit une excellente résolution spatiale de 3 µm/pixel. La caméra ne pouvant pas être inclinée à cause de la taille de l'objectif, un miroir permet de rediriger l'axe optique de la caméra pour filmer le bain liquide. L'encombrement du miroir par rapport à l'enceinte d'inertage et au système optique du laser conditionne l'angle maximal du miroir qui est d'environ 30° par rapport au faisceau vertical. Une dernière possibilité, utilisée uniquement avec le laser vert Trudisk 1020 est d'installer une caméra coaxialement par rapport au faisceau laser.

Les images sont ensuite traitées sur le logiciel imageJ (Figure II.12) en utilisant une superposition d'images pour faire ressortir les limites du bain liquide. On peut alors déterminer précisément le contour du bain liquide. Ces essais ont été réalisés à la fois sur substrats et sur lits de poudre. Cependant, la conductivité thermique élevée du cuivre qui limite la taille des zones fondues par rapport à d'autres alliages typiques du procédé SLM (In625, 316L) rend ces essais plus complexes.

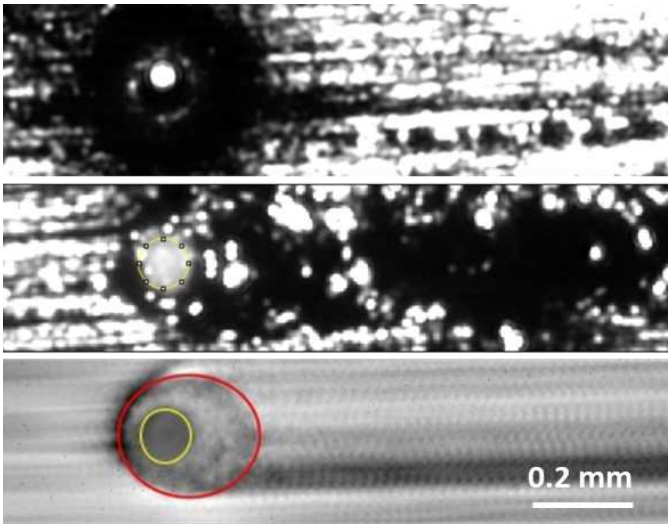


Figure II. 12 : Exemples de traitement d'une image de bain liquide (BL) permettant de calculer ses dimensions (laser vert TruDisk 1020). (Haut) Tir statique, (milieu) extrait de vidéo rapide d'un BL à 10000 fps, (bas) traitement de l'image sous imageJ en réalisant une projection (Z project)

II.3.2. La mesure de réflectivité par sphère intégrante

Le système de mesure par sphère intégrante est constitué d'une sphère métallique dont les parois internes sont enduites d'une couche de peinture de $BaSO_4$ qui permet d'augmenter leur réflectivité. La Figure II. 13 présente le montage type utilisé, on y retrouve un système optique permettant de focaliser le laser, une photodiode et un porte échantillon permettant de positionner précisément les échantillons (substrats ou lits de poudre) et les incliné avec un angle de 8° par rapport au faisceau incident.

Trois sphères différentes ont été utilisées : (1) sur le poste laser fixe avec les laser *TruDisk HL 10002*, IPG *QCW green SM* et *TruDisk 1020* une sphère de diamètre 160 mm ; (2) une sphère de diamètre 80 mm avec le laser *Blue Weld* ; (3) sur le banc FAIR une sphère de diamètre 120 mm. Les tailles de ces différentes sphères sont ajustées en fonction des caractéristiques des bancs et des trajets optiques des lasers utilisés. Le laser bleu ayant une faible distance focale, il a fallu utiliser une sphère plus petite pour

pouvoir réaliser la mesure. Dans le cas du banc FAIR avec une grande chambre de travail, on souhaite éviter d'inerter l'ensemble du banc à chaque essai. On a donc utilisé un inertage local grâce à une poche étanche remplie d'argon qui permet d'obtenir des taux d'oxygène minimum de 400 ppm au niveau de l'échantillon. Majoritairement les mesures de réflectivité ont été réalisées pour des taux d'oxygène inférieurs à 2000 ppm.

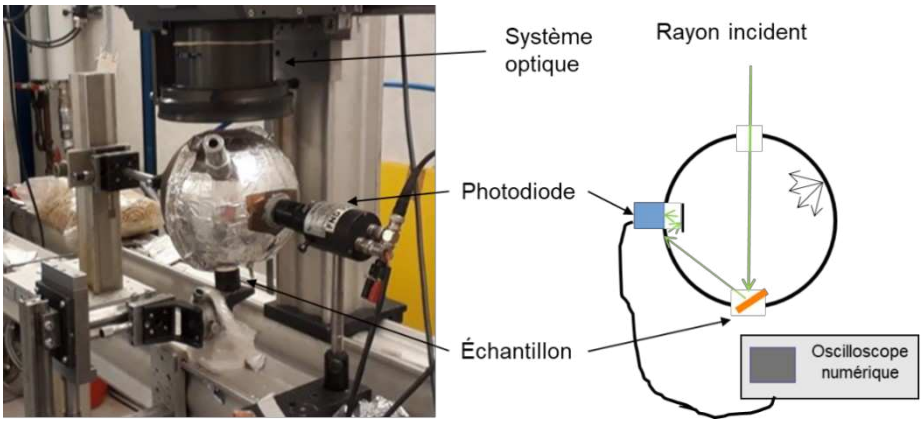


Figure II. 13 : Mesure de réflectivité par sphère intégrante. Montage expérimental et schéma de principe

Le système de sphère intégrante permet de mesurer une tension en sortie de photodiode proportionnelle à l'intensité lumineuse des rayons réfléchis à l'intérieur de la sphère. Deux types de photodiode ont été utilisées. Pour les mesures faible intensité en IR et en vert une photodiode avec compensation en température a été utilisée. Pour les mesures forte intensité avec passage à l'état liquide et l'étude de mono-cordons, on a utilisé une photodiode FND 100 Q présentant un temps de réponse suffisamment court. L'oscilloscope numérique utilisé de fréquence d'échantillonnage de 20000 points/s a permis de réaliser les essais sur des durées de balayage courtes (< 50 ms) avec une bonne résolution temporelle. La Figure II. 14 montre des exemples de signaux de photodiode lors de tirs statiques de 30 W – 20 ms avec le laser vert TruDisk 1020. On observe d'abord une surintensité (inexpliquée mais récurrente) au début du tir puis une stabilisation du signal. La valeur de tension qui sera prise comme valeur sera la moyenne sur cette partie continue sans considérer la partie transitoire.

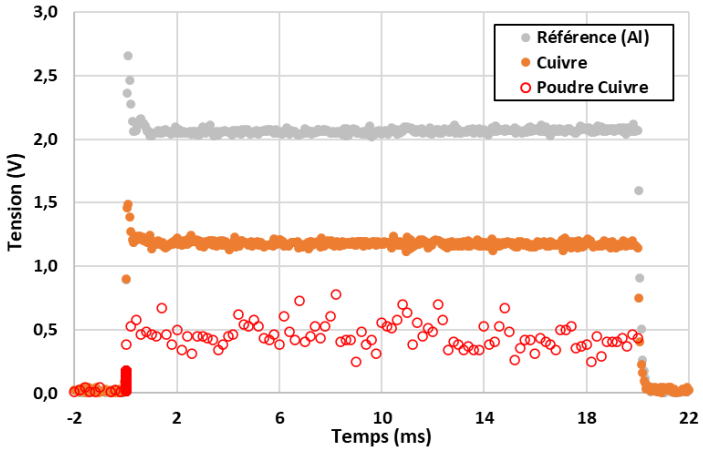


Figure II. 14 : Signaux photodiode obtenus pour un tir statique de 20 ms à une puissance de 30 W avec le laser TruDisk 1020 (lit de poudre Cu, substrat Cu et substrat Al pur poli comme référence)

La tension mesurée $U_{mesurée}$ par la photodiode peut être décomposée comme suit en équation (II.1).

$$U_{mesurée} = n_R * A_{sphère} * K_{capteur} \quad \text{(II.1)}$$

Avec :

n_R : le nombre de photons réfléchis qui dépend du nombre de photon incident $n_{incident}$ et du coefficient de réflexion R suivant la formule : $n_R = R * n_I$

Le nombre de photons émis par le laser dépend uniquement de la constante de Planck, de la vitesse de la lumière, de la puissance et de la longueur d'onde comme exprimé dans l'équation (II.2). La longueur d'onde du laser ne variant pas, le nombre de photons incidents sera uniquement dépendant de la puissance d'entrée du laser.

$$n_I = \frac{P\,\lambda}{\cancel{h}\,c} \quad \text{(II.2)}$$

Pour comparer les essais on suppose que $A_{sphère}$ et $K_{capteur}$ ne varient pas avec le nombre de photons incidents du faisceau. On suppose donc que le nombre de multi-réflexion dans la sphère est toujours le même. On a donc directement la relation (II.3) entre deux mesures :

$$\frac{U_1}{U_2} = \frac{n_{R1} * A_{sphère} * K_{capteur}}{n_{R2} * A_{sphère} * K_{capteur}} = \frac{n_{R1}}{n_{R2}} = \frac{R_1 n_{I1}}{R_2 n_{I2}} \quad \text{(II.3)}$$

Avec $A_{sphère}$: le coefficient d'absorption de la sphère : à chaque interaction la sphère absorbe une partie très faible du signal. Il y a donc une perte de signal dans la sphère qui peut être mathématiquement déterminer en connaissant le nombre de réflexions au sein de la sphère. $K_{capteur}$: la fonction de transfert de la photodiode

En considérant une même puissance incidente pour les deux essais, on peut donc exprimer directement la réflectivité en fonction d'une mesure de référence dont on connait a priori la valeur. En considérant la transmittance nulle, on peut alors exprimer l'absorptivité du matériau en fonction de l'absorptivité de référence comme exprimé dans l'équation (II.4).

$$R_m = R_{ref}\frac{U_m}{U_{ref}} \;\rightarrow\; A_m = 1 - \left(1 - A_{ref}\right)\frac{U_m}{U_{ref}} \quad \text{(II.4)}$$

Ainsi, dans le cas de la figure II-10, connaissant l'absorptivité de l'aluminium dans le vert (~15 %), on en déduit l'absorptivité du substrat cuivre (2.05/1.15 x 0.15 = 0.26), et celle du lit de poudre (2.05/0.45 x 0.15 = 0.68).

II.3.3. Collecte et analyse des condensats de vapeur

Dans certaines conditions de fusion de mono-cordons SLM, les vapeurs formées lors de l'interaction laser-cuivre retombent sur le lit de poudre et les cordons formant une « couche ou une suie noire » sur les cordons et les surfaces. Dans la suite de l'étude nous chercherons à étudier les propriétés de cette vapeur condensée pour en connaître la composition (cuivre natif ou oxyde) et savoir si elle a une influence possible sur la fusion des couches SLM de cuivre pur.

Nous avons collecté et /ou observé cette vapeur condensée (Figure II. 15) de deux façons :

- Dans un premier temps, la « couche noire » a été observée sur les mono-cordons, la vapeur étant retombée sur les cordons et dans les zones dénudées autour du cordon.
- Dans un second temps, on a cherché à déposer cette vapeur et les éjectas métalliques plus macroscopiques sur des lames de verre positionnées 2 mm au-dessus du lit de poudre, en reprenant le protocole déjà utilisé par (Gunenthiram, 2018) et (Traore, 2021).

Ces prélèvements ont été réalisés majoritairement lors des essais réalisés avec le laser vert TruDisk 1020 grâce à des lames de silice non traitées de 1 mm d'épaisseur. Comme le rayonnement à 515 nm n'est pas totalement transmis par la lame de verre (environ 5 % absorbé) et, qu'à 2 mm de la surface du lit de poudre le faisceau laser est suffisamment focalisé pour fissurer la lame de verre, des puissances inférieures à 500 W ont été utilisées.

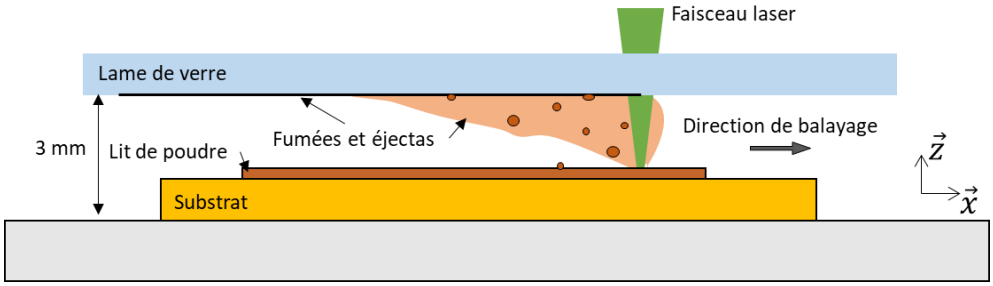


Figure II. 15 : Schéma du dispositif expérimental de collecte des fumées et des éjectas

Les vapeurs et éjectas ont ensuite été étudiés avec le MEB HITACHI 4800 du PIMM pour déterminer la taille des particules qui composent ce condensat. Des analyse EDS ont également été réalisées pour déterminer la composition chimique de ces particules.

II.4. Les analyses post-mortem

Différents types d'analyses ont été conduits sur les pièces réalisées par fusion laser, que ce soit à l'échelle des mono-cordons SLM ou des pièces 3D. Ces analyses sont résumées ci-dessous en commençant par les échelles les plus macroscopiques.

II.4.1. Profilométrie optique et mécanique : étude des états de surface

La profilométrie a été utilisée dans la thèse pour évaluer les morphologies des surfaces de construction des pièces SLM et les hauteurs des lits de poudre étalés manuellement.

Pour réaliser des mesures sur de hauteur de lit de poudres, nous avons utilisé un profilomètre optique 3D *Alicona Infinite Focus SL*, basé sur la technologie de variation focale, dont la résolution verticale est de 10 nm. La mesure est réalisée sur un carré de 1 mm x 1 mm, sans contact ce qui permet de ne pas déplacer les particules du lit de poudre. Par contre, le profilomètre n'étant pas motorisé, il n'est pas possible de faire des mesures sur de grandes surfaces.

Un Scanner *LMI Gocator* de *Stemmer Imaging* a été utilisé sur le banc FAIR pour réaliser des mesures d'états de surface en cours de fabrication et contrôler l'état du lit de poudre. Ce scanner est basé sur la technologie de triangulation laser pour numériser la surface. Il est monté directement sur le racleur du banc FAIR et scanne la surface à une vitesse de l'ordre de 1 mm/s, avec une résolution latérale de 5-10 µm, et une résolution en Z de 1 µm. La longueur des surfaces peut être variable mais la largeur d'analyse est fixée à 15 mm (= largeur du trait laser).

Un profilomètre mécanique *Dektak 150* de Veeco a également été utilisé pour réaliser les mesures sur des surfaces de fusion sans poudres (mono-cordons ou surfaces de construction 3D), avec un stylet présentant un rayon de courbure de 2 µm. Des surfaces caractéristiques de 3 mm x 3 mm avec un pas de 10 à 15 µm ont été analysées, avec des temps d'analyse pouvant dépasser 2-3 heures.

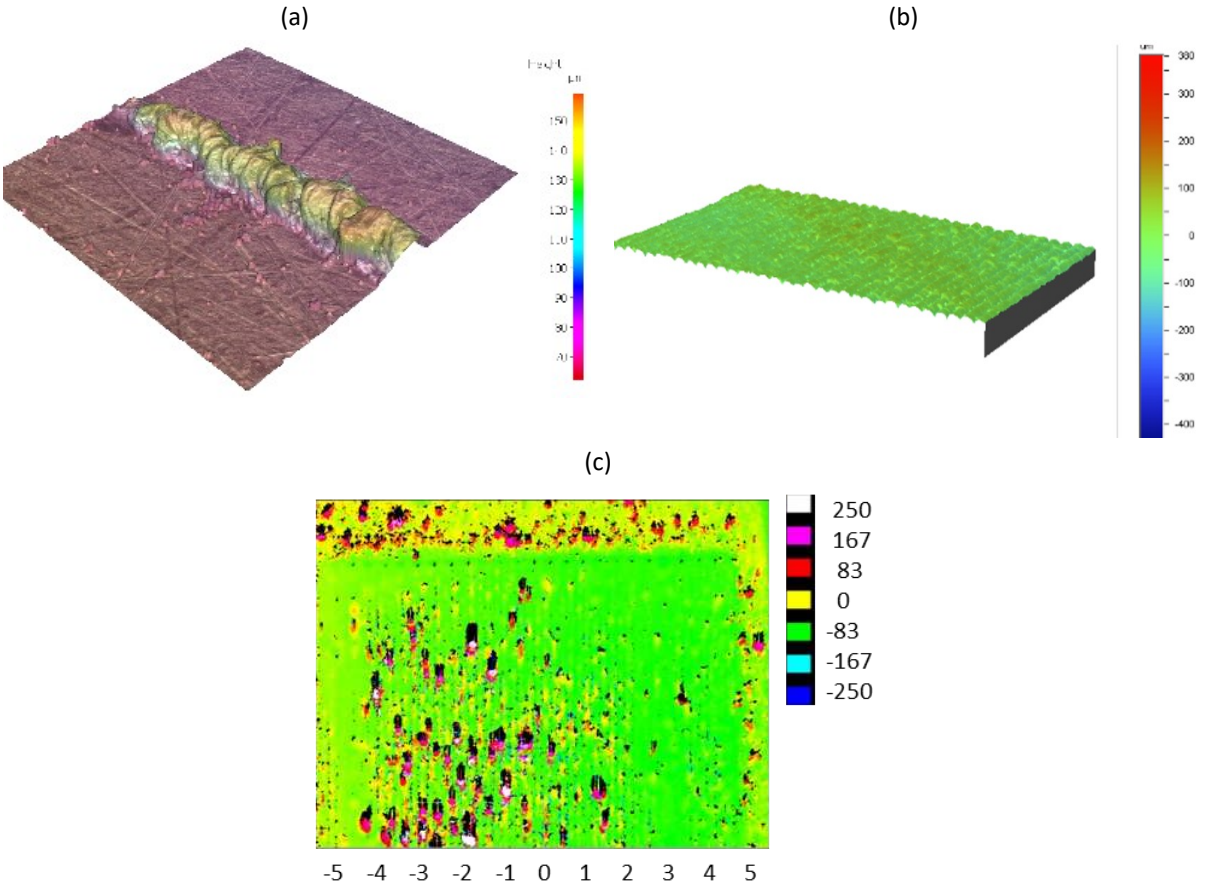


Figure II. 16 : Exemples d'analyses 3D réalisées avec les profilomètres (a) Alicona optique : analyse d'un mono-cordon SLM, (b) Veeco Dektak 150 mécanique : analyse d'une surface de fabrication, (c) Gocator optique : analyse d'une surface de fabrication dégradée par les éjectas juste après l'essai

II.4.2. Microscopie optique : analyse des taux de porosité et des microstructures

II.4.2.1. Préparation métallographique des échantillons

Les échantillons ont été découpés avec 2 tronçonneuses différentes suivant la taille de l'échantillon et la précision de découpe souhaitée. Pour les plus gros échantillons (pièces 3D de dimension supérieure à 15 mm), une tronçonneuse motorisée *STRUERS Discotom 6* a été utilisée. Pour les échantillons de dimension inférieure, difficiles à brider, une tronçonneuse manuelle *MECATOM T180* a été utilisée.

Une fois découpés, les échantillons sont enrobés dans une résine époxy transparente à l'aide d'une enrobeuse à chaud : *PRESI MECAPRESS 3* et les échantillons sont ensuite polis grâce à une polisseuse automatique *PRESI MECATECH 334* suivant le protocole de polissage défini dans le Tableau II. 3. L'effort appliqué est de 1 daN sur chaque échantillon pour tous les tapis de polissage avec une vitesse de rotation de la tête de 150 mm/s et une vitesse de rotation du plateau dans le même sens et à même vitesse que celui de la tête. A partir du tapis 2400, les échantillons sont nettoyés à l'eau entre chaque feutre de polissage pour éliminer les particules qui peuvent se détacher des pièces et rayer la surface.

Draps de polissage	Temps
240 SiC	1 min à 3 min
400 SiC	30 s
600 SiC	30 s
800 SiC	30 s
1000/1200 SiC	40 s
2400 SiC	40 s (2x si besoin)
4000 SiC	40 s (2x si besoin)
Solution diamantée : 3 µm	2x : 60 s
Solution diamantée : 1 µm	2x : 60 s
Solution diamantée :1/4 µm	Au moins 2x : 60 s

Tableau II. 3 : Procédure de polissage des échantillons utilisée sur les échantillons de cuivre pur.

L'attaque chimique utilisée pour réaliser les micrographies est composée de : 1/3 acide chlorhydrique + 2/3 acide acétique + saturé acide picrique. Cette attaque peut être utilisée sans dilution en réalisant une attaque très courte de moins de 10 s ou en diluant le réactif par de l'éthanol (~1/2 attaque + ~1/2 éthanol). Cela permet d'obtenir une attaque plus lente (1 à 2 minutes) et progressive et de mieux contrôler le résultat (exemple d'échantillon attaqué en Figure II. 17). Les échantillons sont ensuite abondamment rincés pour supprimer le résidu d'attaque chimique.

II.4.2.2. Analyse par microscopie optique

Les analyses par microscopie optique ont été réalisées avec un microscope motorisé *Axio imager M2m* de Zeiss pouvant réaliser des images avec des grossissements compris entre x25 à x500 pour une résolution de 2452 x 2056 pixel. Le microscope permet de réaliser, en plus des simples prises de vue, des superpositions d'images soit dans le plan (X,Y) pour recréer une surface (mosaïque) soit suivant l'axe Z pour réaliser un empilement d'image (*image stacking*) et obtenir une image nette malgré une variation de hauteur sur l'échantillon.

Pour l'étude des mono-cordons, deux types d'images sont réalisées : (1) des vues de dessus des mono-cordons et (2) des vues en coupe des cordons après attaque chimique (Figure II. 17). Les images de dessus, prises avec un grandissement de x50 à x100, permettent d'évaluer la stabilité du mono-cordon mais aussi de mesurer ses dimensions caractéristiques : largeur du cordon et largeur de la zone dénudée en poudre. Les images de coupe permettent, quant-à-elles, d'estimer la profondeur de matière fondue, avec des grandissements de x100 à x500 en fonction des dimensions des cordons.

Sur les pièces 3D, la microscopie optique permet d'étudier les taux de porosité et les microstructures. Dans les deux cas, après polissage des pièces (et attaque chimique pour l'étude des microstructures), des micrographies sont réalisées sur l'ensemble de la surface (en mode mosaïque) avec un grandissement de x50 ou x100. Comme pour l'analyse des éjectas, les micrographies sont ensuite traitées sous imageJ (Figure II. 18), et les images sont binarisées (converties en pixels noirs et blancs). Le rapport surfacique des pixels noirs (porosités) sur le nombre total de pixels représente alors le taux de porosité de la pièce. Globalement, les analyses des taux de porosité sont réalisées sur des surfaces caractéristiques de l'ordre de 2 x 2 = 4 mm² à 4 x 4 = 16 mm², avec une résolution de l'ordre de 0.13 µm/pixel.

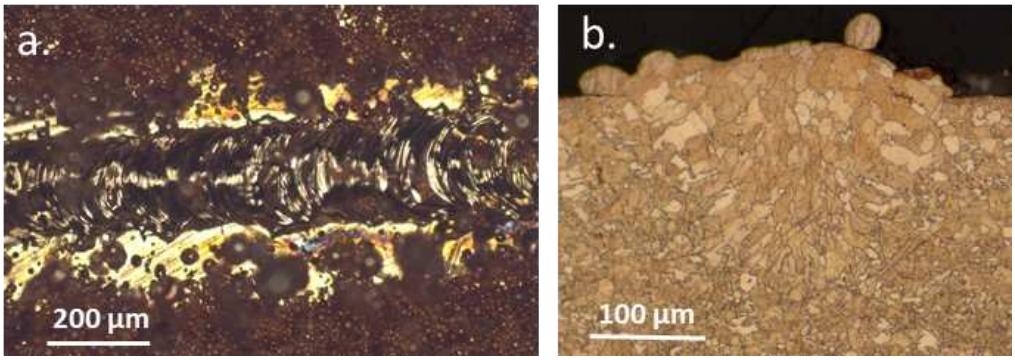


Figure II. 17 : Illustration des image prises pour un mono-cordon SLM (a) vu de dessus et (b) vu en coupe après attaque chimique

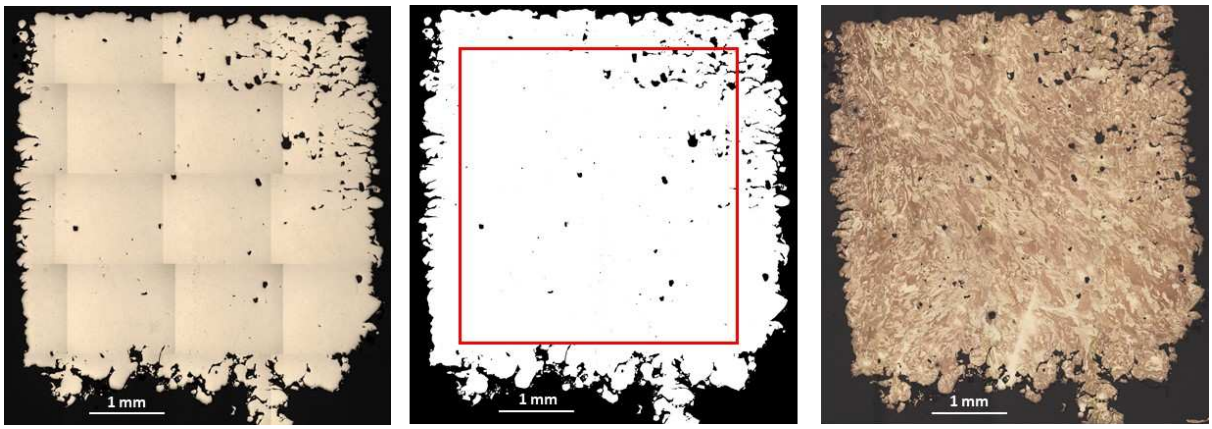


Figure II. 18 : Analyse par microscopie optique d'un échantillon de cuivre pur élaboré par SLM (a) mosaïque d'image à grandissement x50 (b) image binarisée utilisée pour l'étude des taux de porosité (c) après attaque chimique pour étude des microstructures

II.4.3. Microscopie électronique et EBSD : étude des structures de solidification

II.4.3.1. Imagerie par microscopie électronique à balayage

En microscopie électronique à balayage (MEB), l'interaction entre le faisceau d'électrons focalisé et la surface de l'échantillon provoque l'émission d'électrons secondaires (SE), d'électrons rétrodiffusés (BSE) et de rayons X.

La détection des électrons secondaires permet d'observer des contrastes morphologiques de la surface de l'échantillon avec un fort grandissement (jusqu'à x200k). C'est la configuration que nous avons utilisée majoritairement pour analyser les surfaces.

Les rayons X, émis lors de l'interaction avec le faisceau d'électrons, ont également été utilisés pour obtenir des informations sur la composition chimique des fumées et éjectas créés lors de l'interaction laser-cuivre. La méthode d'analyse correspondante est la spectrométrie d'analyse par dispersion en énergie (EDS). Elle permet d'effectuer des analyses ponctuelles, sur une ligne ou sur une fenêtre d'analyse 2D, avec une résolution maximale de l'ordre de 1 µm (= taille de la poire d'interaction électrons-matière).

Durant la thèse, un MEB *HITACHI 4800-s* a été utilisé. Ce MEB, équipé d'une canne d'analyse EDS est installé au PIMM. Dans le cadre des études réalisées, nous avons utilisé des tensions d'accélération des électrons comprises entre 15 kV et 25 kV. Les images en Figure II. 19 montrent des exemples d'images à différents grandissement réalisées sur ce MEB.

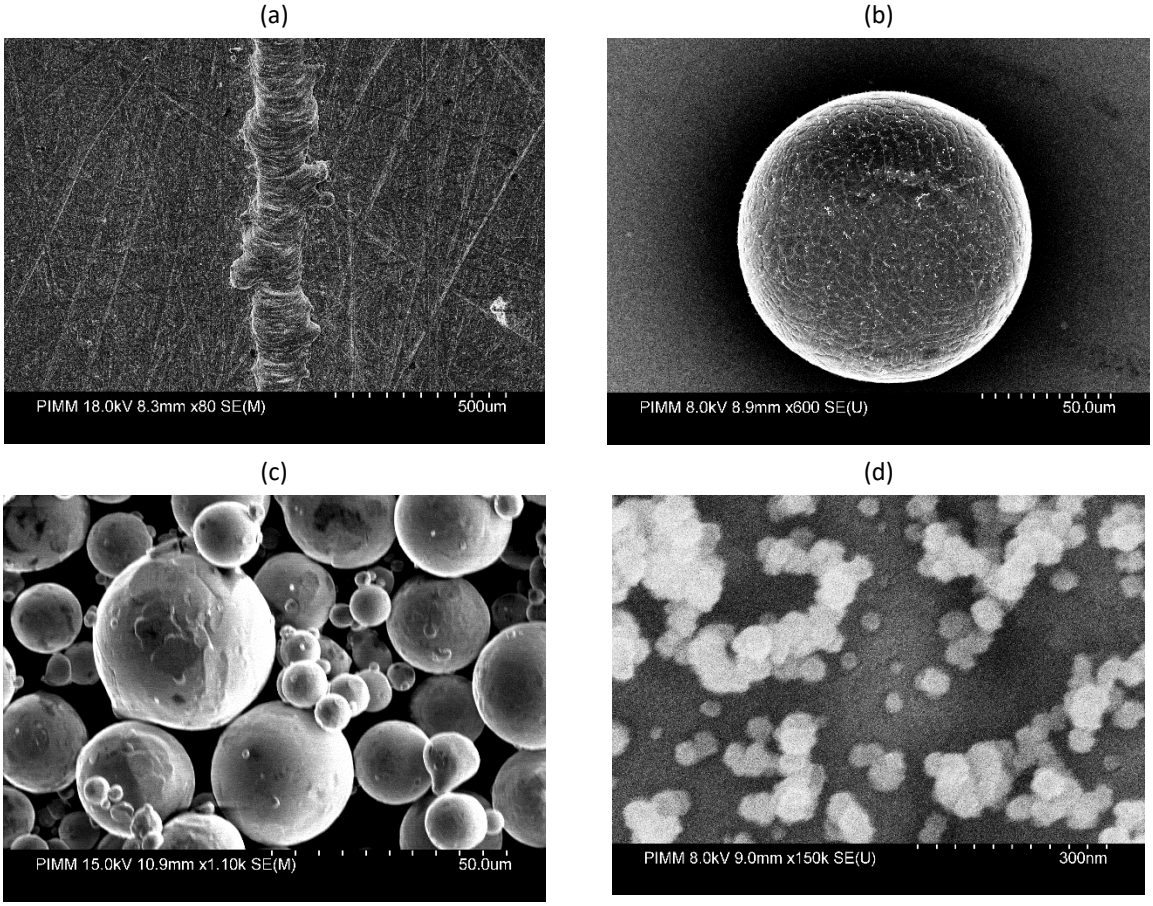


Figure II. 19 : exemples d'images prises avec le MEB HITACHI : (a) Image d'un mono-cordon ; (b) éjecta de 110 µm collecté sur une lame de verre (c) grains de poudre de cuivre recouvert de Nickel et (d) nano-condensats de fumée récoltés sur une lame de verre

Enfin, dans le cas d'échantillons peu conducteurs, comme les lames en silice sur lesquelles les fumées issues de la vaporisation du cuivre ont été collectées, les échantillons ont été métallisés par quelques nm d'or pour être rendus plus conducteurs.

II.4.3.2. Analyses EBSD

Des analyses EBSD ont aussi été menées au cours de la thèse et réalisées sur le MEB à filament tungstène, *EVO MA-10* de la marque ZEISS installé au CNAM à Paris, et équipé d'une caméra EBSD Nordif UF-1000. Le but de ces études était l'analyse des microstructures de solidification du cuivre brut de SLM et du cuivre SLM + traité thermiquement. Les échantillons utilisés pour les acquisitions EBSD ont subi, après le cycle de polissage classique présenté dans la partie II.4.3, un polissage électrolytique dans la solution D2 avec un potentiel de 16 V, un débit de circulation du liquide de 12 et un temps de polissage de 20 s. L'objectif de ce polissage électrolytique est de retirer les traces d'écrouissage de surface ou de défauts diffractant perturbant l'indexation des clichés de diffraction.

Lors de l'analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction), et en accord avec la loi de Bragg ($2d_{hkl}\sin(\theta_{hkl}) = \lambda$, avec θ_{hkl} l'angle de diffraction et λ la longueur d'onde du rayonnement) les électrons diffractés par un plan cristallin de distance interréticulaire d_{hkl} forment deux cônes, dont l'intersection avec l'écran fluorescent forme deux lignes définissant une bande. La ligne centrale de cette bande dite de Kikuchi correspond à la projection du plan diffractant sur l'écran. La diffraction des

électrons rétrodiffusés se produisant, non pas sur une, mais sur plusieurs familles de plans cristallins diffractant, elle conduit alors à la formation de plusieurs paires de bandes qui constituent le diagramme de Kikuchi (Figure II. 20). Connaissant la position du détecteur, on détermine alors l'orientation cristalline à partir de l'orientation des bandes de Kikuchi. Dans notre cas, l'acquisition et l'indexation des diagrammes de Kikuchi a été réalisée sur les logiciels Nordif et OIM DC Nordif. L'analyse EBSD permet d'accéder à la cartographie d'orientation cristallographique de la microstructure (cartographie en figure de pôle inverse IPF), mais également à sa texture (orientation cristallographique préférentielle).

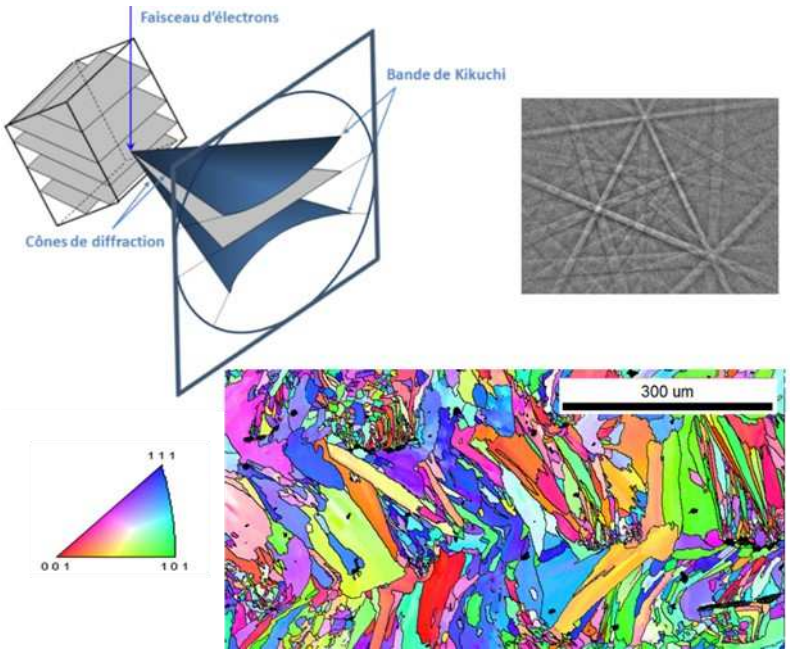


Figure II. 20 : Schéma de principe du fonctionnement de l'analyse EBSD (haut) ("Géosciences Montpellier - EBSD : principe,"); exemple de cartographie d'orientation cristallographique IPF sur pièce SLM en cuivre pur (bas)

II.4.4. Mesures de micro-dureté

Des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur un microduromètre Presi de type *Microtech MX7*. La dureté Vickers est calculée à partir de l'empreinte laissée par un indenteur pyramidal sur la surface du matériau par la formule suivante (équation II.5).

$$HV = 0.189\,\frac{F}{d^2} \qquad \text{(II.5)}$$

Avec d la longueur moyenne des diagonales en mm : $d = \frac{d_1+d_2}{2}$ et F l'effort appliqué en N

Le choix d'appliquer une charge minimale sur l'échantillon se justifie par le fait d'obtenir une valeur représentative, en supprimant les effets locaux dus à la taille des grains de la pièce. Une calibration de la charge à appliquer (Figure II. 21) a donc été réalisée en reprenant le protocole utilisé par A. Thomas dans sa thèse (Thomas, 2021). Cette pré-étude a montré qu'une charge minimale de 200 gf devait être appliquée pour obtenir des résultats représentatifs (au-delà de 200 gf, la dureté ne varie plus). C'est donc cette charge de 200 gf, correspondant à des diagonales de 75 µm, appliquée pendant 12 s qui a été utilisée pour l'ensemble des mesures effectuées sur nos pièces en cuivre pur issues de SLM.

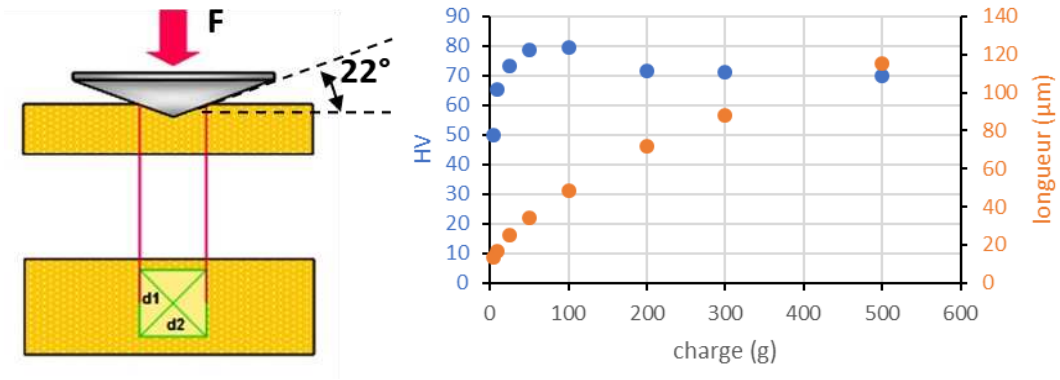


Figure II. 21 : (a) Principe de la mesure de dureté Vickers et (b) Optimisation de la charge appliquée = évolution de la dureté et de la longueur des diagonales des indentations en fonction de la charge appliquée

II.4.5. Mesure des densités des pièces

Les densités des pièces ont pu être estimées soit par l'analyse d'image sur coupe métallographique décrite dans la partie II.4.2.2, soit par des méthodes de pesée. Ces méthodes consistent à réaliser des pesées des échantillons ou des mesures volumétriques pour déterminer la masse volumique de l'échantillon. On peut ensuite comparer cette masse volumique mesurée à celle du matériau de base (ici le cuivre pur de masse volumique 8800 kg/m^3 à 20 °C) pour en déduire le taux de porosité du matériau. Trois méthodes ont été utilisé dans la thèse :

(1) Une simple pesée avec une mesure au pied à coulisse numérique des dimensions. Cette méthode de mesure est peu précise sur des pièces brutes de SLM. Elle n'a été utilisée que pour des échantillons rectangulaires coupés et polis de forme précise qui ont servi aux mesures de conductivité électrique.

(2) Une méthode de double pesée dans l'air et dans l'éthanol. Cette méthode de double pesée (ou pesée d'Archimède), permet de déterminer le volume de la pièce et sa masse volumique par comparaison d'une pesée de la pièce dans l'air et d'une pesée de la pièce dans de l'éthanol (équation II.6). Connaissant la masse volumique des deux solvants (air et éthanol) on peut déterminer via la différence de masse le volume de la pièce.

$$\rho_{échantillon} = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{fluide}} \left(\rho_{fluide} - \rho_{air}\right)$$
$$\%p = 1 - \frac{\rho_{échantillon}}{\rho_{Cu}} \qquad \text{(II.6)}$$

Avec $\rho_{échantillon}$ la masse volumique de l'échantillon analysé (en g/cm^3) ; m_{air} la masse de l'échantillon dans l'air (en g) ; M_{fluide} la masse de l'échantillon dans le fluide (en g), ρ_{fluide} la masse volumique du fluide, ici de l'éthanol (ρ_{fluide} = 0.789 g/cm^3 à 20 °C) ; ρ_{air} la masse volumique de l'air (ρ_{air} = 0.001 g/cm^3 à 20 °C) et $\tau_{porosité}$ le taux de porosité de la pièce.

Quelques essais ont également été réalisés par pycnométrie hélium. La technique consiste à remplir une enceinte de taille connue d'un certain volume d'hélium lui aussi connu. La mesure de la pression dans l'enceinte permet alors de déterminer le volume des pièces qui sont dans ladite enceinte. Une simple pesée de l'échantillon permet ensuite de déterminer la masse volumique.

II.4.6. Mesure des propriétés électriques

L'objectif principal du projet AMbition étant la fabrication de composants électriques pour Schneider Electrics, la valeur de conductivité électrique est considérée comme un critère majeur. Pour réaliser les mesures, les échantillons ont été polis jusqu'à obtenir une variation de +/- 0.02 mm sur chaque dimension manuellement avec un papier 600 SiC pour obtenir des surfaces planes. Les dimensions des éprouvettes ont ensuite été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse numérique (précision de 0.01 mm). Les mesures ont été réalisées chez Schneider Electric par Nathalie Caillault. Comme montré Figure II. 22, un courant I connu est appliqué par les connecteurs entre 2 points de l'échantillon de section S. La tension V est mesurée entre deux autres points séparés d'une distance L connue. On peut ainsi déduire des mesures la valeur de la résistance électrique R de la pièce puis de la conductivité par les équations (II.7).

$$R_{él} = \frac{V}{I} \; ; \; \sigma_{él} = \frac{1}{R_{él}} \frac{L}{S} \qquad \text{(II.7)}$$

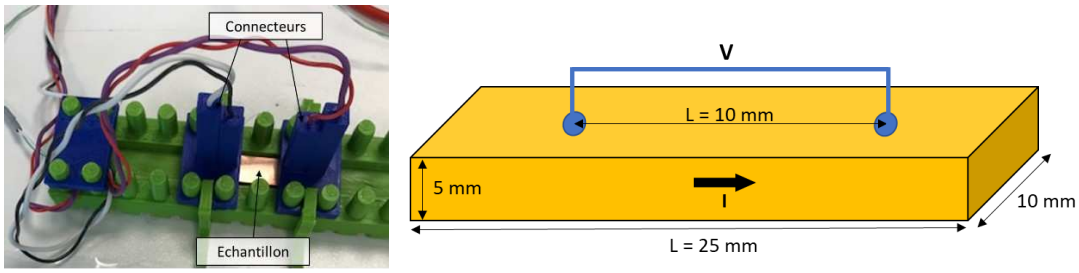


Figure II. 22 : (gauche) Montage pour les mesures de conductivité électrique 4 points et (droite) dimensions moyennes des échantillons

Cette mesure étant assez sensible aux mesures des dimensions de la pièce, notamment des longueurs associées à la surface S, entre 3 à 5 mesures de tension ont été réalisées par échantillon, et ces valeurs ont été moyennées.

En complément, les échantillons permettant de réaliser la mesure de conductivité électrique ayant une forme géométrique connue, l'estimation du taux de porosité a été effectuée par pesée. Les dimensions (longueur, largeur et hauteur) des échantillons étant mesurées au pied à coulisse, cela permet d'avoir une estimation des taux de porosité complémentaire à l'analyse micrographique.

II.5. Simulations numériques sur COMSOL Multiphysics

Différentes simulations numériques simplifiées ont été menées durant cette thèse sur le code aux éléments finis COMSOL Multiphysics afin d'estimer la spécificité du cuivre par rapport à d'autres métaux. Le modèle utilisé est purement thermique, sans prise en compte de la mécanique des fluides pour modéliser les convections au cœur du bain liquide. Dans le même ordre d'idée, on ne cherche pas à modéliser l'évaporation du cuivre et l'interaction laser-matière complexe inhérente au régime de keyhole comme (Mayi, 2021).

On va donc simplement modéliser le transfert de chaleur lors d'une fusion laser. Pour cela, on utilise sous COMSOL Multiphysics le module « *Transfert de chaleur dans les fluides* » qui permet de modéliser l'équation de la chaleur (équation II.8) pour une irradiation laser fixe avec un déplacement de la matière sous le laser (la matière flue à travers un maillage fixe), et un écoulement sortant sur la surface de normale -$\vec{x}$.

$$\rho C_P \vec{\boldsymbol{u}} \cdot \nabla T = \nabla \cdot (K \nabla T) + Q \quad \text{(II.8)}$$

Avec $\vec{\boldsymbol{u}}$ le champ de vitesse $\vec{\boldsymbol{u}} = -V \cdot \vec{\boldsymbol{x}}$, V la vitesse de balayage du laser, K la conductivité thermique, ρ la masse volumique, Cp la capacité thermique, Q la source de chaleur.

L'irradiation laser *top-hat* est considérée sous forme d'un flux surfacique de chaleur appliqué sur la surface du dessus (de normale $\vec{\boldsymbol{z}}$). Le modèle reprend donc ici une configuration faisceau fixe et une matière mobile sous le laser permettant de réaliser des simulations stationnaires.

Pour représenter le fait que la matière entrante est à la température initiale T_0, une condition $T = T_0$ est ajoutée sur la surface de normale $\vec{\boldsymbol{x}}$. Cette condition assure aussi la convergence du modèle. Des pertes par transfert radiatif sont appliquées sur la surface de normale $\vec{\boldsymbol{z}}$ suivant l'équation (II.9). Enfin une condition d'isolation thermique d'équation (II.10) est appliquée sur les autres surfaces du modèle.

$$-\vec{\boldsymbol{n}} \cdot (K \nabla T) = \varepsilon \sigma (T_0^4 - T^4) \quad \text{(II.9)}$$

$$-\vec{\boldsymbol{n}} \cdot (K \nabla T) = 0 \quad \text{(II.10)}$$

Avec $\vec{\boldsymbol{n}}$ le vecteur normal à la surface, ε l'émissivité de la surface et σ la constante de Stefan-Boltzmann ($5.67.10^{-8}$ $W.m^{-2}.K^{-4}$)

Le maillage du modèle (Figure II. 23-b) est composé de deux parties : (1) le disque où est appliqué le dépôt laser source, maillé avec des triangles libres de dimension D/50, puis (2) le reste de la pièce est maillé avec des tétraèdre libres dont la taille maximale est de D/4 avec un taux d'accroissement maximum des éléments de 1.05. On a donc un maillage assez fin au niveau de l'interaction puis de plus en plus grossier plus on s'éloigne de la surface d'interaction laser-matière. Le solveur utilisé est un solveur PARDISO.

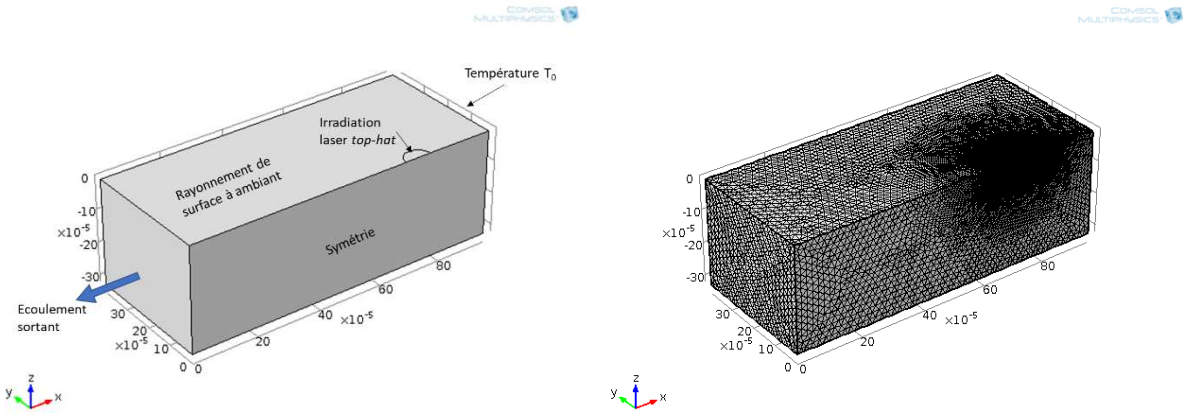


Figure II. 23 : (a) modèle utilisé pour la simulation avec conditions aux limites et (b) maillage du modèle

II.6. Les poudres utilisées

II.6.1. La poudre de cuivre pur

Les poudres utilisées dans cette étude ont été élaborées sur une tour d'atomisation gazeuse à l'ICB de l'Université Technologique de Belfort-Montbéliard. Les poudres ont été livrées soit dans des sachets sous vide de 1 kg soit par bidons de 10 kg inertés sous argon. L'image MEB (Figure II. 24) montre que la poudre de cuivre pur est majoritairement sphérique (avec la présence de quelques satellites). Les particules de poudre ont un diamètre médian D_{50} de 30 µm et une taille comprise majoritairement entre 18 µm et 50 µm (Tableau II. 4 et Figure II. 24), comme prévu par la fiche de livraison. La poudre

présente également un haut degré de pureté, confirmé par l'analyse chimique (Tableau II. 4). Par contre, une analyse MEB sur coupe métallographique (après enrobage de la poudre dans une résine conductrice et polissage miroir) révèle la présence de microporosités au cœur des grains, sans doute issues du procédé d'atomisation gazeuse.

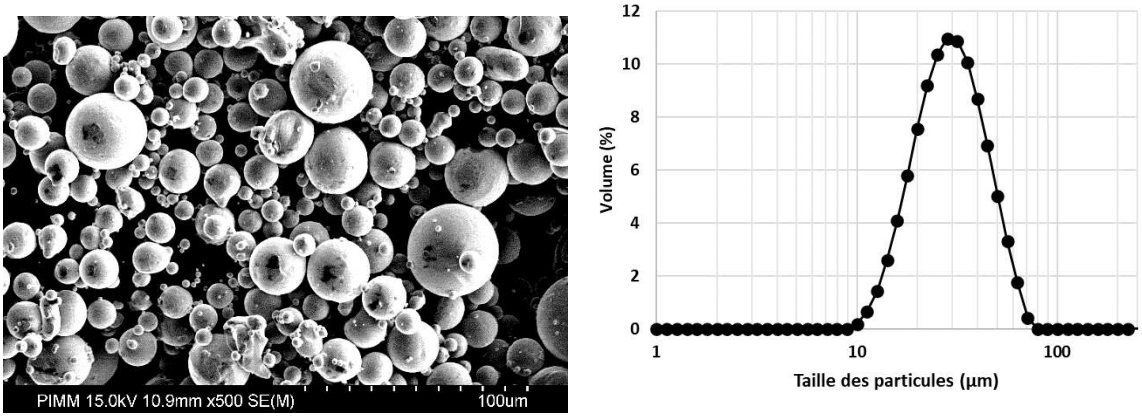


Figure II. 24 : (gauche) Photo MEB de la poudre de cuivre pur et (droite) spectre granulométrique obtenu au granulomètre laser CILAS

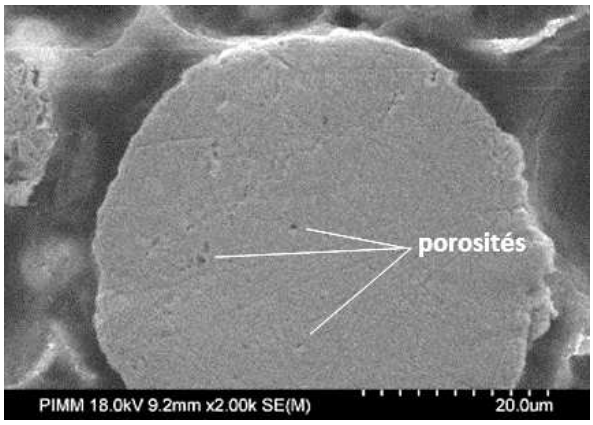


Figure II. 25 : Analyse MEB - Présence de microporosités au cœur des grains de poudre Cu atomisés

Caractéristiques	Cu-ETP	
Analyses chimiques	Cu	99.9 %
	O	0.01 %
	P	< 0.005 %
Taille des particules	Dv_{10} (µm)	18.2
	Dv_{50} (µm)	30.8
	Dv_{90} (µm)	50.8

Tableau II. 4 : Caractéristiques de la poudre de cuivre pur

La poudre issue des sachets sous vide a été tamisée une première fois avant utilisation et étuvée à 70°C. La poudre est ensuite remise après chaque utilisation dans l'étuve. Ce protocole est généralement utilisé pour les poudres SLM dans le but de limiter leur degré d'hygrométrie et de favoriser leur étalement. Dans le cas du cuivre pur, une différence de couleur est cependant observée entre la poudre neuve (orange clair) et la poudre étuvée plus d'1 semaine qui devient ocre (Figure II. 26). Par la suite, la couleur de la poudre ne varie plus au-delà de 2-3 semaines dans l'étuve et ce, même durant plusieurs mois. L'essentiel du changement de couleur apparaît donc lors des premières 72 premières heures

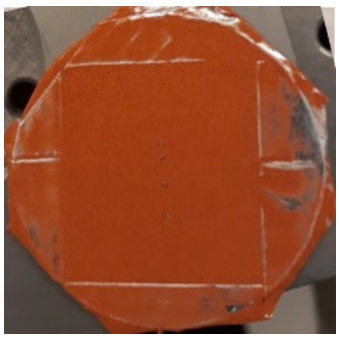
d'étuvage. Des mesures de réflectivité sur lit de poudre ont montré que cette évolution de couleur était associée à une augmentation de 4 % de l'absorptivité du lit de poudre sous un rayonnement IR (22 % => 26 %). Par contre, la présence d'oxyde observée visuellement n'a pas pu être détectée lors d'une analyse par diffraction des rayons X de la poudre étuvée.

Lit de poudre neuve



Absorptivité du lit de poudre : 22 % +/3 %

Lit de poudre étuvée 70°C – t > 4 semaines



Absorptivité du lit de poudre : 26 % +/3 %

Figure II. 26 : Comparaison entre un lit de poudre neuve juste sortie du bac (sans étuvage) et une poudre de cuivre gardée en étuve à 70 °C plus de 4 semaines

II.6.2. Les poudres revêtues ou oxydées

Différents auteurs ont proposé d'utiliser des revêtements sur les poudres de Cu (Jadhav et al., 2020) pur afin d'améliorer l'absorption du rayonnement laser IR, mais sans vraiment aller jusqu'au bout de la démarche (la fabrication de pièces 3D). Dans ce qui suit, nous présentons les différents types de poudres revêtues testées, en commençant par les critères de choix pour les matériaux de revêtement.

II.6.2.1. Choix d'un matériau pour le revêtement

Afin de choisir un matériau et une épaisseur de revêtement optimisés, nous nous sommes basés sur cinq propriétés distinctes :

(1) L'absorptivité au rayonnement IR. Elle doit être maximale dans l'IR afin de favoriser le couplage laser-matière et le rendement énergétique du procédé. L'absorption du rayonnement laser se faisant sur une épaisseur proche de la dizaine de nm, nous viserons des épaisseurs de dépôts de cet ordre.

(2) La variation de conductivité K du cuivre en fonction du pourcentage d'éléments d'alliage. La courbe correspondante (Figure II. 27) doit présenter une pente la plus faible possible pour limiter l'abattement des propriétés thermiques et électriques par rapport au cuivre pur.

(3) Les températures de fusion et de vaporisation du matériau. On cherchera à éviter des éléments dont la température de vaporisation est trop proche de la température de fusion du cuivre (cas du Zn) afin de ne pas déstabiliser le bain liquide lors de la fusion.

(4) La compatibilité métallurgique : on évitera les composés formant des phases intermétalliques fragiles avec Cu, et on privilégiera les composés Cu-X présentant une plage de solubilité maximale (Cu-Fe …).

(5) La nocivité éventuelle du matériau et son coût de mise en œuvre. On évitera les revêtements coûteux et potentiellement dangereux pour les utilisateurs (cas du Be et du Cd).

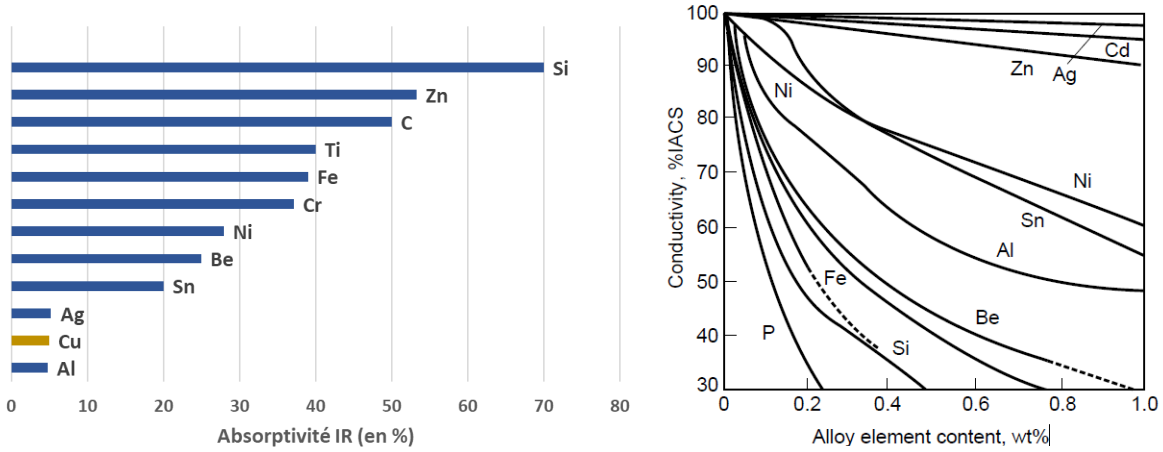


Figure II. 27 : Principaux critères de choix d'un matériau : (a) Absorptivité théorique des matériaux pur au rayonnement IR (b) influence de l'ajout d'un pourcentage massique d'élément d'alliage (Lide et al., 2005)

Deux matériaux d'apport répondent correctement aux critères ci-dessus : le nickel et le carbone. Le nickel présente une plage de solubilité complète avec le cuivre, un coût modéré et une bonne facilité de mise en œuvre en lit fluidisé. Son seul défaut peut-être sa nature cancérigène qui impose aux utilisateurs de poudre de prendre des mesures de précaution. Le carbone est également considéré comme un bon candidat car il présente d'excellentes propriétés d'absorption (proche d'un corps noir) et devrait permettre d'améliorer la conductivité électrique finale de la pièce.

Afin de nous aider à estimer un bon compromis entre l'épaisseur du revêtement et la composition chimique finale du matériau, nous avons réalisé un calcul simplifié (équation II.11) permettant d'estimer l'épaisseur théorique du revêtement en fonction du pourcentage massique d'élément d'alliage. Les informations présentées en Figure II. 28.b, nous ont été utiles pour l'estimation des pourcentages des d'éléments d'apport utilisés chez LIFCO pour la réalisation des dépôts par la technique de lit fluidisé.

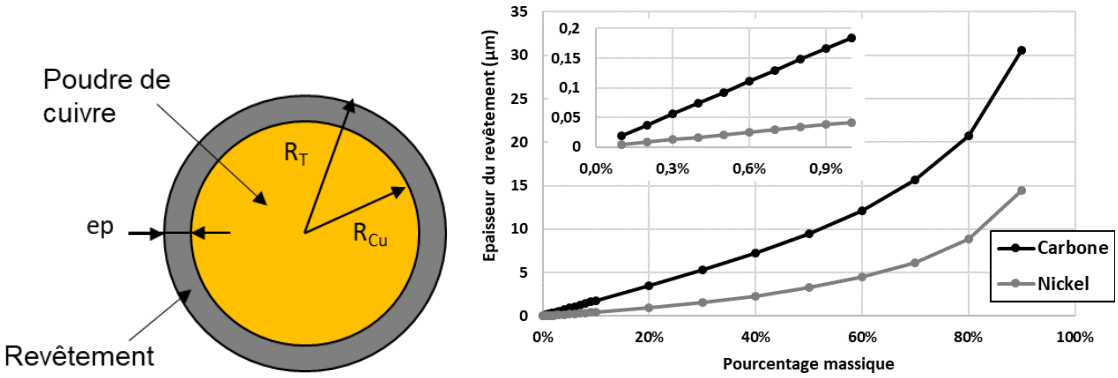


Figure II. 28 : (a) Schéma d'une poudre revêtue, (b) épaisseur de revêtement en fonction du pourcentage massique final (Ni et C)

$$ep = R_{Cu}\left(\frac{1}{\sqrt[3]{1-\tau}} - 1\right) \; et \; \tau = \omega_t \frac{\rho_{Cu}}{\rho_{el}} \frac{1}{1 + \omega_t\left(\frac{\rho_{Cu}}{\rho_{el}} - 1\right)} \qquad \text{(II.11)}$$

Avec ep l'épaisseur de revêtement (m), R_{Cu} le rayon initial de la particule (m), ωt le pourcentage massique de l'élément d'apport ρ_{Cu} et $\rho_{él}$ les masses volumiques respectives du cuivre pur et de l'élément d'alliage (kg/m^3).

II.6.2.2. Mise en œuvre et analyse des revêtements de nickel

Les poudres de cuivre ont été revêtues par la méthode de lit fluidisé par Sébastien Bucher chez LIFCO. Le lit fluidisé consiste à mettre en mouvement un lit fixe de poudre à l'aide d'un fluide qui va le traverser. Les particules vont alors se mettre dans un mouvement aléatoire. En remplaçant les particules inertes d'un lit par des particules activées, on peut modifier la composition chimique surfacique et créer un revêtement autour des poudres constituant le lit. Nous avons demandé à LIFCO de réaliser 3 revêtements différents : 0.2%, 0.4% et 1% massique de Nickel, correspondant à des épaisseurs théoriques (équation II.7) de 10, 20 et 50 nm. Quatre lits de poudre d'épaisseur 240 µm ont été étalés pour réaliser des mesures d'absorptivité (Figure II. 29). Plus les poudres présentent un taux élevé de Nickel, plus la couleur de la poudre tend vers le gris. Si la poudre de cuivre à 0.2 % de Nickel reste encore d'une couleur orangée classique, la poudre possédant 1% de Nickel est totalement grise. Enfin, la topographie de surface des poudres revêtues reste globalement inchangée par rapport au cuivre pur, quel que soit le taux de nickel (Figure II. 30).

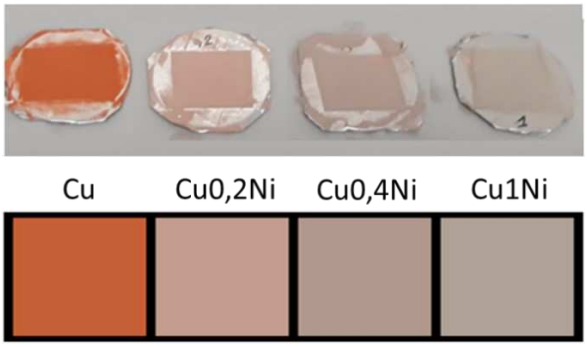


Figure II. 29 : Lits de poudre obtenus à partir de poudres de Cu pur ou de Cu revêtu de nickel

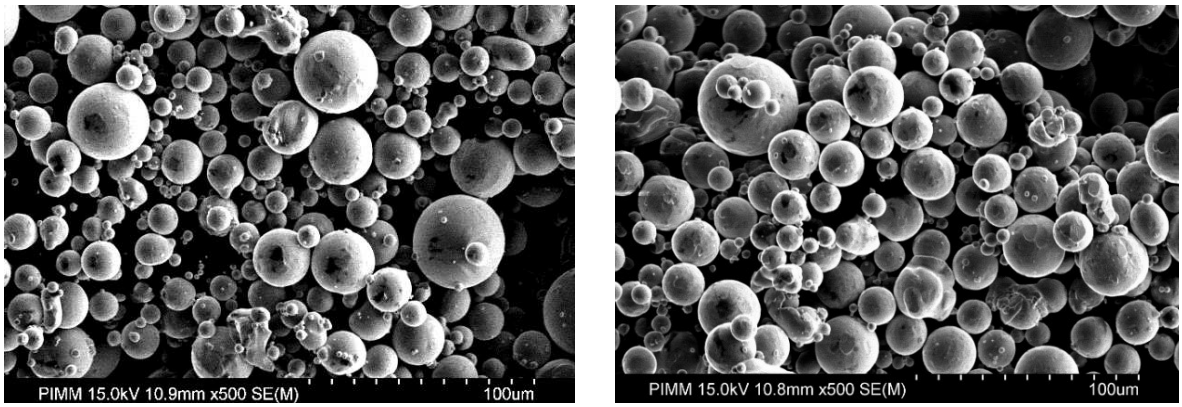


Figure II. 30 : Photos MEB de (a) la poudres de cuivre pur, (b) la poudre revêtue de 0.4 % Nickel

En enrobant les poudres dans une résine conductrice et en réalisant un léger polissage, il est possible par contraste chimique, d'estimer l'épaisseur du revêtement. La Figure II. 31 montre une image MEB obtenue sur la poudre Cu1Ni, avec une couverture discontinue de nickel, et une épaisseur comprise entre 80 et 170 nm. Cependant, la mesure n'a pas été possible sur les revêtements plus fins.

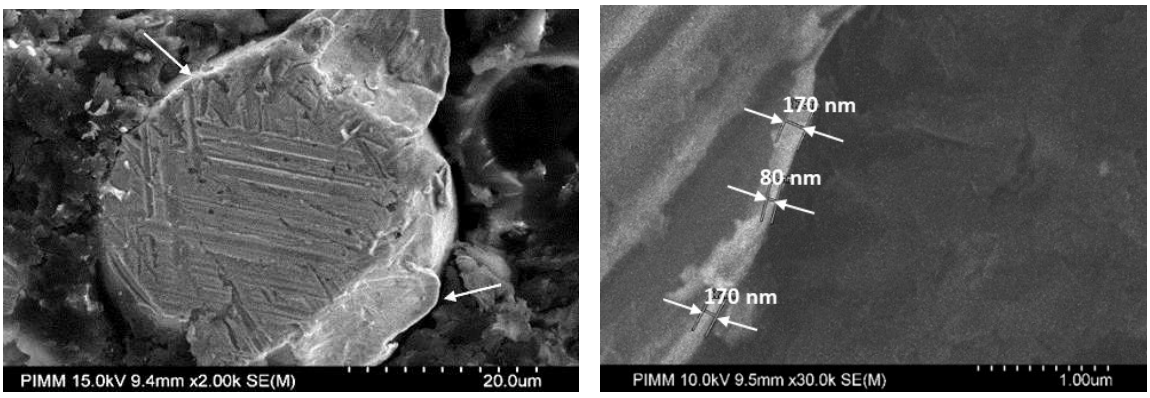


Figure II. 31 : Images MEB sur coupe d'un grain de poudre revêtue de Nickel. Mise en évidence d'une épaisseur de Nickel comprise entre 80 et 170 nm par contraste chimique.

II.6.2.3. Les poudres revêtues de carbone

Le carbone a également été considéré comme un candidat potentiel pour répondre au cahier des charges initial = excellente absorptivité dans l'IR + Conductivité électrique élevée. Les poudres testées ont été revêtues d'une épaisseur de carbone de l'ordre de 0.5 µm (Figure II. 32) par un procédé proche de la mécanosynthèse, avec incrustation de nanoparticules de carbone.

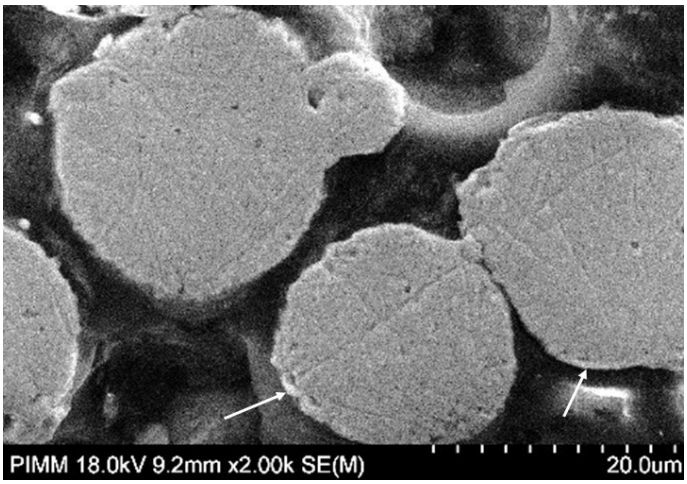


Figure II. 32 : Analyse MEB des poudres revêtues de Carbone sur coupes. On identifie par endroits (flèches blanches) la décohésion du revêtement de C d'épaisseur estimée = 0.5 µm.

II.6.2.4. Oxydation des poudres de cuivre pur

L'oxydation contrôlée des poudres de cuivre pour le procédé SLM a déjà fait l'objet de quelques études antérieures (Jadhav et al., 2020). Quelques essais ont été réalisés dans cette thèse en utilisant deux températures d'oxydation (1 h – 200°C et 5,10,20 min – 400°C) dans un four sous atmosphère ambiante au sein duquel les poudres étaient étalées. Ces poudres oxydées ont essentiellement été utilisées pour évaluer l'évolution de l'absorptivité du rayonnement laser IR et pour réaliser des mono-cordons SLM.

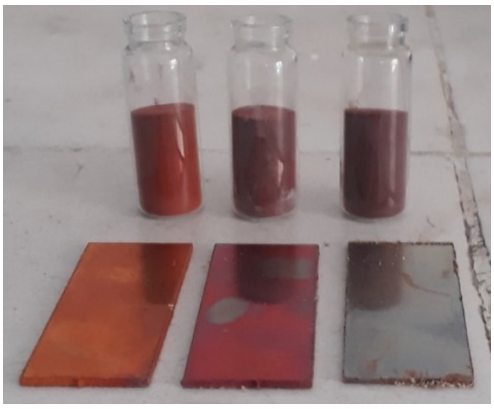


Figure II. 33 : Photos des poudres et des substrats de cuivre oxydés à 400°C pendant 5, 10 et 20 minutes

Enfin, en toute fin de thèse, LIFCO a élaboré des poudres oxydées contenant 1000 ppm d'oxygène par la technique de lit fluidisé. La Figure II. 34 montre que, malgré l'oxydation et le changement de couleur de la poudre (Figure II. 34-a), la poudre oxydée en lit fluidisée reste globalement sphérique avec la présence de quelques satellites, et un état de surface faiblement modifié.

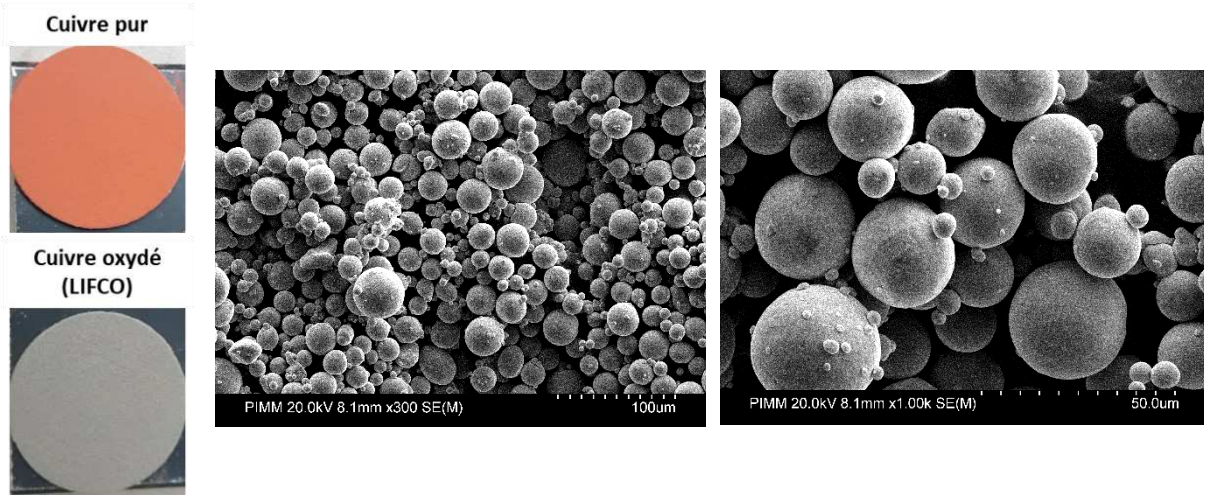


Figure II. 34 : (a) Photos de deux lits de poudre non oxydée et oxydée par LIFCO et (b-c) images MEB de la poudre oxydée x300 et x1k

II.7. Conclusion du chapitre II

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents moyens utilisés pour étudier la fusion laser SLM du cuivre. Cela inclut : les types de lasers (différentes longueurs d'onde), les poudres utilisées avec ou sans modification de surface (oxydation contrôlée, dépôt de nickel ou de carbone) et les méthodes d'analyses mises en œuvre, soit au cours du procédé soit post-mortem sur les pièces fabriquées. La suite du mémoire est logiquement consacrée à la présentation des résultats obtenus avec ces différents lasers et ces poudres de cuivre pur plus ou moins modifiées.

Chapitre III :

Etude de l’interaction laser-cuivre en SLM à différentes longueurs d’onde

Comme évoqué au chapitre 1 (paragraphe I.4.3.1) la mise en œuvre du procédé SLM est complexe sur le cuivre pur, essentiellement en raison de sa forte réflectivité dans l'IR et de sa conductivité thermique élevée (~400 W/m/K) qui tendent à réduire la taille des zones fondues à paramètres laser équivalents. Dans ce qui suit, nous présentons différentes étapes de validation des conditions d'interaction laser-cuivre pour différentes longueurs d'onde et différentes configurations (tirs statiques, mono-cordons et surfaces - draps 2D).

Ces étapes de validation, un peu plus complexes que sur des matériaux classiques, sont basées sur : (1) des mesures de réflectivité à différents états de la matière (poudre, solide, liquide, keyhole), (2) des analyses de stabilité et des analyses dimensionnelles des mono-cordons SLM en fonction des paramètres du procédé (puissance du laser P, vitesse de balayage V, et hauteur de couches Δh), (3) l'optimisation de la fabrication d'une couche issue de la juxtaposition d'un grand nombre de mono-cordons séparés par un écart-vecteur H.

A travers cette étude nous évaluerons également la capacité de sources visibles (essentiellement vertes) à réaliser des fusions SLM stables et maitrisées susceptibles d'être utilisées pour de la fabrication de pièces 3D.

Plan du chapitre III

III.1. ANALYSE DE L'ABSORPTION DU RAYONNEMENT LASER SUR CUIVRE PUR 102

III.1.1. MESURES DE REFLECTIVITE SUR CUIVRE PUR SOLIDE – CAS DE TIRS STATIQUES 102
III.1.1.1. RAPPEL DES CONDITIONS OPERATOIRES 102
III.1.1.1. MESURE DE L'ABSORPTIVITE EN FONCTION DE LA LONGUEUR D'ONDE ET COMPARAISON AVEC LE MODELE ANALYTIQUE DE (GUSAROV ET AL., 2009) 103
III.1.2. MESURES DE REFLECTIVITE SUR MONO-CORDONS – INFLUENCE DE L'ETAT DE LA MATIERE 104
III.1.2.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX : MESURES D'ABSORPTIVITE 104
III.1.2.2. COMPARAISON AVEC DES MODELES DE SOUDAGE 115

III.2. MISE EN ŒUVRE ET ANALYSE DE MONO-CORDONS SLM 117

III.2.1. DIAGRAMME DE STABILITE DES MONO-CORDONS 117
III.2.1.1. LONGUEUR D'ONDE 1070 NM 117
III.2.1.2. LONGUEURS D'ONDE 515 NM ET 532 NM (VERT) 118
III.2.1.3. LONGUEUR D'ONDE 450 NM (BLEU) 119
III.2.1.4. COMPARAISON DES DIFFERENTES LONGUEURS D'ONDE 119
III.2.2. ETUDE PAR IMAGERIE RAPIDE DES BAINS LIQUIDES 120
III.2.3. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS 122
III.2.3.1. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS OBTENUS EN LASER IR 122
III.2.3.2. DIMENSIONS DES MONO-CORDONS OBTENUS EN LASER VERT 124
III.2.3.3. COMPARAISON DES DEUX LONGUEURS D'ONDE 127
III.2.3.4. INFLUENCE DU LIT DE POUDRE 125
III.2.3.5. COMPARAISON AVEC DES MODELES DE SOUDAGE 129

III.3. MISE EN ŒUVRE DE SURFACES 2D PAR SLM 132

III.3.1. MESURES DE REFLECTIVITE RESOLUES EN TEMPS SUR DES SURFACES 2D 132

III.3.1.1. MESURES DE REFLECTIVITE SUR DES SURFACES 2D DANS L'IR (1080 NM) 132
III.3.1.2. MESURES DE REFLECTIVITE SUR SURFACES 2D DANS LE VERT (515 NM) 133
III.3.2. DISCUSSION SUR LES SURFACES 2D 135
III.3.3. LA COUCHE NOIRE 136
III.3.3.1. ORIGINE ET MISE EN EVIDENCE 136
III.3.3.2. ANALYSE DE LA COUCHE NOIRE 138
III.3.4. ETUDE DES EJECTIONS DE MATIERE 139
III.3.4.1. CAS DES MONO-CORDONS 139
III.3.4.2. ANALYSE DES EJECTAS LORS DE LA FUSION DE SURFACES 142

III.4. EFFET D'UN REVETEMENT (NI OU C) OU D'UNE OXYDATION SUR LA FUSION SLM DU CUIVRE PUR PAR LASER IR 143

III.4.1. PROPRIETES D'ABSORPTIVITE EN FONCTION DE LA NATURE OU DE L'EPAISSEUR DU REVETEMENT (NI ET C) 144
III.4.2. MONO-CORDONS ET DRAPS 2D 145
III.4.2.1. EFFET D'UN REVETEMENT DE NICKEL SUR LES POUDRES 145
III.4.2.2. EFFET D'UN REVETEMENT DE CARBONE 147
III.4.2.2.1. ESSAIS AVEC REVETEMENT SUR PLEINE TOLE 147
III.4.2.2.2. ESSAIS DE FUSION LASER IR AVEC POUDRE DE CUIVRE REVETUE DE CARBONE 148
III.4.3. EFFET D'UNE OXYDATION SUR L'ABSORPTIVITE 149
III.4.4. BILAN SUR L'INTERET D'UN REVETEMENT 150

III.5. CONCLUSION DU CHAPITRE III 150

III.1. Analyse de l'absorption du rayonnement laser sur cuivre pur

Comme évoqué précédemment l'un des problèmes majeurs lors de la fusion SLM du cuivre est sa mauvaise absorptivité dans l'IR. Au cours de notre étude, nous avons pu disposer de sources laser de longueurs d'onde variables susceptibles d'être utilisées pour de la fabrication SLM du cuivre. L'objectif de ce qui suit est de présenter des résultats de mesures de réflectivité, donc d'absorptivité pour ces différentes longueurs d'onde (1030 -1080 nm : IR, 515-532 nm : vert et 450 nm : bleu), et pour différents états de la matière (solide, poudre, liquide, *keyhole*).

III.1.1. Mesures de réflectivité sur cuivre pur solide – cas de tirs statiques

Dans un premier temps, on réalise des tirs statiques à faible densité de puissance afin de limiter les changements d'état des matériaux et donc mesurer l'absorptivité de l'état de la matière sous forme de substrat solide ou de lit de poudre. Ces mesures, naturellement dépendant de la longueur d'onde, seront alors confrontées aux valeurs issues de la bibliographie.

III.1.1.1. Rappel des conditions opératoires

Le même principe de mesure a été utilisé avec 3 lasers différents. On utilise une sphère intégrante en bronze dont l'intérieur est recouvert d'une peinture de $BaSO_4$ réfléchissante. Comme expliqué dans le chapitre II, on compare alors les valeurs des tensions de photodiodes mesurées à une valeur de référence. Il est alors possible avec l'équation II.4 de transcrire la tension mesurée en valeur d'absorptivité. Suivant les essais, le matériau de référence sera : (1) du cuivre pur poli proche poli-

miroir à réflectivité connue et calibrée, ou (2) quand les conditions de puissance ne permettent pas l'utilisation des miroirs, un autre matériau comme de l'aluminium.

Les conditions expérimentales, résumées dans le Tableau III. 1, sont les suivantes pour les 3 longueurs d'ondes :

- Pour le laser IR : la puissance minimale délivrée par le laser étant de 320 W, on utilise des densités optiques calibrées D_{op} (entre 1.5 et 2) pour atténuer la puissance du laser à l'entrée de la sphère. La puissance utilisée est alors égale à $P = P_0 . 10^{-D_{op}}$ et on utilise un diamètre de faisceau de 200 µm et une sphère de 160 mm de diamètre. L'échantillon est inséré par le bas de la sphère et positionné à ras de l'orifice de sortie. Il est incliné d'un angle de 8° par rapport à l'horizontale afin de récolter dans la sphère l'intégralité des réflexions (spéculaires et diffusives issues de l'échantillon.
- Le laser vert IPG n'étant pas limité par une puissance minimale, on a utilisé une puissance faible (0.5 W) pour ne pas modifier les matériaux en cours de tir.
- Pour le laser NUBURU bleu, la distance de travail étant faible (~60 mm), nous avons utilisé une sphère plus petite de diamètre 80 mm. La sphère ayant un diamètre plus important que la distance de travail (60 mm), le faisceau est fortement défocalisé (d ≈ 6 mm) pour les mesures.

	IR (1030 nm)	Vert (532 nm)	Vert (515 nm)	Bleu (450 nm)
Puissance	6 W	0.5 W	30 W	1 W
Durée du tir	40 ms	50 ms	30 ms	80 ms
Diamètre du spot	200 µm	100 µm	150 µm	6 mm
Diamètre de la sphère	160 mm	160 mm	160 mm	80 mm

Tableau III. 1 : Tableau récapitulatif des conditions expérimentales

III.1.1.1. Mesure de l'absorptivité en fonction de la longueur d'onde et comparaison avec le modèle analytique de (Gusarov et al., 2009)

Les résultats sont présentés en Figure III. 1 et résumés en Tableau III. 2 pour des substrats solides et des lits de poudre d'épaisseur 240 µm. On y retrouve bien l'augmentation d'absorptivité avec la diminution de longueur d 'onde (5 % dans l'IR, 49 % dans le vert et 79 % dans le bleu), mais, également avec la présence du lit de poudre et du piégeage géométrique associé.

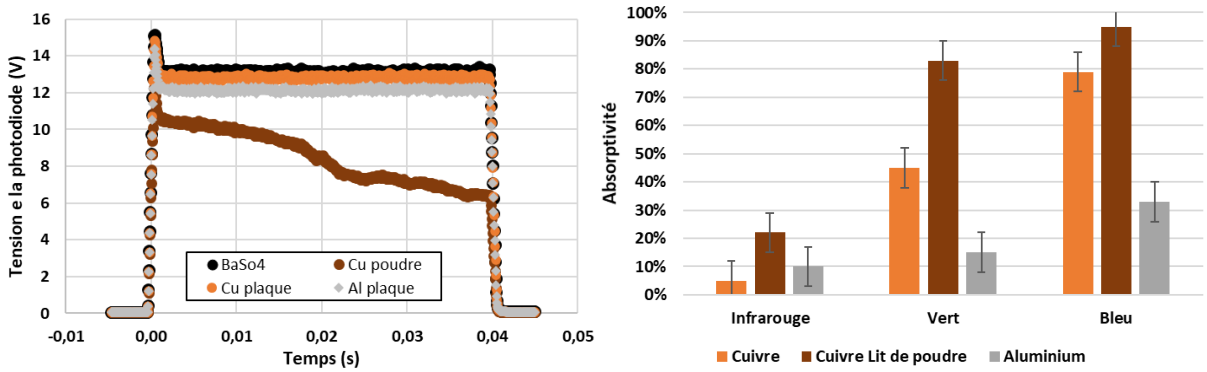


Figure III. 1 (a) Exemple de mesures réalisées en tirs statique de 40 ms avec un faisceau laser IR de diamètre 200 µm et une puissance de 6 W. Mesures d'absorptivité sur cuivre pur pour les 3 longueurs d'onde à l'état solide pleine tôle ou sur un lit de poudre (240 µm d'épaisseur).

Comme décrit au chapitre I.3.2.1, le modèle analytique de (Gusarov et al., 2009) permet, à partir des propriétés du lit de poudre (compacité, épaisseur, diamètre des grains) et de son matériau constituant (dans notre cas, la réflectivité du grain de cuivre solide), d'estimer l'absorptivité des lits de poudre.

Dans notre cas, les valeurs suivantes ont été utilisées pour l'application du modèle : rayon moyen de grain de poudre R = 15 µm, épaisseur de poudre L= 240 µm, taux de porosité du lit de poudre ε = $1 - \frac{4}{3}\pi R^3 n$. Les résultats issus du calcul sont présentés en Tableau III.2. On y retrouve un très bon accord avec l'expérience à l'exception des résultats dans l'IR. Ces résultats IR questionne sur la validité du modèle lorsque le faisceau est fortement réfléchi. Une petite erreur sur la réflectivité de la phase solide pouvant faire fortement varier l'absorptivité du lit de poudre. Par exemple en considérant une variation de +/- 3 % d'absorptivité de la phase solide, l'absorptivité du lit de poudre calculée par le modèle de (Gusarov et al., 2009) varie de 32 % (As = 2 %) à 54 % (As = 8 %).

Longueur d'onde	Absorptivité phase solide mesurée	Absorptivité lit de poudre	
		Calculée (Gusarov, 2009)	Mesurée
450 nm (bleu)	79%	96%	95%
532 nm (vert)	49%	84%	83%
1030 nm (IR)	5%	46%	22%

Tableau III. 2 : Absorptivité du lit de poudre aux différentes longueurs d'onde. Comparaison de l'expérience avec le modèle analytique de (Gusarov et al., 2009)

III.1.2. Mesures de réflectivité sur mono-cordons – influence de l'état de la matière

Dans la continuité des mesures faites sur des tirs statiques, nous avons réalisé des mesures de réflectivité résolues en temps lors du balayage d'une surface par une tête scanner pour réaliser des mono-cordons. Ces mesures ont pour objectif d'estimer l'influence des changements d'états de la matière, en particulier lors du passage à l'état liquide. Elles se justifient par deux points : (1) comme montré dans le chapitre 1, l'absorptivité est censée varier significativement avec l'état de la matière (Drude), (2) l'absorption du rayonnement laser en soudage comme en SLM se produit majoritairement sur du liquide, la phase solide (lit de poudre) ne constituant qu'une phase transitoire.

Les mesures réalisées lors de la fusion mono-cordon ont été réalisées pour deux longueurs d'onde : (1) 515 nm avec le laser vert TruDisk 1020 et (2) 1080 nm avec le laser fibre redPower QUBE. Aucune mesure n'a pu être effectuée en laser bleu en raison des faibles puissances disponibles (60 W) qui n'ont pas permis d'assurer un régime stable de fusion.

III.1.2.1. Résultats expérimentaux : mesures d'absorptivité

Contrairement aux tirs statiques réalisés à faible puissance, les matériaux de référence ne peuvent pas être utilisés car ils ne résistent pas à de fortes intensités laser.

Pour le laser vert on a donc utilisé des tirs statiques avec une forte défocalisation, et variation de puissance afin d'évaluer la valeur de réflectivité de l'état solide à forte puissance. Il est ainsi possible pour le cuivre et l'aluminium qui servira de référence, celui-ci restant très réfléchissant aux longueurs d'onde vertes, de déterminer une courbe de calibration de la tension de la photodiode en fonction de la puissance incidente du laser. L'aluminium permet à la fois de faire une référence mais aussi une comparaison entre deux matériaux pour s'assurer de la cohérence des valeurs mesurées. Les valeurs expérimentales peuvent ainsi être étudiées à la fois par comparaison des signaux mais aussi par

comparaison entre deux matériaux. Sans changement d'état du matériau, on doit alors observer une linéarité entre tension mesurée et puissance (équations II.1 et II.2).

III.1.2.1.1. Expériences réalisées avec un laser vert de 1 kW

Les expériences réalisées avec le laser vert TRUMPF ont trois objectifs : (1) estimer l'absorptivité de la phase liquide du cuivre pour la longueur d'onde verte, (2) déterminer la dynamique de variation de l'absorptivité lors d'une fusion mono-cordon, (3) comparer les valeurs à des modèles théoriques, en particulier en régime de *keyhole*.

- Calibration avec des tirs statiques

La première étape consiste à réaliser une calibration en puissance du signal. On réalise dans un premier temps des tirs statiques défocalisés (faisceau de diamètre 500 µm) pour maintenir le matériau à l'état solide, ce qui permet d'avoir sur une grande partie de la courbe U = f(P) un caractère linéaire, donc une absorptivité constante avec la puissance. Des tirs statiques d'une durée de 20 ms sont donc réalisés sur deux matériaux : (1) une plaque d'aluminium et (2) une plaque de cuivre.

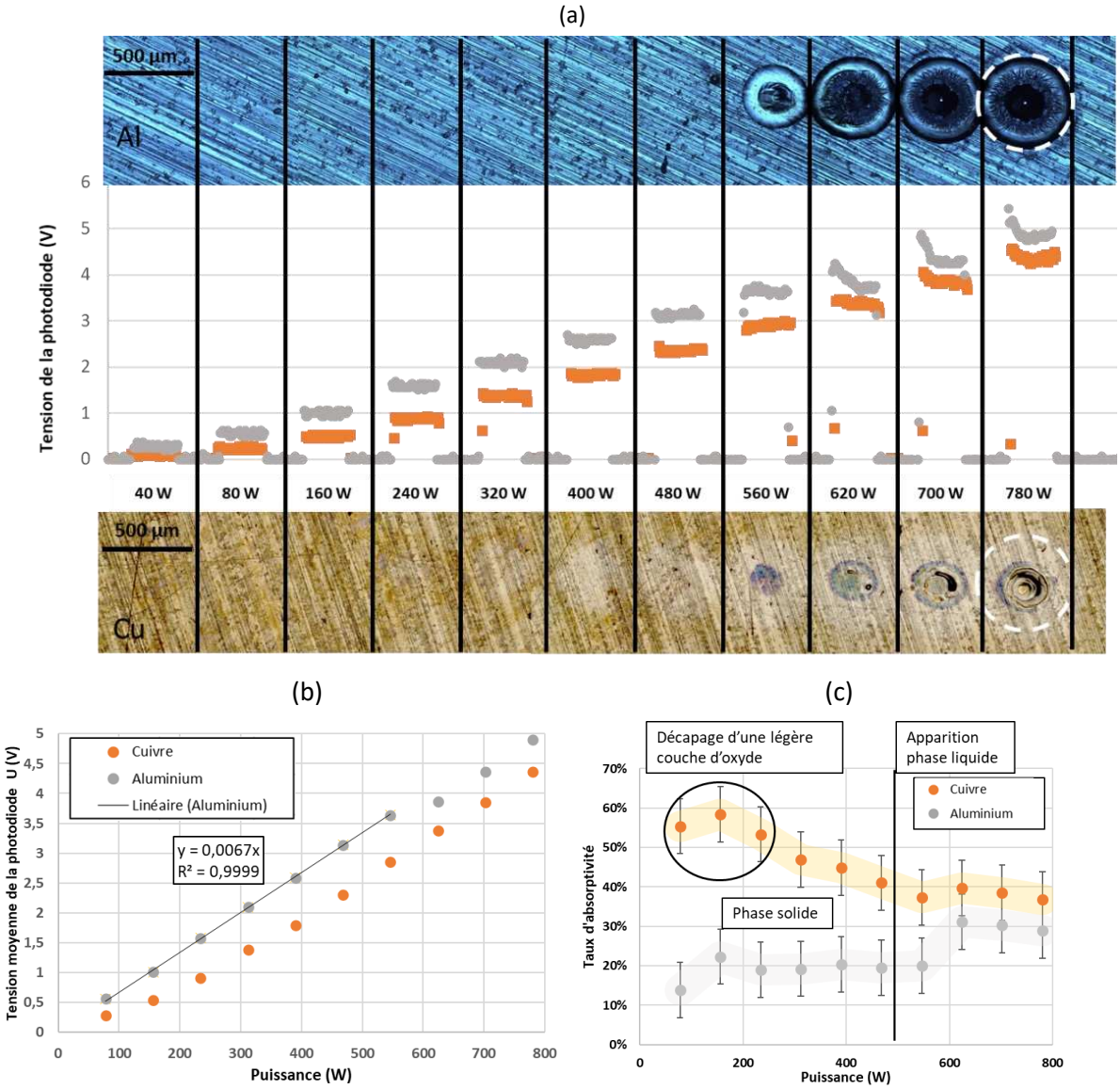


Figure III. 2 : Calibration des mesures d'absorptivité à partir de tirs statiques pleine tôle de 20 ms de 40 W à 780 W pour le cuivre et l'aluminium. (a) tension de la photodiode en fonction de la puissance avec image par microscopie optique de la marque présente après le tir (trait blanc pointillé = diamètre de

faisceau) ; (b) Evolution de la tension mesurée à la photodiode en fonction de la puissance ; (c) valeurs d'absorptivité en fonction de la puissance

On observe bien une courbe U=f(P) linéaire pour l'aluminium entre 0 et 480 W, confirmé par l'absence de changement d'état visible au microscope. On associe à cette pente une valeur de réflectivité de l'aluminium à l'état solide à 515 nm égale à 80 % +/-10 % (Kwon and Yoh, 2012). Cette valeur servira de référence pour tous les autres essais. En utilisant l'équation II.4 il sera donc possible d'associer une mesure d'absorptivité à toute tension mesurée sur la photodiode, uniquement en connaissant la puissance incidente du laser.

Pour l'ensemble des valeurs de cette partie sur les résultats d'absorptivité obtenus avec le laser vert TRUMPF nous considèrerons un intervalle d'incertitude de +/- 10 %. Cet intervalle est estimé en additionnant l'intervalle d'erreur due à la variation d'absorptivité de la référence sur aluminium (+/- 7 %) et de la variation de la tension des mesures (+/- 3 %).

La Figure III. 2-c présente les valeurs d'absorptivité obtenues sur le cuivre et l'aluminium pour toute la gamme de puissance. On identifie pour le cuivre 3 phases distinctes : (1) entre 0 et 160 W on observe un décapage de la légère couche d'oxyde présente en surface, donc une absorptivité plus importante que celle de l'état solide, (2) entre 160 W et 480 W, on observe une diminution progressive de l'absorptivité avec le décapage, qui semble se stabiliser autour de 45 %, (3) enfin, après 560 W, l'absorptivité continue de diminuer avec l'apparition de la phase liquide et se stabilise autour de 38 %. Comme attendu, l'absorptivité de l'aluminium ne présente que les deux régimes correspondant aux phases solide et liquide.

Dans un deuxième temps, sur la plaque de cuivre, une série de tirs statique avec variation de puissance a été réalisée pour différentes focalisations du faisceau laser. La variation de focalisation se fait en déplaçant l'échantillon verticalement grâce à une table micrométrique.

Pour déterminer l'absorptivité de l'état liquide du cuivre il est important que la totalité du faisceau laser interagisse avec le matériau liquide. Si ce n'est pas le cas, comme pour les tirs à plus de 500 W avec le faisceau le plus défocalisé pour f-6 (D ≈ 500 µm) en Figure III.3-a, la mesure de réflectivité n'est pas celle de l'état liquide du cuivre mais une combinaison de l'état liquide et de l'état solide.

On observe (Figure III.3-c) assez peu de variation d'absorptivité avec le diamètre de faisceau pour d = 300 et 500 µm. Par contre, on met en évidence pour le faisceau le plus focalisé (d = 150 µm), l'apparition d'un régime *keyhole*, avec un capillaire de vapeur piégeant le faisceau laser et augmentant l'absorptivité au-delà de 460 W. Au final, on identifie donc une valeur d'absorptivité à l'état liquide inférieure à 35%.

A l'issue de ces résultats, il s'avère que la création de capillaire de vapeur ne permet pas d'obtenir un régime de bain liquide stable en tir statique. Par ailleurs, les tirs statiques sont assez longs, donc peu représentatifs de l'interaction laser matière en régime de SLM. Ces tirs statiques ne seront donc utilisés que comme calibration des valeurs de photodiodes.

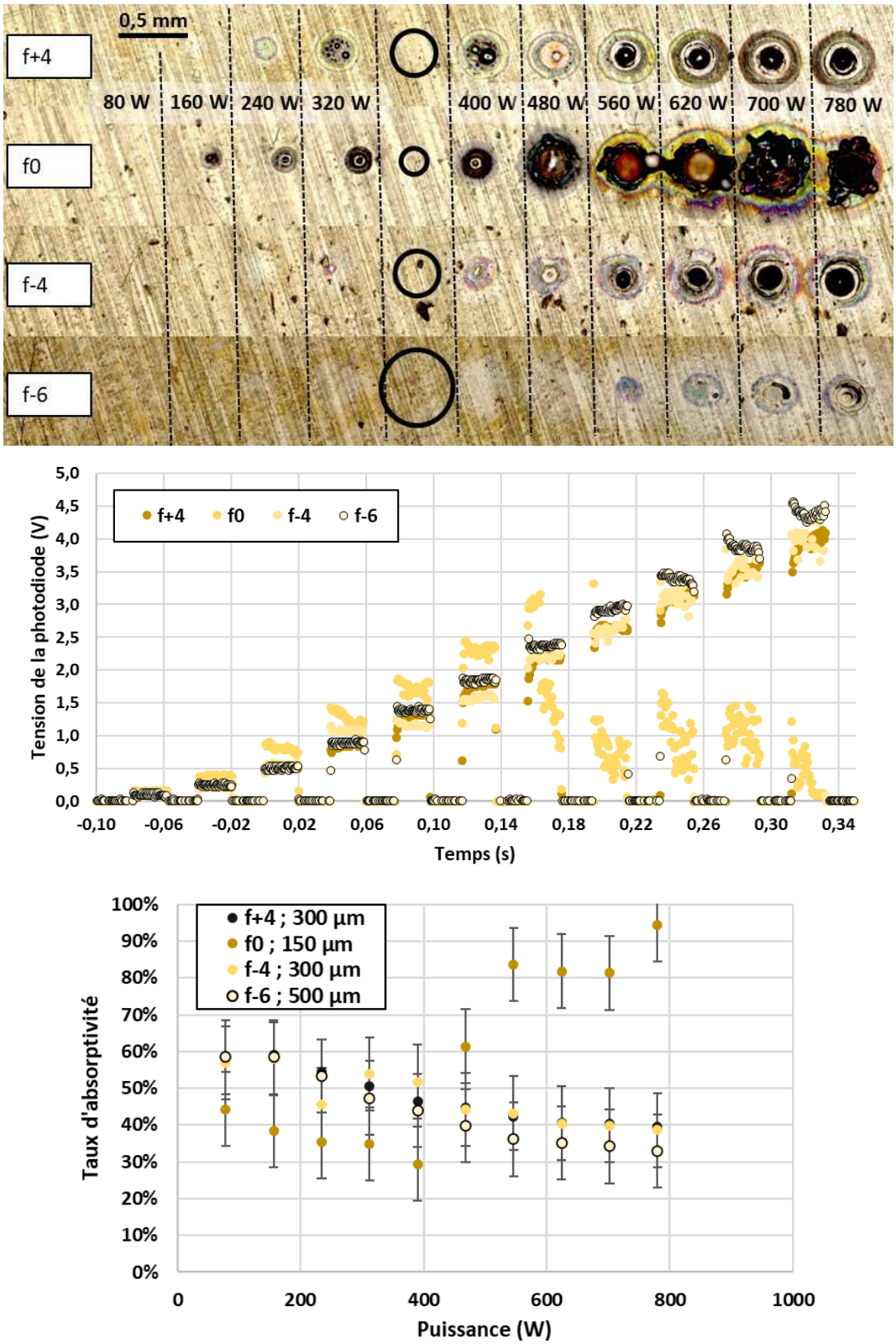


Figure III. 3 : Tirs statiques de 20 ms pour 40 W à 780 W, sur une plaque de cuivre avec variation du diamètre de faisceau de 150 µm à 500 µm (correspondant à une variation de la distance focale de -6 mm (D ≈ 500 µm) à +4 mm (D ≈ 250 µm)). (a) vue de dessus des tirs statiques ; (b) variation temporelle de la tension de la photodiode (c) absorptivité calculée en fonction de la puissance

- Mesures d'absorptivité sur mono-cordons

Comme la forme du capillaire est différente en tir statique ou lors d'un déplacement relatif proche de 1 m/s (inclinaison …), l'interaction laser matière est également modifiée (Fabbro, 2010). Il semble donc important de réaliser les mesures lors de la mise en œuvre de mono-cordons pour identifier ce qui est réellement absorbé en régime de fusion et connaitre l'effet de la poudre. Pour information, ce type de mesure, réalisée lors de la mise en œuvre de cordons et non lors de tirs statiques a très peu été utilisée dans la littérature jusqu'alors.

Pour rappel, comme montré sur le schéma Figure III. 4, les échantillons sont inclinés de 8° selon X. Deux types d'essais sont alors possibles en fonction de l'orientation du cordon par rapport à l'inclinaison de l'échantillon : à diamètre de faisceau constant (cordons selon Y), et à diamètre variable quand les échantillons sont réalisés suivant l'axe X.

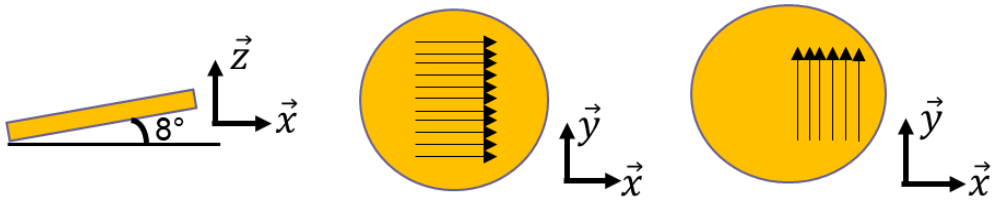


Figure III. 4 : Orientation des mono-cordons réalisés par rapport à l'angle de 8° nécessaire pour les mesures d'absorptivité (a) orientation de la plaque ; (b) tir suivant X : variation du diamètre de 180 µm à 140 µm ; (c) tir suivant Y : pas de variation du diamètre sur le cordon

La variation de diamètre se traduit directement sur la géométrie des cordons et sur les mesures de réflectivité (Figure III. 5). Ainsi, en dessous de 150 µm de diamètre de faisceau, on observe à la fois un cordon élargi et des chevrons de solidification marqués, et une absorptivité élevée (~65 %) attribuée au passage en mode *keyhole*. Cette variation d'absorptivité entre le mode de conduction et le mode capillaire de vapeur (Figure III. 5) se produit sur moins de 100 µs, sans réelle transition entre les deux modes. Le seuil de *keyhole* (à d= 150 µm), correspond donc à une intensité laser de 2,6 MW/cm².

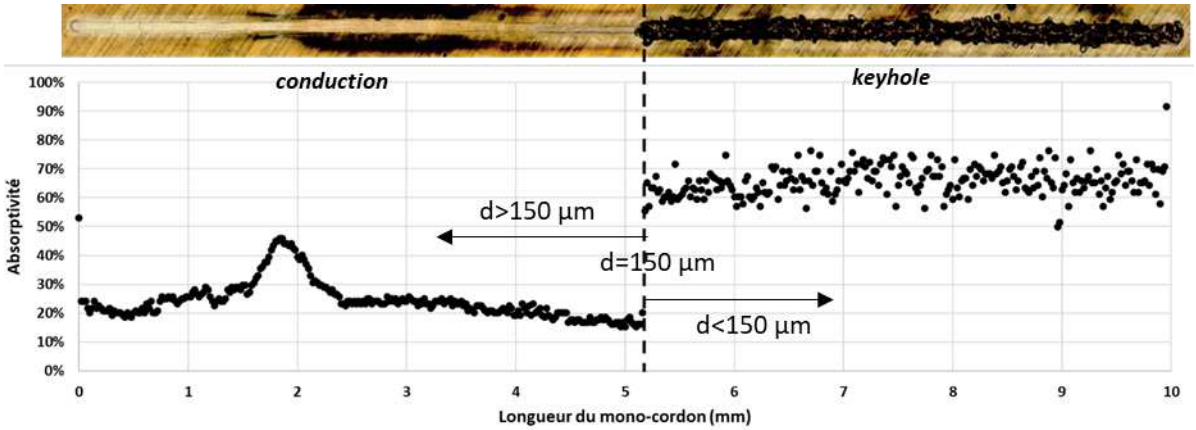


Figure III. 5 : Tir sur tôle inclinée avec modification du diamètre de faisceau (diamètre compris entre 190 µm et 120 µm, 468 W et 0.2 m/s) : Mise en évidence de la transition entre un régime de conduction et un régime de key-hole à cause de la variation de diamètre de faisceau

Dans ce qui suit, nous détaillons un peu plus les deux modes de fusion à travers les vues micrographiques associées.

- Le régime de conduction entraîne un aspect brillant et lisse des cordons (Figure III. 6) sans présence de chevrons prononcés, ce qui traduit une faible oscillation verticale de la zone fondue. Il apparaît pour de plus faibles densités surfaciques de puissance (< 2 MW/cm²). Les cordons sont peu profonds (~ 50 µm) et difficilement détectables sur coupe micrographique.
- Le régime de forte pénétration (*keyhole*) est associé à une surface plus ondulée avec des chevrons visibles en vue de dessus traduisant une oscillation verticale du bain liquide sous l'effet des mouvements de convection engendrés par la friction des vapeurs métalliques à l'arrière du keyhole. Ces chevrons n'ont été observés que lorsqu'un capillaire a été formé. On retrouve également la présence d'éjectas redéposés sur les cordons qui indiquent un régime hydrodynamique plus instable (Figure III. 7-a).

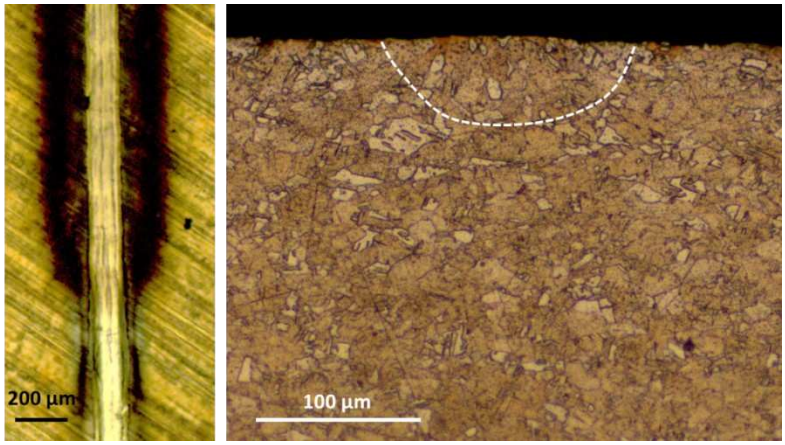


Figure III. 6 : Régime de conduction lors de la fusion pleine tôle λ = 515 nm, P = 468 W ; V = 0.2 m/s ; d =180 µm ; I = 1.84 MW/cm²). (a) vue de dessus ; (b) vue en coupe

Sur coupe métallographique, on observe alors des cordons plus profonds (~200 µm) avec la présence d'une colonne de petits grains équiaxes au centre du cordon et en surface, et celles de grains perpendiculaires à l'isotherme de fusion en périphérie (Figure III. 7-b). On observe également une porosité en racine de capillaire sur de nombreuses coupes. Dans ce cas, la déstabilisation du capillaire lors de l'interaction vapeur-métal liquide a entraîné sa fermeture en racine et la formation d'une cavité occluse. En raison de la forte diffusivité du cuivre et du refroidissement rapide du métal liquide, cette cavité gazeuse en légère surpression n'a pas le temps de remonter à la surface et d'être évacuée.

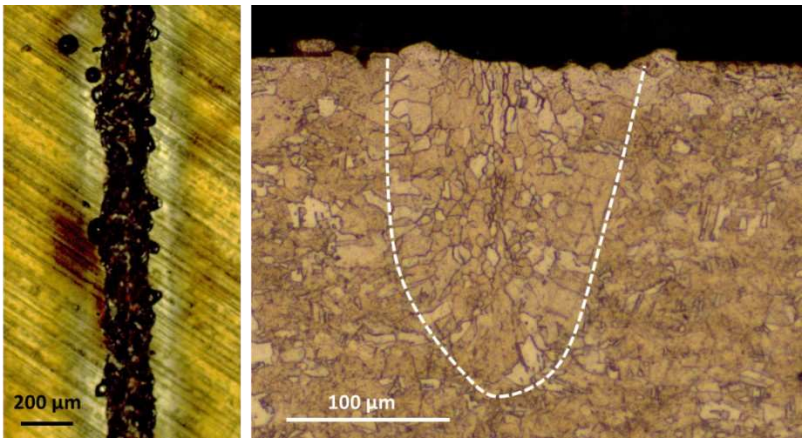


Figure III. 7 : Régime de pénétration (keyhole) lors de la fusion pleine tôle (λ = 515 nm, P = 468 W ; V = 0.2 m/s ; d = 140 µm ; I = 3.04 MW/cm²). (a) vue de dessus ; (b) vue en coupe

- Influence de la couche de poudre sur l'interaction laser-matière

Dans un second temps on s'intéresse à l'influence de la poudre sur la valeur d'absorptivité en comparant les essais avec et sans poudre. Ces essais sont réalisés à la fois selon X et selon Y.

Si on considère les essais suivant Y avec un diamètre de faisceau constant (Figure III. 8), on obtient dans un premier temps des cordons continus ou quasi-continus sur toute la durée de l'essai et la longueur du cordon.

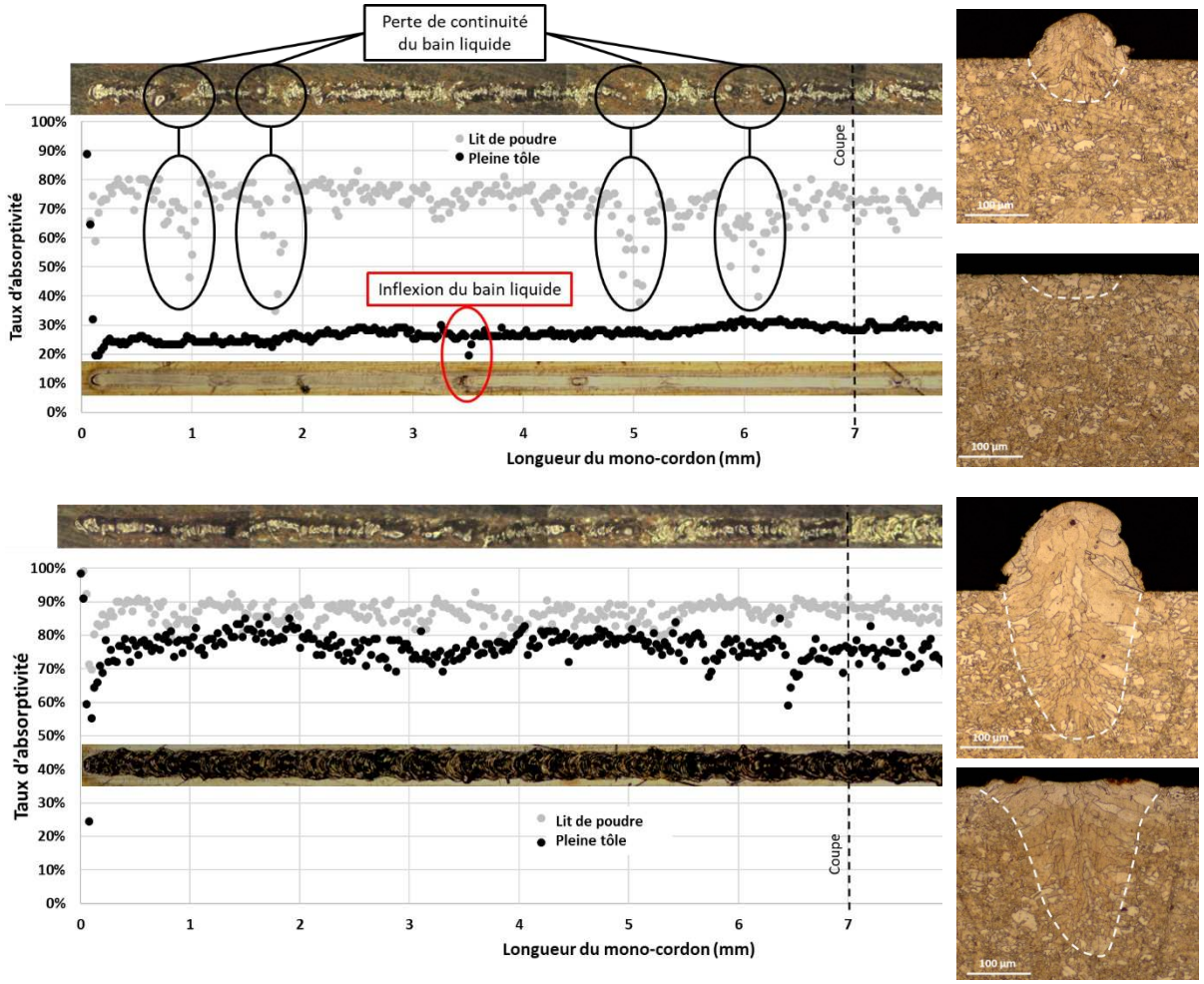


Figure III. 8 : Comparaison à iso-paramètres (d = 150 µm, V = 0.5 m/s, λ = 515 nm) de la fusion sur substrat et lit de poudre : absorptivité = f(longueur) et aspect des cordons (a) P = 390 W (b) P = 780 W.

A 390 W (Figure III. 8-a), le cordon pleine tôle est en régime de conduction, sans chevron de solidification visible, et avec une valeur d'absorptivité comprise entre 25 % et 30 %. A la même puissance de 390 W, le cordon sur lit de poudre est lui moins régulier, avec la présence de discontinuités qui peuvent correspondre à des explosions/éjections du bain liquide. Globalement, l'absorptivité est alors de l'ordre de 70-75 %, sauf dans les zones de perte de continuité pour lesquelles l'absorptivité tend vers la valeur du solide (< 40 %). En cas d'interruption du bain liquide sur le lit de poudre, le laser n'interagit alors plus temporairement avec de la poudre mais avec le substrat sous-jacent. La ré-augmentation de l'absorptivité à 75 % indique une reprise du mode *keyhole*. Dans les deux cas, la mesure par sphère intégrante permet bien d'associer les variations morphologiques du bain liquide aux mesures temps réel de la réflectivité.

A 780 W (Figure III. 8-b), les deux cordons pleine tôle et lit de poudre sont similaires et présentent des profondeurs fondues du même ordre de grandeur (pleine tôle ~ 275 µm vs lit de poudre ~ 330 µm). L'augmentation d'épaisseur correspond à la partie située au-dessus du substrat pour le cas lit de poudre (330 µm = 200 µm dans le substrat + 130 µm au-dessus). On obtient cependant des volumes fondus plus important en lit de poudre (~ 0.55 mm² dont $\sim 0.4\ \mathrm{mm^2}$ dans le substrat) qu'en pleine tôle (~ 0.44 mm²), et des volumes fondus dans le substrat assez proche.

On observe également une absorptivité plus importante, donc un meilleur couplage laser-matière, en régime keyhole aux mêmes conditions de balayage avec la présence du lit de poudre (Figure III. 8-b). Cette augmentation d'absorptivité peut s'expliquer de deux façons : (1) Les multi-réflexions dans le lit de poudre entraînent une augmentation de l'absorptivité globale. (2) Un effet parasite : la présence de poudre et d'éjections de matière pourrait capter une partie du rayonnement réfléchi et diminuer la quantité de lumière réfléchie vers la photodiode. Toutefois, la comparaison des profondeurs fondues et des volumes fondus semble valider clairement la première option, et un couplage laser-cuivre globalement amélioré par la présence d'une épaisseur de poudre.

- Bilan des mesures d'absorptivité dans le vert

Les mesures d'absorptivité en fonction de la puissance sont résumées en Figure III. 9.

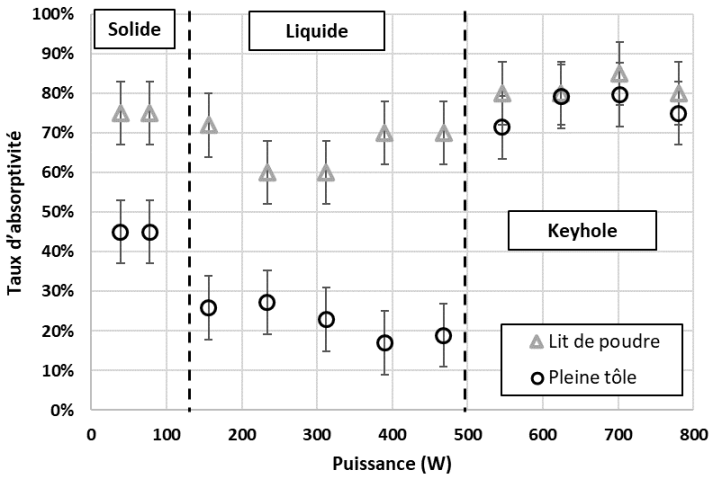


Figure III. 9 : Variation de l'absorptivité du cuivre pur pour la longueur d'onde verte (515 nm) en fonction de la puissance et de l'état de la matière (pleine tôle ou lit de poudre de 80 µm d'épaisseur), avec V = 0.2 m/s, D = 180 µm.

On observe 3 régimes d'interaction associés à trois états de la matière :

(1) Un cuivre en phase solide pour une puissance comprise entre 0 et 100 W pour les configurations lit de poudre et pleine tôle. Sur une plaque de cuivre pur (pleine tôle) à la longueur d'onde verte 515 nm, on retrouve la valeur de 45 % déjà obtenue pour la phase solide lors des tirs statiques. Sur lit de poudre, on retrouve logiquement une valeur plus élevée que pour la phase solide seule ce qui correspond aux multi-réflexions sur les grains de la poudre étalée. Cette valeur, de l'ordre de 75 %, est inférieure à celle (~84 %) prédite par le modèle de (Gusarov et al., 2009). Un début de fusion des grains de poudre est peut-être à l'origine de cette valeur d'absorptivité réduite.

(2) Le second régime d'interaction (~ entre 100 W et 500 W) est associé pour les deux cas (substrat et lit de poudre) à une diminution de l'absorptivité. On observe alors sur les cordons pleine tôle des cordons lisses dont la largeur augmente avec la puissance, avec un laser qui interagit de plus en plus avec le liquide. Les valeurs les plus faibles correspondent à une interaction mixte avec le bain liquide et la tôle solide. A partir de 300 W, on peut supposer que l'intégralité du faisceau est inscrite

dans le bain liquide. On observe alors une absorptivité de l'état liquide de 22 % à 515 nm. Sur la poudre, l'absorptivité diminue (autour de 60 %) mais sans atteindre celle du cuivre liquide. Cette évolution est proche de celle obtenue par (Trapp, 2017) sur le 316L à 1064 nm (Figure I. 22). Cependant, il reste assez difficile d'associer cette absorptivité moyenne à un état de la matière, cette dernière étant composée d'une combinaison de lit de poudre, de liquide métallique et de substrat dénudé par le balayage du laser.

(3) Une augmentation de l'absorptivité (~80 %) est systématiquement observée lors la création du capillaire de vapeur. Pour les tirs pleines tôle, le régime *keyhole* apparaît pour une puissance de 540 W, alors que sur lit de poudre, il se forme autour de 430 W (Figure III. 9). On peut donc estimer grâce à ces mesures un seuil d'apparition du capillaire pour la longueur d'onde verte à 0.2 m/s.

- Seuil sur pleine tôle ≈ 2.5 MW/cm²
- Seuil sur lit de poudre ≈ 2 MW/cm²

Le fait que l'intensité seuil soit inférieure sur lit de poudre peut être dû à la facilité avec laquelle la poudre fond et se vaporise. On crée donc plus rapidement une phase vapeur à partir de grains de poudre individuels isolés thermiquement qu'à partir d'un substrat semi-infini qui dissipe plus la chaleur.

Un dernier point est important à relever : on observe sur la Figure III. 9 une diminution de l'absorptivité du cuivre en passant de l'état solide (45 %) à l'état liquide (22 %) pour λ=515 nm. Si cette diminution de l'absorptivité confirme les précédents résultats bibliographiques (Chung et al., 2020; Engler et al., 2011), son origine physique n'est cependant pas claire. Ainsi (chapitre 1), les modèles physiques comme celui de (Drude, 1900), ne permettent pas d'exprimer cet effet.

L'un des résultats directs de cette chute d'absorptivité est cependant une moindre différence entre les absorptivités à 1064 nm et 515 nm si l'on considère le cuivre à l'état liquide (augmentation d'absorptivité d'un facteur 2 dans le vert) ou à l'état solide (facteur 8).

III.1.2.1.2. Expériences réalisées avec un laser IR de 1 kW

Les mesures d'absorptivité dans l'IR ont été réalisées sur le banc SLM FAIR grâce à une sphère intégrante de 120 mm de diamètre conçue par Frédéric Coste et fabriquée par impression 3D par Corinne Dupuy. Comme pour les autres sphères, l'intérieur est recouvert d'une couche de peinture de $BaSO_4$ pour augmenter la réflectivité et la sphère est inertée par de l'argon.

Avec le laser IR nous avons réalisé des mono-cordons pour des puissances comprises entre 100 W et 1000 W, à une vitesse constante de 0.5 m/s, et pour un diamètre de faisceau au plan focal de 100 µm. Ces mono-cordons ont été faits sur différents matériaux : cuivre, aluminium et inconel 625 en pleine tôle et sur des lits de poudre de cuivre pur de 80 µm.

La Figure III. 10-a présente une calibration de la photodiode réalisée sur le cuivre pleine tôle et l'aluminium. On y observe rapidement une forte non-linéarité associée à la formation d'un *keyhole* pour l'aluminium dès 400 W. Contrairement aux essais laser vert, l'aluminium ne peut donc pas servir de référence ici. Cependant, le cuivre poli reste à l'état solide sur un long intervalle de puissance (jusqu'à 800 W environ). Nous considèrerons donc son absorptivité (= 7 % +/- 3 % dans l'IR, identifiée lors des tirs statiques) comme valeur de référence pour la courbe d'étalonnage U=f(P).

La Figure III. 10-b montre l'évolution de l'absorptivité pour le cuivre et pour l'aluminium calculée à partir des tensions moyennes mesurées sur photodiode et de la référence du cuivre poli. On observe comme attendu dans des résultats expérimentaux antérieurs (Chung et al., 2020; Engler et al., 2011) et le modèle de (Drude, 1900) une augmentation de l'absorptivité du cuivre à l'état liquide jusqu'à 13 % à 900 W puis 20 % à 1000 W, juste avant la formation du capillaire (Figure III. 10-a).

Comme pour les essais réalisés avec le laser vert, la présence de poudre rend les mesures plus fluctuantes. On suppose toujours que la présence d'éjectas peut gêner la réflexion de la lumière vers la photodiode sans contribuer à l'apport d'énergie au mono-cordon.

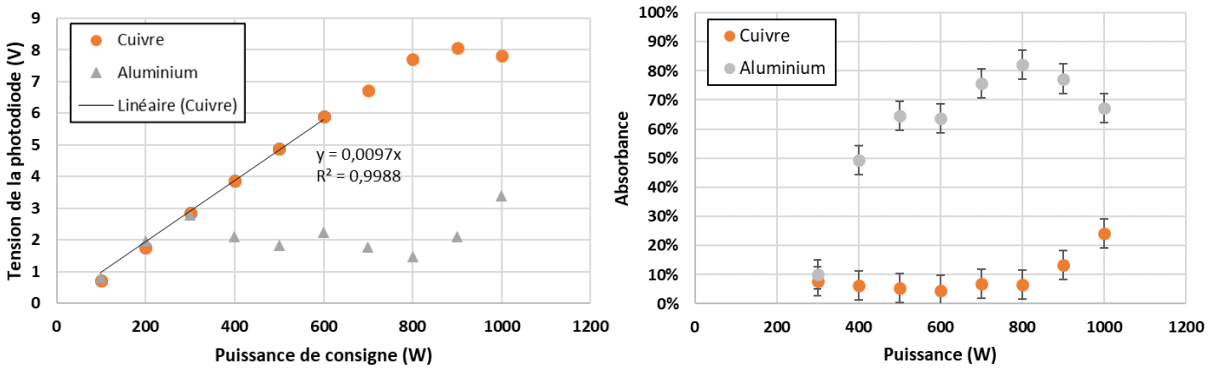
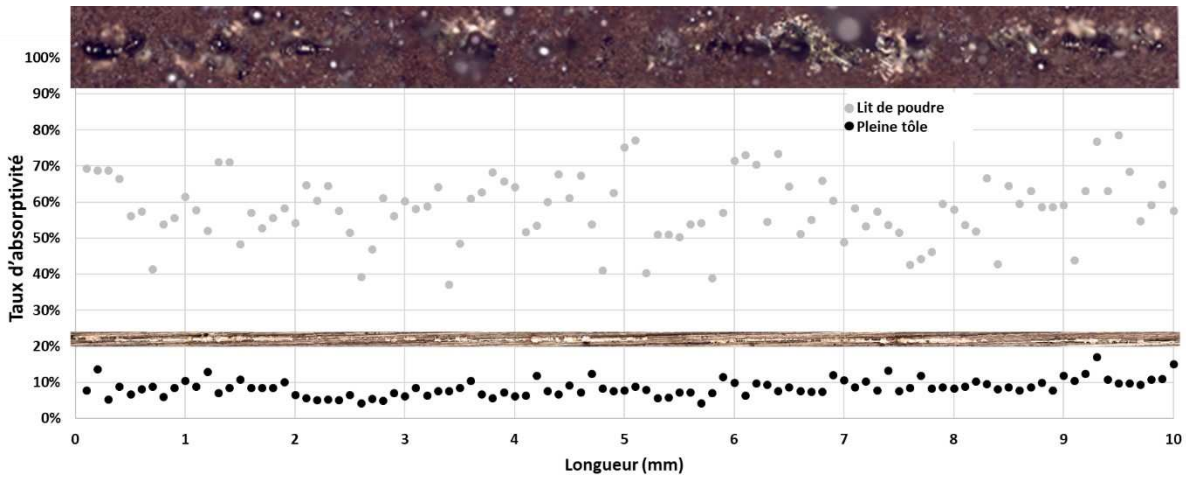


Figure III. 10 : (a) Evolution de la tension de la photodiode en fonction de la puissance laser incidente (b) correspondance en absorptivité (mono-cordons, V= 0.5 m/s)

La Figure III. 11-a correspondant à un cordon (P = 600 W, V = 0.5 m/s) mal fondu et instable (*balling*) montre une très forte augmentation de l'absorptivité apparente sur lit de poudre par rapport aux tirs sur substrat. Ces absorptivités très élevées (autour de 55 +/- 10 % en moyenne contre 7 % sur substrat) sont étonnantes si on les compare aux mesures réalisées précédemment en tir statique avec une sphère intégrante de plus grand diamètre (partie III.1). La sphère étant plus petite, l'impact des éjections est sans doute plus important, contribuant à limiter la puissance réfléchie. Ainsi, le cordon à 600 W (Figure III. 11-a) est fortement discontinu (*balling*) et présente de gros éjectas (≈ 200 µm de diamètre) qui ont pu affecter la mesure en captant le rayonnement laser.

A 1000 W (Figure III. 11-b), on observe lors du tir pleine tôle une transition d'un régime de conduction à un régime de *keyhole*, avec une augmentation d'absorptivité de 25 % à 50 %. Au début, le laser interagit totalement avec une phase liquide non déformée puis, lorsque le capillaire de vapeur est formé (en fin de tir), les valeurs d'absorptivité se rapprochent de celles réalisées sur lit de poudre. Le cordon sur lit de poudre étant plus continu, on suppose cette fois que la valeur d'absorptivité (70-75 %) reflète la formation d'un capillaire sur toute la longueur du cordon, malgré quelques interruptions temporaires qui se traduisent par des chutes brutales d'absorptivité.



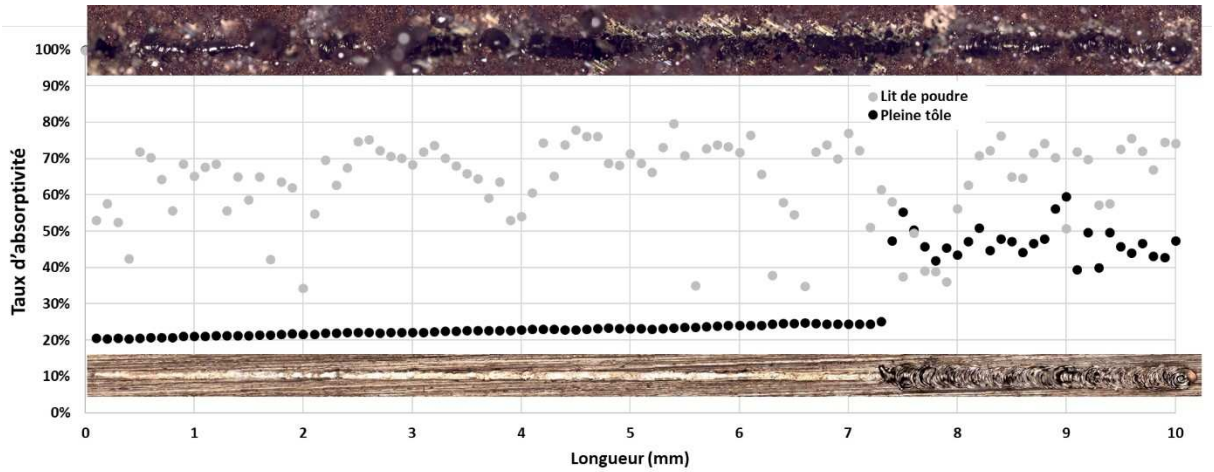


Figure III. 11 : Comparaison à iso-paramètres (d = 90 µm, V = 0.5 m/s, λ = 1.08 µm) de la fusion par laser IR sur substrat et sur lit de poudre : absorptivité = f(longueur) et aspect des cordons (a) P = 600 W (b) P = 1000 W.

- Bilan des mesures d'absorptivité dans l'IR

La Figure III. 12 résume les résultats de mesure d'absorptivité en fonction de la puissance pour un éclairement par laser IR à 1080 nm. Comme pour le laser vert, les valeurs sur lit de poudre sont plus importantes que pour les tirs pleine tôle. Contrairement aux essais dans le vert, on observe ici une augmentation légère mais régulière de l'absorptivité (de 47 % à 63 %) avec la puissance pour le lit de poudre qui traduit le passage à l'état liquide, puis l'établissement d'un *keyhole* à partir de 800 W.

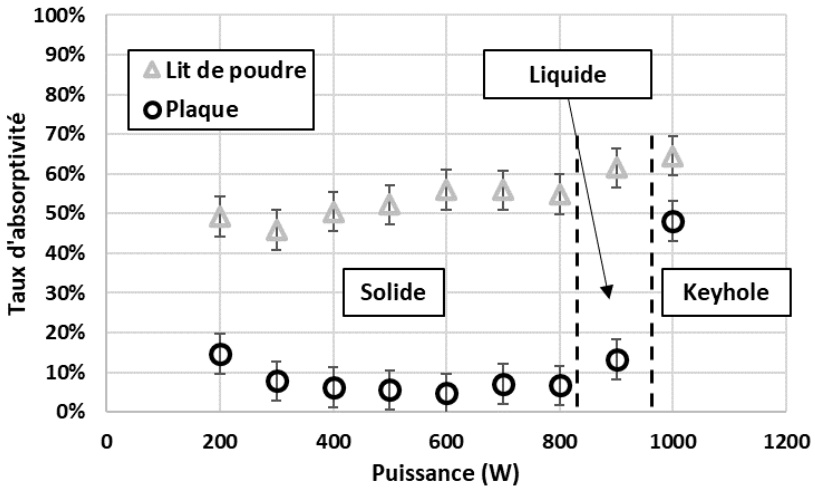


Figure III. 12 : Variation de l'absorptivité du cuivre pur pour la longueur d'onde IR (1.08 µm) en fonction de la puissance et de l'état de la matière (pleine tôle ou lit de poudre de 80 µm d'épaisseur), pour V = 0.5 m/s, d = 100 µm.

Au final, ces essais montrent bien l'augmentation d'absorptivité lors du passage à l'état liquide pour les longueurs d'onde IR (ici 1.08 µm). Les mesures sur lit de poudre, réalisées en toute fin de thèse, présentent beaucoup de fluctuations qui sont associées à un régime de fusion assez instable dans l'IR.

Enfin, la seule valeur véritablement associée à un régime *keyhole* bien établi (63 % à 1000 W) n'est pas suffisante pour une bonne confrontation avec des modèles de soudage. Des essais complémentaires seraient donc utiles pour confirmer les résultats obtenus.

III.1.2.1.3. Comparaison des absorptivités dans l'IR et dans le vert

Nous avons reporté en Tableau III. 3 , le bilan des mesures d'absorptivité réalisées dans l'IR et le vert. Ces résultats montrent deux différences importantes entre les deux longueurs d'ondes : dans l'IR, L'absorptivité à tendance à augmenter avec la variation d'état de la matière alors que dans le vert l'absorptivité diminue avec la température et le changement d'état. Si la variation observée dans l'IR est plutôt bien représentée par des modèles analytiques comme celui de Drude (partie I.2.2.2), la transition d'absorptivité dans le vert n'est pas bien décrite par ces modèles. Enfin, en SLM l'interaction laser-cuivre se fait majoritairement sur une surface liquide plus ou moins déformée *(= keyhole*) et non sur le solide. A l'état liquide, l'avantage de la longueur d'onde verte (25 % contre 12 % dans l'IR) est alors réduit par rapport à ce qu'on pourrait attendre des fortes différences d'absorptivité dans le solide (5 % à 40 %), et on peut seulement s'attendre à une diminution de l'ordre de 50 % des puissances laser nécessaires. Par ailleurs, le régime de keyhole permet d'augmenter l'absorptivité pour les deux longueurs d'onde, avec des valeurs maximales mesurées proches de 70 %.

Longueur d'onde		Vert (515 nm – 532 nm)	IR (1030 nm – 1080 nm)
Absorptivité	Lit de poudre	80 %	22 %
	Pleine tôle	40 %	5 %
	Liquide	25 %	12 %
	Keyhole	70 % - 80 %	50 % - 70 %

Tableau III. 3 : Rappel des absorptivités mesurées en fonction de la surface d'interaction et de la longueur d'onde.

III.1.2.2. Comparaison avec des modèles de soudage

En considérant les essais réalisés avec un laser vert pour lesquels des régimes de soudage de type *keyhole* ont été majoritairement obtenus, nous avons tracé l'augmentation de l'absorptivité avec l'évolution du rapport d'aspect χ = e/D des cordons afin de vérifier si cette augmentation est bien due aux multi-réflexions dans le capillaire. Ces rapports d'aspect χ sont mesurés sur coupe micrographique pour les cordons pleine tôle (Figure III. 13-a) et pour les cordons sur lit de poudre (Figure III. 13-b). Pour ces derniers l'absorptivité calculée par le modèle de Gusarov, 2009 (Gusarov et al., 2009) a également été tracée pour les faibles puissances.

Les données expérimentales sont comparées aux données théoriques du modèle optique de Gouffé déjà présenté dans le chapitre I. On considère un capillaire de vapeur cylindrique de diamètre d et de profondeur e, et une absorptivité du liquide égale à A_0 = 22 %. Dans ces conditions, le modèle de Gouffé donne la variation suivante de l'absorptivité en fonction du rapport d'aspect χ des cordons :

$$\chi < 1 \rightarrow A = A_0 = 22\%$$

$$\chi > 1 \rightarrow A = \frac{A_0}{A_0(2+4\chi)+1-A_0}\left(2+4\chi-\frac{1}{2\chi}(1-A_0)\right) \qquad \text{(III.1)}$$

Dans le cas des tirs pleines tôle (Figure III. 13-a), on observe un bon accord entre les courbes A = f(χ) mesurées et celles calculées analytiquement avec le modèle de (Gouffé, 1945). En régime de conduction ($\chi < 1$), le taux d'absorptivité reste constant à 22 % (+/- 6%) alors que, pour des rapports d'aspect supérieur à 1 (lorsqu'un capillaire est créé), l'absorptivité augmente. Le modèle de (Gouffé, 1945) permet de bien retranscrire cette augmentation d'absorptivité avec un écart de +/- 10 % par rapport à l'expérience.

Pour les mesures sur lit de poudre (Figure III. 13-b), le modèle prédit moins bien les valeurs expérimentales. On observe une absorptivité supérieure de 10 % en valeur absolue à celle calculée analytiquement par le modèle. On retrouve cependant bien la forme de l'évolution du modèle de Gouffé, décalée de 10 % par rapport à la modélisation. Deux explications possibles : (1) Les valeurs d'absorptivité expérimentales sont majorées à cause de la présence des éjectas, (2) Le modèle simplifié est moins adapté à l'application au lit de poudre qui présente des conditions aux limites modifiées qui favorisent la fusion et la vaporisation de la poudre, et les instabilités de la zone fondue. Une partie du rayonnement réfléchi peut être absorbé par le lit de poudre permettant une fusion de la poudre autour du bain liquide.

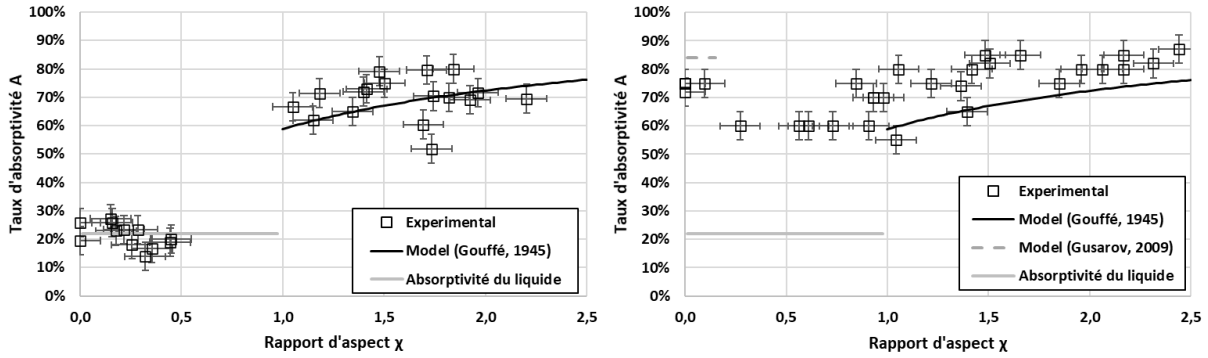


Figure III. 13 : Comparaison des absorptivités mesurées avec celles issues du modèle géométrique de (Gouffé, 1945)

En suivant la méthodologie proposée par (Fabbro, 2020), on va maintenant chercher à mettre en évidence les instabilités survenant lors du passage d'un mode de conduction à un mode de *keyhole*. Selon (Fabbro, 2020), ces instabilités sont mises en évidence par la représentation du ratio entre rapport d'aspect et absorptivité $\chi/A(\chi)$ en fonction de χ (équation (III.2). L'instabilité est particulièrement présente autour du seuil du *keyhole* ($\chi = 1$). Autour de cette valeur, un même χ/A peut être obtenu pour deux valeurs de χ distinctes, montrant une instabilité à la création du capillaire. Les résultats expérimentaux en pleine tôle (Figure III. 14-a) montrent bien deux pentes distinctes avant et après création du capillaire. Cependant, aucun des points mesurés ne possède un rapport d'aspect compris entre 0.5 et 1. On a donc une variation brutale dans la profondeur fondue lorsque le *keyhole* est créé, la profondeur doublant avec la formation du capillaire.

$$\frac{\chi}{A(\chi)} = \frac{P}{\mathrm{d}\,K\,(T_V - T_0)\,g(Pe)} = \frac{P}{C} \qquad \text{(III.2)}$$

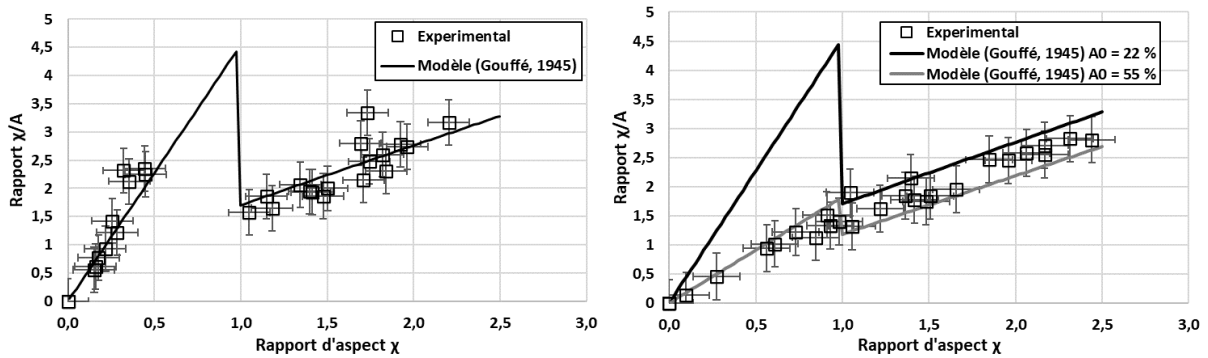


Figure III. 14 : Evolution du rapport A/χ (Absorptivité / rapport d'aspect) pour les valeurs expérimentales et un modèle géométrique d'absorption (Gouffé, 1945) pour les cordons pleine tôle (a) et lit de poudre (b) avec une longueur d'onde de 515 nm

Ces deux pentes distinctes, présentes uniquement en fusion pleine tôle associent deux rapports d'aspect possibles à un même rapport A/χ et traduisent l'instabilité autour du seuil ($\chi \sim 1$). Le fait que cette transition conduction-*keyhole* soit potentiellement moins instable sur lit de poudre (pente unique en Figure III. 14-b) pourrait s'expliquer par l'amorçage plus rapide d'un capillaire de vapeur à partir d'un empilement de grains.

III.2. Mise en œuvre et analyse de mono-cordons SLM

Après avoir décrit les variations d'absorptivité lors de la fusion du cuivre pur et les avoir corrélées aux dimensions de cordons, la première étape de validation des paramètres du procédé SLM passe par la mise en œuvre de mono-cordons et l'étude de leur stabilité et de leurs dimensions. C'est ce que nous présentons dans ce paragraphe pour les différentes longueurs d'onde utilisées.

III.2.1. Diagramme de stabilité des mono-cordons

L'objectif de cette partie constitue une première étape dans l'optimisation du procédé. Il s'agit de définir une fenêtre expérimentale optimale sur un plan (P-V) permettant de fabriquer des cordons SLM stables autorisant une construction 2D et 3D, et ce pour une hauteur de poudre donnée. Quatre faisceaux laser de longueur d'onde différentes ont été utilisés durant la thèse. On va donc représenter pour chaque faisceau laser le diagramme de stabilité (P-V) associé. Les conditions expérimentales sont résumées dans le Tableau III. 4.

Longueur d'onde	Diamètre	Puissance	Vitesse
1080 nm	80 µm	500 W – 1000 W	0.1 m/s – 0.8 m/s
532 nm	80 µm	100 W – 450 W	0.2 m/s – 1 m/s
515 nm	90 µm	100 W – 1000 W	0.1 m/s – 0.5 m/s
450 nm	100 µm	180 W	0.05 m/s – 0.5 m/s

Tableau III. 4 : Paramètres opératoires utilisées pour réaliser les mono-cordons sur lit de poudre de 80 µm d'épaisseur

III.2.1.1. Longueur d'onde 1070 nm

Pour le laser IR, dont la longueur d'onde est classiquement utilisée sur les machines SLM, on a réalisé une série de mono-cordons dans le banc FAIR avec un faisceau gaussien de diamètre 80 µm à 1/e² pour une hauteur de poudre de 80 µm +/-10 µm étalée à la lame de rasoir entre deux scotchs. Les puissances étaient comprises entre 500 W à 1000 W et les vitesses entre 0.1 m/s et 0.8 m/s. Les résultats présentés en Figure III. 15 montrent une plage de stabilité assez étroite centrée autour de vitesses inférieures à 0.5 m/s et de puissances supérieures à 750 W. La puissance maximale du laser étant de 1000 W, on a donc assez peu de possibilité d'optimisation. Ces premiers résultats sont assez cohérents avec les conditions expérimentales utilisés dans la littérature pour la fabrication de pièces 3D (S. D. Jadhav et al., 2019; Lykov et al., 2016).

On discerne sur ce diagramme trois zones correspondant à des morphologies de cordons différentes déjà exposée précédemment. Pour rappel on retrouve sur la Figure III. 15 :

(1) Une zone de *balling* pour les faibles puissances et les plus hautes vitesses. Le *balling* correspond à la formation de sphères de métal liquide « posées » sur le substrat, sans réelle dilution.

(2) Une zone de cordons quasi-continus, pour des puissances intermédiaires. Sont regroupés dans cette catégorie des cordons continus par morceau, c'est-à-dire des cordons présentant plusieurs discontinuités ou de nombreuses oscillations.

(3) Des cordons réguliers et continus

Ces critères de continuité se basent sur l'observation des cordons par micrographie. Ils sont donc dépendant de l'objectivité de l'observateur.

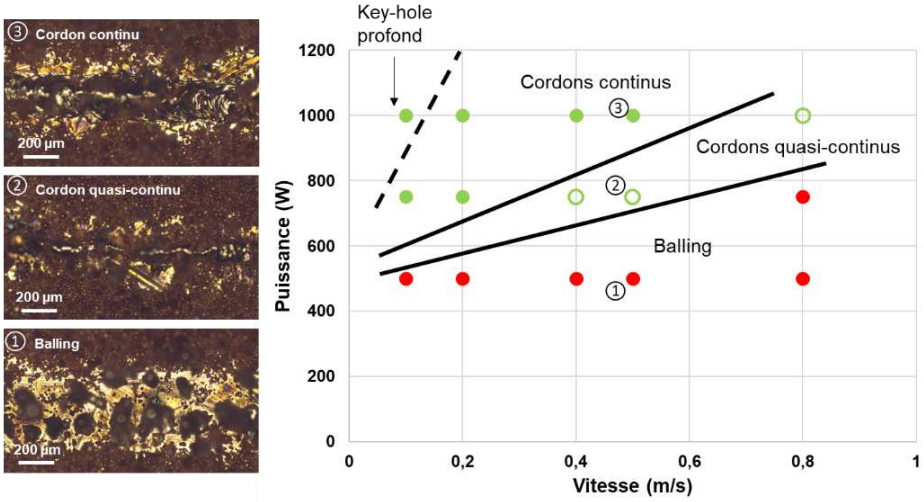


Figure III. 15 : Diagramme de stabilité des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de couche de poudre = 80 µm, λ = 1080 nm, d = 80 µm) et micrographie vue de dessus des mono-cordons (1) balling (P = 200 W – V = 0.5 m/s) ; (2) cordon quasi continu (P = 300 W – V = 0.5 m/s) ; (3) cordon continu (P = 800 W – V = 0.5 m/s)

III.2.1.2. Longueurs d'onde 515 nm et 532 nm (vert)

Pour la longueur d'onde 515 nm (laser vert TRUMPF) et un diamètre laser *top-hat* de 90 µm, une plus large plage (P-V) de mono-cordons a pu être réalisée de 200 W à 900 W et de 0.2 m/s à 1 m/s en raison de la meilleure absorptivité du rayonnement. Comme pour le laser IR on discerne (Figure III. 16) les trois catégories de cordons déjà évoquées auxquelles on peut rajouter une quatrième catégorie : le *humping* (alternance de creux et de bosses) rencontré sur quelques cordons à haute puissance (> 700 W) et haute vitesse.

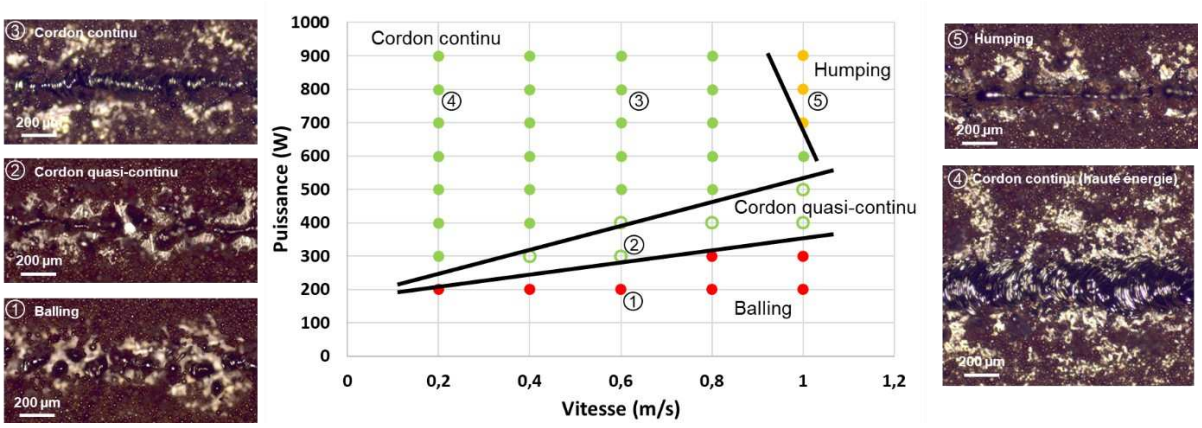


Figure III. 16 : Diagramme de stabilité des mono-cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de poudre = 80 µm, λ = 515 nm, d = 90 µm) et micrographie vue de dessus (1) balling (200 W –0.6 m/s) ; (2) cordon quasi continu (300 W –0.6 m/s) ; (3) cordon continu (800 W –0.6 m/s) ; (4) cordon continu à haut VED (800 W –0.2 m/s) ; (5) humping (800 W –1 m/s)

Contrairement au laser IR, la plage de stabilité est beaucoup plus étendue pour le laser vert 515 nm. On peut toutefois observer une limitation en vitesse : même en augmentant la puissance et en travaillant à P/V équivalent, il est difficile de conserver des cordons continus à haute vitesse. La vitesse de 1 m/s semble une vitesse limite pour la création de cordons continus.

Un plan (P, V) a également été réalisé (Figure III. 17) à 532 nm avec le laser IPG, délivrant une puissance moyenne maximale de 450 W, et un diamètre de faisceau au plan focal estimé à 80 µm. Logiquement, la plage de stabilité est plus réduite mais les résultats sont assez proches de ceux obtenus à 515 nm sur la même plage (P, V), avec des cordons continus à partir de 300-450 W en fonction de la vitesse de balayage. Pour mémoire, le faisceau laser utilisé n'est pas tout à fait le même que pour le laser TRUMPF, il s'agit d'un faisceau gaussien et d'un laser pulsé haute fréquence (150 MHz).

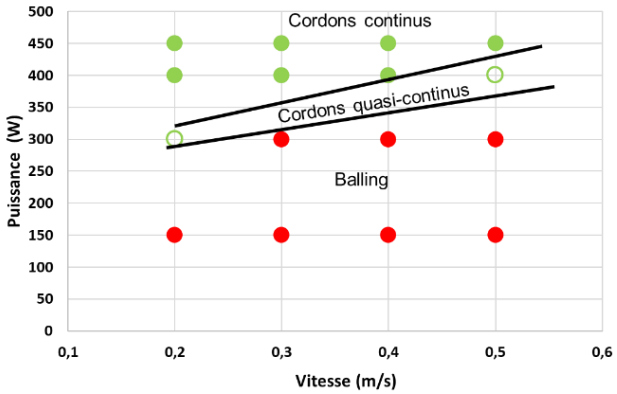


Figure III. 17 : Diagramme de stabilité (P, V) des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de couche de poudre = 80 µm, λ = 532 nm, d = 80 µm)

III.2.1.3. Longueur d'onde 450 nm (bleu)

Le laser bleu NUBURU émettant à 450 nm, avait une puissance maximale mesurée au calorimètre de 180 W. Cette puissance réduite, combinée à l'utilisation des petites enceintes de confinement sur le poste laser fixe dont les hublots, adaptés au rayonnement vert, atténuent une partie de la lumière bleue, n'a pas permis d'obtenir des cordons continus même pour des faibles vitesses (0.05 m/s). Dans tous les cas, les cordons ont présenté du *Balling*, signe d'une fusion insuffisante. Autre limite importante de ces essais, une enceinte de hauteur réduite a été utilisée à cause de la faible distance de travail (60 mm) nécessaire pour focaliser suffisamment le faisceau (d~100 µm). Dans ce cas, le dépôt de vapeurs métalliques sur le hublot supérieur peut plus facilement gêner l'interaction laser-matière, l'alimentation en argon ne permettant pas d'évacuer toutes les vapeurs.

III.2.1.4. Comparaison des différentes longueurs d'onde

L'une des questions récurrentes est de savoir si les diagrammes de stabilité (P-V) sont transposables d'une longueur d'onde à une autre en considérant les puissances absorbées P_{abs} = P x A. La compilation des résultats précédents semble confirmer cette hypothèse avec des limites de stabilité du diagramme P_{abs}-V comparables entre les longueurs d'ondes IR et vertes. En considérant 2 vitesses distinctes (0.2 et 0.6 m/s), les valeurs limites de puissance absorbée A x P_{lim} conduisant à des cordons stables sont ainsi conservées pour les longueurs d'onde verte et IR (Figure III. 18) à diamètres de faisceau globalement équivalents (1080 nm → 80 µm ; 515 nm → 90 µm).

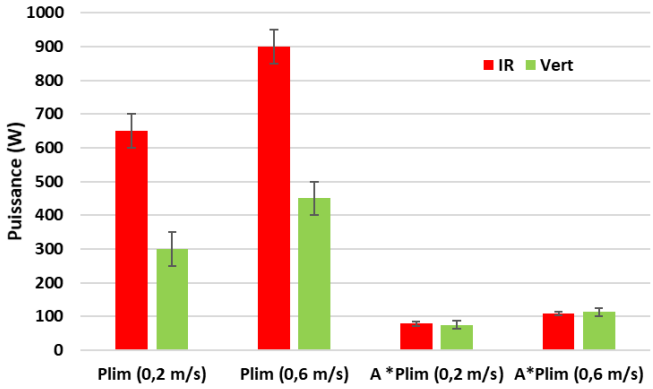


Figure III. 18 : Puissances limites de stabilité des mono-cordons pour les laser vert et IR

Plus globalement, on peut donc représenter les différents domaines de stabilités en fonction de la puissance absorbée par le liquide sur une même cartographie (A_L*P - V). Cette cartographie (Figure III. 19) bien que partiellement fausse pour les fortes puissances (en régime de *keyhole* profond), permet bien d'identifier des limites de stabilité communes pour les 4 longueurs d'onde étudiées. Indépendamment de la longueur d'onde, un seuil de puissance absorbée commun peut donc être défini pour réaliser des cordons continus à une vitesse donnée (par exemple A_L*P > 100 W à 0.4 m/s).

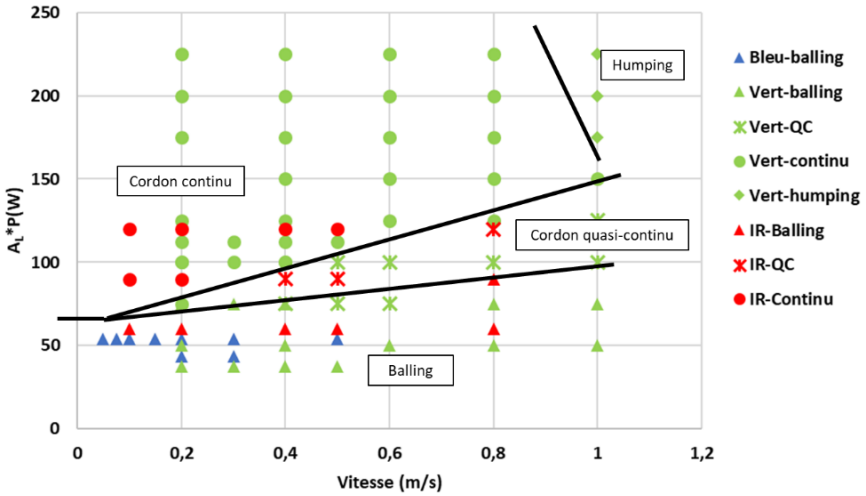


Figure III. 19 : Cartographie puissance absorbée – vitesse (P_{abs}-V) pour les 4 faisceaux laser utilisés (en rouge, les essais IR, en vert les essais à 515 nm et 532 nm), QC = quasi-continu

La longueur d'onde du faisceau laser semble donc n'avoir un effet que sur l'absorptivité du matériau. Connaître cette absorptivité à l'état liquide est donc suffisant pour prédire les couples (P-V) requis pour assurer des cordons stables. Utiliser un laser vert permet donc simplement de réduire les densités de puissance nécessaire pour obtenir des cordons continus. Malgré le fait que les 3 faisceaux laser ne soient pas totalement identiques (le laser 515 nm TRUMPF est *top-hat* quand les deux autres sont gaussiens, et le faisceau à 532 nm est pulsé à très haute fréquence, alors que les deux autres sont continus), ces variations ne semblent pas avoir eu d'effet majeur sur les seuils de stabilité.

III.2.2. Etude par imagerie rapide des bains liquides

Afin de comprendre les particularités de la fusion laser du cuivre par rapport à d'autres matériaux, nous avons filmé des mono-cordons réalisés avec les mêmes conditions expérimentales sur du cuivre et de l'inconel 625. Comme les phases solides du cuivre et de l'inconel présentent le même coefficient

d'absorptivité à λ= 532 nm, et en l'absence d'information sur l'absorptivité à l'état liquide de l'inconel, nous supposerons que l'énergie absorbée est la même au départ pour les deux essais.

La Figure III. 20 montre l'importance de la diffusivité thermique dans la formation du bain liquide. On observe sur lit de poudre et sur substrat de petits bains liquides quasi-circulaires (rapport d'aspect ~ 1) pour le cuivre et des bains liquides très allongés (rapport d'aspect ~ 6-7) pour l'inconel 625. La différence de rapport d'aspect est bien confirmée par une simulation thermique sous COMSOL Multiphysics, sans prise en compte de l'hydrodynamique de la zone fondue (cf conditions de simulation en section II.5).

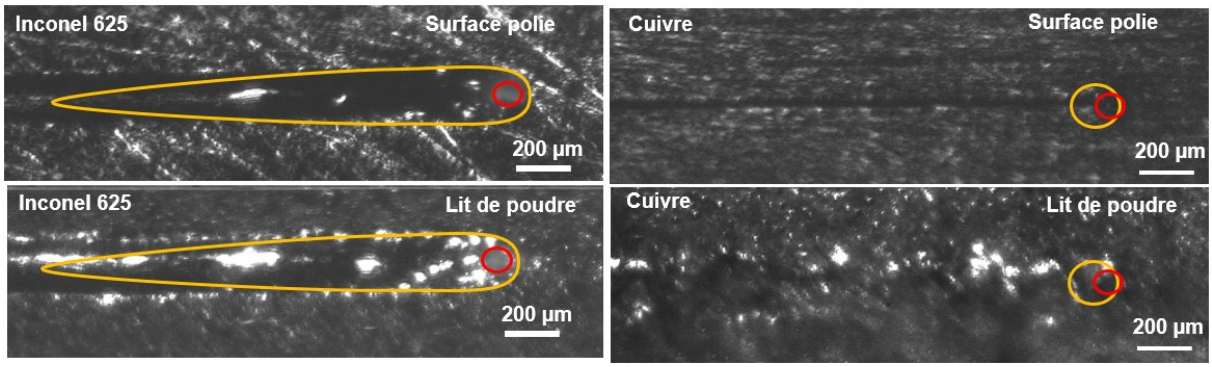


Figure III. 20 : Images extraites de vidéos caméras rapides (10000 fps) : comparaison des zones fondues obtenues sur cuivre pur (à droite) avec et sans poudre et sur inconel 625 (à gauche) avec et sans poudre (P = 450 W, V = 0.4 m/s, d = 80 µm, λ = 532 nm), en rouge le spot laser, en jaune le contour de la ZF

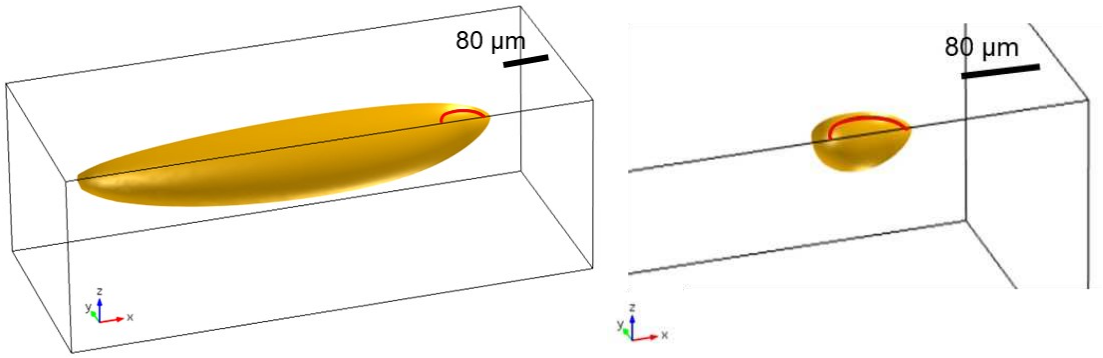


Figure III. 21 : Contours des isothermes de fusion obtenus (a) sur Inconel 625, (b) sur cuivre pur avec une simulation COMSOL Multiphysics (en rouge, contour du laser) (P = 450 W, V = 0.4 m/s, d = 80 µm)

L'étude par vidéos rapides de l'hydrodynamique des ZF s'est avérée quasiment impossible en raison de la taille réduite des ZF (≈ 0.2 mm) et de leur faible contraste par rapport au lit de poudre et aux éjections de matière.

Le mécanisme de fusion lit de poudre peut cependant être décrit à partir des vidéos rapides dans le cas d'un régime de fusion quasi-continue, et il semble assez spécifique du cuivre pur. Comme montré en Figure III. 22, des sphères de liquide se forment en amont du bain liquide par attraction de la poudre et l'éjection de gouttelettes qui se redéposent autour et en amont de la ZF. Ces gouttelettes sont ensuite réincorporées par capillarité dans la ZF, ce qui la fait dévier de sa trajectoire initiale (cas des gouttelettes entourées en orange) et lui confère un aspect oscillant. Cette morphologie oscillante a également pour effet d'augmenter la largeur de la zone de dénudation (entre 0 ms et 1.7 ms). On retrouve enfin à t=10.7 ms la forme finale discontinue et oscillante du cordon SLM.

Un tel cordon sera donc constitué de sphères discontinues de grande taille (100-150 µm de diamètre) incorporées par capillarité au bain liquide. En revanche, en raison de la forte diffusivité du cuivre à l'origine de petits bains liquides, ces derniers ne permettent pas une incorporation totale des éjectas dans le cordon. Les éjectas pourront alors être refondus – ou pas - lors des cordons ultérieurs.

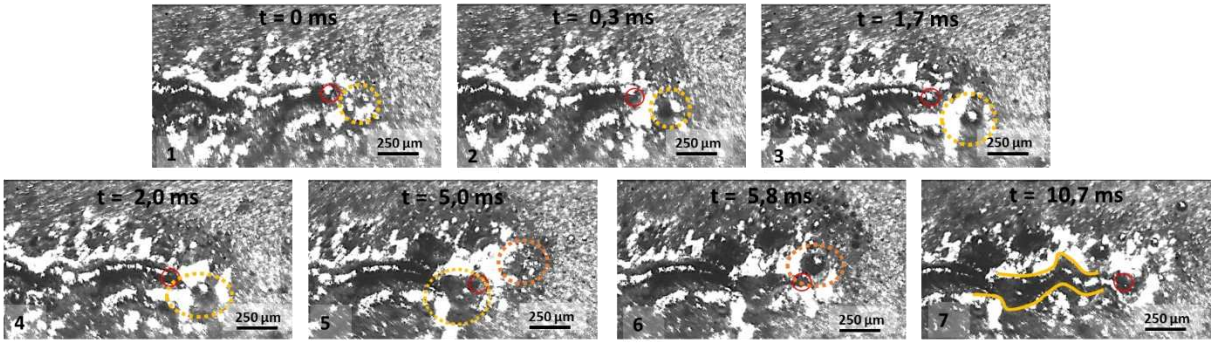


Figure III. 22 : Image extraites de caméra rapide (10000 fps) : Formation des mono-cordons quasi-continus par incorporations de particules de poudres en bordure de bain liquide et provenant des éjections de matière (P = 400 W, V = 0.1 m/s, d = 80 µm, λ = 532 nm)

Pour revenir sur la déstabilisation du bain liquide, la taille de ces particules formées en amont (entre 100 et 200 µm de diamètre) est de l'ordre de grandeur de celle du bain liquide. Cette taille importante peut expliquer en partie les discontinuités des mono-cordons observées, la puissance absorbée par le bain liquide n'étant pas suffisante pour fondre la totalité de la matière ajoutée par la particule. Le cordon ayant alors une forme en zigzag.

III.2.3. Dimensions des mono-cordons

L'étude dimensionnelle des mono-cordons donne plusieurs informations : (1) elle permet de choisir l'écart-vecteur (hatch) à partir des largeurs des cordons en considérant un taux de recouvrement minimal, (2) à travers les rapports dimensionnels profondeur/largeur de fusion, elle fournit une information sur le régime d'interaction mis en jeu (conduction ou *keyhole*), (3) par la comparaison des cordons sur substrat et lit de poudre, elle permet d'évaluer l'impact du lit de poudre sur la fusion laser.

III.2.3.1. Dimensions des mono-cordons SLM obtenus en laser IR

Sur les mono-cordons déjà présentés en partie III.2.1, on réalise des analyses micrographiques en vue de dessus afin de mesurer la largeur totale affectée par le balayage laser comprenant le cordon solidifié et les deux zones dénudées de chaque côté du cordon. On réalise ensuite une coupe métallographique permettant de mesurer la profondeur totale fondue après attaque chimique. Cette dernière ne révélant pas les limites du bain liquide (pas de ségrégation chimique sur le cuivre pur), on se base sur la forme des grains solidifiés (perpendiculaires à l'isotherme de fusion) pour identifier les limites du cordon.

La Figure III. 23 montre l'évolution de la morphologie des cordons avec la puissance pour une vitesse fixe (0.5 m/s). En régime de *balling* à 500 W, on observe une large zone affectée mais pas de fusion visible du substrat. A 750 W, le cordon est quasi-continu et présente une profondeur fondue assez importante (> 100 µm) du substrat. Enfin, à 1000 W, le cordon est continu et la coupe métallographique traduit la présence d'un capillaire profond (~200 µm). Sur les vues en coupe à 750 W et 1000 W on observe bien la structure de solidification permettant de repérer les limites du cordon : des grains équiaxes dans la partie centrale et supérieure des cordons et colonnaires en périphérie du cordon. Cette structure de grains, typique du soudage (Gandin, 2021), traduit une évolution du gradient

thermique G et de la vitesse de solidification Vs au cours du refroidissement du cordon avec un rapport G/Vs qui augmente depuis le bord vers la partie supérieure du cordon.

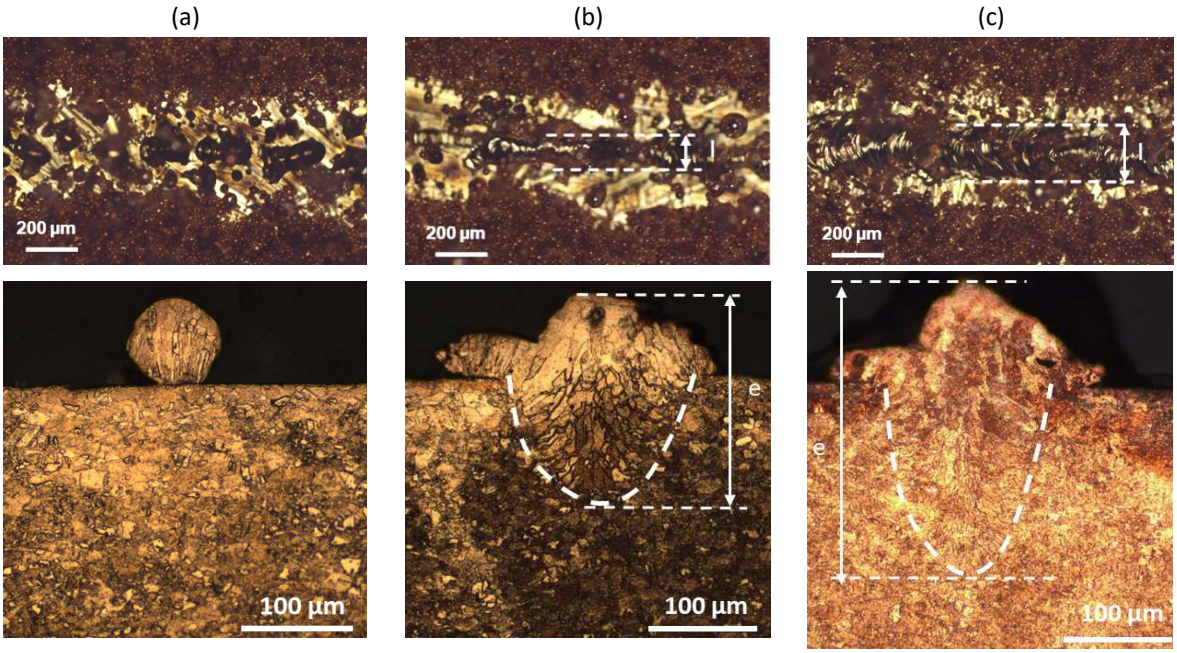


Figure III. 23 : Micrographies des cordons sur cuivre pur en vue de dessus et en coupe, pour essais avec laser IR SPI 1 kW, (a) P = 500 W ; (b) 750 W ; (c) 1000 W et V = 0.5 m/s avec la même épaisseur de poudre (80 µm) et un diamètre de spot de 80 µm.

La Figure III. 24 résume toutes les mesures réalisées (largeur l et profondeur e du cordon) en fonction de P, V et du VED (= $4P/\pi d^2V$).

Des études antérieures (Gunenthiram, 2018; Traore, 2021) et des modèles analytiques de soudage (Rubenchik et al., 2018) ont établi une correspondance linéaire entre la profondeur fondue et le VED, validée sur des matériaux comme l'In625 ou le 316L. Ici, sur le cuivre pur, on n'observe aucune linéarité dans la variation des mesures de profondeur e avec le VED. A VED équivalent (par exemple à 500 J/mm^3), on retrouve même de très fortes variations de largeur et hauteur des cordons (facteur 2 à 3). Autre résultat notable : les profondeurs totales fondues sont toujours supérieures aux largeurs ce qui confirme la prédominance du mode *keyhole*.

Enfin, la hauteur de cordon fabriqué au-dessus du substrat reste stable à environ 70 µm (+/-20) quelles que soient les conditions paramétriques, et même en présence de *balling*. Comme pour les matériaux plus usuels, on obtient donc des épaisseurs construites en mono-cordons globalement égales ou supérieures à la hauteur du lit de poudre (80 µm). Ces hauteurs sont issues du phénomène d'alimentation des ZF via le phénomène de dénudation.

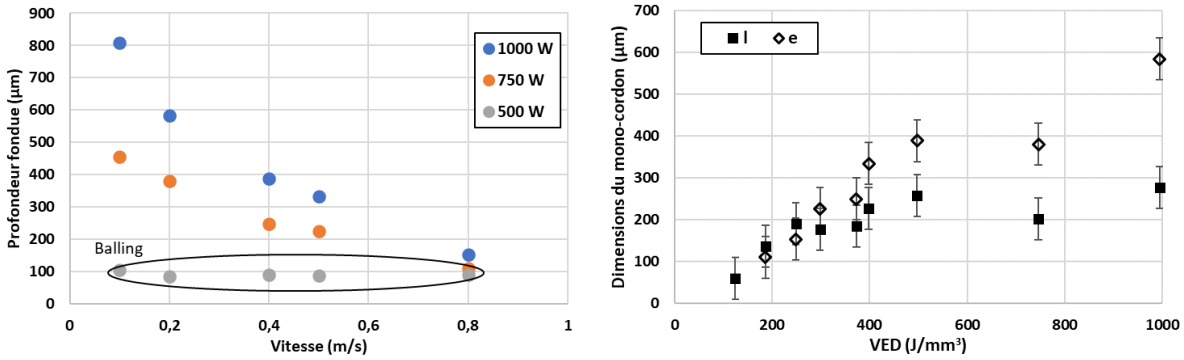


Figure III. 24 : (a) Profondeur fondue en fonction de P et V, (b) Dimensions (largeur l et profondeur fondues e des mono-cordons) pour P>750 W en fonction du VED (λ = 1080 nm)

III.2.3.2. Dimensions des mono-cordons SLM obtenus en laser vert

La Figure III. 25 montre l'évolution des cordons en fonction de la puissance pour une même vitesse de 0.4 m/s pour le laser vert Trudisk 1020 et la Figure III. 26 résume l'ensemble des mesures effectuées.

Contrairement aux essais IR, Les cordons sont plus réguliers sur la gamme de puissance 500 W – 1000 W, avec de nombreux cordons plus larges que profonds même à forte densité d'énergie.

Par contre, comme en IR, et contrairement à certains modèles de soudage, la profondeur fondue ne suit pas une évolution linéaire en fonction du VED (Figure III. 26-b). Ainsi, un même VED ne donnera pas la même largeur ou profondeur fondue en fonction de la puissance incidente. Pour un VED de 400 J/mm^3, obtenu à (400 W - 0.2 m/s) ou (800 W - 0.4 m/s) les largeurs et profondeurs fondues sont différentes : une largeur de 254 µm contre 120 µm à 400 W et une profondeur de 250 µm à 800 W contre 160 µm à 400 W.

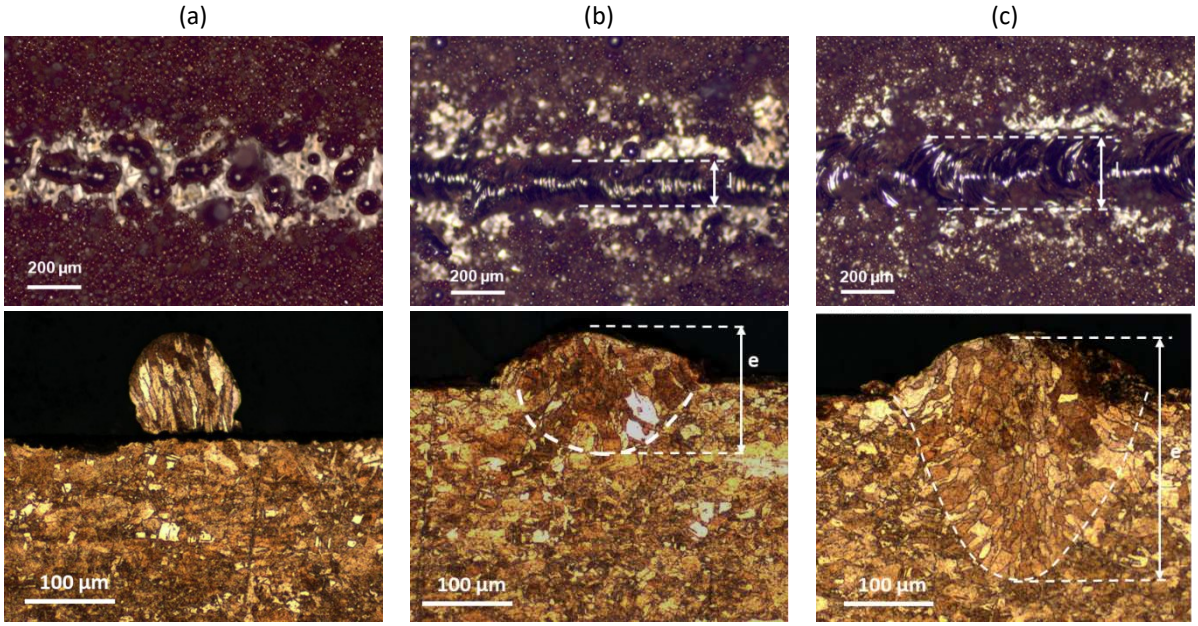


Figure III. 25 : Micrographies des cordons sur cuivre pur en vue de dessus et en coupe, pour essais avec laser vert TRUMPF 1 kW, (a) P = 200 W ; (b) 600 W ; (c) 900 W et V = 0.4 m/s avec la même épaisseur de poudre (80 µm) et un diamètre de spot de 90 µm.

A vitesse constante, la profondeur varie linéairement avec la puissance (Figure III. 26a). Les résultats de la Figure III. 26-a montrent également que la puissance affecte plus les profondeurs et largeurs fondues que la vitesse. Ce résultat est assez spécifique au cuivre et traduit une prédominance de la conduction thermique par rapport à la convection (faible nombre de Péclet).

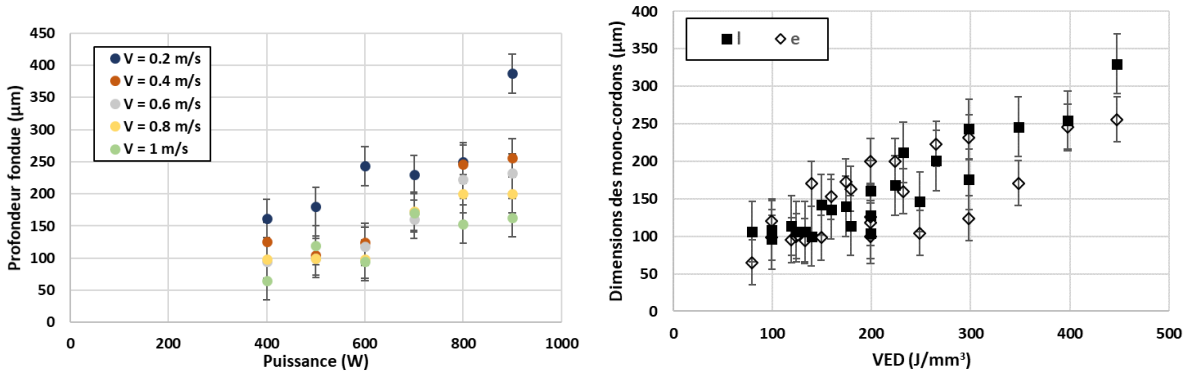


Figure III. 26 : (a) Profondeurs fondues en fonction de P et V (λ = 515 nm) (b) Dimensions des mono-cordons (largeur l et profondeur fondues e) en fonction du VED

Un dernier résultat intéressant concerne la comparaison de la fusion laser vert sur lit de poudre avec un faisceau *top-hat* ou Gaussien à P, V équivalent. A diamètre de faisceau à 1/e² presque équivalent, les dimensions de cordons et en particulier les profondeurs fondues varient fortement (+40 %), surtout à P/V élevé. Ce résultat traduit une concentration de faisceau bien supérieure en éclairement Gaussien sur laquelle nous reviendrons en section III.2.3.4.

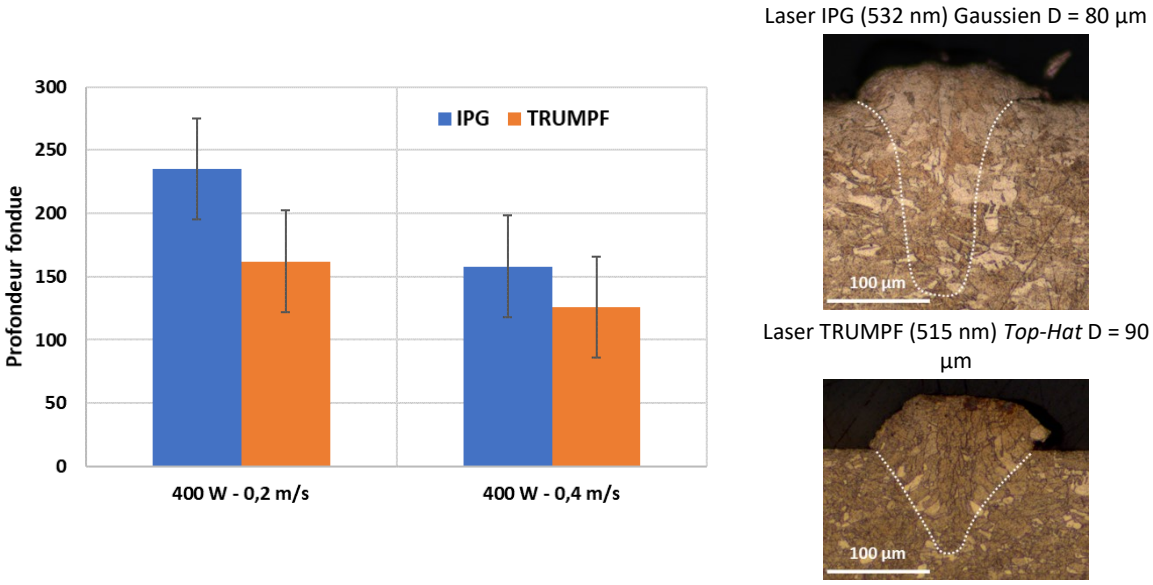


Figure III. 27 : (a) Profondeurs fondues laser vert- Comparaison d'un éclairement top-hat (λ = 515 nm) et Gaussien (λ = 532 nm), (b) coupes transverses pour P =400 W, V = 0.2 m/s

III.2.3.3. Discussion sur l'influence du lit de poudre

A même couple (P, V), la présence du lit de poudre facilite l'apparition d'un bain liquide. Plusieurs effets y contribuent : (1) l'énergie nécessaire pour fondre un grain de poudre isolé thermiquement est très faible, (2) les multi-réflexions dans le lit de poudre augmentent l'absorptivité globale. Ainsi, avec une puissance à peine suffisante pour fondre le substrat même rugueux (Figure III. 28), il est possible de créer des bains liquides et des cordons quasi-continus sur lit de poudre. Par exemple, un même tir réalisé sur un substrat pleine tôle et sur un lit de poudre (P= 2000 W, V= 0.5 m/s, d=180 µm) illustre bien l'augmentation du volume fondu.

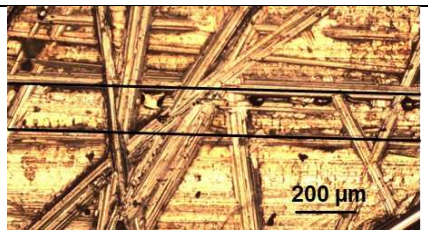
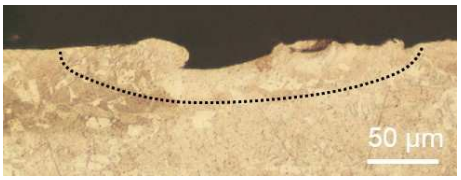
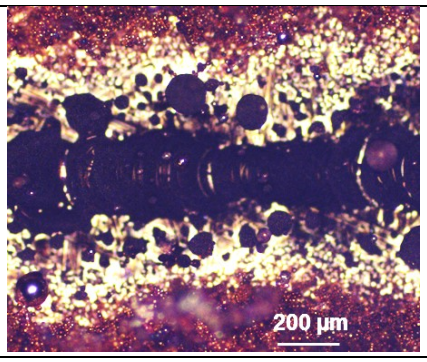
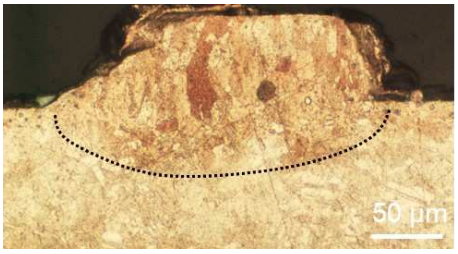
Pleine tôle		
Lit de poudre (80 µm)		

Figure III. 28 : Cordon de soudure réalisé avec un laser IR (λ = 1030 nm, P = 2 kW, V = 0.5 m/s, d = 180 µm) sur une surface pleine tôle polie au papier SiC 360 et sur un lit de poudre de 80 µm d'épaisseur

Par ailleurs, la comparaison des cordons réalisés sur substrat ou sur lit de poudre montre que :

- Les cordons sur substrat sont continus quel que soit le régime de fusion (conduction ou *keyhole*) contrairement aux cordons sur lit de poudre qui ne sont continus qu'en régime de *keyhole* pour un faisceau *top-hat* de 90 µm.
- Les seuils de formation du *keyhole* sont réduits d'environ 20 % par la présence du lit de poudre. Par exemple le *keyhole* est obtenu autour de 400 W pour 0.6 m/s (Figure III. 29-1) sur lit de poudre et autour de 500 W en pleine tôle (Figure III. 29-2).
- Les profondeurs fondues dans le substrat sont identiques et c'est l'épaisseur de matière construite (autour de 50 µm), en partie issue de l'alimentation en poudre du cordon par les zones adjacentes via la dénudation qui contribue à faire la différence (Figure III. 29).

Pour finir, en régime de *keyhole* établi, l'écart en profondeur fondue entre un éclairement laser sur lit de poudre ou sur substrat correspond approximativement à la demi-hauteur du lit de poudre consécutive à la fusion-densification de la matière.

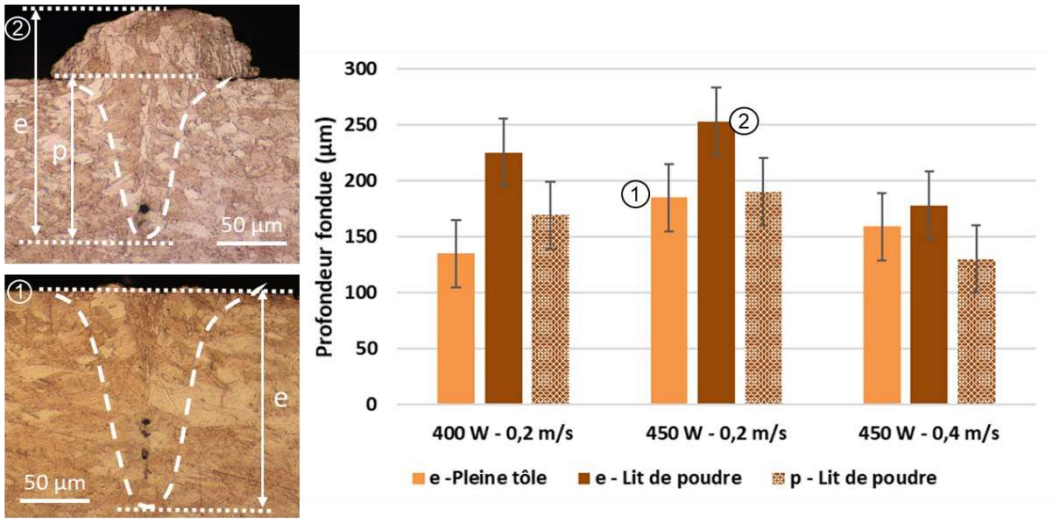


Figure III. 29 : Evolution des profondeurs totales fondues pour les mono-cordons réalisés avec le laser vert IPG 500 W (λ = 532 nm) et micrographie correspondant aux différents cas : (1-2) capillaire de vapeur

avec et sans poudre (cordon continu à P = 450 W et V = 0.2 m/s). Sur le graphe : e = profondeur totale fondue (au-dessus + dans le substrat) et p = profondeur fondue dans le substrat.

III.2.3.4. Comparaison des deux longueurs d'onde

En laser vert, il est possible de réaliser des cordons SLM stables à une puissance environ 2 fois inférieure (autour de 400 W -500 W) à celle nécessaire en laser IR (800 W-1000 W) en parfait accord avec les différences d'absorptivité de l'état liquide (12 % dans l'IR et 25 % dans le vert).

Par contre, de façon surprenante, les cordons IR sont plus profonds et moins larges que les cordons verts à (P, V) équivalents, en particulier à haut VED. La Figure III. 30 montre pour 3 couples (P, V) les variations de la largeur fondue l, et de la profondeur totale fondue e. Dans les deux cas (IR et vert), la profondeur fondue supérieure à 200 µm indique un rapport d'aspect e/D > 1, donc la présence de *keyhole*. L'absorptivité dans un liquide non déformé et dans le *keyhole* étant supérieure dans le vert (25 % contre 12 % et 70 % contre 60 % respectivement), on s'attendrait à des cordons plus volumineux (plus profonds et plus larges) en laser vert. Ce résultat est également en contradiction avec les résultats de (Kaiser et al., 2018) qui montrent pour deux faisceaux *top-hat* de même diamètre (50 µm) l'un IR (*TruDisk 1000*) l'autre vert (*TruDisk 1020*), une augmentation de 400 µm de la profondeur fondue à même puissance incidente (1 kW) et même vitesse (entre 0.08 m/s et 0.5 m/s). Par ailleurs, l'évolution du rapport d'aspect des cordons continus indique un effet bénéfique du laser vert à bas VED, mais l'inverse à VED élevé (Figure III. 31).

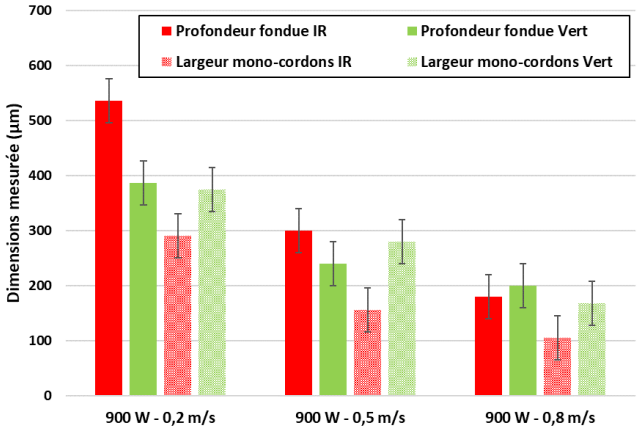


Figure III. 30 : Comparaison des largeurs fondues l, et profondeurs fondues e à iso-paramètres (P = 900 W, V = 0.2 - 0.5 - 0.8 m/s) en laser IR (en rouge) et en laser vert (en vert)

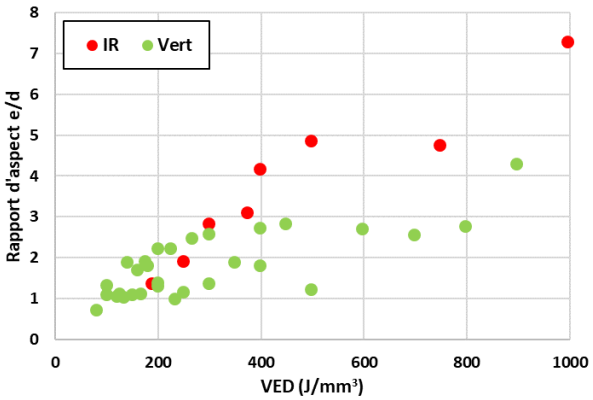


Figure III. 31 : Evolution du rapport dimensionnel e/d pour les essais menés sur le laser IR SPI 1 kW, λ = 1080 nm et le laser vert TruDisk 1 kW, λ = 515 nm

La comparaison des deux longueurs d'onde n'est pas aisée, les essais ayant été menés avec des laser de distribution différente (gaussien et *top-hat*), de diamètre différents (80 µm et 90 µm). Nous allons comparer dans cette partie les dimensions des mono-cordons et utiliser pour les faisceau gaussien un diamètre utile plus petit que le diamètre à 1/e² $D_u = {D_{1/e^2}}/{\sqrt{2}}$. Donc pour un faisceau gaussien de diamètre 1/e² de 80 µm, on obtient un diamètre utile pour la comparaison de 56 µm. En réalisant ce changement de diamètre de faisceau, les rapports d'aspects sont plus alignés en fonction du VED incident.

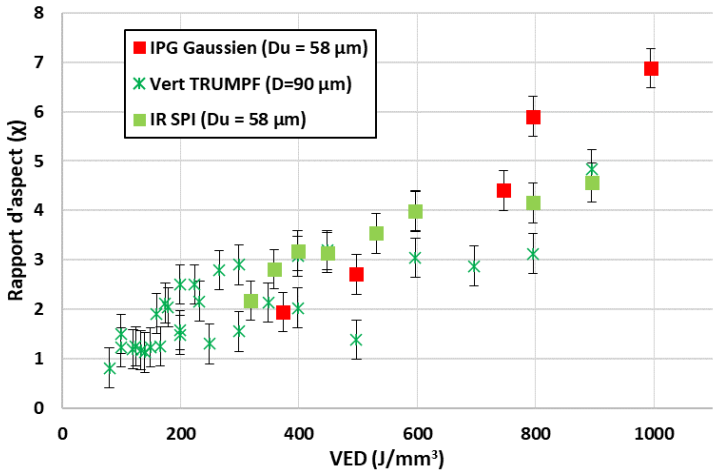


Figure III. 32 : Rapport d'aspect en fonction du VED avec un diamètre de faisceau utile recalculée pour les faisceau Gaussien.

Pour expliquer cette différence de profondeur fondue, nous pouvons évoquer à nouveau l'influence de la distribution spatiale de puissance (Gaussienne ou *top-hat*). En effet, la comparaison des deux longueurs d'onde n'est pas directe car les lasers IR et vert possèdent des diamètres assez proches (80 µm et 90 µm), mais une distribution spatiale différente (gaussien et *top-hat*). Le fait de considérer le diamètre de faisceau laser à 1/e² correspond à une convention qui ne traduit pas bien l'interaction laser-matière et en particulier la forte densité de puissance au centre d'un faisceau Gaussien. En assimilant le faisceau Gaussien de diamètre 80 µm à 1/e² à un faisceau top-hat de diamètre utile D_u inférieur (considéré à ½ x la hauteur maximale de la Gaussienne au lieu de 1/e²), on retrouve une correspondance plus logique entre les essais vert et IR. Pour une Gaussienne de 80 µm de diamètre à 1/e², le D_u est alors de l'ordre de 50 µm.

Dans le même registre, pour un faisceau gaussien, la puissance absorbée nécessaire pour atteindre la température de vaporisation est plus faible que pour un faisceau top-hat, comme le montrent les coefficients a et b de l'équation (III.3) issue de (Graf, 2016).

$$A\,P = D\,K\,(T_{max} - T_0)\,a\,\sqrt{\frac{Pe}{2} + b} \qquad \text{(III.3)}$$

Forme de faisceau	A	b
Top-hat	$\sqrt{\pi}$ = 1.77	1.1
Gaussien	$\pi/\sqrt{8}$ = 1.11	4/π = 1.27

Tableau III. 5 : Valeur des coefficients a et b dans l'équation (III.3) en fonction du type de faisceau utilisé

Ainsi, pour un faisceau gaussien de 80 µm, on n'a donc besoin que d'une puissance absorbée de 93 W pour atteindre la température de vaporisation (T_{max}= 2855 K) alors que pour un faisceau *top-hat* de diamètre 80 µm elle doit être de 131 W.

III.2.3.5. Comparaison avec des modèles de soudage

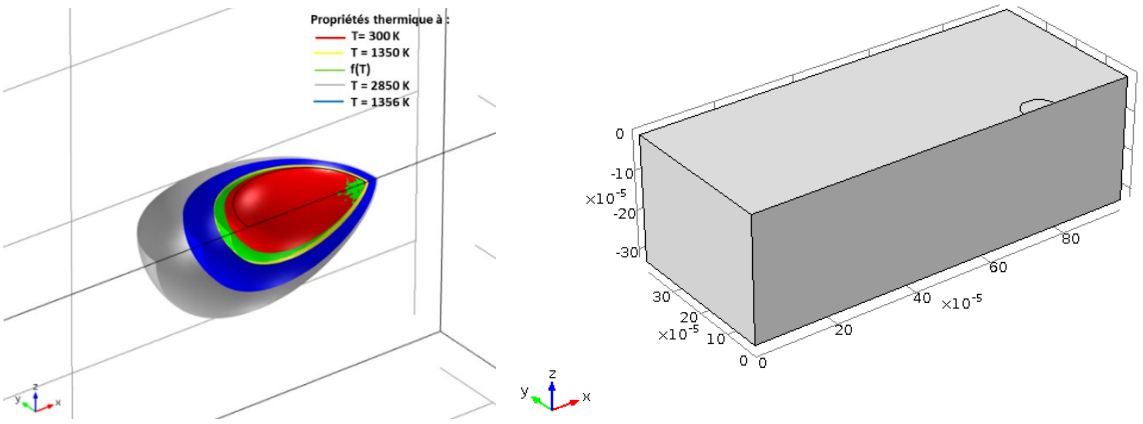
- Modèle de Fabbro

Dans ce qui suit, nous allons comparer les mesures expérimentales à un modèle de soudage classique avec deux objectifs : (1) savoir si ce modèle peut être utilisé pour estimer les profondeurs fondues en régime de fusion SLM sur le cuivre pur et (2) estimer les valeurs des coefficients d'absorptivité mesurés à partir des dimensions (profondeur fondue) des mono-cordons et les comparer aux mesures d'absorptivité présentées précédemment. Dans un premier temps, on utilise le modèle développé par (Fabbro, 2020) qui a déjà montré une bonne corrélation entre résultats expérimentaux et calculs pour des essais de soudage laser conventionnel (faible vitesse) sur cuivre pur. Ce modèle calcule le rapport d'aspect χ , c'est-à-dire la profondeur du capillaire e rapportée au diamètre du faisceau comme exprimé dans l'équation (III.4).

$$\chi = \frac{e}{d} = \frac{A(\chi)\,P}{\mathrm{d}\,K\,(T_V - T_0)\,g(Pe)} \qquad \text{(III.4)}$$

Avec χ = rapport d'aspect du keyhole, A(χ) = absorptivité moyenne pour ce rapport d'aspect, T_v = température de vaporisation (K), T_0= température initiale (K), K = conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$), d= diamètre laser (m), g(Pe) = fonction du nombre de Péclet = m*Pe + n

On utilisera pour ce modèle les propriétés thermo-physiques du cuivre juste avant l'état liquide (Figure I.25). Afin de valider ce choix, nous avons réalisé des simulations thermiques sous COMSOL pour différentes valeurs de K, ρ, C_p correspondant à différentes températures et comparé les isothermes de fusion avec celles issues d'un calcul utilisant les propriétés non linéaires (K, ρ, C_p = f(T)). Cette comparaison montre que les propriétés juste avant la fusion (1350 K) permettent de mieux représenter les tailles de bains liquides par rapport à la simulation thermique basée sur les propriétés non linéaires. On retrouve bien sur ce type de simulation Figure III. 33 un bain liquide très sphérique.



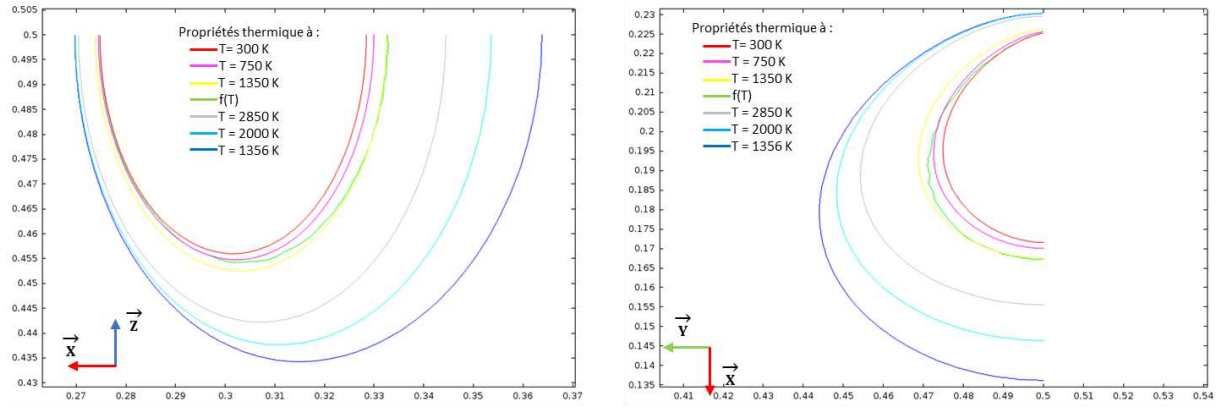


Figure III. 33 : Influence des propriétés thermiques (k, Cp) sur les isothermes de fusion. Modélisation thermique d'une fusion laser par le logiciel COMSOL, vue 3D et dimension du bain liquide en fonction des caractéristiques matériaux à différentes températures. Les courbes représentent l'isotherme de fusion à 1356 K pour chaque essai suivant le plan (X, Y) ou le plan (X, Z)

On cherche ici (Figure III. 34) à comparer les profondeurs fondues mesurées en laser vert avec celles obtenues à partir du modèle de (Fabbro, 2020) avec et sans poudre. L'absorptivité A(χ) utilisée dans le modèle de (Fabbro, 2020) est alors l'absorptivité mesurée en sphère intégrante (partie III.1.2.1.1).

On remarque dans un premier temps une bonne approximation des profondeurs fondues en utilisant les valeurs d'absorptivité A(χ) mesurées. Dans le cas pleine tôle (Figure III. 34-a), le modèle sous-estime en moyenne d'environ 5 % les profondeurs. En lit de poudre, les valeurs expérimentales sont surestimées d'environ 20 % en moyenne par le modèle. Cette surestimation des profondeurs fondues expérimentales peut provenir d'une surestimation de la valeur d'absorptivité mesurées.

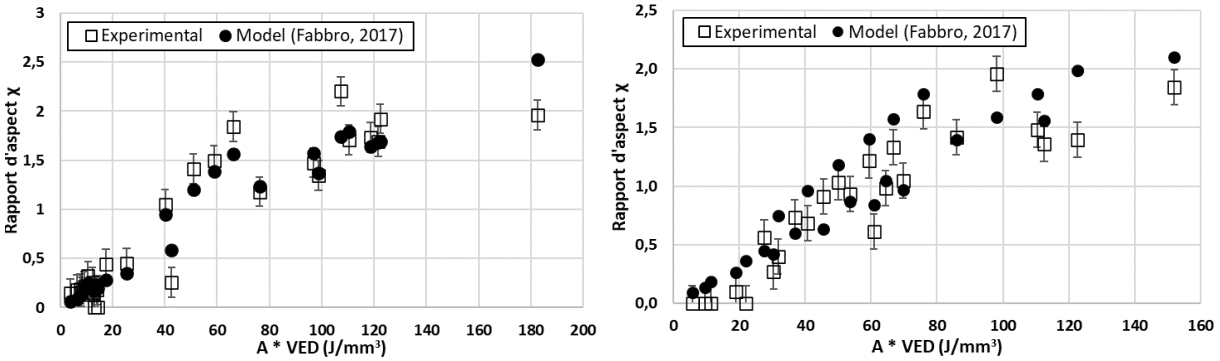


Figure III. 34 : Estimations des profondeurs fondues par le modèle de Fabbro, 2020. Comparaison avec les données expérimentales pour le laser vert TRUMPF (λ = 515 nm) en utilisant les valeurs d'absorptivité A(χ) mesurées en partie III.1.2.1.1

En se basant sur le modèle de (Fabbro, 2020), on peut également identifier (équation (III.5)) une absorptivité moyenne du capillaire de vapeur à partir des mesures de rapport d'aspect faites sur d'autres cordons. Appliquée aux mono-cordons des essais IR (dimensions présentées partie III.2.3.1) on obtient les résultats présentés sur la Figure III. 35. Cette méthode permettant, sans faire la mesure de sphère intégrante, de retrouver des valeurs d'absorptivité du capillaire. Ces résultats sont en relativement bon accord avec le modèle d'absorptivité de Gouffé déjà présenté précédemment.

$$A(\chi) = \chi(T_V - T_0)\left(\frac{2}{\pi}\frac{m\,\rho\,C_P}{VED} + \frac{n\,d\,K}{P}\right) \qquad \text{(III.5)}$$

Avec : χ le rapport d'aspect ($\chi = e/D$) ; T_V la température de vaporisation du cuivre (T_V = 2855 K) ; T_0 la température ambiante (T_0 = 300 K) ; K la conductivité thermique du cuivre (K = 350 W/Km) ; ρ la masse volumique du cuivre (ρ = 8800 kg/m^3) et Cp la capacité thermique du cuivre (Cp = 400 J/kgK) ; m = 4.3 et n = 1.5 les paramètres de la fonction de Péclet g(Pe) issu du modèle de (Fabbro, 2020)

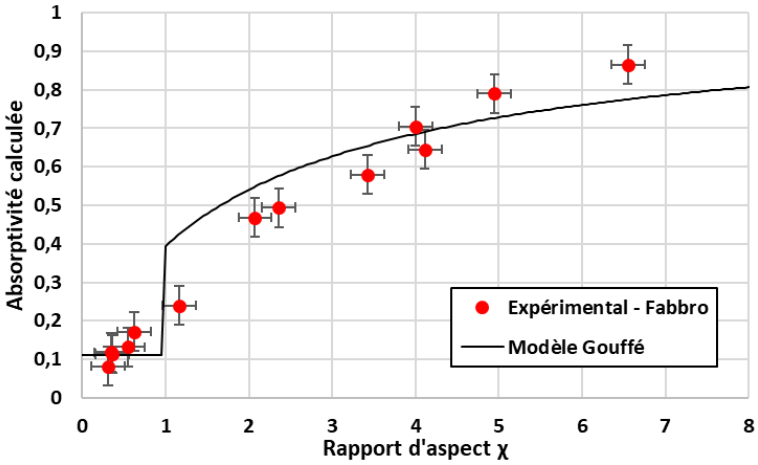


Figure III. 35 : Identification de l'absorptivité dans le capillaire de vapeur à partir des données expérimentales IR (mesures de rapport d'aspect) et du modèle de (Fabbro,2020)

- Modèle de King

Comme lors des thèses de (Traore, 2021) et (Gunenthiram, 2018), les rapports d'aspect χ =e/d des mono-cordons ont également été comparés à ceux issus du modèle de (King et al., 2014) présenté en équation (I.22). Ce modèle établit une corrélation entre e/d et un rapport enthalpique ΔH/ hs dans lequel hs est l'enthalpie à la fusion ($\rho C_p(T_F-T_0)$) et ΔH la densité d'énergie incidente, et ce quel que soit le matériau considéré.

La Figure III. 36 montre une nette différence entre : (1) les essais sur cuivre et (2) ceux sur 316L (Gunenthiram, 2018) ou Inconel 625 (Traore, 2021) qui sont alignés sur la même courbe. Même en considérant un diamètre utile modifié d_u pour les distributions gaussiennes, le modèle de (King et al., 2014) semble donc moins adapté pour traduire les variations de profondeur fondue sur un matériau à très forte conductivité thermique comme le cuivre.

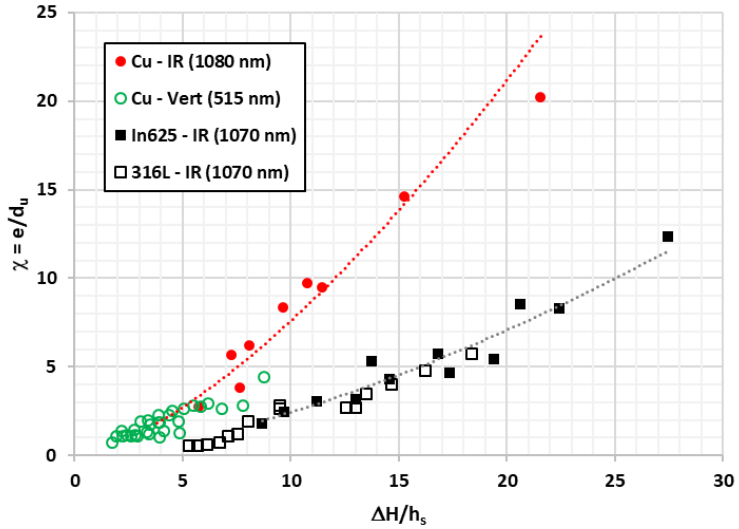


Figure III. 36 : Application du modèle de (King et al., 2014) pour les mono-cordons sur cuivre pur et comparaison aux essais réalisés sur d'autres matériaux (316L, Inconel 625)

III.3. Mise en œuvre de surfaces 2D par SLM

Dans le cas du cuivre, la grande différence d'absorptivité entre le lit de poudre, la zone dénudée (de dimension proche de celle du cordon) et la zone fondue peut fortement impacter la fusion des cordons successifs lors de la construction SLM d'une couche de matière. L'optimisation de la stratégie de fabrication passe alors par une optimisation fine de l'écart-vecteur, afin d'assurer l'interaction laser-matière la plus régulière possible. C'est dans ce but qu'ont été réalisés les essais ci-dessous, basés sur des mesures d'absorptivité lors de la fusion de surfaces 2D, et sur l'analyse des surfaces fabriquées.

III.3.1. Mesures de réflectivité résolues en temps sur des surfaces 2D

Ces mesures ont pour objectif de décrire l'évolution de l'absorptivité du rayonnement laser au cours de la construction d'une couche de matière, et en particulier d'identifier les différences de comportement entre le premier cordon (pour lequel le laser est intégralement positionné sur le lit de poudre) et les cordons suivants (pour lesquels le laser est partiellement centré sur les zones dénudées).

On a donc réalisé trois surfaces de fusion SLM de taille 10x4 mm sur des lits de poudres de 110 µm +/- 10 µm d'épaisseur. La réflectivité est mesurée en utilisant les sphères intégrantes déjà présentées dans la partie III.1. On met en œuvre pour les deux lasers (IR et vert) 3 variations de *hatch* à puissance et vitesse constante.

III.3.1.1. Mesures de réflectivité sur des surfaces 2D dans l'IR (1080 nm)

Pour le faisceau IR (1.08 µm), on utilise une puissance de 1 kW avec une vitesse de balayage de 0.5 m/s. Dans ces conditions, les mono-cordons sont censés être continus même sur le cordon pleine tôle, avec une largeur proche de 200 µm, et un régime de *keyhole*. Les *hatch* sélectionnés (Figure III. 37) sont les suivants :

- H = 100 µm. Avec cette valeur d'écart vecteur on devrait ici retrouver un taux de recouvrement des cordons de 50 % environ.
- H = 200 µm. Avec cette valeur de hatch le laser doit être majoritairement positionné dans la zone dénudée, et les cordons sont censés se recouvrir très légèrement
- H = 300 µm. Avec cette valeur de hatch, le laser doit toujours se situer dans le lit de poudre et le *hatch* est trop élevé pour qu'il y ait recouvrement de cordons.

Par rapport aux mesures de réflectivité en simples mono-cordons, on constate beaucoup plus de fluctuations du signal au sein même de chaque mono-cordon (Figure III. 37-a) lors de la fusion SLM d'une surface. Ces fluctuations sont sans doute à relier aux éjections aléatoires de matière qui interceptent le laser réfléchi et sont accentuées par la juxtaposition de cordons.

On observe malgré tout une bonne répétabilité du signal dans le cas des cordons suffisamment écartés avec H = 200 µm (points rouges) et H = 300 µm (points bleu) et l'absorptivité semble légèrement plus élevée et stable au sein de chaque cordon distant de 300 µm de *hatch* (entre 48 % et 75 %) que pour distants de 200 µm (entre 43% et 78%).

Cependant, avec H= 100 µm on identifie clairement une chute transitoire de l'absorptivité avec des valeurs pouvant descendre jusqu'à 20 % ; qui correspondent aux valeurs obtenues en régime de conduction sur un mono-cordon pleine tôle. Les variations d'absorptivité (entre 20 % et 73 %) sont à relier aux fluctuations et aux instabilités du bain liquide pour l'écart vecteur le plus faible. Dans ce cas, le faisceau laser n'interagit donc pas constamment avec le lit de poudre ou dans le capillaire mais en partie avec la zone dénudée, ce qui entraîne l'extinction temporaire du *keyhole (*Figure III. 12-*b)*.

Ces variations d'absorptivité plus ou moins prononcées peuvent être comparées aux morphologies des surfaces, très dégradées pour des valeurs de *hatch* réduites (100 µm), et qui ne semblent pas utilisables

pour des constructions 3D (Figure III. 37-b). Nous reviendrons dans le paragraphe suivant sur l'origine de ces surfaces.

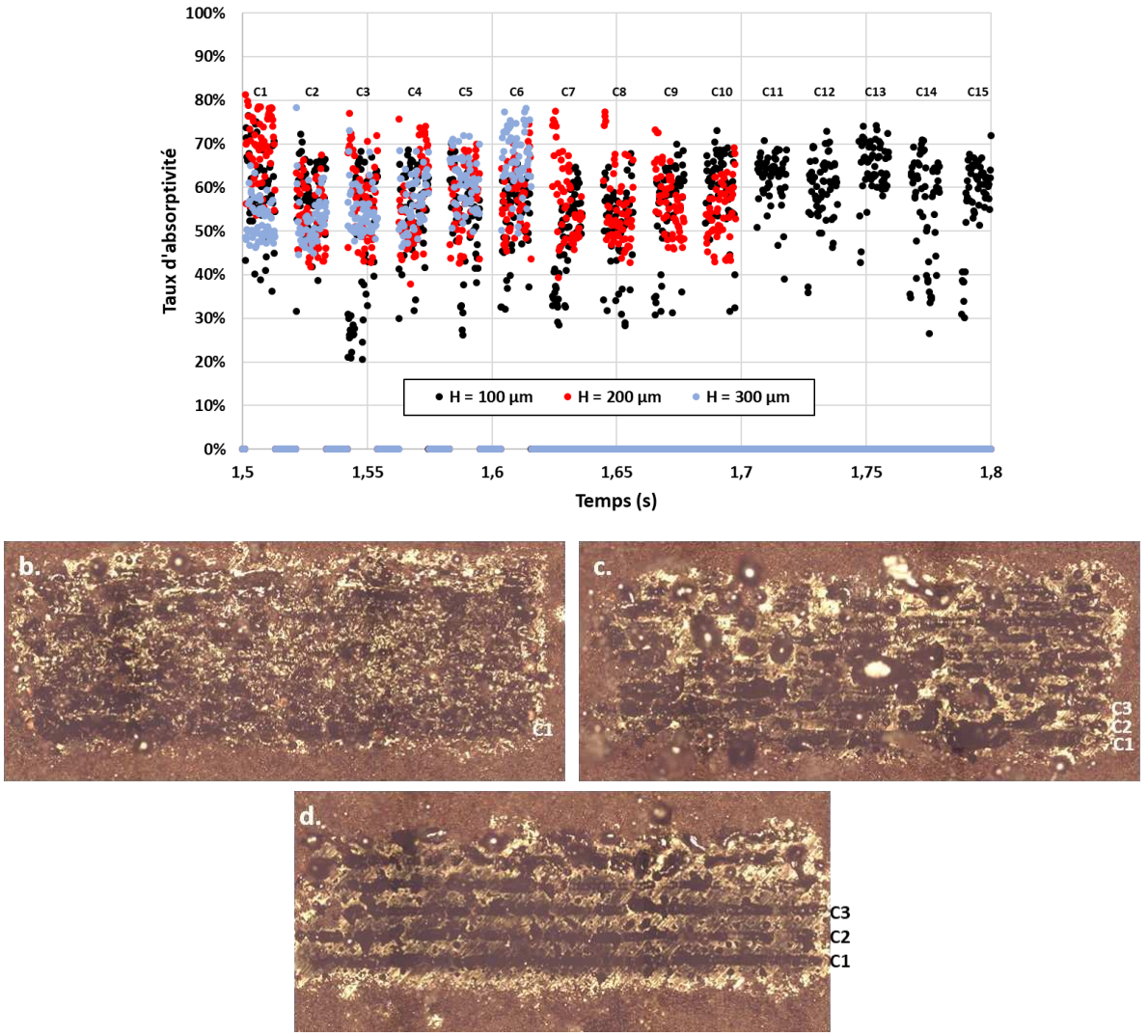


Figure III. 37 : (a) Evolution temporelle de la réflectivité lors du balayage d'une surface avec un laser IR (λ = 1080 nm, d = 90 µm, P = 1 kW, V = 0.5 m/s) pour trois écart-vecteur différents (100 µm ; 200 µm ; 300 µm ; vue du dessus (b) pour un hatch de 100 µm, (c) un hatch de 200 µm, (d) un hatch de 300 µm

III.3.1.2. Mesures de réflectivité sur surfaces 2D dans le vert (515 nm)

Pour le faisceau vert (515 nm), on utilise une puissance de 480 W avec une vitesse de balayage de 0.5 m/s. Dans ces conditions, les mono-cordons sont censés être continus et de largeur 200 +/- 20 µm, avec la présence d'un capillaire de vapeur observé même sur le cordon pleine tôle. Les *hatch* sélectionnés sont les suivants :

- H = 100 µm. Avec cette valeur d'écart vecteur on doit avoir un taux de recouvrement entre cordons de ~50 % avec un faisceau laser positionné en partie sur le cordon précédent et en partie sur la zone dénudée.
- H = 200 µm. Avec cette valeur de hatch, le laser est positionné normalement dans la zone dénudée et le taux de recouvrement théorique entre cordons est quasiment nul.

- H = 500 µm. Avec cette valeur de *hatch* chaque cordon est situé dans le lit de poudre. Le *hatch* est trop élevé pour qu'il y ait du recouvrement entre cordons et chaque cordon (y compris le 1er) doit présenter le même signal de photodiode

Comme en laser IR, on représente en Figure III. 38 l'évolution temporelle de l'absorptivité en fonction de l'écart-vecteur et l'état des surfaces fabriquées.

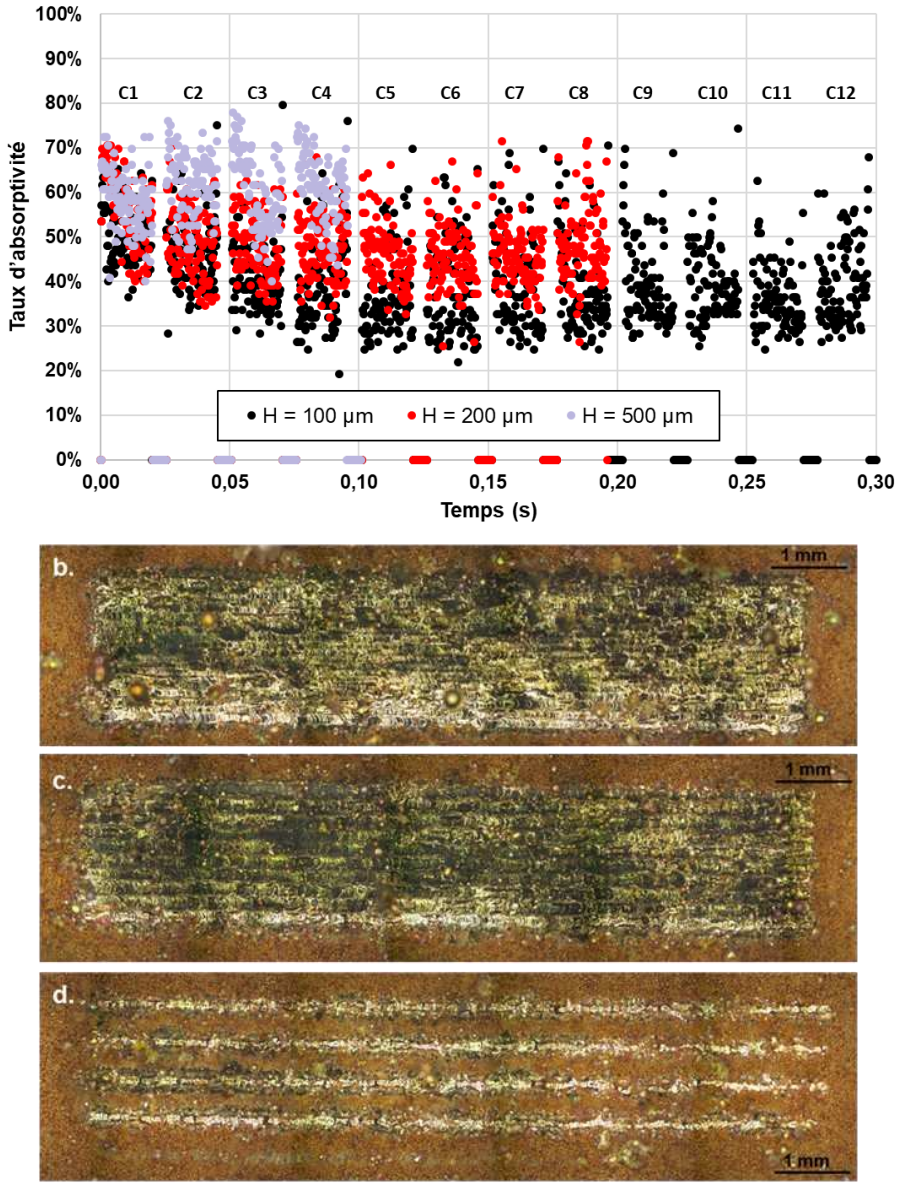


Figure III. 38 : (a) Evolution temporelle de la réflectivité lors du balayage d'une surface avec un laser vert (λ = 515 nm, d = 90 µm, P = 480 W, V = 0.5 m/s) pour trois écart-vecteur différents (100 µm ; 200 µm ; 500 µm ; vues du dessus (b) pour H= 100 µm, (c) H= 200 µm, (d) H= 500 µm

Dans la condition étudiée (480 W, 0.5 m/s), proche du seuil de transition conduction/*keyhole* (Figure III. 8) les cordons formés sur lit de poudre sont en régime de *keyhole* et ceux formés sur substrat sont en régime de conduction. Contrairement aux résultats en IR, on observe une nette diminution de l'absorptivité avec le nombre de cordons avec le *hatch* de 100 µm c'est-à-dire quand les tirs suivants sont dans la zone dénudée. La surface fabriquée est tout de même composée de cordons continus mais l'absorptivité moyenne mesurée (35 % +/- 15 %) est inférieure à celle obtenue pour un mono-cordon

sur lit de poudre (60 %) à même puissance et se rapproche de la valeur mesurée à l'état liquide en régime de conduction (22 %). La présence de particules dans la zone dénudée permettant d'améliorer l'absorptivité du mono-cordon est peut-être à l'origine de ce résultat. L'absorptivité est plus élevée pour le *hatch* de 200 µm mais on continue à observer une légère diminution de l'absorptivité lors des cordons 2, 3, 4 (~ 50 +/-15 %) par rapport au premier cordon (60% +/- 15%). Pour le *hatch* de 500 µm on observe bien une absorptivité mesurée équivalente pour tous les cordons, qui traduit une interaction laser-poudre-zone fondue constante.

Enfin, par rapport au laser IR, le laser vert permet d'obtenir des morphologies de surface plus stables, donc d'envisager des constructions 3D quel que soit l'écart vecteur utilisé.

III.3.2. Discussion sur les surfaces 2D

Comme évoqué ci-dessus, l'écart vecteur modifie nettement la stabilité des valeurs d'absorptivité et des surfaces 2D fabriquées, en particulier dans le cas des essais réalisés dans l'IR. Nous revenons ici sur l'origine de ces fluctuations et le lien entre couplage laser-surface et morphologie des surfaces fabriquées à partir du lit de poudre. Le schéma ci-dessous illustre les différentes configurations rencontrées, toutes dépendantes de la position du laser, soit sur le lit de poudre, soit sur la zone dénudée (donc le substrat sous-jacent), soit avec un fort recouvrement vis-à-vis du cordon précédent, soit (dans la plupart des cas) dans des configurations intermédiaires.

Comme déjà indiqué, la fusion SLM appliquée sur le cuivre ou les autres matériaux crée une zone dénudée assez large (environ la largeur du cordon de chaque côté) qui peut conditionner l'absorption du laser, en fonction de sa position. Dans toutes les configurations pour lesquelles le laser est positionné, cordon après cordon, sur le lit de poudre, l'absorption est optimale et les cordons sont continus. Dans tous les autres cas, en raison de la forte différence d'absorptivité entre lit de poudre (A~25 %) et substrat (A~5%) dans l'IR la morphologie des cordons pourra dériver par rapport à celle du 1er cordon. Au final, on peut distinguer 4 configurations à partir du 2ème cordon (*Figure III. 39*) :

(1) Dans le premier cas, correspondant à un fort recouvrement des cordons, le faisceau laser est absorbé en partie sur le cordon précédent et en partie sur la zone dénudée. On a alors une absorption sur une phase solide avec peu (voire pas) de présence de poudre. Il est logique de construire peu de matière et le laser ne fait que refusionner les grains dans la zone dénudée.

(2) Dans le second cas, le faisceau laser est quasiment totalement absorbé sur la zone dénudée et l'absorption se fait alors majoritairement sur le substrat. En IR, ce cas est problématique car seulement 5 % du rayonnement laser est absorbé par la phase solide et il n'est pas possible de créer des cordons continus. On forme alors du *balling* par attraction des particules de poudres présentes en périphérie du cordon (Yadroitsev, 2011). Cette configuration est illustrée Figure III. 40 avec une disparition progressive des cordons 2, 3 et 4 au profit de sphères de *balling*.

(3) Le 3ème cas est un cas limite, le faisceau laser est en partie absorbé dans la zone dénudée et en partie par le lit de poudre. Dans cette condition, correspondant à un écart-vecteur légèrement supérieur à la largeur du cordon le recouvrement inter-cordon est faible voire inexistant.

(4) Dans le dernier cas, le second cordon est effectué au cœur du lit de poudre, loin de la zone dénudée. On réalise alors des cordons réguliers mais trop espacés pour assurer la continuité de la fabrication

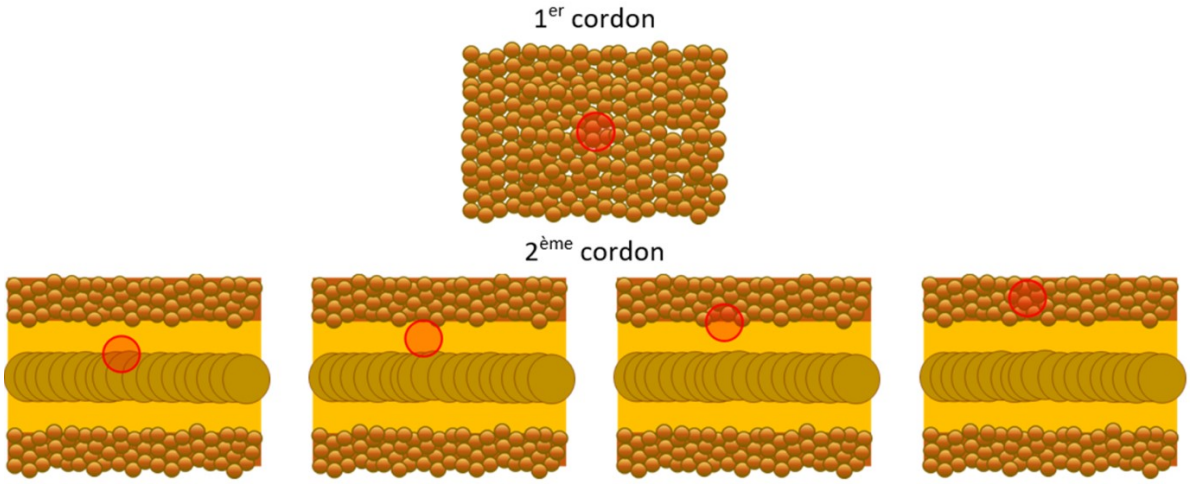


Figure III. 39 : Différents positionnements possibles du faisceau laser en fonction du hatch (en rouge, le faisceau laser)

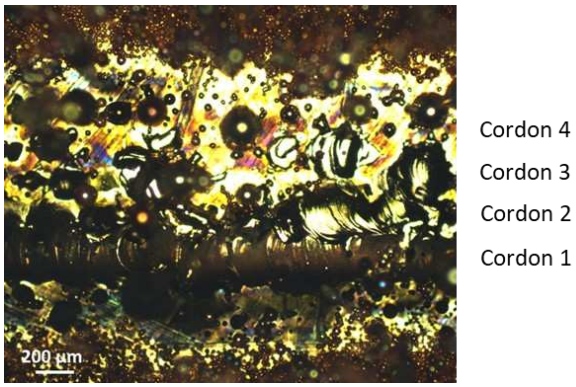


Figure III. 40 : surface de construction créée après 4 cordons (λ = 1030 nm, d = 180 µm, P = 2 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm)

Il semble donc préférable pour fabriquer du cuivre par SLM en IR avec une source laser de 1 kW, de positionner prioritairement le faisceau laser dans le lit de poudre en adaptant l'écart vecteur en conséquence. La poudre permet de créer plus facilement des bains liquides qui eux, absorbent mieux le rayonnement IR (12 % sur le liquide vs 5 % sur le solide) comme montré dans la partie III.1 et rappelé en Tableau III. 3. Une autre solution peut alors consister à adapter la stratégie de balayage comme nous le verrons plus loin.

Le problème est différent avec la longueur d'onde verte. Cette dernière étant mieux absorbée par le solide que par le liquide avec une absorptivité proche de celle des matériaux classiquement utilisés en SLM (25-40 %), les problèmes de positionnement de faisceau sont moins prépondérants et le choix de l'écart vecteur ne se justifie que par le bon recouvrement entre cordons.

III.3.3. La couche noire

III.3.3.1. Origine et mise en évidence

Un dépôt noir (appelé couche noire) sur les couches fabriquées a été observé par AddUp sur machine lors de la construction SLM de cuivre sur le banc d'essai et confirmé au PIMM sur le banc FAIR. Ce type de couche se rencontre assez fréquemment en soudage ou en traitement de surface par ablation laser (Girault, 2015) sous forme de suies et est généralement associée à la recondensation de nanoparticules issues de la vaporisation du métal. Le même dépôt peut également polluer les optiques dans les

machines SLM. Différentes questions se posent donc sur sa nature, son origine et les effets négatifs ou positifs qu'il peut avoir vis-à-vis de la fabrication additive de cuivre pur.

Afin d'identifier les conditions de formation de cette couche noire, nous avons réalisé :

- Des mono-cordons sur lit de poudre pour différentes valeurs de (P, V)
- Des surfaces 2D à (P, V) identique, pour différents écarts vecteurs

Dans le cas de mono-cordons (Figure III.41), cette couche noire n'est clairement identifiée que pour des régimes de fusion conduisant à des cordons quasi-continus ou du *balling*. Dans ces cas, pour lesquels seule la poudre fond et se vaporise sans réelle dilution dans le substrat, on peut penser que la condensation de la vapeur se produit rapidement et reste confinée à proximité de la zone d'interaction laser-matière. Dans le cas des cordons continus, la présence d'un capillaire de vapeur, donc d'une grande vitesse d'éjection de la vapeur métallique (> 100 m/s) disperse les vapeurs métalliques, limitant ainsi leur recondensation locale et le dépôt des suies noires.

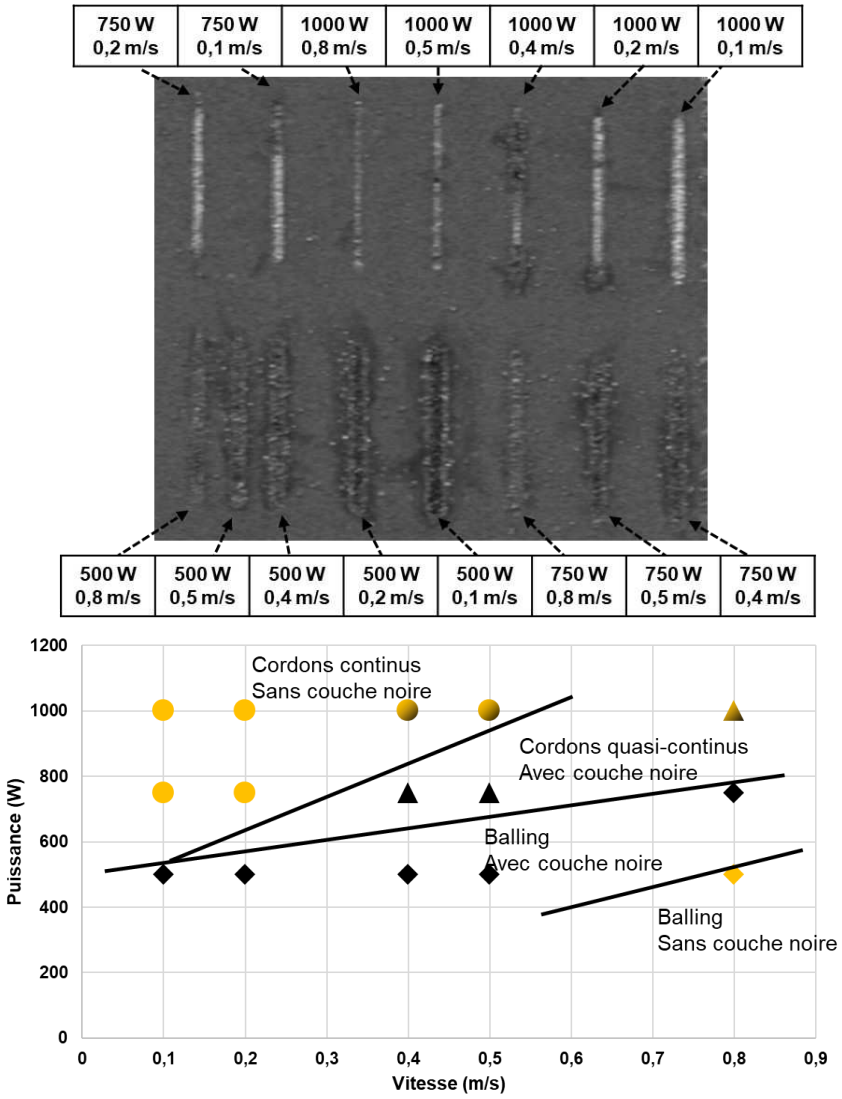


Figure III. 41 : (a) Présence de couche noire sur les mono-cordons après fusion et (b) corrélation avec la continuité des mono-cordons

Cette couche noire est également observable lors de la création de surfaces 2D, et en particulier pour des écarts vecteurs importants. Au regard des explications données précédemment sur les conditions de dépôt des vapeurs métalliques, on peut supposer que pour les *hatch* les plus rapprochés (50 et 100

µm), la vapeur recondensée issue du cordon n-1 est refondue par le cordon n débarrassant la surface de cette couche noire. Dans le cas présenté, P = 1000 W, V = 0.5 m/s, toutes les surfaces fabriquées sont régulières, ce qui pose la question de l'absorptivité de la surface. Afin de vérifier ce point, nous avons donc réalisé des mesures par sphère intégrante sur une surface « polluée » qui confirment la forte chute de réflectivité en présence de couche noire (R passe de 93 % à 52 %), donc l'amélioration du couplage laser-matière (Figure III. 42-b). Cet effet de couche redéposée est donc potentiellement plus bénéfique dans le cas du cuivre que dans le cas d'autres matériaux plus absorbants dans l'IR (Fe, Ni).

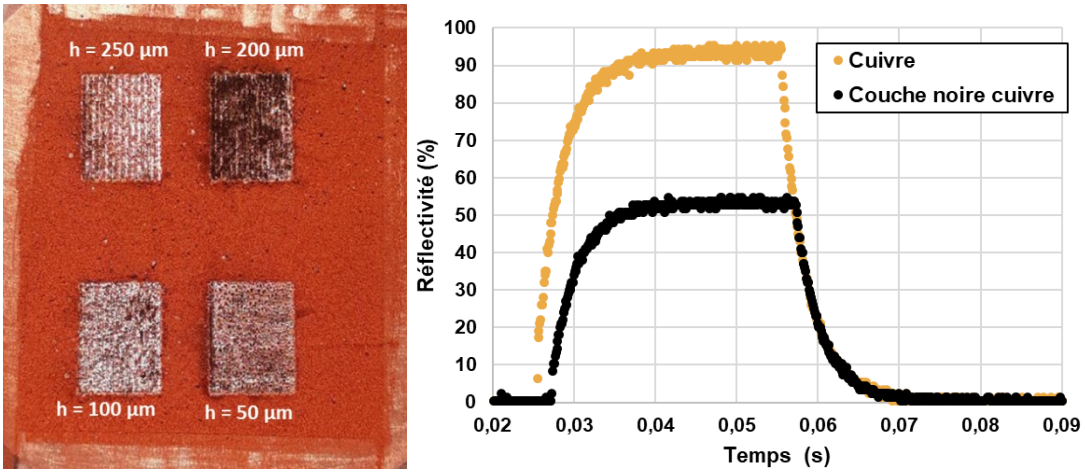


Figure III. 42 : (a) Identification de la couche noire sur des surfaces (1000 W, 0.5 m/s). (b) Mesures de réflectivité effectuée à faible puissance 6W - 30 ms sur une surface présentant de la couche noire

III.3.3.2. Analyse de la couche noire

Pour déterminer la nature de la couche noire, nous avons collecté les vapeurs métalliques et les éjectas issus de la fusion de mono-cordons, grâce à une lame de verre positionnée 2-3 mm au-dessus des lits de poudre lors de la fusion. Les essais ont été réalisés avec le laser vert 1 kW TRUMPF sur le poste laser fixe à des puissances de 500 W et des vitesses de 0.5 m/s.

Les plaques de verre sont ensuite métallisées avec quelques nm d'or pour les rendre plus conductrices, puis observées au MEB HITACHI. Les images MEB (Figure III. 43) indiquent des nanoparticules sphériques de 25 à 75 nm de diamètre qui se regroupent sous forme d'amas.

Des analyses EDS ont été réalisées sur : (1) des couches de nanoparticules déposées sur la plaque de Silice, (2) des particules présentes sur un éjecta issu de la fusion. Pour mémoire, la profondeur de la poire d'analyse des rayons X en EDS est de l'ordre de 1 µm. L'objectif est principalement d'évaluer la fraction atomique d'oxygène et de la comparer à celle de la silice SiO_2 support afin de savoir si la couche noire est composée de cuivre ou d'oxyde de cuivre.

La présence d'oxygène (en % atomique) est à peu près cohérente avec la présence de Silice (SiO_2), bien qu'un peu trop faible. Il est donc assez difficile de conclure sur la nature des condensats (cuivre pur Cu ou oxyde CuO). Toutefois, la mesure effectuée sur particule éjectée recouverte de suie noire présente un faible, mais notable enrichissement en oxygène qui traduit sans doute la présence d'un oxyde au sein de la couche recondensée.

Malgré tout, la couleur noire, qu'on peut retrouver en soudage sur alliages base Fe ou Ni, provient certainement plus de la taille nanométrique des particules et de l'épaisseur des couches, qui modifient l'indice optique du matériau, que de leur nature chimique.

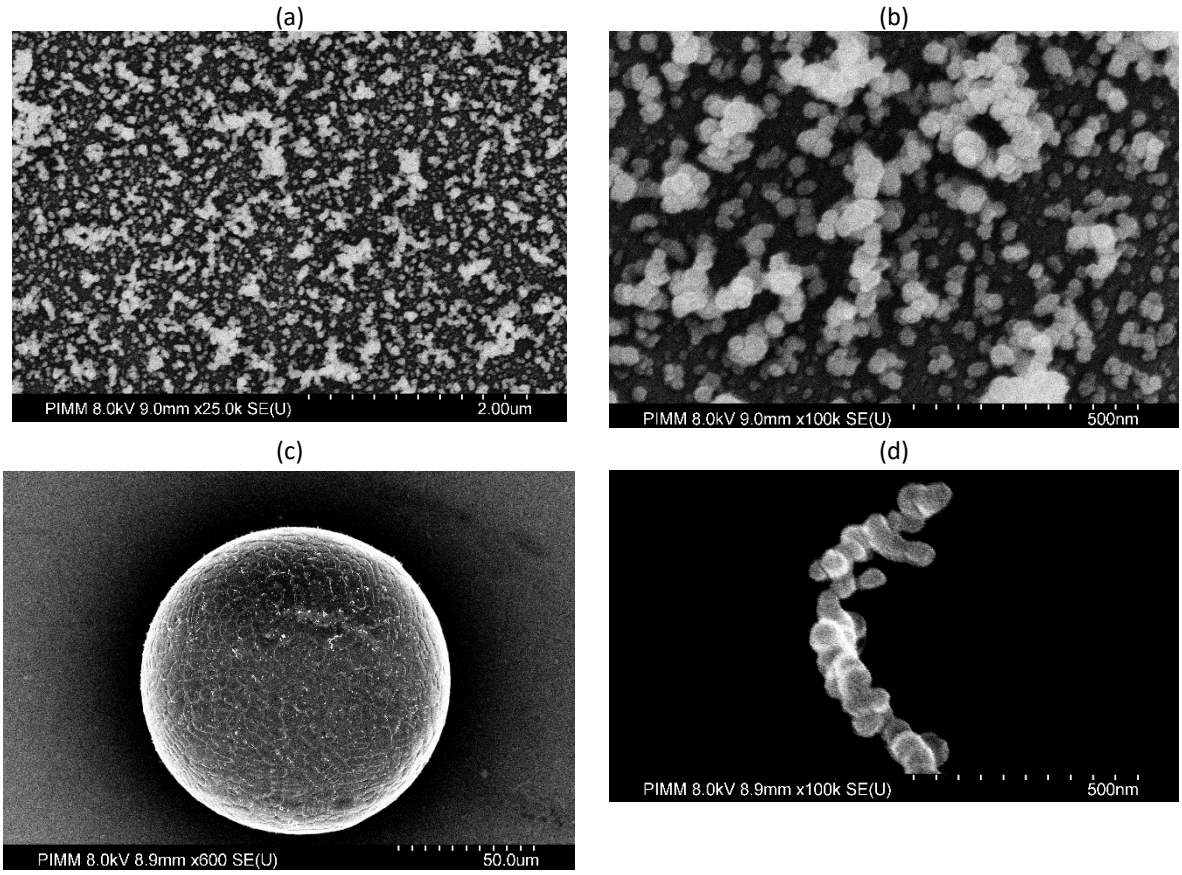


Figure III. 43 : (a)&(b) Analyse (x50k & x100k) des particules de fumées déposées sur la lame de verre. (c) Ejecta. (d) analyse (x100k) des particules de fumées déposées sur l'éjecta

	O	Si	Cu	Au	Ca	Na	Mg	K	C
Atom (%)	49,35	29,62	4,33	1,94	3,31	7,92	2,39	0,34	0,78

Tableau III. 6 : Analyse élémentaire (en % at) des particules déposées sur la lame de silice.

	O	Si	Cu	Au	Ca
Atom (%)	5,77	2,34	79,85	2,74	0,28

Tableau III. 7 : Analyse élémentaire (en %) des particules déposées sur un éjecta de cuivre.

III.3.4. Etude des éjections de matière

La maîtrise du procédé SLM passe également par la limitation des éjections de métal liquide qui se redéposent et polluent le lit de poudre et peuvent se retrouver sous forme d'inclusions dans les pièces fabriquées. Leur étude expérimentale consiste à quantifier l'évolution du nombre de particules éjectées, de leur taille, et de leur direction avec les paramètres du procédé.

III.3.4.1. Cas des mono-cordons

Lors d'essais mono-cordons avec le laser vert 1 kW sur le poste laser faisceau fixe (avec table de déplacement), on observe tout d'abord une inclinaison de l'angle moyen des éjections en fonction de la vitesse mais très peu de variation en fonction de la puissance (Figure III. 44). La variation de la direction des éjections peut être directement associée à la forme et l'inclinaison du capillaire de vapeur, et donc à la direction de la pression de recul comme indiqué par (Bidare, 2018) et modélisée par

(Fabbro, 2010). Dans les deux premiers cas (0.2 et 0.5 m/s), la détente des éjections est verticale ce qui correspond au cas de *keyhole* profonds et peu inclinés. Pour V= 0.8 m/s, le front avant du capillaire est plus incliné, et les éjections, comme la vapeur métallique se détendent perpendiculairement à ce front, ce qui incline la vapeur et les éjectas.

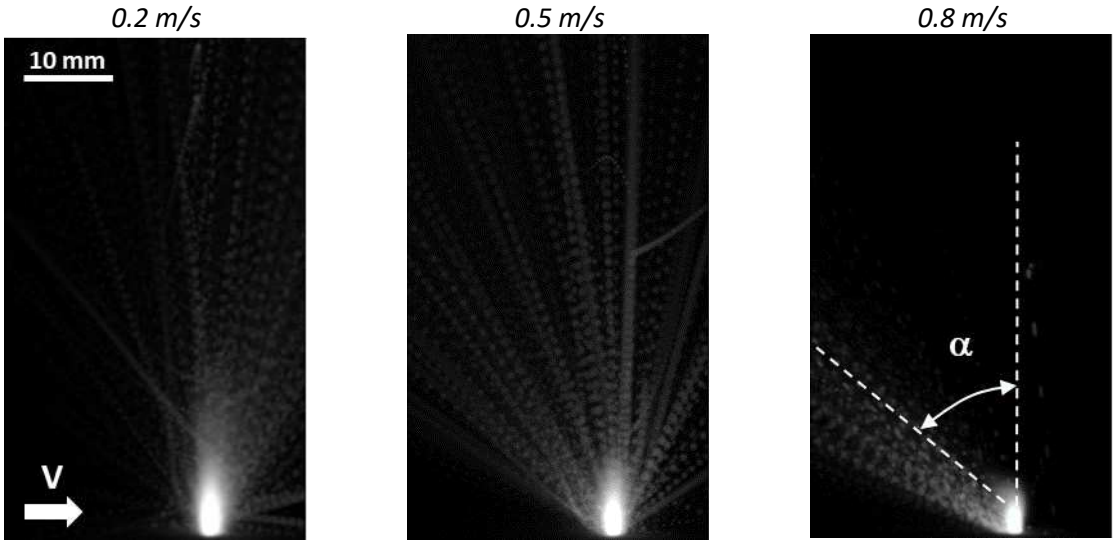


Figure III. 44 : Superposition d'images (suivant la vitesse, 200 à 500 images) issues de vidéos caméra rapide (10000 fps) en vue latérale. Visualisation des trajectoires des éjectas en fonction de la puissance et de la vitesse. La flèche blanche représente la direction de balayage (λ=515 nm), P= 800 W

Les images de ces vidéos permettent après un traitement d'image sous Python (réalisé par G.Chebil, doctorante PIMM-ONERA) de compter les éjections. Les vidéos n'ayant pas toutes le même nombre d'images à cause de la variation de vitesse de balayage, on considère le nombre moyen d'éjection par image. Dans un premier temps (Figure III. 45), en représentant le nombre d'éjectas en fonction du VED, on obtient une courbe en cloche, avec un maximum de 35-40 éjectas/image autour de 200-300 J/mm^3. Pour les cordons continus (au-delà de 200 J/mm^3), on remarque une diminution du nombre d'éjectas avec le VED, en contradiction avec les résultats obtenus sur Inconel 625 (Traore, 2021) et 316L (Gunenthiram, 2018).

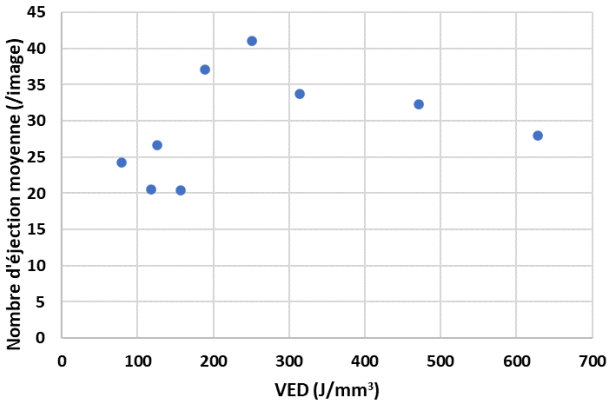


Figure III. 45 : Evolution du nombre moyen d'éjectas par image en fonction du VED

On obtient également un diamètre moyen de particules éjectées proche de 70 µm (Figure III. 46), à comparer à la granulométrie de la poudre (15-45 µm), ainsi qu'un nombre significatif (1 à 2 par image) de très gros éjectas de diamètre > 150 µm voire 200 µm, qui peuvent traduire l'explosion du bain liquide. Ces derniers sont toujours projetés vers l'arrière du bain liquide. Cette taille de macro-éjecta est rarement observée avec une telle périodicité sur des matériaux SLM usuels (Inconel 625, 316L) et

confirme le caractère instable de la fusion SLM du cuivre. Enfin, la quantité de ces macro-éjectas semble varier plus nettement avec la vitesse de balayage qu'avec la puissance laser.

Ces gros éjectas issus de la zone fondue peuvent d'une part s'expliquer par la longueur réduite des ZF sur Cu : l'écoulement fluide dirigé vers l'arrière de la ZF rencontre plus rapidement le front de solidification, ce qui facilite son éjection. Ce phénomène est également facilité par la tension de surface du cuivre, 2 fois inférieure à celle du 316L ou de l'Inconel 718 (Figure I.28).

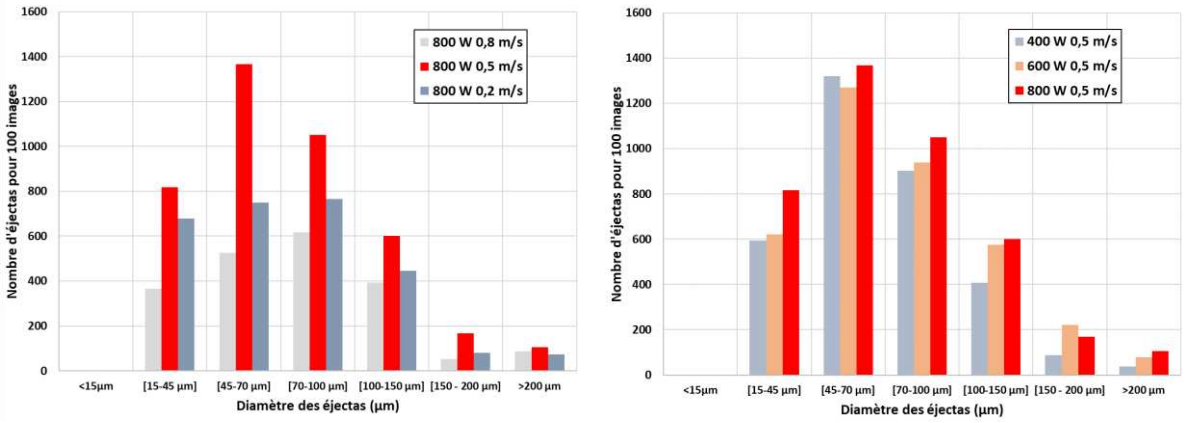


Figure III. 46 : Evolution du nombre d'éjectas mesurés (en moyenne sur 100 images) et de leurs diamètres respectifs pour une variation de vitesse à P = 800 W (0.2 m/s, 0.5 m/s, 0.8 m/s) et une variation de puissance à V= 0.5 m/s (400 W, 600 W, 800 W)

D'autre part, en s'intéressant plus précisément à la direction des gros des éjectas (diamètre supérieur à 120 µm), on remarque que dans leur majorité, ils sont dirigés vers l'avant du bain liquide. Comme illustré sur l'exemple de la Figure III. 47, vidéo prise sur le banc laser fixe avec le laser vert TRUMPF 1 kW, on distingue (entouré en jaune) la formation d'une gouttelette en amont du bain liquide (Figure III. 47-b) qui en réinteragissant avec le laser (Figure III. 47-d) est catapultée vers l'avant du bain liquide (Figure III. 47-d-e). On remarque sur la (Figure III. 47-f) la formation d'une autre gouttelette (entourée en orange) par accumulation de grain de poudre.

Ce phénomène d'éjection de gros éjectas vers l'avant est indépendant de la longueur d'onde ou des conditions paramétriques. On le retrouve aussi bien pour des cordons continus que pour des cas de balling. Les vidéos de caméra rapide vu de dessus permettent de mieux appréhender le mécanisme de formations de ces éjectas. La Figure III. 48 la formation d'une gouttelette de liquide par accumulation de trois plus petites gouttes (Figure III. 48-b) pour un essai avec le laser vert IPG (P = 300 W, V = 0.2 m/s) donnant un cordon quasi-continu. La particule de taille supérieure à 100 µm formée est ensuite partiellement fondue par le passage du laser. Soit la particule est incorporée au bain liquide (déformant la trajectoire Figure III. 22) soit elle se retrouve éjectée.

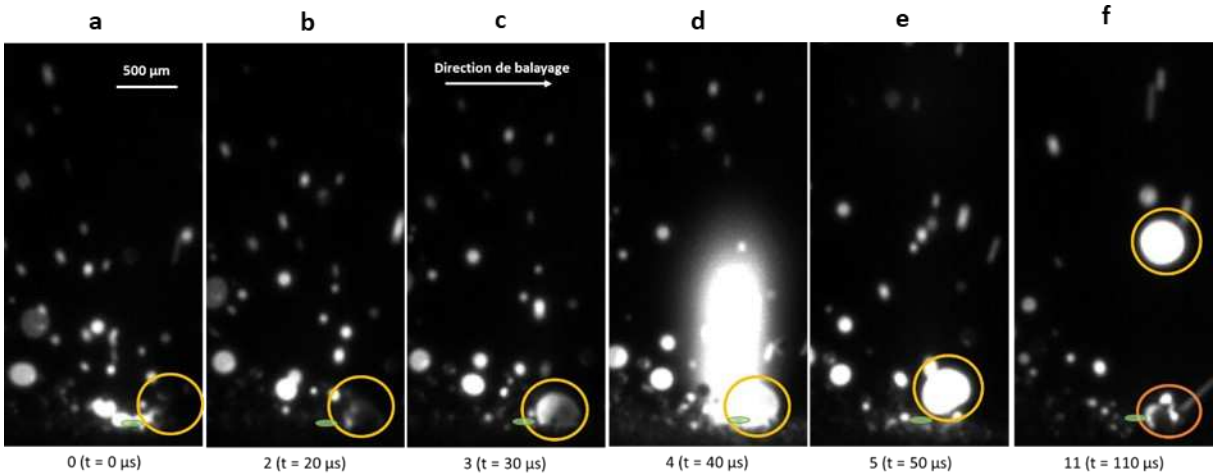


Figure III. 47 : Extraits de vidéos caméra rapide (10000 fps) en vue latérale. Suivi de la formation et de la trajectoire d'un éjectas de diamètre supérieur à 200 µm (cercle jaune). La flèche blanche représente la direction de balayage, le cercle vert la position approximative du faisceau (TRUMPF 1 kW : λ=515 nm, P = 800 W, V = 0.5 m/s)

Cette formation des gros éjectas par accumulation de particules avant le passage du laser n'est pas spécifique à la forte densité de puissance, ce phénomène est observé pour toute les longueurs d'onde, que les cordons soient continus ou non. On observe ci-dessous (Figure III. 48) la formation en amont du bain liquide d'une gouttelette de liquide par la fusion en amont du bain liquide de 3 sphères de liquide (Figure III. 48-b). La particule dont la taille est proche de celle du bain liquide, n'est pas incorporée à ce dernier lors du passage du laser. Un éjecta est alors créé vers l'avant du bain liquide.

Le phénomène d'éjection présenté ici est surement dû à une évaporation partielle de la particule. La pression de recul éjecte la particule logiquement vers l'avant du bain liquide. Le point intéressant est la création des éjectas en amont du bain liquide dans la zone dénudée. Les réflexions du rayonnement laser sur la surface sphérique du bain liquide (ici peu ou pas déformé par la vaporisation de la matière et la présence d'un *keyhole*) sont peut-être la source de création des éjectas.

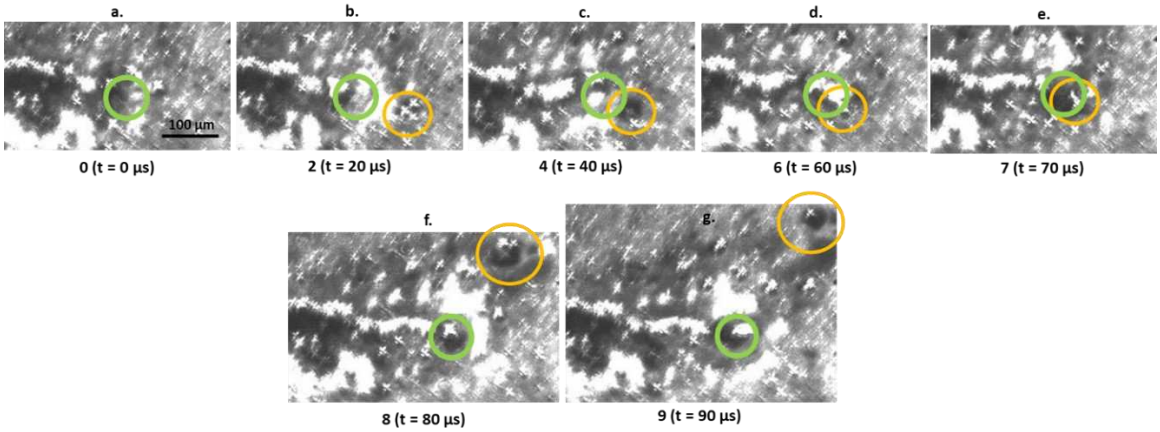


Figure III. 48 : Essais laser vert IPG (λ=532 nm, D = 80 µm, P= 800 W, V = 0.5 m/s), images issues de caméra rapide (10000 fps), vue de dessus : formation de « gros » éjectas partant vers l'avant du bain liquide. En vert : position du faisceau laser.

III.3.4.2. Analyse des éjectas lors de la fusion de surfaces 2D

En Figure III. 49 on compare, sur des surfaces de fabrication, les images obtenues lors du premier et du cinquième cordon pour P= 480 W et V= 0.5 m/s, avec le laser vert 1 kW et une tête scanner (au lieu

d'une configuration faisceau fixe). Le laser n'est donc plus fixe par rapport à la caméra, ce qui complique la mesure des tailles d'éjectas. Cette condition (P, V) permet de construire une surface quel que soit le *hatch* utilisé. On observe grâce à ces superpositions d'images une diminution du nombre d'éjection de matière entre le 1er et le 5ème cordon pour les *hatch* les plus faibles (50 et 100 µm). Plus on espace les cordons, plus le niveau d'éjections reste stable et important.

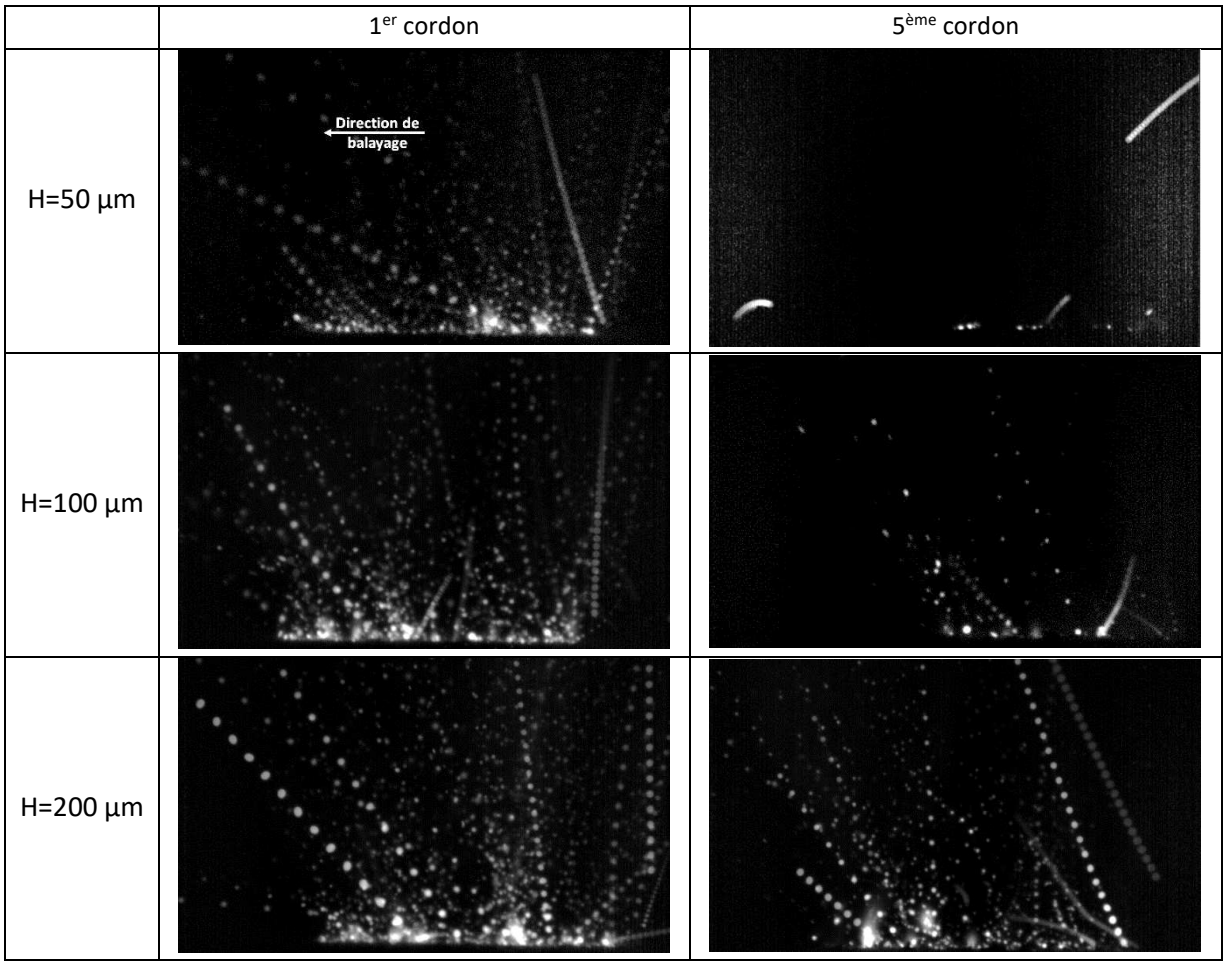


Figure III. 49 : Superposition d'images issues de vidéos caméra rapide (10000 fps) lors de la fabrication de surfaces. Visualisation latérale des éjectas en fonction de l'écart vecteur et du n° de cordon. La flèche blanche représente la direction de balayage pour toutes les images.

Ces résultats confirment le fait que dans le cas d'écart vecteurs réduits, l'interaction laser-matière se produit dans une zone dénudée et non plus dans le lit de poudre. Dans ce cas, la fabrication de matière se produit par un mode indirect de fusion, avec entraînement et incorporation de la poudre dans les zones fondues lors de la dénudation. Dans le cas du cuivre, ce régime de fusion parait donc plus stable que celui mettant en œuvre une interaction directe avec le lit de poudre. On retrouve de plus la forte présence de « grosses » particules éjectées vers l'avant du bain liquide pour les différents essais.

III.4. Effet d'un revêtement (Ni ou C) ou d'une oxydation sur la fusion SLM du cuivre pur par laser IR

En reprenant les idées déjà formulées par (Jadhav et al., 2020), nous avons évalué l'intérêt d'utiliser un revêtement sur les poudres de cuivre afin d'améliorer l'interaction avec le rayonnement laser IR. Deux

types de revêtements ont été testés (nickel et carbone) sur les poudres avec des épaisseurs théoriques respectives de 10 – 50 nm sur le nickel et 150 nm pour le carbone. Nous présentons ici les effets de ces revêtements sur : (1) les propriétés d'absorption laser, (2) la réalisation de mono-cordons SLM et (3) la mise en œuvre de surfaces de construction 2D.

III.4.1. Propriétés d'absorptivité en fonction de la nature ou de l'épaisseur du revêtement (Ni et C)

Ces mesures ont été faites sur des lits de poudre de 200 µm d'épaisseur, avec un faisceau laser IR *top-hat* de diamètre 200 µm, lors de tirs statiques de P = 3.2 W, t = 40 ms répétés entre 4 et 6 fois pour chaque matériau. Les signaux de photodiode sont présentés en Figure III. 50-a. A la fin du tir, et sur les trois poudres revêtues, les signaux de la photodiode tendent vers une même valeur. Ce phénomène est à relier (Figure III. 50-b), à la formation d'une sphère de cuivre fondu au centre du tir laser pour les trois poudres revêtues et un effet géométrique de la « goutte sphérique liquide » de cuivre sur la valeur de réflectivité en fin de tir laser. On ne considère donc que les données entre les traits pointillés sur la Figure III. 50-a pour estimer l'absorptivité du lit de poudre.

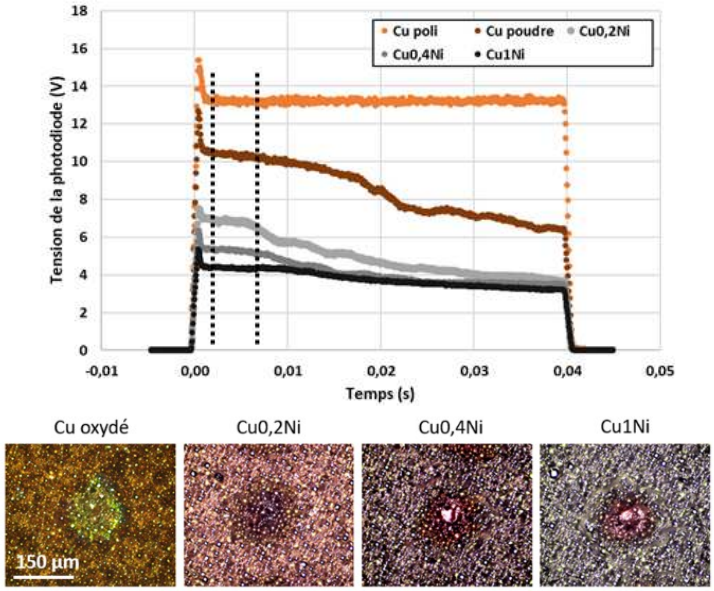


Figure III. 50 : Tension de la photodiode en fonction du temps pour les essais tirs statiques sur poudre revêtue de Nickel et (b) vue des tirs statiques au microscope

Les résultats (Figure III. 51) montrent finalement une augmentation très claire de l'absorptivité sur les poudres revêtues. Plus le taux de nickel, donc l'épaisseur du revêtement est importante, plus le lit de poudre est absorbant (depuis 22 % sur le lit de poudre de Cu pur jusqu'à 67 % pour le revêtement à 1% Ni). Au-delà d'une certaine épaisseur (pour Cu0.4Ni = 50 +/- 30 nm et Cu1Ni = 120 +/-50 nm) on retrouve l'absorptivité de la poudre de nickel et l'absorption du faisceau laser se produit exclusivement dans le revêtement nickel sur quelques dizaines de nm, sans interaction avec le cuivre.

Pour le revêtement à 0.2% de Nickel, l'absorptivité réduite (48 %) est sans doute liée à une couche de Nickel trop fine (théoriquement < 10 nm) et inhomogène.

Les mêmes mesures ont été réalisées toujours en laser IR sur une poudre de Cu revêtue de 500 nm de carbone pour un lit de poudre d'épaisseur 110 µm, et lors de mono-cordons avec une variation de

puissance de 100 W à 1 kW. Ces mesures montrent une forte absorptivité de la poudre revêtue (A = 72 %) à un niveau proche de celui d'une plaque de Cu revêtue de 7 µm de spray carbone (A = 80 %).

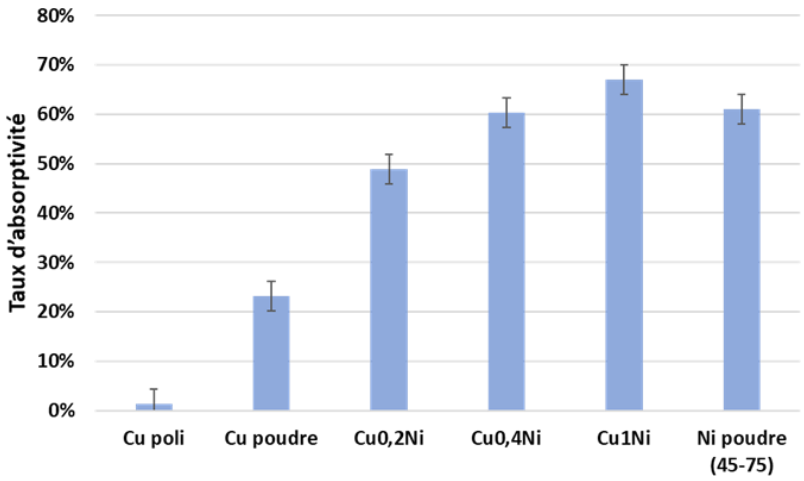


Figure III. 51 : Evolution de l'absorptivité des lits de poudre revêtues de nickel pour des tirs statiques de 3.2 W d'une durée de 40 ms avec un faisceau laser IR de diamètre 200 µm (phase solide)

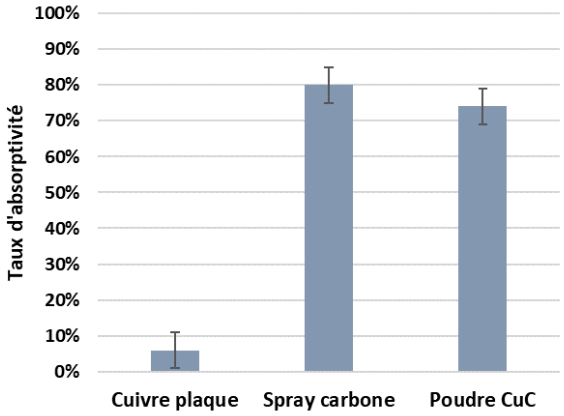


Figure III. 52 : Mesures d'absorptivité sur un plaque recouverte de 7 µm de spray carbone et d'une poudre de cuivre revêtue de 500 nm de carbone (laser IR)

III.4.2. Mono-cordons et draps 2D

Cette partie vise à expérimenter les poudres revêtues lors de la fusion de mono-cordons et de surfaces par laser IR, afin d'évaluer l'effet des revêtements. L'objectif est de vérifier si l'augmentation d'absorptivité dans le lit de poudre se traduit dans les mono-cordons et les surfaces fabriquées.

III.4.2.1. Effet d'un revêtement de Nickel sur les poudres

Une série de mono-cordons a été réalisée sur une large gamme de VED, en faisant varier la puissance entre 250 W à 1000 W et la vitesse entre 0.1 à 0.8 m/s, pour un diamètre laser de ~ 60 µm. Pour ce qui concerne la continuité des cordons, on retrouve le même domaine de stabilité (P, V) avec et sans revêtement alors qu'on aurait pu s'attendre à obtenir des cordons continus pour des puissances réduites au vu des améliorations d'absorptivité. La Figure III. *53*-a montre l'aspect des mono-cordons pour une même paramétrie (P-V) en fonction du taux de nickel. La Figure III. 54 met en évidence une

légère augmentation de profondeur fondue et une réduction de largeur avec 0.4% Ni, sans réelle modification de la surface totale fondue (Figure III. 55). Le meilleur couplage laser-matière en présence de Ni semble donc n'avoir que peu d'effet sur le volume de matière fabriquée, donc sur l'absorption globale de l'énergie en SLM une fois un *keyhole* créé.

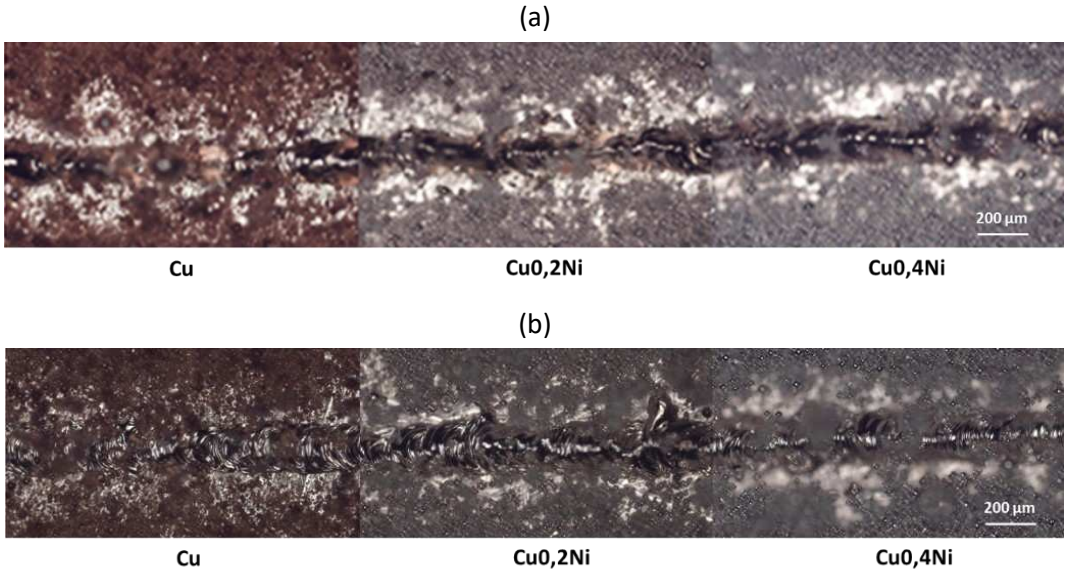


Figure III. 53 *: Mono-cordons réalisés pour (a-c) P = 1 kW et V = 0.6 m/s (VED = 589 J/mm³) et (b-d) P = 750 W et V = 0.4 m/s (VED = 663 J/mm³) en fonction du taux de Nickel - (a-b) vue de dessus et (c-d) vue en coupe*

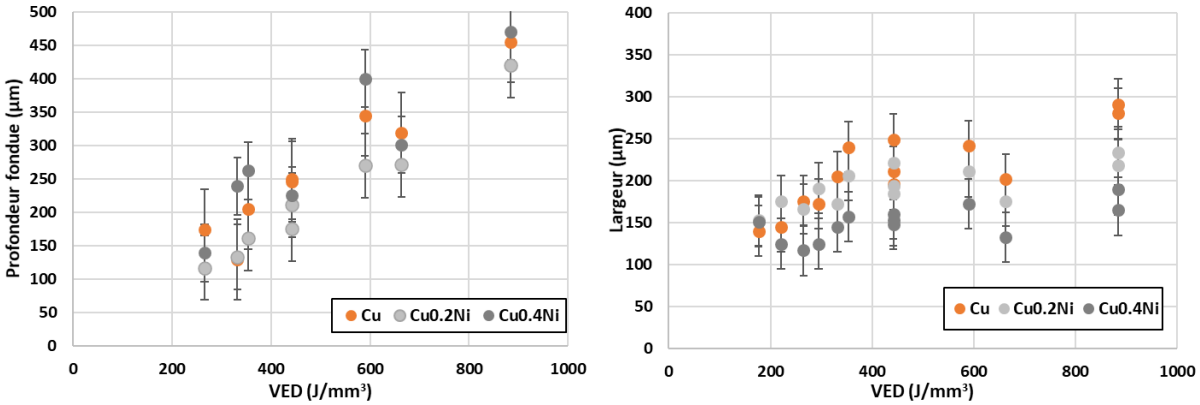


Figure III. 54 : (a) Profondeur fondue et (b) largeur des cordons en fonction du VED

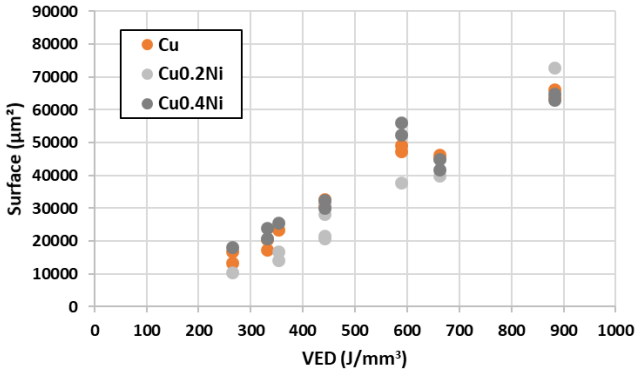


Figure III. 55 : Mesure des surfaces fondues pour les trois poudres (cuivre pur, cuivre revêtu de 0.2 % et 0.4 % massique de Nickel).

Pour conclure, les résultats sur mono-cordons montrent un effet modéré du revêtement de nickel, bien inférieur à ce que laissaient présager les augmentations d'absorptivité dans le lit de poudre. L'explication la plus plausible est que l'interaction laser-matière se produit majoritairement sur une phase liquide, l'apport du revêtement servant uniquement à initier la fusion. Lors de la fusion, le nickel est alors dilué dans le bain liquide en cuivre et son apport bénéfique vis-à-vis de l'absorptivité se trouve limité dès le moment où il forme un alliage Cu-Ni. Des surfaces 2D ont également été réalisées pour différents écarts vecteurs, avec des résultats similaires entre Cu revêtu et Cu pur.

III.4.2.2. Effet d'un revêtement de Carbone

Les essais mettant en œuvre des revêtements carbone ont été réalisés en deux étapes : (1) en pleine tôle avec un spray aérosol carbone permettant d'obtenir un revêtement épais de 7 µm et, (2) avec de la poudre Cu revêtue d'une couche de 500 nm de carbone.

III.4.2.2.1. Essais avec revêtement sur pleine tôle

Les essais pleine tôle ont permis de mettre en évidence l'importance de la position du faisceau laser. Comme montré sur la Figure III. 56-a, le faisceau laser est positionné légèrement en amont du bain liquide lors de la fusion. Le revêtement joue donc ici un rôle bénéfique dans la formation et le maintien du bain liquide. Dès que le revêtement disparaît, le bain liquide disparait. Dans ce cas, l'absorptivité de la plaque revêtue située en amont de bain liquide joue donc un rôle majeur dans l'interaction laser-matière même si le laser est contenu à plus de 70 % dans le liquide dilué.

Ces essais questionnent surtout la position du faisceau laser lors de la fusion d'un cordon et l'importance que peut avoir l'absorptivité de la phase solide. Dans le cas d'un lit de poudre, on peut se demander si la zone dénudée en amont du bain liquide ne joue pas un rôle dans l'absorptivité et la stabilité des zones fondues.

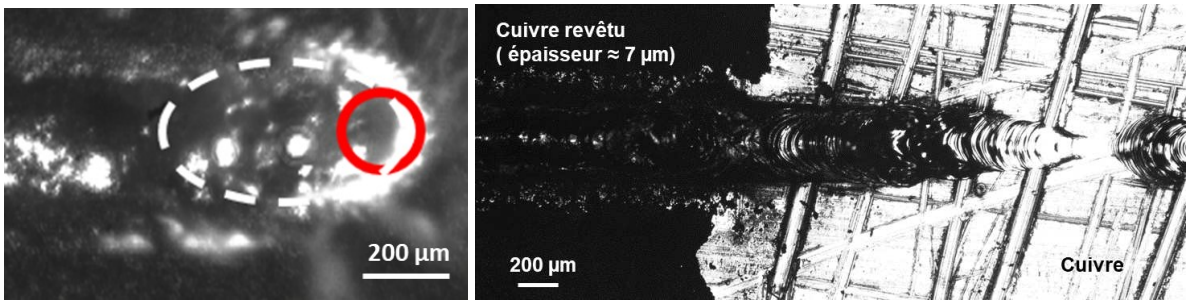


Figure III. 56 : Fusion laser IR sur substrat revêtu de C (P = 2500 W ; d = 180 µm et V = 0.5 m/s) (a) Extrait de vidéo rapide (10000 fps) avec le laser en rouge par rapport à la zone fondue et (b) vue de dessus du cordon lors du changement de surface (avec revêtement à gauche et sans revêtement à droite).

Nous avons ensuite tracé l'évolution de la profondeur fondue avec le VED (Figure III. 57-a) à partir de coupes métallographiques. Sur le matériau revêtu, on observe une profondeur fondue importante et la création d'un capillaire de vapeur pour les fortes puissances alors que sans revêtement, la profondeur fondue est quasiment inexistante. On peut alors, comme dans la partie III.2.3.5 utiliser le modèle de (Fabbro, 2020) pour estimer l'absorptivité de la surface en utilisant l'équation (III.5). On obtient (Figure III. 57-b) une absorptivité qui diminue de 55 % à 30 % en régime de conduction (tout en restant supérieure à celle du cuivre liquide), et qui ré-augmente avec la formation du capillaire.

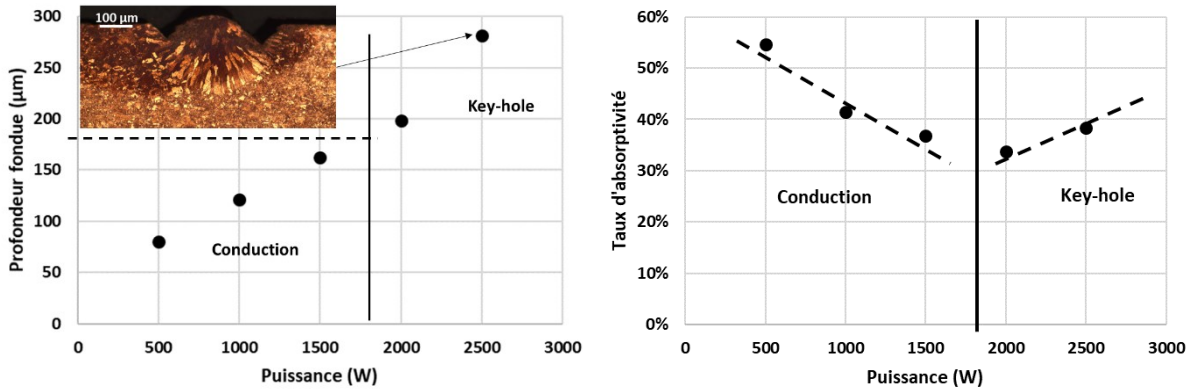


Figure III. 57 : Profondeurs fondues sur substrat de cuivre pur revêtu de 7 µm de spray carbone

III.4.2.2.2. Essais de fusion laser IR avec poudre de cuivre revêtue de carbone

Ces essais ont été réalisés sur le banc FAIR avec un faisceau IR gaussien de 90 µm de diamètre à $1/e^2$. A première vue, comme illustré en Figure III. 58, la poudre de cuivre revêtue de 500 nm de carbone (CuC) permet de réaliser des cordons significativement plus larges à puissance et vitesse équivalente par rapport à une poudre de cuivre pur. Cependant, la Figure III. 58 illustre aussi un point étonnant : les cordons bien que laissant une trace de fusion plus large ne présentent aucune hauteur fabriquée.

Il semble donc que le laser chauffe beaucoup plus la plaque-substrat, sans que les grains de poudres ne réussissent à coalescer pour former un bain liquide au-dessus du substrat. Une explication possible est que la surface des grains de poudre absorbe énormément d'énergie qui amplifie la fusion du substrat de cuivre mais que la coque de carbone de l'ordre de 0.5 µm qui recouvre les particules de d~30 µm reste solide et ne permet pas leur coalescence au sein d'une zone fondue. Dans ce cas, c'est donc l'épaisseur excessive de C déposée sur les grains qui poserait problème. Finalement, l'utilisation de cette poudre revêtue de 0.5 µm C est rédhibitoire pour l'utilisation en SLM.

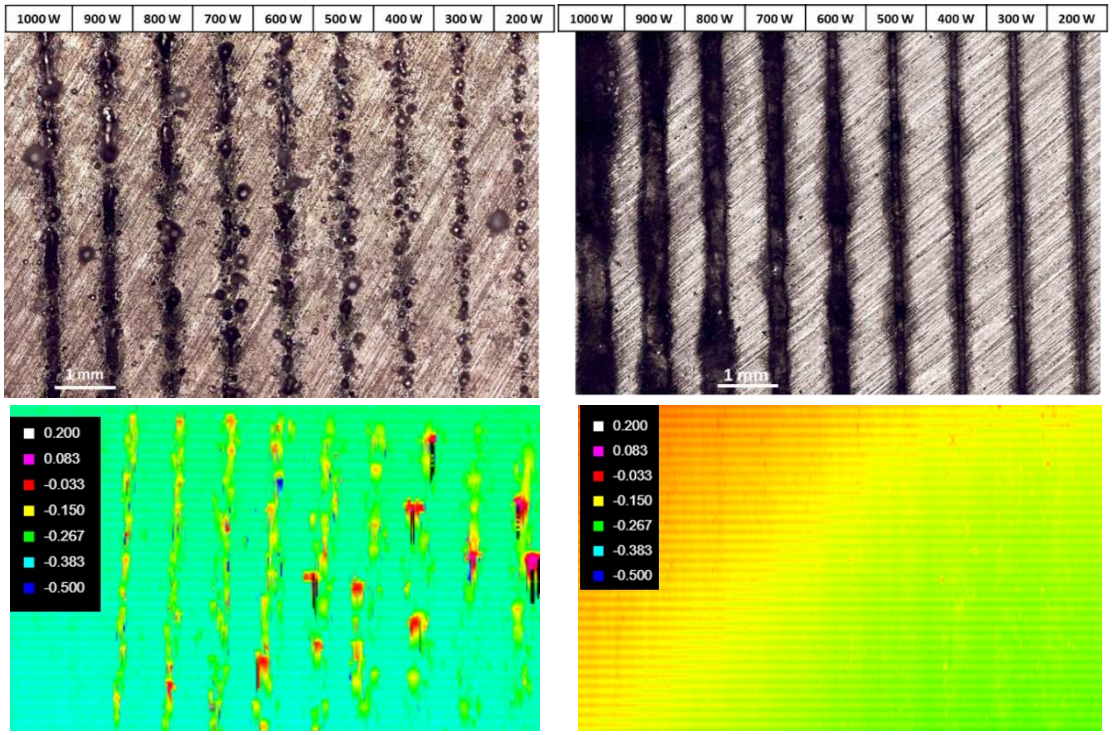


Figure III. 58 : Comparaison des cordons réalisés avec la poudre de cuivre pur (a) et la poudre de cuivre revêtue de Carbone (b). La poudre revêtue ne permet pas la fabrication de matière.

III.4.3. Effet d'une oxydation des poudres

L'oxygène, en très faible proportion (< 0.1 %) peut avoir un effet bénéfique ou neutre sur la conductivité électrique du cuivre. C'est pour cette raison qu'il a été choisi dans cette étude.

Des mesures d'absorptivité ont donc été réalisées avec le faisceau laser IR TRUMPF 10 kW, un diamètre 200 µm et la sphère de diamètre 160 mm. Comme pour la mesure sur la poudre revêtue de Nickel, on observe (Figure III. 59) une augmentation de l'absorptivité avec le temps d'oxydation et l'épaisseur d'oxyde créé.

Cependant, la poudre de cuivre oxydée dans le four au PIMM est difficile à étaler en raison de phénomènes de frittage. Une poudre de cuivre oxydée fabriquée par LIFCO (0.1 % O) a donc été livrée en fin de thèse. Cette poudre a été utilisée pour mesures d'absorptivité avec un faisceau laser IR focalisé à 200 µm. Les mesures montrent une augmentation de l'absorptivité du lit de poudre de 24 % pour le cuivre non oxydé à 48 % pour la poudre oxydée en lit fluidisé contenant 1000 ppm d'oxygène et une augmentation jusqu'à 65 % de l'absorptivité du lit de poudre pour la poudre oxydée au four (400 °C – 20 min) et contenant plus de 8 % d'oxyde (Figure III.60).

En toute fin de thèse des mono-cordons sur poudre Cu - 0.1% (épaisseur théorique de CuO : 40 nm) ont été réalisés sur le banc FAIR avec un faisceau IR Gaussien de 55 µm de diamètre. Comme pour la poudre revêtue de Nickel, on observe peu de variation des dimensions des mono-cordons avec l'apport du revêtement (Figure III.61) ce qui semble confirmer que les poudres fonctionnalisées ont peu de variation des dimensions des cordons avec le revêtement d'oxyde. Comme pour le revêtement Nickel, les lits de poudre sont plus absorbants mais cette augmentation d'absorptivité ne se retrouve pas lors de la réalisation des mono-cordons. Lorsque le bain liquide puis le *keyhole* sont créés, les revêtements ne semblent pas affecter l'interaction laser-matière.

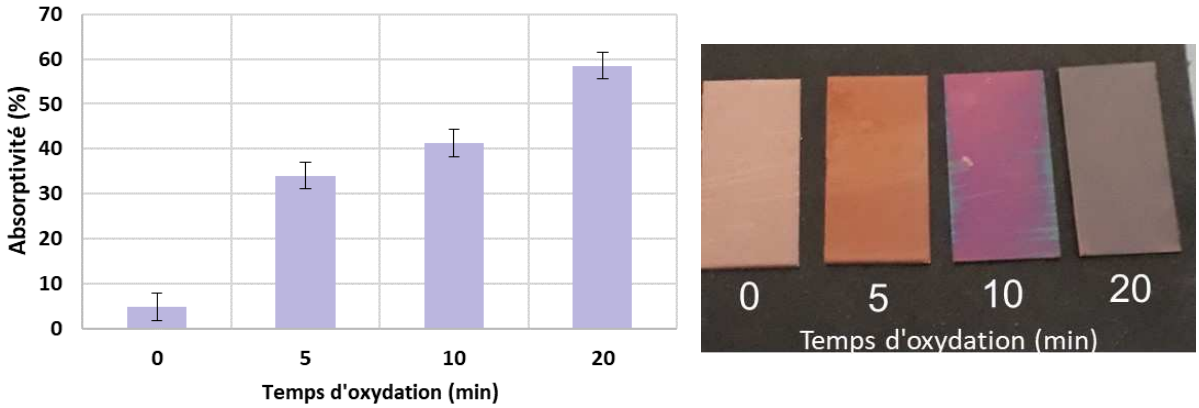


Figure III. 59 : Absorptivité en fonction du temps d'oxydation à 400 °C dans un four à air ambiant et (b) photos des plaques oxydées

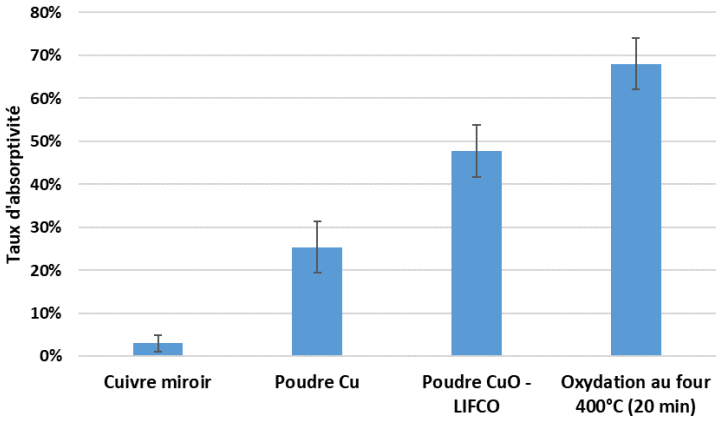


Figure III. 60 : Absorptivité du cuivre en fonction du mode d'oxydation (lit fluidisé / four)

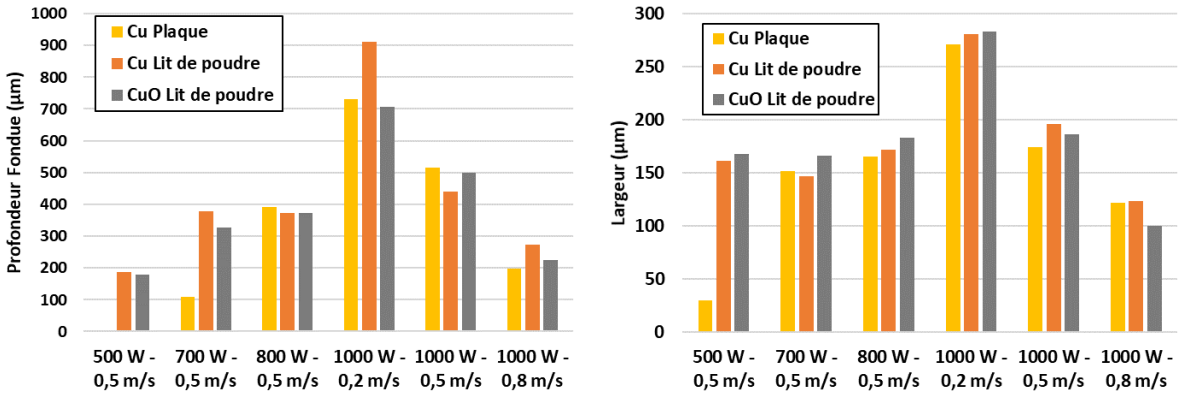


Figure III. 61 : Profondeur fondue et largeur des mono-cordons réalisés pour des tir pleine tôle et des lits de poudre de cuivre pur et cuivre oxydée (LIFCO) d'épaisseur 70 µm (D = 55 µm)

III.4.4. Bilan sur l'intérêt d'un revêtement

Le revêtement apporte un réel bénéfice pour augmenter l'absorptivité du lit de poudre quel que soit sa nature (Ni, C). Cependant cet effet ne se retrouve pas forcément sur les mono-cordons et par conséquent sur les draps 2D. Le revêtement nickel, contrairement au revêtement carbone qui, parce que trop épais, s'avère inutilisable pour des fabrications SLM, permet cependant de construire des mono-cordons avec une hauteur maîtrisée, sensiblement supérieure à celle obtenue avec de la poudre non revêtue.

III.5. Conclusion du chapitre III

A cours de cette première partie expérimentale, nous avons évalué les possibilités de mise en œuvre d'une fusion SLM sur un lit de poudre constitué de particules de cuivre pur, pour différentes longueurs d'onde (essentiellement 1080 nm – IR et 515 nm - vert), et en utilisant principalement des mesures de réflectivité et la réalisation de mono-cordons ou de surfaces de construction.

Les analyses d'absorptivité, basées sur la technique de sphère intégrante ont confirmé que la longueur d'onde du laser impacte clairement l'absorptivité de la zone d'interaction, avec une nette augmentation d'absorptivité en passant d'une longueur d'onde IR (1080 nm) à un rayonnement vert (515-530 nm). Ces résultats sont rappelés ci-dessous dans le Tableau III. 8. Cette augmentation est plus faible à l'état liquide (12 % => 25 % contre 5 % => 40 % sur le cuivre solide) ce qui réduit un peu l'intérêt

du rayonnement vert, l'absorption du laser en SLM se produisant essentiellement sur une couche liquide peu déformée ou sur les parois liquides d'un *keyhole*. Un résultat atypique concerne la variation d'absorptivité entre le cuivre solide et liquide dans l'IR et le vert. Dans le premier cas (IR), en accord avec le modèle de Drude, cette absorptivité augmente lors de la fusion (5 % => 12 %). Dans le second cas (vert), elle diminue (40 % => 25 %), sans explication physique claire.

Longueur d'onde		Vert (515 nm – 532 nm)	IR (1030 nm – 1080 nm)
Absorptivité	Lit de poudre (sol)	80%	22%
	Pleine tôle (sol)	40%	5%
	Liquide	25%	12%
	Keyhole	70 % - 80 %	50 % - 70 %

Tableau III. 8 : Rappel des absorptivités mesurées en fonction de la surface d'interaction et de la longueur d'onde.

Ces mesures d'absorptivité originales, résolues en temps, et réalisées lors de mono-cordons SLM et lors de la réalisation de surfaces de construction (Figure III. 37 & Figure III. 38), mettent également en évidence d'importantes fluctuations (surtout sur les surfaces), attribuées à l'effet des éjectas liquides, qui captent partiellement la lumière incidente ou réfléchie et nuisent à la stabilité des résultats.

Le changement de longueur d'onde (IR => vert) permet de réduire la puissance nécessaire pour atteindre l'état liquide et celui de *keyhole* (Figure III. 18). On obtient donc des cordons continus pour des puissances deux fois plus faibles avec un laser vert qu'avec un laser IR, en accord avec la différence de puissance absorbée à l'état liquide. Les diagrammes de stabilité (P-V) réalisés pour les deux longueurs d'onde (Figure III. 15 Figure III. 16) traduisent bien ce phénomène, avec un domaine de stabilité fortement élargi en laser vert. Cette plage de stabilité élargie autorise donc un choix de paramètres P-V plus large pour la fabrication de pièces 3D en laser vert. En représentant ces diagrammes de stabilité (P-V) en puissance absorbée, donc en traçant (P_{abs}-V), on retrouve une parfaite coïncidence (Figure III. 19) entre les essais mono-cordons réalisés dans le vert et l'IR, ce qui confirme que seule la différence d'absorptivité permet de distinguer les deux fusions laser (IR et vert).

L'étude des dimensions des mono-cordons montre également que, pour les diamètres laser considérés (80-100 µm), il est quasiment obligatoire [2] de former un capillaire de vapeur avec des rapports d'aspect > 1 pour obtenir un cordon stable (Figure III. 24 & Figure III. 26). La fusion en régime de conduction, donc sans *keyhole*, n'est pas compatible avec une fusion régulière du lit de poudre et un cordon stable, même lorsque le rayonnement est correctement absorbé comme en laser vert.

Une différence de comportement notable est également mise en évidence entre la fusion SLM par laser IR ou laser vert : en laser IR, en raison de la très faible absorptivité du substrat - donc des zones dénudées (5-7 %), il est moins aisé d'utiliser des écarts vecteurs classiques (faibles) avec les conditions (P, V) à disposition (Figure III. 40). La fusion SLM est plus stable lorsque l'interaction se produit sur le lit de poudre à chaque cordon, donc avec des écarts vecteurs importants (> 200 µm). Il sera donc nécessaire d'adapter la stratégie de balayage pour pouvoir combler les zones inter-cordons non fusionnées. Ce point sera traité dans le chapitre IV.

[2] Cette conclusion est à modérer en considérant des résultats récents obtenus par A. Domine (ICB/UTBM) sur une machine SLM laser vert, qui montre qu'avec un faisceau de 200 µm de diamètre, un régime de fusion par conduction stable est possible. La taille de faisceau favorise dans ce cas la fusion par conduction.

En laser vert (515-530 nm), la bien meilleure absorptivité du solide (40 %), permet un régime de fusion SLM plus classique, avec de faibles écarts vecteurs, donc un recouvrement géométrique entre cordons adjacents. En cela, le rayonnement vert constitue donc une solution technologique attractive.

Enfin, dans le cas particulier de la fusion SLM dans l'IR, deux aspects ont été étudiés :

- La présence d'une couche de suie noire constituée de nanoparticules de l'ordre de 50-75 nm et issue de la vapeur recondensée formée lors de la fusion SLM en régime de keyhole, qui en se redéposant autour des cordons, augmente nettement l'absorptivité de la surface (Figure III. 42). Nous reviendrons sur l'intérêt de cette couche au chapitre 4
- La possibilité de revêtir les poudres de cuivre de matériaux absorbants (Ni ou C). Dans ce cas, si le gain d'absorptivité est manifeste (Figure III. 51), les résultats de fusion SLM mono-cordons sont décevants (Figure III. *53* & Figure III. 54) : (1) dans le cas des dépôts de ~0.1 µm nickel les modifications géométriques des cordons sont modérées par rapport à de la poudre de Cu pur et (2) sur les poudres revêtues de ~0.5 µm de C, aucune fabrication SLM n'est possible (Figure III. 58).

A l'issue de ce chapitre, nous disposons donc d'une première évaluation des conditions paramétriques permettant de construire du cuivre pur par SLM pour les différentes sources laser à disposition. Les plages de stabilité des mono-cordons fournissent alors une première estimation des plages paramétriques pour la construction de pièces 3D. Le chapitre IV consistera à mettre en œuvre et valider ces conditions paramétriques dans le cas de la fabrication de pièces 3D.

Chapitre IV :

Fabrication par le procédé SLM de pièces 3D en cuivre pur

Ce chapitre est consacré à l'optimisation de la fabrication de pièces 3D par SLM et à l'étude de leurs propriétés, essentiellement microstructurales et électriques. Il est divisé en deux sous-parties portant sur : (1) l'utilisation d'un laser IR classique (λ = 1.03-1.07 µm), (2) l'utilisation d'un laser vert (λ = 0.515 µm) mieux absorbé par le cuivre. L'objectif global est de comparer l'aptitude des deux types d'éclairement laser vis-à-vis de la fabrication par SLM de pièces en cuivre pur.

Plan du chapitre IV

IV.1. OPTIMISATION DU PROCEDE SLM SUR CUIVRE PUR AVEC UN LASER IR 156

IV.1.1. ESSAIS REALISES AU PIMM 156
IV.1.1.1. PREAMBULE : TENUE AU FLUX DES OPTIQUES 156
IV.1.1.2. CONDITIONS EXPERIMENTALES 157
IV.1.1.3. INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR LE TAUX DE DENSIFICATION 158
IV.1.1.4. INFLUENCE DE LA TAILLE DES ECHANTILLONS 159
IV.1.1.5. ANALYSES DES EJECTAS 162
IV.1.1.6. MESURE THERMIQUE PAR CAMERA IR 163
IV.1.1.7. UTILISATION DE POUDRES REVETUES 163
IV.1.1.8. CONCLUSION INTERMEDIAIRE SUR LA MISE EN ŒUVRE D'UNE FUSION SLM DU CUIVRE PAR LASER IR 1 KW SUR LE BANC FAIR 164
IV.1.2. ESSAIS REALISES CHEZ ADDUP 165
IV.1.2.1. CONDITIONS EXPERIMENTALES POUR LA FABRICATION DES PIECES 3D 165
IV.1.2.2. MONO-CORDONS ET SURFACES SUR PIECES 3D 166
IV.1.2.3. INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LE TAUX DE DENSIFICATION (ESSAIS ADDUP) 168
IV.1.2.4. INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR L'ETAT DE LA SURFACE DE FABRICATION 170
IV.1.2.5. CONCLUSION INTERMEDIAIRE SUR LES PIECES REALISEES PAR ADDUP 171
IV.1.3. BILAN DES ESSAIS SLM SUR CUIVRE PUR DANS L'IR (PIMM ET ADDUP) 171

IV.2. OPTIMISATION DU PROCEDE SLM SUR CUIVRE PUR AVEC UN LASER VERT 172

IV.2.1. CONDITIONS EXPERIMENTALES 172
IV.2.2. INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR LE TAUX DE DENSIFICATION 172
IV.2.2.1. INFLUENCE DE P, V, H ET ΔZ 172
IV.2.2.2. INFLUENCE DU TAUX DE RECOUVREMENT ENTRE CORDONS ADJACENTS 174
IV.2.2.3. INFLUENCE DE LA TAILLE DES ECHANTILLONS 176
IV.2.3. INFLUENCE DES PARAMETRES DU PROCEDE SUR LA MORPHOLOGIE DES SURFACES DE CONSTRUCTION ... 177
IV.2.4. CONCLUSION INTERMEDIAIRE SUR LA FA PAR SLM AVEC UN LASER VERT 1 KW 178

IV.3. ETUDE DES MICROSTRUCTURES 178

IV.3.1. MICROSTRUCTURES DES MATERIAUX BRUTS DE FABRICATION SLM 179
IV.3.1.1. ANALYSE MICROGRAPHIQUE 179
IV.3.1.2. ANALYSE EBSD 183
IV.3.2. INFLUENCE D'UN TRAITEMENT THERMIQUE 185
IV.3.2.1. MICROSTRUCTURES APRES TT 186

IV.3.2.2. MICRODURETE 186
IV.3.2.3. ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X 187
IV.3.3. BILAN SUR LES MICROSTRUCTURES ET LES PROPRIETES ELECTRIQUES 189

IV.4. ANALYSE DE LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE DES PIECES SLM 189

IV.4.1. BIBLIOGRAPHIE : RELATION CONDUCTIVITE ELECTRIQUE/DENSITE 190
IV.4.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX : CONDUCTIVITE ELECTRIQUE/POROSITE 191
IV.4.3. INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE 192

IV.5. BILAN DU CHAPITRE IV : COMPARAISON VERT/IR 193

IV.1. Optimisation du procédé SLM sur cuivre pur avec un laser IR

Les lasers IR classiquement utilisés sur les machines industrielles de SLM ne sont a priori pas la solution optimale pour fabriquer par SLM des pièces en cuivre pur, comme en témoignent les faibles valeurs d'absorptivité présentées au chapitre précédent, et les faibles puissances utilisées généralement en SLM (< 400 W). Pour rappel, les meilleures densités matière présentées dans la littérature en laser IR ne dépassent pas 99% au moment où ces lignes sont écrites (Colopi et al., 2019; Jadhav et al., 2020). Il s'agit donc dans ce qui suit de développer des stratégies innovantes permettant d'améliorer la densité des pièces produites, et de comprendre l'origine des améliorations obtenues si amélioration il y a.

IV.1.1. Essais réalisés au PIMM

Ces essais ont été réalisés sur la machine SLM prototype du PIMM développée dans le cadre du projet PSPC FAIR, constituée d'une grande chambre de travail et équipée de deux lasers : un laser 1 kW monomode (Gaussien) de diamètre 80 µm, et un laser 2 kW multimode (*top-hat*) de diamètre 500 µm, ce dernier n'ayant pas été utilisé durant cette étude. Pour mémoire, sur des matériaux plus classiques (base Fe, Ti, Ni voire Al), les puissances utilisées en SLM dépassent rarement 350-400 W, puissances au-delà desquelles le processus de fusion sélective devient très instable et générateur de *spatters*.

IV.1.1.1. Préambule : tenue au flux des optiques

Le Banc FAIR utilise un système optique composé d'un VarioSCAN permettant de modifier la focalisation du faisceau laser, d'un scanner 2D modèle IntelliScanIII20 de la société ScanLab assurant le balayage laser et d'une lentille FTheta de focale 420 mm permettant de focaliser le faisceau issu de la tête scanner à 80 µm de diamètre sur le plateau. A haute puissance laser (1 kW), les optiques traditionnelles (miroirs galvanométriques, lentilles de focalisation, hublot) sont souvent en limite de leurs conditions de fonctionnement. Un problème de tenue au flux des optiques du banc, d'échauffement et de défocalisation a ainsi été observé.

Afin de préciser ce problème, une analyse de faisceau a été réalisée par Pierre Lapouge au PIMM pour un tir statique de 1 s à 1 kW sur le banc FAIR. Les mesures (Figure IV. 1) montrent une défocalisation du faisceau laser au bout de 150 ms, avec une intensité maximale qui diminue avec le temps et un faisceau qui s'agrandit. Par conséquent, l'une des optiques du banc (miroirs Galvanométriques de la tête scanner ScanLab ou lentille F-Theta) ne tient pas le flux laser.

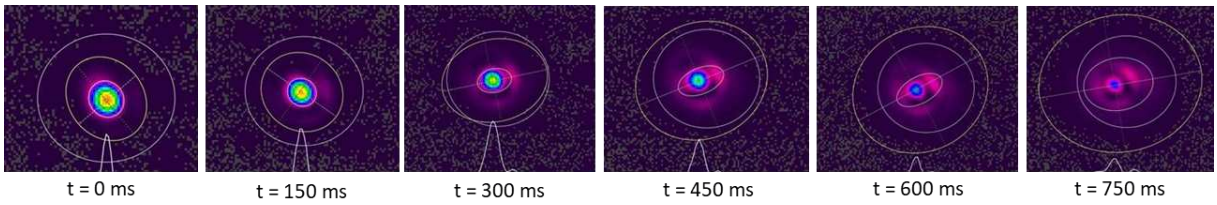


Figure IV. 1 : Analyses de faisceau IR SPI 1 kW du banc FAIR montrant la défocalisation du faisceau lors d'un tir statique de 1 s pour une puissance de 1kW

En l'absence de solution de remplacement pour les optiques, la seule solution que nous trouvée pour pallier ce problème est d'imposer un temps de pause entre chaque cordon afin de permettre aux optiques de se refroidir. Ce temps de pause de 100 ms permet de réaliser des surfaces homogènes sans variation du diamètre de faisceau à 1 kW (Figure IV. 2). Par contre, comme nous le verrons par la suite, ces temps de pause ne résolvent pas tous les problèmes liés à la défocalisation et allongent énormément le temps de fabrication.

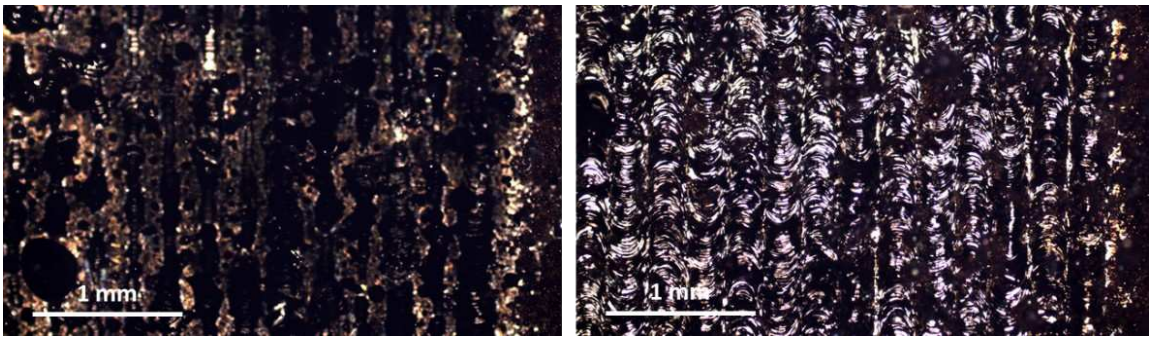


Figure IV. 2 : Effet du temps de pause sur une surface (8x5 mm) à même paramétrie (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm) sur le banc FAIR (D = 80 µm) (a) surface sans temps de pause et (b) surface avec un temps de pause de 100 ms entre chaque cordon de longueur 8 mm

IV.1.1.2. Conditions expérimentales

Au vu des résultats mono-cordons, qui ont mis en évidence une fenêtre paramétrique très étroite (Figure III.15), nous avons choisi de réaliser des pièces en faisant varier l'écart-vecteur pour une condition de Puissance-Vitesse constante de (1 kW - 0.5 m/s) générant des cordons SLM continus, et pour une hauteur de couche Δh constante égale à 60 µm.

Dans un premier temps, on fait uniquement varier le *hatch* (écart-vecteur), puis la stratégie de balayage (angle entre couches (90° et 67°) et stratégie damier versus stratégie en ligne). Nous comparerons également les pièces imprimées directement sur le substrat acier et celles réalisées avec la présence de supports. Le Tableau IV. 1 résume les conditions expérimentales étudiées.

	Puissance	Vitesse	Hatch	Stratégie
Banc FAIR	1 kW	0.5 m/s	100 µm – 300 µm	Lignes/damier Classique/Entrelacée

Tableau IV. 1 : Conditions expérimentales étudiées sur le banc FAIR équipé du laser fibre IR SPI redPower QUBE

IV.1.1.3. Influence des paramètres du procédé sur le taux de densification

Les premiers essais sont directement construits sur le plateau sans support. Cela a pour avantage de réduire les problèmes de décrochement des pièces en cours de fabrication. Pour les 4 premiers essais (fabrication de 4 pièces de 15x15x5 mm), seul le *hatch* est modifié (Tableau IV. 2.), et la stratégie de balayage est une stratégie ligne aller-retour classique. La 5ème pièce correspond à une stratégie d'entrelacement qui sera détaillée en partie IV.1.2.

1	H = 100 µm
2	H = 200 µm
3	H = 250 µm
4	H = 300 µm
5	H = 250 µm (entrelacés)

Tableau IV. 2 : Conditions expérimentales pour les premières pièces réalisées sur le banc FAIR sans support, angle de rotation : 90°

En l'absence de supports, et en raison de la faible hauteur des pièces fabriquées (5 mm), le plateau a dû être usiné par le dessous pour récupérer les pièces, réaliser des coupes métallographiques, et analyser les taux de porosité.

On observe (Figure IV. 3) que dans le cas de *hatch* trop importants, les pièces sont fortement discontinues comme l'illustre le cas de la pièce 4, avec un écart-vecteur de 300 µm. Le taux de recouvrement des mono-cordons est alors nul et ne permet pas la densification même si chaque mono-cordon est continu. Dans le cas d'un *hatch* réduit (100 – 200 µm) usuel en SLM, les taux de porosité sont également élevés (> 10 %), en lien avec le fait que l'interaction laser-matière se produise sur les zones dénudées faiblement absorbantes au laser IR. Finalement, les coupes montrent un optimum de densité (autour de 95 %) pour un hatch de 250 µm, c'est-à-dire pour un taux de recouvrement très faible des mono-cordons et un laser positionné sur le lit de poudre.

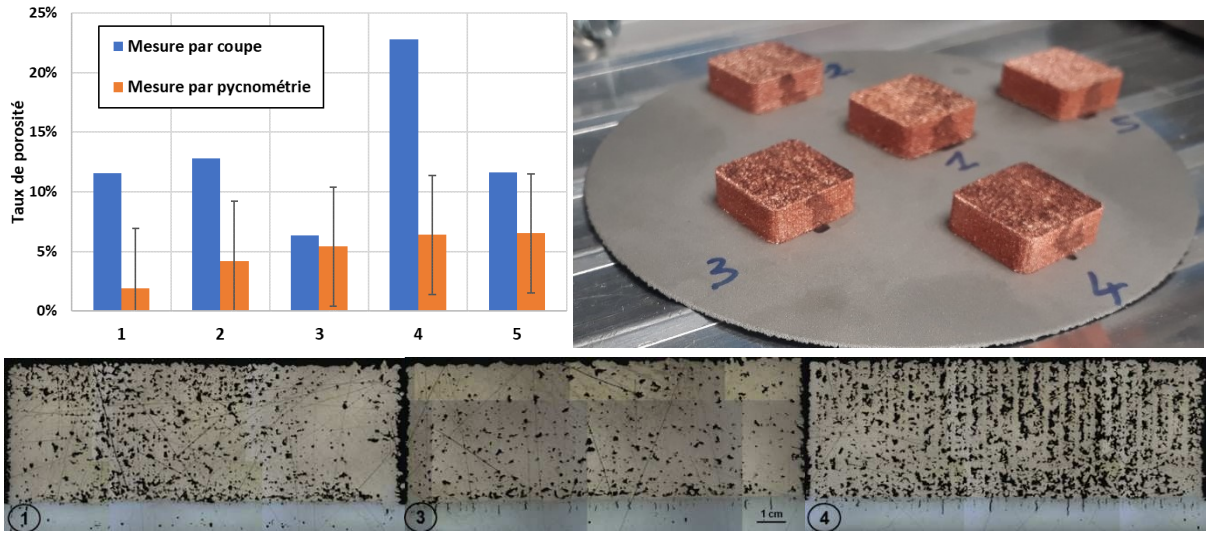


Figure IV. 3 : (a) Taux de porosité des pièces mesurée par coupe métallographique et pycnométrie ; (b) Pièces fabriqué sur le banc FAIR ; (c) Coupe métallographique des pièce (1) H = 100 µm, (3) H = 250 µm et (4) H = 300 µm

Les mesures par coupes métallographiques (en bleu ci-dessous) ont été comparées à des mesures réalisées par pycnométrie hélium (en orange). Toutefois, les pièces étant relativement petites (faible

volume) la mesure par pycnométrie et sa calibration perd en précision. On lui préfèrera donc les coupes métallographiques.

IV.1.1.4. Influence de la taille des échantillons

La deuxième campagne expérimentale a eu pour objectif de déterminer si un effet de taille existe sur les pièces fabriquées, à condition paramétrique identique (1 kW, 0.5 m/s, 200 µm). Comme illustré par les vues de dessus des pièces fabriquées (Figure IV. 4), les cordons sont plus discontinus au cœur de la pièce de taille 21 mm x 21 mm que pour la pièce de taille 5 mm x 5 mm. Cette dernière dispose notamment de cordons continus pour lesquels les stries de refroidissement sont bien visibles.

Sur les coupes métallographiques correspondantes (Figure IV. 5), la pièce de 5 mm x 5 mm est relativement dense malgré quelques grosses porosités (diamètre supérieur à 100 µm) peu sphériques traduisant des manques de matières/fusion, et des porosités plus petites (< 100 µm) et quasi-sphériques associées à des inclusions de gaz ou à la fermeture du capillaire de vapeur. La seconde coupe réalisée sur la pièce 21 mm x 21 mm montre la présence de colonnes de grosses porosités. Ces manques de fusion peuvent être attribués à un non-recouvrement des mono-cordons composant la pièce. La pièce semble cependant un peu plus dense sur les bords, et dans la première partie fabriquée (bas de pièce), traduisant ainsi des conditions de fusion potentiellement variables.

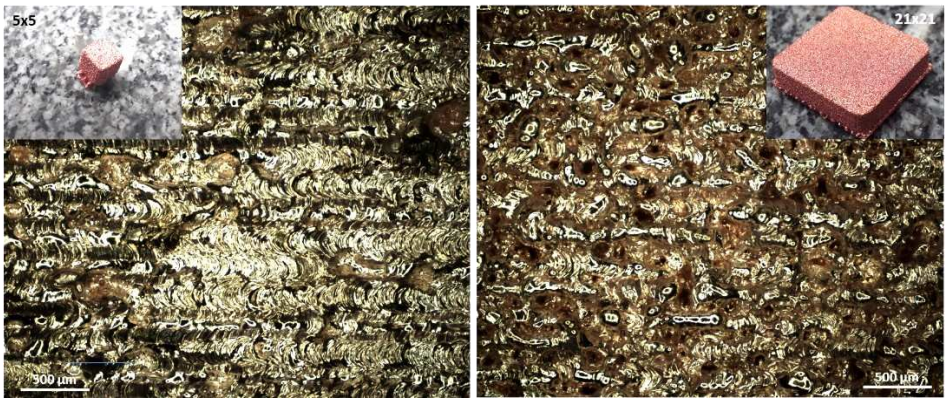


Figure IV. 4 : Analyse x100 du dessus de la dernière couche pour des pièces de base (a) 5x5 mm et (b) 21x21 mm, dans la même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm)

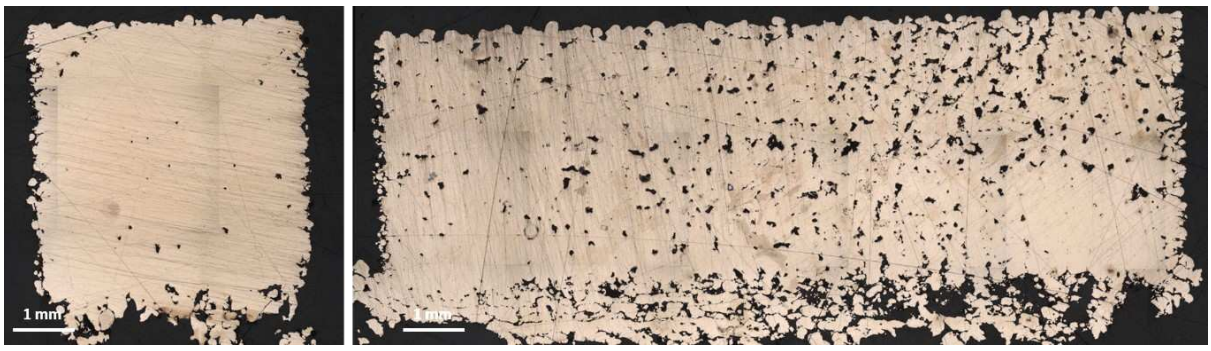


Figure IV. 5 : Coupes transverses des pièces de base (a) 5 mm x 5 mm et (b) 15 mm x 15 mm pour une même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm)

Ce phénomène illustre alors une anomalie du procédé de fabrication : plus la pièce est grande, moins elle est dense, avec une taille limite de surface réalisable de 7.5 x 7.5 mm permettant d'obtenir moins de 0.4 % de porosité, donc de meilleurs résultats que ceux publiés jusqu'alors. Pour rappel, ces résultats sont obtenus avec un temps de pause de 100 ms entre deux cordons. On met donc en évidence une

dégradation rapide du taux de porosité en fonction de la surface balayée, et par conséquent de la longueur de chaque vecteur de lasage.

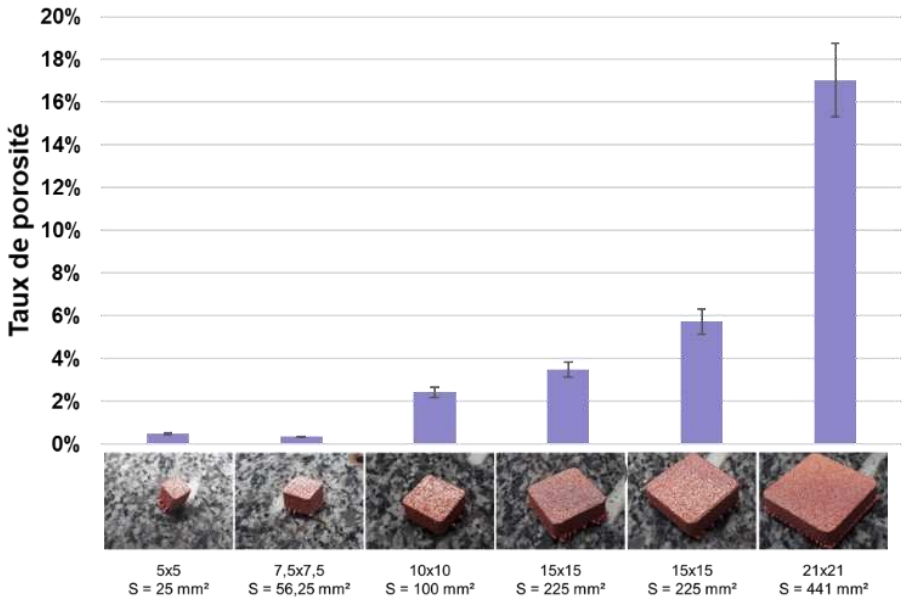


Figure IV. 6 : Taux de porosité en fonction de la surface balayée pour une même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) – Influence de la dimension des pièces

Deux explications sont alors possibles :

(1) Pour des vecteurs de lasage ΔX_{lasage} trop longs (> 7.5 mm), donc des durées de lasage en continu $\Delta t_{lasage} = \Delta X_{lasage} / V$ excessives, et malgré le temps de pause Δt_{pause} de 100 ms, une défocalisation du laser peut se produire, favorisée par un échauffement progressif des optiques. Cette défocalisation s'amplifierait avec le nombre de couches (dérive thermique). Dans l'exemple de la Figure IV. 6, ce temps limite serait égal à 0.0075/0.5 = 0.015 s.

(2) Un effet de taille plus classique : en réduisant la longueur des vecteurs de lasage, on favorise à l'échelle locale les effets de préchauffage latéral par les vecteurs précédents, on élargit les cordons, et on favorise la densification. Toutefois, cet effet devrait être largement atténué par le temps de pause imposé entre vecteurs.

Dans une troisième série de cubes, on compare une stratégie en damier avec une stratégie en lignes classique. Les damiers correspondent à une discrétisation en petites sous-parties carrées de la surface totale. Nous avons imposé des tailles de damier de 3 mm et 5 mm et un recouvrement de 200 µm entre damiers juxtaposés. En plus de la rotation entre deux couches, on réalise un décalage de 500 µm suivant X entre chaque couche des jonctions inter-damiers. On impose enfin aussi une rotation de 90° de la direction de lasage entre deux damiers accolés. La Figure IV. 7 illustre les conditions de balayage en configuration damier.

Dans cette configuration, et même si les pièces réalisées ont une hauteur assez faible de 5 mm (Figure IV. 8-b), les temps de pause de 100 ms imposés pour stabiliser la fabrication allongent énormément la fabrication avec une stratégie en damier, en raison de l'augmentation du nombre de vecteurs liés à la réduction de leur taille. Ainsi, un temps de pause de 100 ms entre chaque cordon de 5 mm de longueur (donc Δt_{lasage} =10 ms par vecteur) multiplie par 10 le temps de balayage par cordon. Le damier rajoute donc un nombre important de cordons pour la même surface finale. En considérant le même *hatch* de 200 µm et une surface de 15 mm, un calcul rapide montre alors qu'on double la durée de fabrication (24.75 s contre 9.75 s par couche) en utilisant la stratégie en damier à cause du temps de pause important.

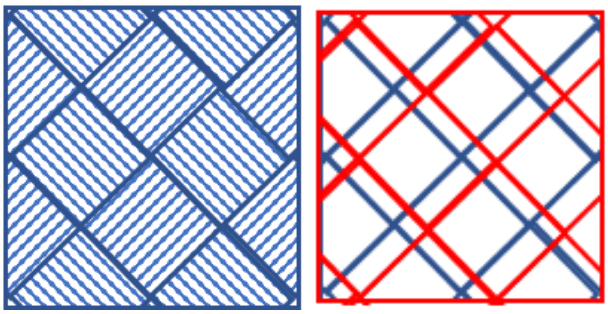


Figure IV. 7 : Schéma de principe de la stratégie de balayage sur (a) une couche en damier et (b) décalage des jonctions du damier entre deux couches (bleu couche n et rouge couche n+1)

Au final, la comparaison des taux de densification (Figure IV. 8) montre : (1) l'intérêt d'opérer une discrétisation de la surface via la stratégie en damier, quelle que soit la taille unitaire (5 mm x 5 mm ou 3 mm x 3 mm) du damier, (2) la possibilité de réaliser des pièces relativement denses (< 1 %) de grandes tailles grâce à cette stratégie en damiers. Cependant, les angles de rotation en stratégie lignes n'ont que peu d'effet sur l'état de densification. Les Figure IV. 8c et d montrent la différence de densification entre une pièce de 15 mm x 15 mm x 5 mm réalisée avec le damier (en haut) et une pièce de même taille réalisée sans damier avec une stratégie classique dite « en lignes » (en bas).

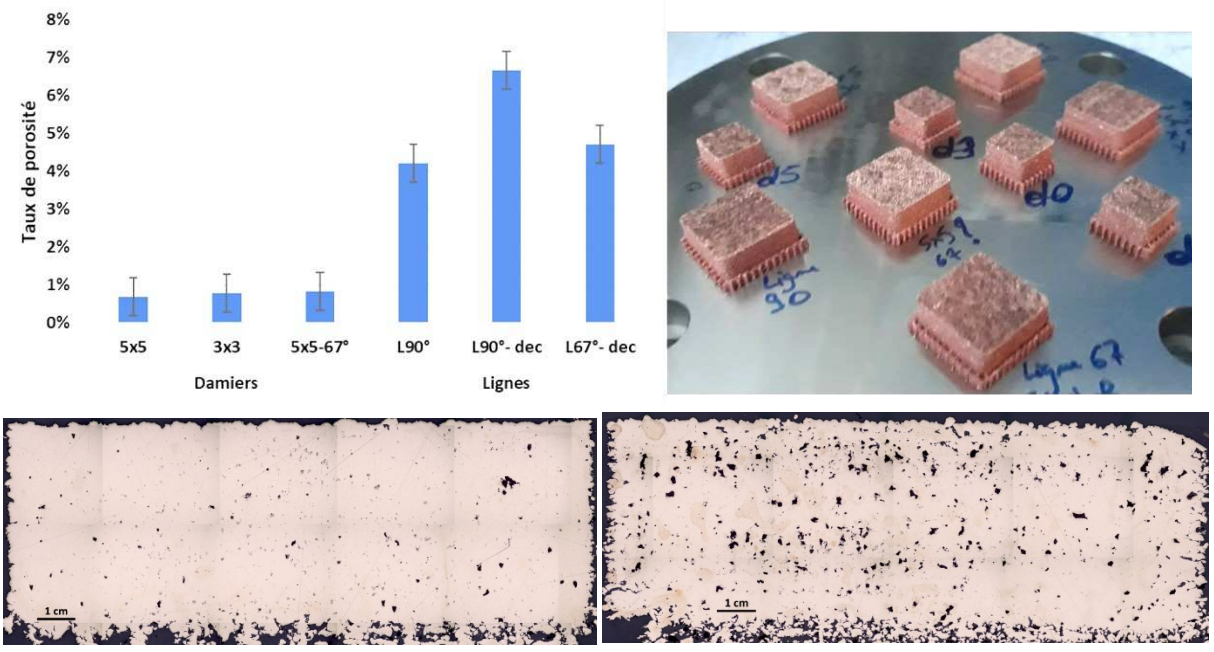


Figure IV. 8 : Influence de la stratégie de lasage : (a) Taux de porosité en fonction de la stratégie de balayage (damiers ou lignes) pour des pièces de même dimensions 15x15x5 mm, (b) image du plateau de construction, (c) et (d) Coupes transverses de pièces réalisées avec (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) avec damier de 5 mm (a) (0.8 % porosité) (b) avec stratégie lignes classique (4.7 % porosité)

Dans le meilleur des cas, les pièces les mieux densifiées conservent cependant environ 0.5-1 % de porosités de *keyhole* quasi-sphériques (Figure IV. 8c).

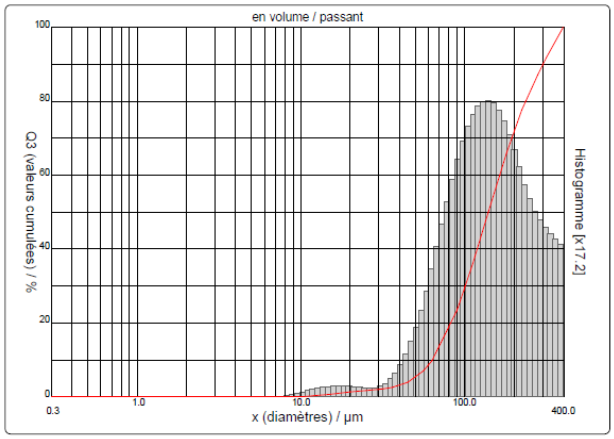
En résumé, tous ces résultats semblent mettre en évidence des phénomènes de défocalisation du laser à 800 W – 1 kW par échauffement du système optique, qui deviennent pénalisants pour des longueurs de vecteurs –de l'ordre de 10 mm, donc des durées de lasage de 20 ms à 0.5 m/s. Cette durée limite est largement inférieure aux temps de défocalisation caractéristiques mesurés lors de tirs de 1 kW - 1

s (Figure IV. 1) mais la différence s'expliquerait par une accumulation de chaleur progressive au sein des optiques lors des campagnes de fabrication, par rapport à un simple tir statique de 1 s.

IV.1.1.5. Analyses des éjectas

Après chaque fabrication la poudre est tamisée pour enlever les éjectas et réutilisée. Cette étape de tamisage est réalisée en utilisant un tamis de 63 µm. La poudre récoltée est ensuite étudiée à l'aide d'un granulomètre laser pour connaître la distribution de taille des éjectas. L'analyse granulométrique de ces éjectas de cuivre liquide montre (Figure IV. 9), comme pour les analyses temps réel des éjections par caméra rapide, une forte proportion (50 %) d'éjectas de diamètre supérieur à 140 µm, et une proportion non négligeable (10 %) d'éjectas de l'ordre de 300 µm, bien plus gros que ceux observés généralement après fusion SLM de métaux plus classiques. On a donc, lors de la fusion SLM du cuivre pur par laser IR de nombreuses particules plus hautes que le lit de poudre qui peuvent causer des manques de fusion ou gêner l'étalement des couches suivantes. Les images réalisées au MEB montrent que les projections sont assez volumineuses (Diamètre > 100 µm) et plutôt sphériques. Il est intéressant d'observer la présence de nombreux satellites sur les gros éjectas. Ces satellites ont pu se former lorsque l'éjecta est retombé sur lit de poudre.

Si on compare les tailles d'éjecta mesurées ici à celle mesurées sur un mono-cordons en caméra rapide (Figure III. 46), on remarque un décalage du diamètre à 50 % des particules. Les particules ici collectées sont globalement plus grosses (140 µm) que celle mesurées par caméra rapide (70 µm). Les petits éjectas, observables par caméra rapide, ne sont pas collectés lors du tamisage de la poudre, un tamis de 63 µm ayant été utilisé. On retrouve cependant bien la présence de grosse particules éjecté (D > 150 µm) déjà observées dans le chapitre III.



Obscuration	7%
Diamètre à 10 %	63.37 µm
Diamètre à 50 %	139.67 µm
Diamètre à 90 %	300.61 µm
Diamètre moyen	161.18 µm

Figure IV. 9 : Mesure au granulomètre laser des diamètres équivalents des particules récoltées après la fabrication d'un plateau sur le banc FAIR. Poudres tamisées avec un tamis de 63 µm

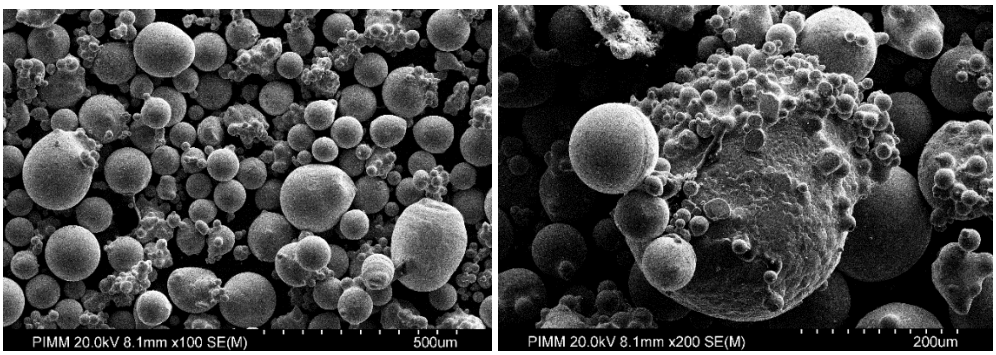


Figure IV. 10 : Photos MEB des éjectas issus d'une fabrication sur le banc FAIR (laser IR) avec une poudre de cuivre pur (a) grandissement x100 et (b) grandissement x200

IV.1.1.6. Mesure thermique par caméra IR

Pour compléter cette étude, des mesures par caméra IR (FLIR SC4000, 3-5 µm) ont été réalisées en cours de SLM, à une fréquence de l'ordre de 70 Hz. Les résultats, intégrés sur quelques pixels, montrent un échauffement global de la pièce avant, lors et après le passage du laser, avec des températures maximales qui dépassent 200°C sur des durées de 5 s à 10 s. Plus la pièce est grande plus elle met de temps à refroidir pour revenir à sa température initiale. Ce temps de refroidissement est de 10 s pour les petites pièces de base 5x5 mais dépasse plus d'une minute pour les pièces de base 15x15.

Comme pour les essais présentés précédemment, un temps de pause de 100 ms est imposé entre chaque cordon, ce qui favorise la diffusion latérale de la chaleur entre deux cordons. Par ailleurs, l'accumulation de couches entraîne une élévation de la température moyenne de quelques dizaines de °C. Les cordons sur pièce 3D ne se font donc avec une température initiale T_0 ambiante (25 °C) mais à une température locale au moins égale à 200 °C. On s'attend donc à obtenir sur pièces 3D des cordons plus larges et plus profonds que les mono-cordons étudiés dans le chapitre précédent.

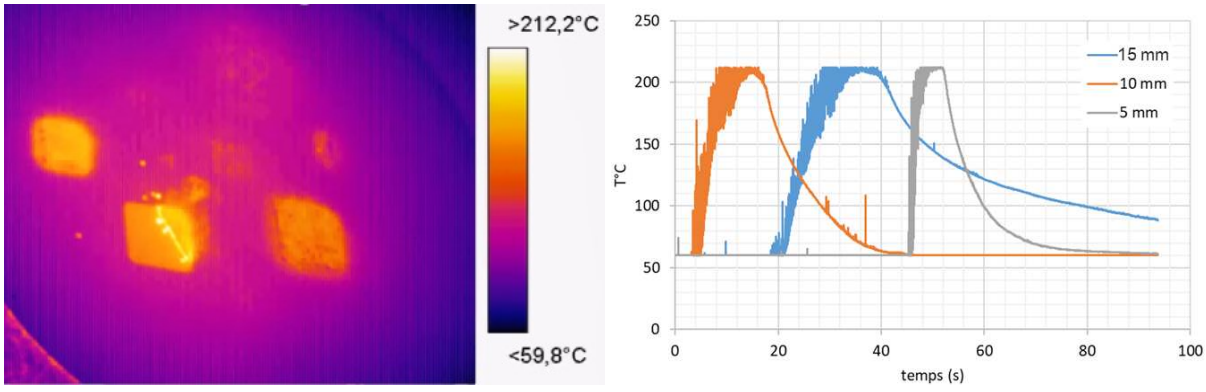


Figure IV. 11 : (a) extrait d'image de vidéos obtenue sur une caméra thermique IR (fréquence d'acquisition 73 Hz) (b) évolution de la température au centre de chaque cube

IV.1.1.7. Utilisation de poudres revêtues

Au vu des résultats en mono-cordons (Figure III. *53* & III Figure III. 54), la poudre de Cu0.4Ni a été testée pour fabriquer des pièces 3D en laser IR (Figure IV. 12 a). En utilisant les mêmes paramètres que pour la poudre de cuivre pur, on retrouve l'effet de taille déjà discuté auparavant, mais on observe également dans quasiment tous les cas (Figure IV. 12-b) une légère amélioration de la densité des

pièces par rapport au cuivre pur. Par exemple, que ce soit avec un *hatch* de 100 µm ou 200 µm, la densité d'une pièce de 5 mm x 5 mm de base, fabriquée avec la poudre de Cu0.4Ni présente un taux de porosité de 0.05 à 0.2% alors qu'il est supérieur à 1% sur de la poudre Cu non revêtue.

Dans le même ordre d'idée, une pièce réalisée sur poudre revêtue avec une puissance de 200 W inférieure sur poudre revêtue (800 W contre 1000 W à 0.6 m/s) présente un taux de porosité équivalent de 1.8 %. Il est donc envisageable avec cette poudre Cu0.4Ni de réaliser des pièces aussi denses qu'en cuivre pur avec des densités d'énergie inférieures (moins de puissance ou plus de vitesse) permettant d'augmenter la productivité du procédé.

Ces premiers résultats encourageants posent cependant toujours la question des conditions d'interaction laser-matière en régime de fabrication. Si l'absorptivité des poudres revêtues de nickel est clairement améliorée, celle du liquide sur lequel se produit l'interaction en SLM pose encore question, en raison de la remise en solution rapide du nickel dans la zone fondue de cuivre, et de son homogénéisation chimique par les brassages convectifs de la ZF. Tout laisse à penser que la majorité de l'interaction laser-matière se produit sur un liquide composé d'alliage Cu faiblement allié en nickel, dont l'absorptivité doit relativement peu augmenter par rapport à celle du cuivre pur. L'effet bénéfique obtenu serait alors peut-être obtenu via la fraction de faisceau laser débordant sur le lit de poudre, et favorisé par un faisceau Gaussien.

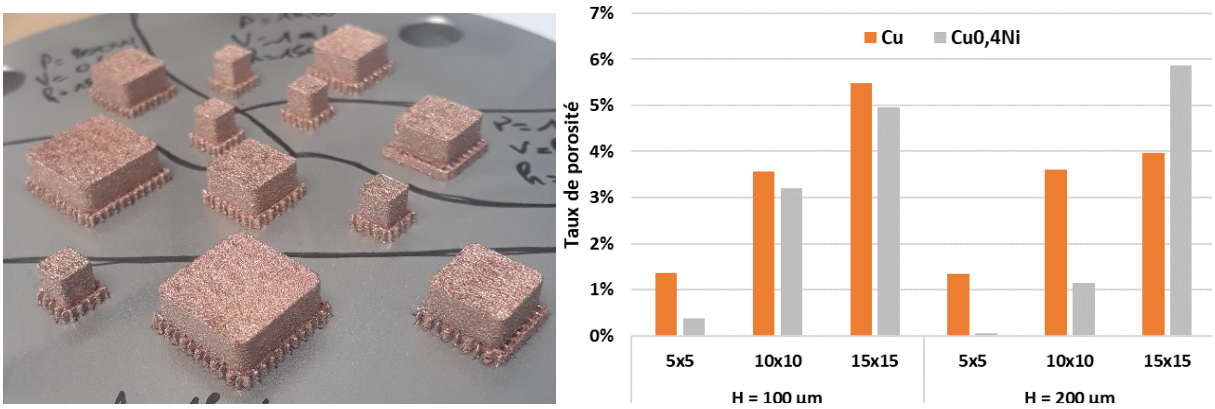


Figure IV. 12 : (a) pièces en sortie de fabrication, (b) Taux de porosité mesuré par coupes métallographiques à iso-paramètre (P = 1 kW – V = 0.5 m/s) pour les poudres de cuivre pur (orange) et de Cu0.4Ni (gris)

IV.1.1.8. Conclusion intermédiaire sur la mise en œuvre d'une fusion SLM du cuivre par laser IR 1 kW sur le banc FAIR

Les essais réalisés sur le banc FAIR avec le laser IR redPOWER SPI 1 kW ont montré la possibilité de fabriquer des pièces 3D denses avec le procédé SLM. Néanmoins, assez peu de conditions paramétriques ont été testées, l'échauffement du système optique entraînant un problème de défocalisation nécessitant d'adapter la stratégie de balayage (avec des temps de passe inter-vecteur, ou une configuration damier) ou de réduire la taille des pièces à fabriquer. Ces essais ont cependant montré la possibilité d'obtenir des pièces plus denses (~99.5 %) que celles obtenues au mieux dans la littérature (Colopi et al., 2019; Jadhav et al., 2020).

Comme le temps de pause, solution provisoire au problème de défocalisation, augmente grandement les temps de fabrication de pièce et fait chuter la productivité du procédé, il est essentiel de résoudre le problème technologique de tenue au flux des optiques à P= 1 kW. Ce problème semble résolu par un changement de configuration optique au moment où ces lignes sont écrites.

IV.1.2. Essais réalisés chez AddUp

Ce qui différencie les essais réalisés par AddUp de ceux réalisés au PIMM, est l'utilisation d'une machine plus industrielle basée sur le fonctionnement des machines FormUp, et incluant un étalement de poudre par rouleau (par racleur polymère sur la machine FAIR), un chauffage plateau (80°C pour cette étude) avec maintien en température et un système optique a priori plus robuste à 1 kW de puissance, permettant d'éviter ou limiter au maximum les problèmes de défocalisation.

IV.1.2.1. Conditions expérimentales pour la fabrication des pièces 3D

Le Tableau IV. 3 résume les conditions opératoires utilisées pour la fabrication des pièces lors des expériences AddUp avec un laser IR.

Paramètres	Puissance (P)	Diamètre de faisceau (D)	Vitesse de balayage (V)	Hauteur de couche (Δz)	Hatch (H)	Stratégie
Valeurs (pièce 3D)	700 W - 1000 W	80 à 200 µm	0.3 m/s - 0.8 m/s	60 µm	150 µm - 200 µm	Lignes/entrelacée Damier

Tableau IV. 3 : Conditions expérimentales pour la fabrication des pièces 3D chez AddUp

Cette étude de pièces 3D réalisée par E. Blanchet chez AddUp est divisée en deux parties :

(1) Dans un premier temps une étude mono-cordons a été réalisée, soit sur des plaques en cuivre avec une poudre étalée à la main, soit à la surface de pièces 3D issues d'une fabrication SLM, avec donc un étalement de la poudre automatisé et une surface de construction plus irrégulière

(2) Dans un second temps, une étude paramétrique des pièces 3D a été menée pour valider la possibilité de fabriquer des pièces denses en cuivre pur avec un système optique plus robuste que celui du banc FAIR.

Pour cette étude on différencie deux stratégies de balayage :

(1) Une stratégie en lignes classique (Tableau IV. 4a)

(2) Une seconde stratégie dite « entrelacée », qui consiste (Tableau IV. 4b), à réaliser les vecteurs de lasage dans un ordre différent. On réalise d'abord une surface avec un *hatch* augmenté (doublé) puis on balaye une seconde fois entre les cordons. Cette stratégie a pour avantage de tirer bénéfice des effets observés sur les surfaces 2D (chapitre 3), avec le laser positionné sur le lit de poudre afin d'éviter l'influence de la zone dénudée. Le fait de balayer l'espace entre les mono-cordons a pour but de bénéficier de l'absorptivité de la couche noire (Figure III. 42) pour réaliser une surface de construction moins irrégulière.

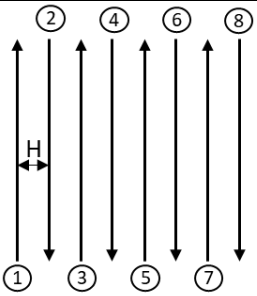
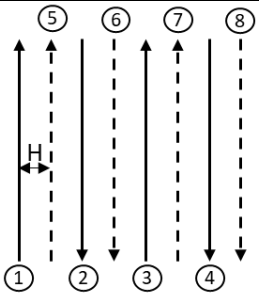
Stratégie Aller-Retour classique	Stratégie entrelacée
	
H = 200 µm	H = 150 µm & H = 200 µm

Tableau IV. 4 : Description de la stratégie dite classique en Aller-retour et de la stratégie dite entrelacée

L'étude dimensionnelle des mono-cordons permet pour chaque couple P-V de déterminer les valeurs de *hatch* envisageables. Finalement, pour l'ensemble des pièces 3D, on va regarder l'influence des paramètres P-V pour deux valeurs de *hatch* : 150 et 200 µm.

IV.1.2.2. Mono-cordons et surfaces sur pièces 3D

Cette première série de pièces 3D avait pour objectif de comparer les mono-cordons réalisés sur la dernière couche d'une pièce SLM chez AddUp par rapport à ceux réalisés sur des plaquettes avec une poudre étalée à la main au PIMM. On considère les épaisseurs de lit de poudre comme équivalentes : 50 µm / 0.5 (compacité) = 100 µm chez AddUp, et 80 µm contrôlés optiquement au PIMM.

Comme déjà évoqué, les profondeurs fondues sont assez difficiles à mesurer, l'attaque chimique ne révélant que les grains du matériau et pas les contours de la ZF (Figure IV. 13).

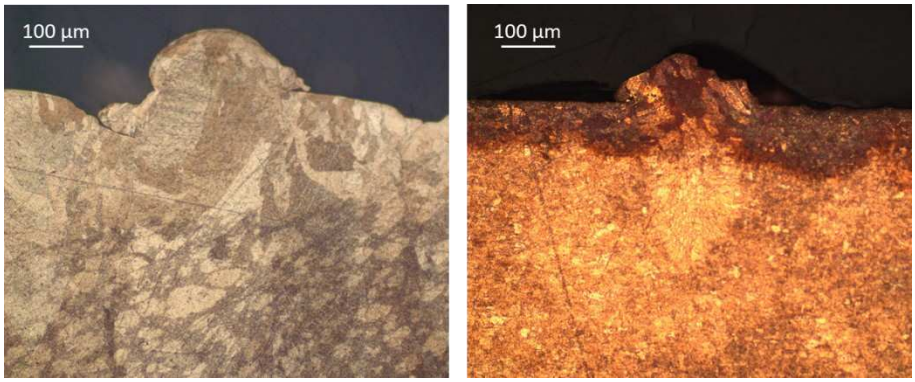


Figure IV. 13 : Comparaison de la microstructure entre un cordon réalisé sur (a) un substrat issu de SLM et (b) un substrat plaque à une même paramétrie (P =1 kW – V = 0.5 m/s – D = 80 µm)

Les profondeurs et largeurs fondues (Figure IV. 14-a et b) mesurées sur mono-cordons SLM sur pièce 3D sont assez cohérentes avec celles réalisées sur substrat plaque. On observe cependant pour des fortes densités d'énergie (= à faible vitesse de balayage) des cordons moins larges et moins profonds sur plaque Cu que sur pièce 3D SLM, sans réelle explication. A puissance constante (1 kW), les profondeurs et largeurs diminuent quasi-linéairement avec la vitesse (Figure IV. 15).

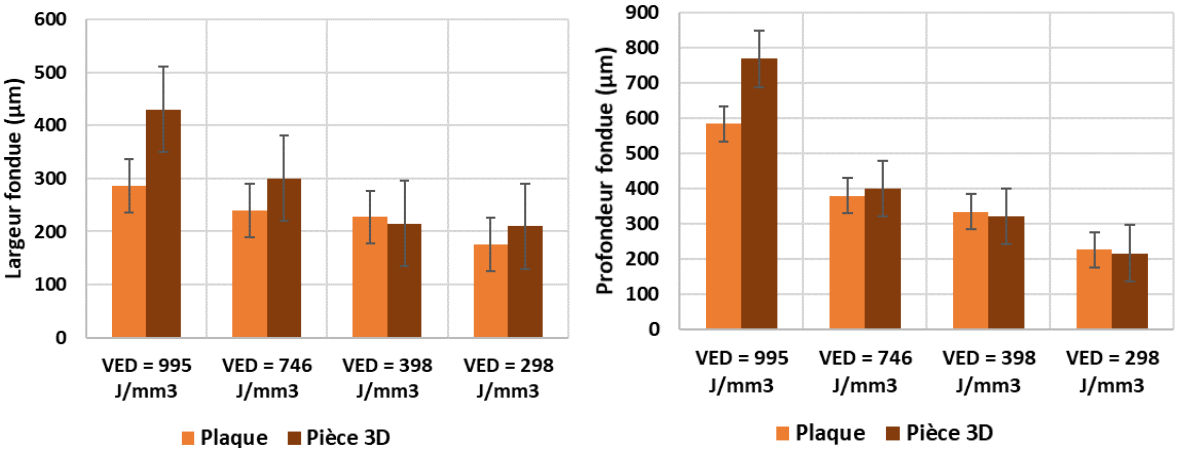


Figure IV. 14 : Comparaison (a) des largeurs et (b) des profondeurs fondues pour un substrat plaque (réalisé au PIMM sur le banc FAIR) et un substrat pièce 3D issues de SLM (réalisé chez AddUp) pour un même diamètre de faisceau : D = 80 µm

Des essais ont été réalisés avec variation du diamètre de faisceau (80 µm à 200 µm) dans le but de tester un éventuel effet stabilisateur, avec à la clé un résultat inattendu : peu voire pas d'effet du diamètre de faisceau sur les dimensions des cordons (Figure IV. 15).

Même si le modèle de (Fabbro, 2020) déjà évoqué, met en avant une plus faible influence du diamètre de faisceau pour le cuivre, par rapport à d'autres matériaux plus classiques (Inconel, 316 L), ces résultats restent étonnants. La difficulté de mesure de profondeur fondue sur du cuivre pur peut partiellement expliquer ce phénomène, au même titre qu'une mauvaise réponse des systèmes optiques de défocalisation à P = 1 kW. Cette seconde hypothèse semble la plus logique et indiquerait que tous les essais ont été faits avec un diamètre de faisceau globalement constant proche de 80 µm.

Enfin, comme déjà observé sur les mono-cordons plaque, on observe que des cordons continus ne sont possibles dans les conditions étudiées que lorsqu'un capillaire de vapeur, même petit, est formé, donc lorsque les cordons présentent un rapport d'aspect supérieur ou égal à 1.

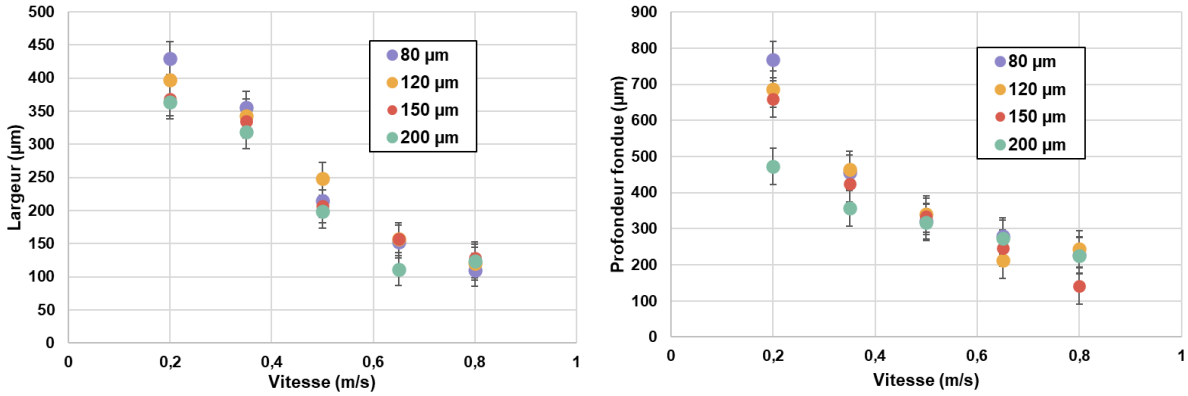


Figure IV. 15 : Pour une même puissance de 1 kW, influence du diamètre de faisceau sur les (a) largeurs fondues et (b) profondeurs fondues pour les essais réalisés sur substrat issu de SLM.

Au-delà des mono-cordons, des surfaces (5 cordons recouverts latéralement) ont aussi été réalisées pour mettre en évidence l'effet bénéfique d'un second passage. La Figure IV. 16 montre l'évolution de la hauteur construite entre un premier passage (écart entre les vecteurs de 400 µm) et un second passage donnant un *hatch* final de 200 µm. Le second passage réduit l'amplitude de hauteur de la surface, avec un Rt de 100 µm pour le premier passage d'environ avec présence de vallée visible, et de 66 µm avec les cordons d'entrelacement du 2nd passage. La surface résultante est alors régulière.

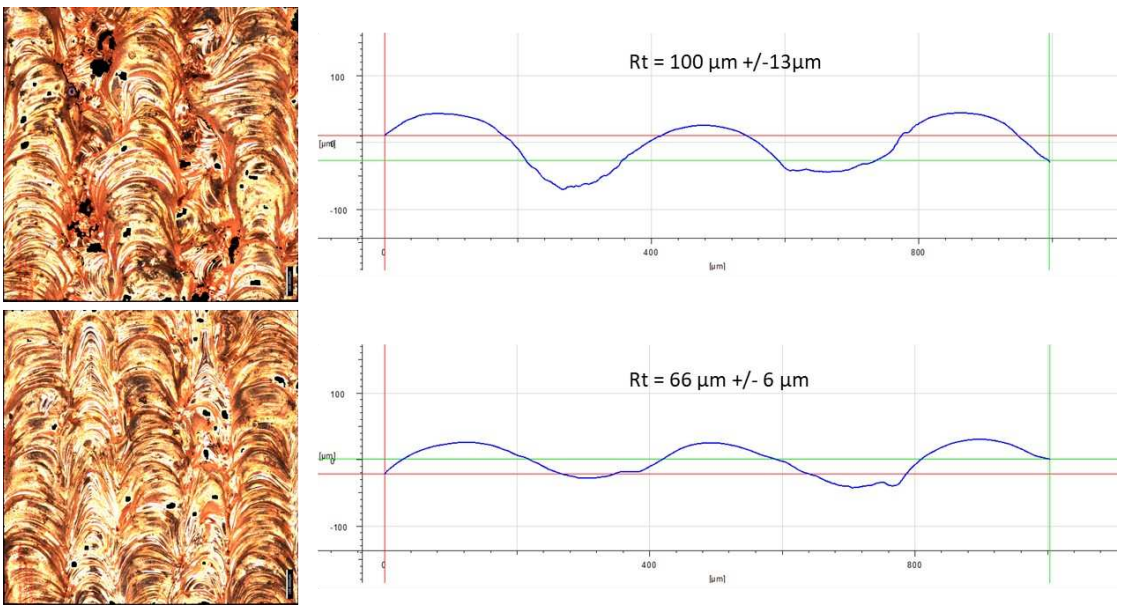


Figure IV. 16 : Influence du second passage en stratégie entrelacée sur la variation de hauteur des cordons (a) premier passage (écart entre les vecteurs = 400 µm) et (b) deuxième passage (hatch final = 200 µm)

IV.1.2.3. Influence des paramètres SLM sur le taux de densification (essais ADDUP)

Les mêmes problèmes de défocalisation du faisceau laser à 1 kW ont été observés sur le banc AddUp que sur le banc FAIR, limitant la densification. L'utilisation dans un second temps d'une stratégie damier, au lieu d'une stratégie ligne, n'a pas permis d'améliorer la densité des pièces. Cependant, la même stratégie damier avec des temps de pause plus courts que sur le banc FAIR (10 ms), a permis de densifier les pièces par morceaux (*Figure IV. 17*-a, partie haute).

Les porosités se regroupent alors majoritairement aux jonctions du damier et séparent des parties très denses des pièces. Ces porosités forment des lignes verticales dans la pièce (*Figure IV. 17*-b) et donnent un effet « tablette de chocolat » aux pièces qui a entraîné des ruptures des pièces lors de la découpe (*Figure IV. 17*-c), à partir des zones inter-damier.

Par la suite, une modification et un nettoyage régulier du système optique (collimateur + tête scanner) ont permis d'améliorer la résistance au flux laser et de limiter l'échauffement des composants. Les résultats présentés ci-après sont donc obtenus sans temps de pause.

Pour cette étude, on a utilisé 8 couples (P-V), et les 3 stratégies du Tableau IV. 4, et un faisceau gaussien de diamètre 150 µm :

- Dans un premier temps à vitesse constante (0.5 m/s) avec 4 puissances (700 W, 800 W, 900 W et 1000 W)
- Avec 2 puissances (800 W et 1000 W) et deux vitesses (0.3 m/s et 0.8 m/s).

Ces conditions permettent de balayer le domaine de stabilité du faisceau laser IR en faisant varier le VED de 50 J/mm^3 à 200 J/mm^3. On a donc 8 x 3 = 24 pièces de taille 10 x 10 x10 mm.

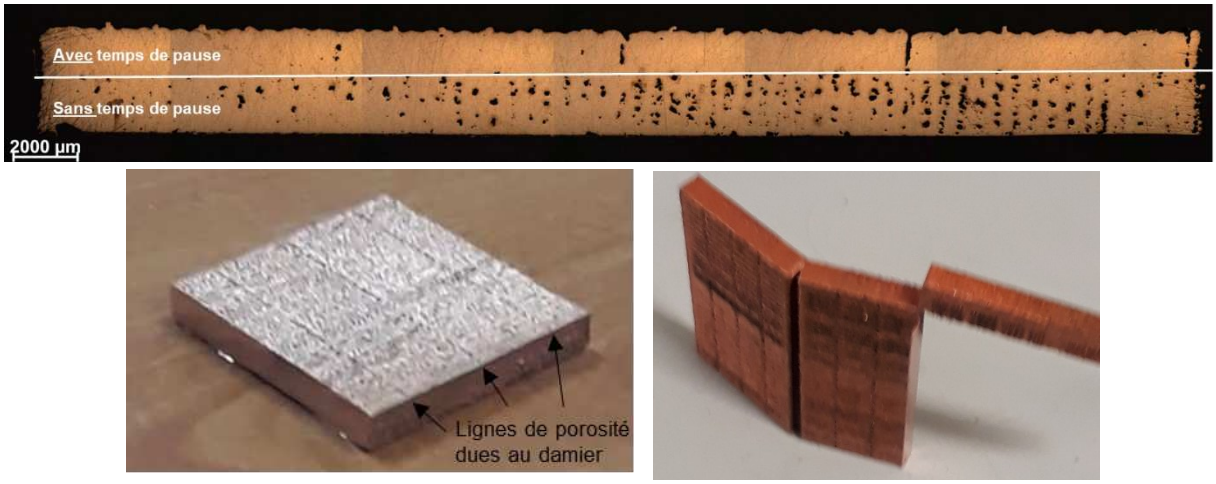


Figure IV. 17 : (a) Coupe transverse d'une pièce réalisée par AddUp (partie haute avec temps de pause), (b) pièce fabriquée par AddUp avec lignes de porosité dues à la stratégie damier (c) pièce rompue au niveau des lignes de porosités

Dans un premier temps les densités ont été estimées par double pesée. Les résultats ont été reportés dans la Figure IV. *18*-a et montrent un optimum de densification de l'ordre de 99.5 % (0.5 % porosité) autour de 90 J/mm^3 pour un diamètre laser de 150 µm. Ces conditions sont obtenues pour des puissances de 800 W à 1000 W et une vitesse de 0.5 m/s quelle que soit la stratégie. Les coupes métallographiques (Tableau IV. 5, Figure IV. *18*-b) confirment cet optimum de densification des pièces mais indiquent des % de porosité inférieurs (autour de 0.07 % contre 0.5 %) en analyse micrographique. Sur ce point, dans le cas du cuivre EBM, (Thomas, 2021) a montré que le polissage mécanique peut masquer les porosités par un effet de beurrage.

La mesure par coupe métallographique semble également montrer une influence bénéfique de la stratégie en deux passages, dite d'entrelacement avec un effet limité de l'écart vecteur.

Au final, et quelle que soit la méthode de mesure utilisée, les densités obtenues (> 99.5 %) sont supérieures à celles issues de la littérature, et notamment les résultats de (Colopi et al., 2019) (98.9%) et (Jadhav et al., 2020) (99.1%). Dans tous les cas, une bonne densification nécessite une puissance laser au moins égale à 800 W, et des vitesses maximales de 0.5 m/s assez limitées par rapport à celles couramment utilisées en SLM. Par ailleurs, une stratégie entrelacée semble améliorer les états de densification. Dans ce cas, et comme indiqué dans la partie III.3.2, le fait de positionner les cordons sur le lit de poudre permet de gagner en stabilité, le deuxième balayage du laser permettant de fondre la matière entre les cordons et de réduire la rugosité de la surface. La fusion est alors facilitée entre les cordons par la présence d'une couche noire plus absorbante (partie III.3.3.).

La plage de fabrication est donc, comme pour les essais réalisés au PIMM en laser IR, assez étroite, et la productivité moyenne, mais à ces bémols près, le cuivre est fabricable par SLM dans l'IR avec les moyens actuels, sous réserve de disposer d'un laser 1 kW et d'optiques thermiquement stables.

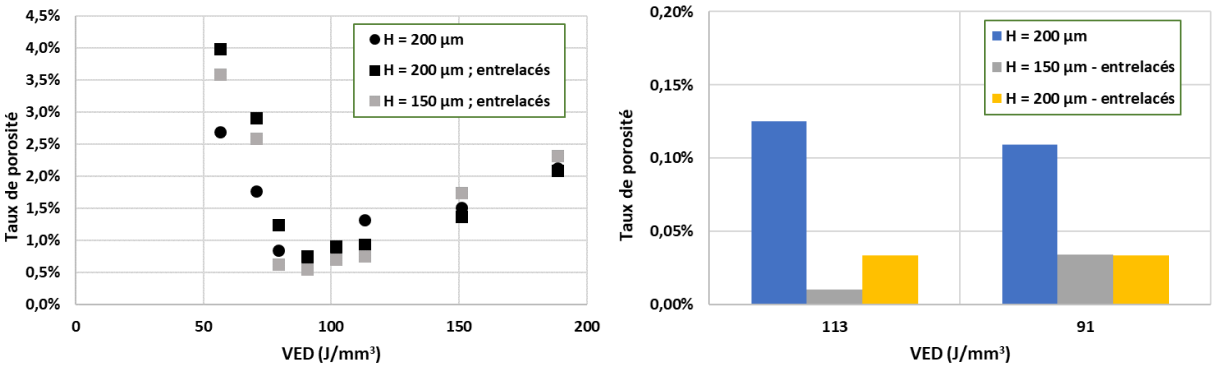


Figure IV. 18 *: Mesure du taux de porosité sur les pièces réalisées par AddUp (a) par double pesée et (b) par analyse micrographique pour deux VED*

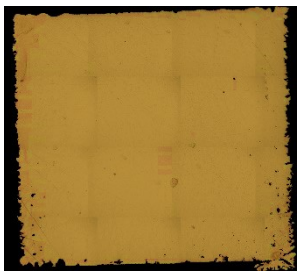
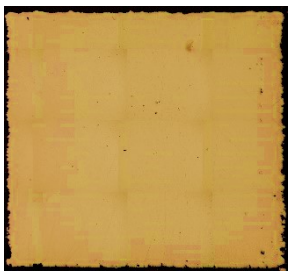
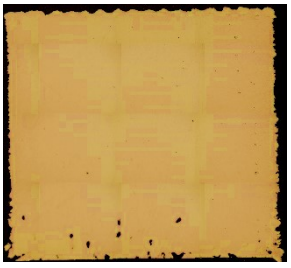
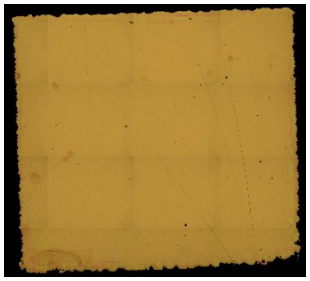
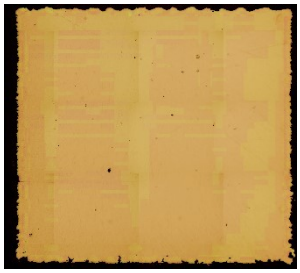
	H = 200 µm	H = 150 µm- entrelacés	H = 200 µm- entrelacés
P=800 W V=0.5m/s			
P=1kW V=0.5m/s			

Tableau IV. 5 : Coupe micrographique pour deux conditions P-V suivant la stratégie de balayage utilisée

IV.1.2.4. Influence des paramètres du procédé sur l'état de la surface de fabrication

Dans le but d'établir une corrélation possible entre la stabilité de la surface de construction, et la santé matière, l'état de surface de la dernière couche de fabrication a été estimé en utilisant un scanner ligne Gocator. Ces mesures ont pour but de déterminer si une relation existe entre l'état de surface de la dernière couche et la densité des pièces. Les amplitudes de rugosité Rt obtenues sur échantillons ADDUP à partir des cartographies de la Figure IV. 19 sont présentées dans la Figure IV. 20-a en fonction du VED et dans la Figure IV. 20-b en fonction du taux de porosité correspondant.

Les résultats montrent que :

(1) l'état de surface s'améliore avec le VED : plus il y a d'énergie fournie (~ P/V), plus la surface est uniforme

(2) la stratégie entrelacée ne conduit pas à un meilleur état de surface que pour la stratégie en 1 seul passage classique. Ce dernier résultat est assez étonnant dans la mesure où on aurait pu s'attendre au vu des résultats précédent (Figure IV. 16) à obtenir un état de surface plus dégradé pour les pièces sans entrelacement.

(3) La densité des pièces varie peu avec l'état de la surface de fabrication : plus l'état de surface se dégrade, plus le taux de porosité augmente. Cependant, pour les pièces les plus denses (< 1% porosité), la rugosité Ra est faible et se situe autour de 20 µm. Les cordons associés à ces surfaces sont globalement continus. Pour les pièces moins denses (< 98 %) on observe une augmentation de la valeur de Ra autour de 50 µm qui traduit la présence de nombreuses vallées. Ces vallées vont entraîner des surépaisseurs importantes de poudre qui vont favoriser les manques de fusion locaux.

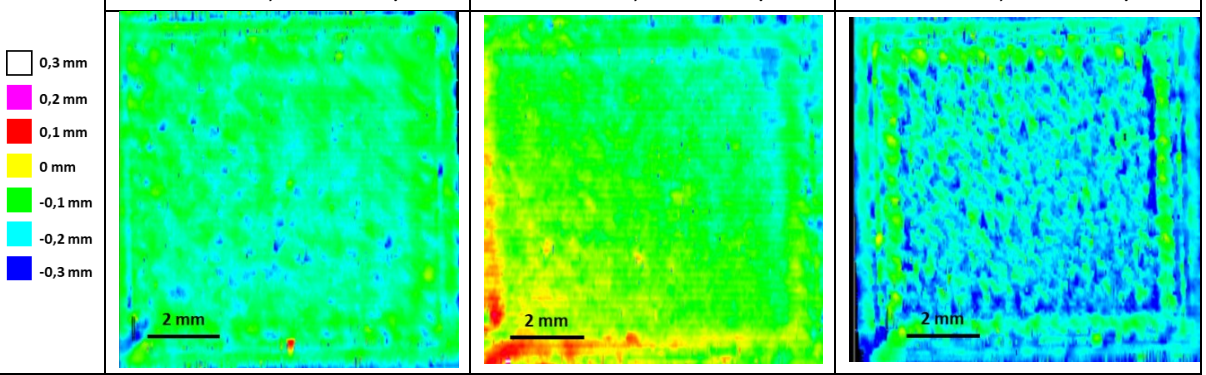
	P = 1 kW ; V = 0.3 m/s	P = 1 kW ; V = 0.5 m/s	P = 1 kW ; V = 0.8 m/s
			
Ra	20 µm	17.1 µm	36.3 µm
Rt	280 µm	135 µm	609 µm
%p	2.12 %	1.33 %	1.77 %

Figure IV. 19 : (b) cartographies des surfaces scannées pour 3 conditions paramétrique à même puissance (P = 1 kW), même stratégie (Aller-Retour classique), même hatch (200 µm) pour 3 vitesses de balayage (V = 0.3 m/s ; 0.5 m/s ; 0.8 m/s)

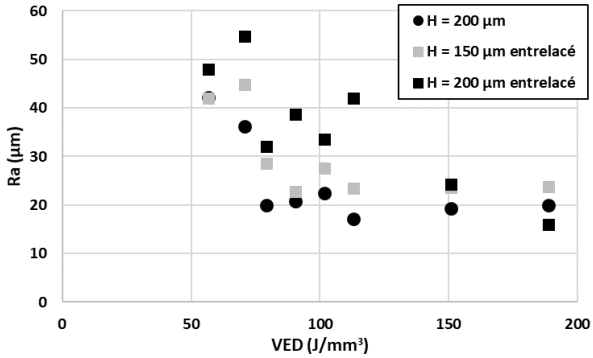


Figure IV. 20 : Rugosité arithmétique de la surface de construction en fonction de la stratégie de balayage et du VED

IV.1.2.5. Conclusion intermédiaire sur les pièces réalisées par AddUp

Les essais réalisés par AddUp ont montré que : (1) La plage P-V est limitée pour le laser IR avec un optimum de fabrication pour des vitesses inférieures à 0.5 m/s et des puissances supérieures à 800 W. Ces valeurs de puissances et vitesse confirment les valeurs optimales obtenues au PIMM sur le banc FAIR, (2) la taille supposée du faisceau, évaluée entre 80 et 200 µm, semble avoir peu d'effet sur la stabilité et les dimensions des mono-cordons, (3) il semble y avoir assez peu d'impact du substrat (couche de construction rugueuse ou substrat lisse) sur les géométries de mono-cordons, (4) la qualité morphologique (rugosité) de la couche de construction impacte la densité matière ce qui revient à dire que la maîtrise de la qualité géométrique des surfaces 2D et du recouvrement régulier et homogène des cordons sont des facteurs essentiels de maîtrise du procédé sur le cuivre pur.

IV.1.3. Bilan des essais SLM sur cuivre pur dans l'IR (PIMM et ADDUP)

Les essais SLM sur cuivre pur ont prouvé la faisabilité du procédé dans l'IR. Avec des optiques thermiquement stables et des stratégies de balayage optimisées, il est possible d'obtenir des pièces denses à plus de 99.5 %. Cependant, la plage paramétrique de puissance/vitesse reste très limitée, les vitesses ne dépassant pas 0.5 m/s. En considérant un seul laser de 1 kW, on a donc des limitations en termes de débit horaire de fusion (22 cm^3/h max) par rapport à d'autres types de matériaux de masse volumique équivalente (~30-35 cm^3/h (Gunenthiram, 2018)).

Les conditions utilisées, et en particulier le fait de travailler avec un laser de 1 kW @1080 nm sont cependant très atypiques par rapport à celles des machines SLM industrielles (en général, $P_{max} \sim$ 400 W). Elles se justifient majoritairement par le mauvais couplage laser-matière dans l'IR, largement évoqué dans le chapitre 3, mais également et surtout par la forte conductivité thermique du cuivre pur qui contribue à la formation de petites zones fondues quasi-sphériques qui ne favorisent pas sa densification. Il est alors important pour réaliser la fabrication des pièces les plus denses avec un laser IR de positionner le plus possible le laser dans la poudre. Ainsi, et au vu des résultats présentés dans le chapitre III, l'utilisation d'une stratégie entrelacée utilisant une couche noire déposée sur la surface permet de réaliser des pièces plus denses que les stratégies classiques.

Que ce soit pour les essais réalisés au PIMM ou, plus ponctuellement pour ceux réalisés chez ADDUP, l'utilisation de puissances de 800 W à 1000 W a entraînant des échauffements parasites des optiques de collimation-focalisation qui ont entraîné des phénomènes de défocalisation transitoire incontrôlés. Ce problème technologique est en passe d'être résolu définitivement mais a été présent de façon récurrente durant toute la thèse, limitant la précision de certaines de nos conclusions.

IV.2. Optimisation du procédé SLM sur cuivre pur avec un laser vert

Nous avons pu vérifier dans le chapitre 3 que l'utilisation d'une longueur d'onde de 0.515 µm permet d'améliorer significativement les absorptivités du cuivre solide (x8) et liquide (x2). Les plages paramétriques (P, V) conduisant à des mono-cordons stables sont également considérablement élargies à cette longueur d'onde. Enfin, les draps 2D fabriqués présentent des morphologies relativement stables par rapport à ceux réalisés en IR. Dans ce qui suit nous nous intéressons maintenant à l'étude de faisabilité de constructions de pièces 3D par laser vert.

IV.2.1. Conditions expérimentales

On utilise dans cette partie le faisceau laser vert TRUMPF 1 kW adapté au banc FAIR afin de réaliser des pièces sur une gamme paramétrique basée sur la plage de stabilité déterminée en partie III.2.1.1. Le Tableau IV. 6 résume les conditions expérimentales utilisées. Au final, entre 150 et 200 pièces ont été fabriquées. Une grande partie des analyses post-fabrication (découpe, polissage, micrographie, analyse de l'état de surface et mesure de dureté) ont été réalisées par Benoit De Monteiro-Mercier lors de son stage d'IUT- Mesures Physiques en 2021.

Puissance P	Vitesse V	Hatch H	Descente plateau Δz	Angle de rotation entre 2 couches α
300 W – 1 kW	0.2 m/s – 1 m/s	100 µm - 400 µm	- 60 µm - 100 µm - 150 µm	- 0° - 67° - 90°

Tableau IV. 6 : Résumé des paramètres procédé utilisés pour la fabrication de pièces 3D sur le banc FAIR avec le laser vert TRUMPF 1 kW (diamètre laser top-hat de 90 µm)

Deux problèmes technologiques ont gêné ces essais : (1) en raison de la petite distance de focalisation (170 mm) imposée par la taille du faisceau initial, la surface de travail disponible était limitée à une ellipse de 80 mm par 60 mm, (2) Le plateau du banc FAIR ne disposant pas de système de refroidissement peut chauffer, se dilater et se bloquer au contact de la chemise externe. Pour limiter ce problème, le nombre de pièce par plateau a été limité à 6, et le diamètre des plateaux de fabrication a été réduit de 0.8 mm pour laisser plus de marge de dilatation.

IV.2.2. Influence des paramètres du procédé sur le taux de densification

Afin d'envisager plus globalement l'apport du laser vert, nous avons également estimé la productivité du procédé SLM, qui peut s'exprimer à l'aide de deux paramètres différents : (1) la productivité effective qui correspond au temps moyen que met la machine à fabriquer un certain volume de pièce, et (2) le débit de fusion qui caractérise uniquement le temps consacré au balayage laser. Ce débit de fusion s'exprime alors suivant l'équation (IV.2). On se servira de ce débit de fusion pour comparer la productivité des différents essais, en évaluant les effets des 3 paramètres V, H et Δz.

$$D_f = V * H * \Delta z \qquad \text{(IV.2)}$$

IV.2.2.1. Influence de P, V, H et Δz

La Figure IV. 21-a résume les analyses des taux de porosité réalisées par analyse métallographique pour différents couples (P, V) et trois hauteurs de couche Δz. On y retrouve, en fonction du VED, une

évolution assez proche de celle obtenue sur 316L par (Gunenthiram, 2018) ou (De Terris, 2019) sur Inconel 625 à savoir :

- Une diminution en 1/VED du taux de porosité, quelle que soit la hauteur considérée
- Une dégradation des taux de porosité avec la hauteur de couche, à VED équivalent
- Des taux de porosité minimaux qui varient entre 0.1 % (60 µm) et 0.7 % (100 et 150 µm)

On obtient également Un débit de fusion maximal qui peut atteindre 65 cm^3/h avec des couches de 150 µm, et des taux de porosité de l'ordre de 0.5 % (Figure IV. 21b).

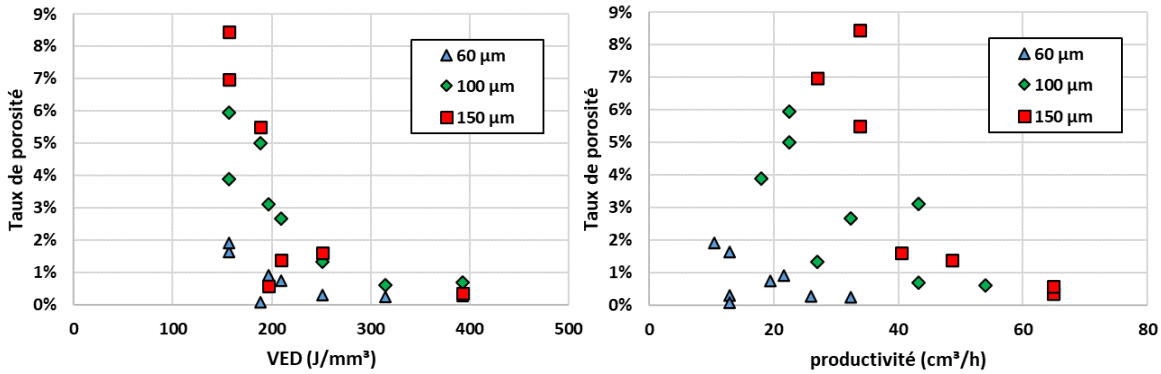


Figure IV. 21 : Taux de porosité mesurés sur des coupes micrographiques en fonction du VED (a) et de la productivité (b) pour différentes hauteurs de couche (laser vert TRUMPF 1 kW)

On se concentre maintenant sur les essais réalisés avec une épaisseur de couche de 60 µm afin d'étudier plus spécifiquement l'impact des paramètres : P, V, H et stratégie de balayage. La Figure IV. 22 met en évidence une vitesse de fabrication optimale de 0.5 m/s au-delà de laquelle, quelle que soit la puissance utilisée, on ne parvient pas à faire chuter le % de porosité en dessous de 0.5-0.7 %.

Si on se place maintenant dans des conditions de bonne densification à 0.5 m/s, on observe de fortes déformations thermiques des pièces à partir de 800 W (Figure IV. *24*), avec possibilité de détachement des supports du substrat acier. Ce phénomène limite la plage paramétrique optimale à la gamme 400 W-700 W pour V=0.5 m/s en laser vert.

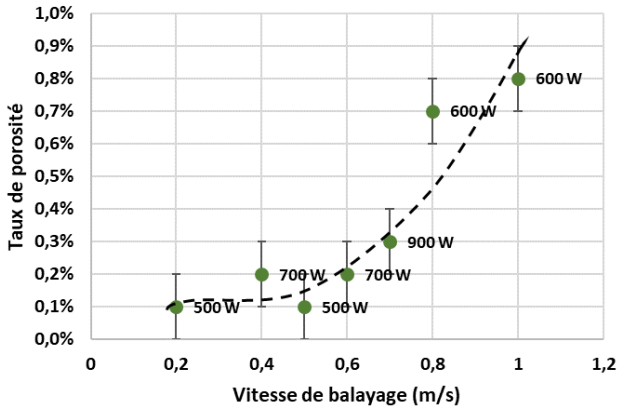


Figure IV. 22 : Taux de porosité mesuré par coupe métallographique en fonction de la vitesse pour des échantillons fabriqués avec le laser vert TRUMPF sur le banc FAIR (Δz = 60 µm ; H = 120 µm)

IV.2.2.2. Influence du taux de recouvrement entre cordons adjacents

Le taux de recouvrement entre mono-cordons constituant la surface est un facteur important de densification, comme indiqué dans le modèle de (Tang et al., 2017). Pour calculer le taux de recouvrement on utilise les largeurs des mono-cordons obtenus dans la partie III.2.3.2 du chapitre 3 et l'écart vecteur (équation (IV.3)). Comme montré dans la thèse de (Traore, 2021) sur inconel 625, les cordons dans les pièces 3D ont des profondeur fondues 1.5 fois plus grandes que les mono-cordons correspondant dans des pièces denses. L'estimation du recouvrement en utilisant les mono-cordons est surement sous évaluées mais offre une première approximation. Le Tableau IV. *7* rappelle ce que représente le taux de recouvrement : un taux de recouvrement négatif indique une absence de recouvrement, et plus le pourcentage est élevé plus les cordons sont écartés.

$$\tau = 1 - \frac{H}{l} \qquad \text{(VI.3)}$$

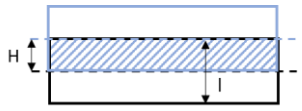
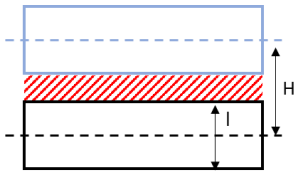
Taux de recouvrement	50 %	25 %	-25%
Illustration			

Tableau IV. 7 : illustrations (vue de dessus) du taux de recouvrement en fonction du hatch et de la largeur du mono-cordon

En utilisant ce paramètre, on retrouve logiquement une dépendance entre taux de porosité élevé et recouvrement des cordons (Figure IV. 23-a). Ainsi, en se basant sur les largeurs des mono-cordons, une densification à plus de 99 % nécessite un taux de recouvrement supérieur à 25 % alors qu'un recouvrement > 50 % génère un apport énergétique et des déformations thermiques excessifs. Le fait que certains taux de recouvrement négatifs permettent quand même d'obtenir des pièces assez denses (> 98 %) interroge à la fois sur la largeur réelle des mono-cordons en cours de fabrication et sur la validité d'un modèle géométrique comme celui de (Tang et al., 2017) (équation (I.27)). En effet, un taux de recouvrement négatif suppose un rapport H/l supérieur à 1. (Tang et al., 2017) prédit alors des pièces denses malgré un critère supérieur à 1 (Figure IV. 23-b). La principale explication tient à une sous-estimation de la largeur des cordons au cœur de la pièce par rapport aux monocordons.

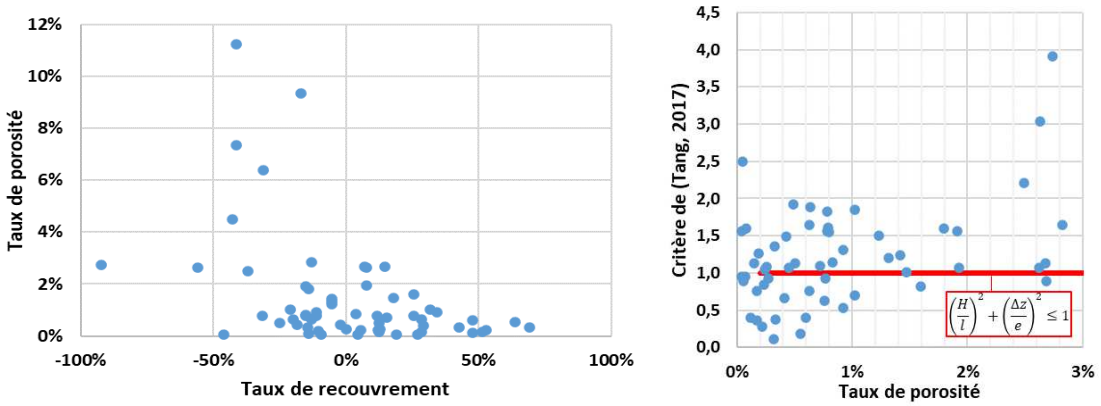
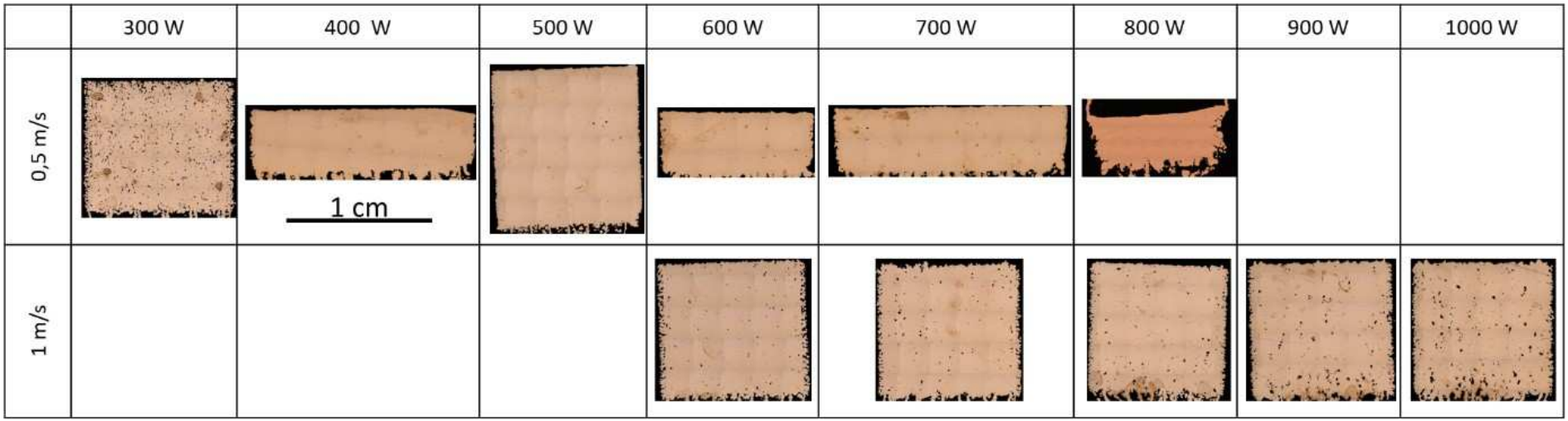


Figure IV. 23 : (a) Taux de porosité en fonction du taux de recouvrement pour l'ensemble des essais réalisés avec le laser vert, (b) application du critère de densification de (Tang et al., 2017)



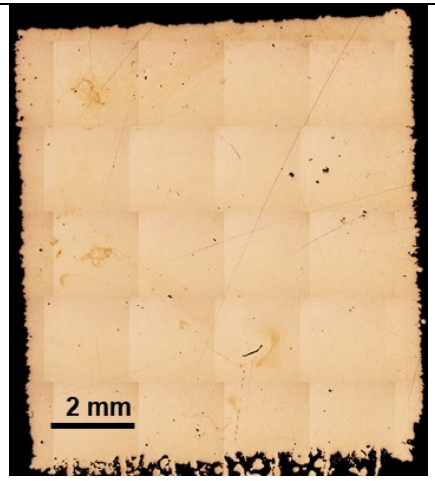
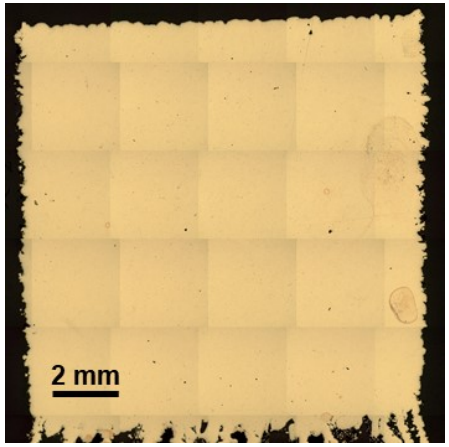
P = 500 W – V = 0.5 m/s – H = 120 µm- D_f = 13 cm^3/h	P = 1000 W – V = 0.5 m/s – H = 300 µm - D_f = 32 cm^3/h
	
Taux de porosité ~ 0.15%	Taux de porosité ~ 0.1%

Figure IV. 24 : (a) Coupes micrographique transverses des échantillons en fonction de la puissance et de la vitesse, (b) exemple d'optimisation de débit de fusion

La Figure IV. 25 montre cette évolution en caméra rapide pour un échantillon de base rectangulaire 2 mm x 5 mm. Les premiers cordons (Figure IV. 25-a) ont une largeur de bain équivalente (~300 µm) à celle mesurée sur les mono-cordons dans la partie (III.2.3.2.), mais le bain liquide correspondant au dernier cordon fabriqué (Figure IV. 25-b) est 200 µm plus large. Cet élargissement des bains liquides s'explique logiquement par une augmentation de la température locale de la surface T_0 avant le passage du cordon suivant, les temps moyens de refroidissement entre deux vecteurs laser étant suffisamment courts (t_{ref}= (Longueur du vecteur/V) = 10 mm / 500 mm/s = 20 ms) pour localiser la dissipation thermique.

L'effet de préchauffage est ainsi favorisé par un faible écart vecteur, et des valeurs de (P, V) élevées. La Figure IV. 25 correspond donc à un cas extrême pour lequel les effets de préchauffage sont majorés. Physiquement, un préchauffage à la température T_0 permettra donc d'atteindre plus facilement la température de vaporisation et favorisera à la fois des augmentations de largeurs et de profondeurs de mono-cordons en particulier en régime de *keyhole*.

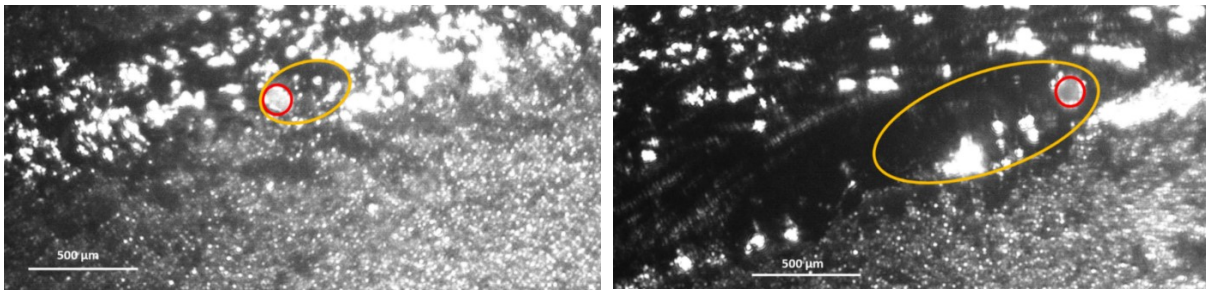


Figure IV. 25 : Extrait de caméra rapide coaxiale (10000 fps) lors d'un essai (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, h = 100 µm) pour une pièce de2x6 mm réalisée avec le laser vert (a) 5ème cordon, (b) Dernier cordon

IV.2.2.3. Influence de la taille des échantillons

Une variation de densité avait été observée suivant la taille des échantillons pour le laser IR. On va donc vérifier l'influence de la largeur des pièces sur le taux de porosité pour une même paramétrie (P = 600 W, V = 0.5 m/s, H = 120 µm), et des pièces de largeur 0.5 mm à 30 mm. L'objectif est d'évaluer si un effet de taille existe pour la fabrication de pièces en cuivre pur au-delà des problèmes de défocalisation observés avec le laser IR (Figure IV. 26).

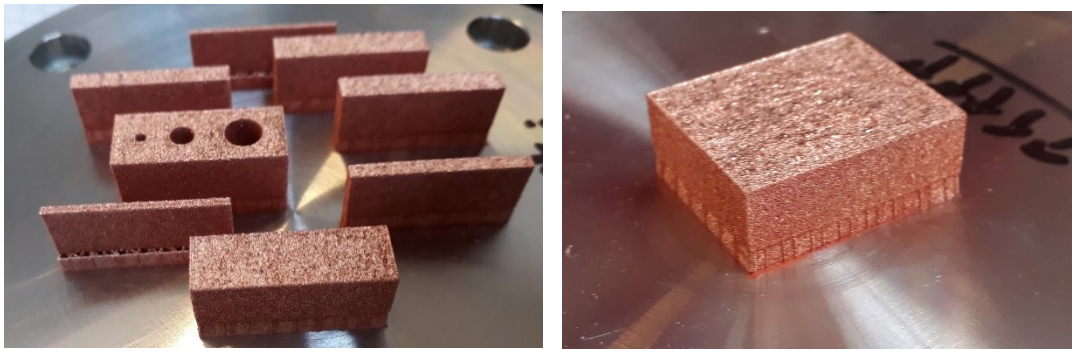


Figure IV. 26 : Pièces de largeur différente réalisées par fusion SLM laser vert à paramétrie identique

La Figure IV. 27 montre que le taux de porosité diminue dans un premier temps avec la largeur de la pièce avant de se stabiliser autour de 0.2 %, et de ré-augmenter légèrement pour la pièce la plus large.

Les porosités sont essentiellement localisées en bord de pièce, et sont en grande partie attribuables à l'absence de *skywriting (=stratégie de balayage consistant à positionner la tête scanner en amont du vecteur à laser afin d'assurer une vitesse de fusion constante* (Mancisidor et al., 2016)*)*, donc à des vitesses de balayage trop faibles en début de vecteur de balayage (bord de pièce) qui favorisent des porosités de keyhole. Ce phénomène est d'autant plus impactant que les vecteurs de lasage sont courts, donc que les pièces sont fines. Dans la stratégie de balayage utilisée, un angle de 90° est imposé entre chaque couche et l'orientation des vecteurs de la 1ère couche est parallèle au bord de la pièce. Par conséquent, pour une couche sur 2, les vecteurs sont très courts, et la fraction de vecteur affectée par l'absence de *skywriting* devient importante. Cela explique pourquoi les pièces les plus fines présentent le plus de porosités (jusqu'à 4 % pour la pièce de 0.5 mm). L'intégration d'un mode de *skywriting* devrait largement permettre d'éviter cet effet.

En dehors de cet effet, il ne semble pas y avoir d'effet de taille : au-delà d'une certaine largeur, les grandes pièces sont aussi denses (voire plus) que les petites. Ce résultat confirme que l'effet de taille observé en IR sur le banc FAIR (Figure IV. 5) et la machine AddUp est uniquement dû à un échauffement des optiques. Une fois ce problème réglé il ne semble pas y avoir d'impossibilité de réaliser de grandes pièces avec le laser IR.

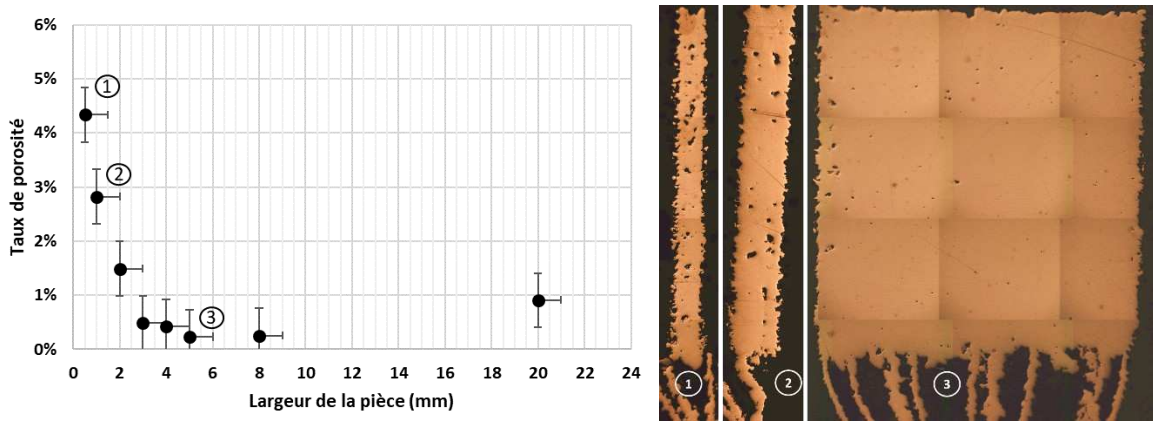


Figure IV. 27 : (a) taux de porosité mesuré par coupe micrographique (ci-contre) en fonction de la largeur de la pièce et (b) coupes micrographiques pour trois largeurs initiales : (1) 0.5 mm, (2) 1 mm et (3) 5 mm

IV.2.3. Influence des paramètres du procédé sur la morphologie des surfaces de construction

Comme en laser IR, quelques analyses topographiques ont été réalisées sur la surface de construction des pièces 3D (= surface de dessus des pièces Figure IV. 1). La densité s'améliore avec la qualité des surfaces de fabrication (Tableau IV. 8) donc avec la stabilité en épaisseur du lit de poudre mais en comparant les pièces une à une, celle possédant le meilleur état de surface comme la pièce n°2 du Tableau IV. 8, n'est pas forcément la plus dense. Ainsi, à forte densité d'énergie, un état de surface, même dégradé (cas 1, Tableau IV. 8) pourra être compensé par la forte pénétration des cordons pouvant refondre des surépaisseurs importantes de poudre. Au final, la rugosité d'une surface de construction et la stabilité des cordons qui la composent sont des indicateurs assez fiables de la densité de la pièce à quelques exceptions près.

Nom échantillon	1	2	3	4
Paramètres	P = 800 W V = 0.5 m/s H = 150 µm Δz = 100 µm	P = 300 W V = 0.5 m/s H = 120 µm Δz = 60 µm	P = 500 W V = 0.5 m/s H = 120 µm Δz = 60 µm	P = 500 W V = 0.6 m/s H = 100 µm Δz = 60 µm
VED	252 J/mm^3	94 J/mm^3	157 J/mm^3	131 J/mm^3
Ra	116 µm	20 µm	12 µm	38 µm
Rt	837 µm	182 µm	136 µm	406 µm
Taux de porosité	1.35%	2.63%	0.5%	4.27%

Tableau IV. 8 : Mesure des états de surface (Ra) pour échantillons réalisés avec le laser vert TRUMPF sur le banc FAIR

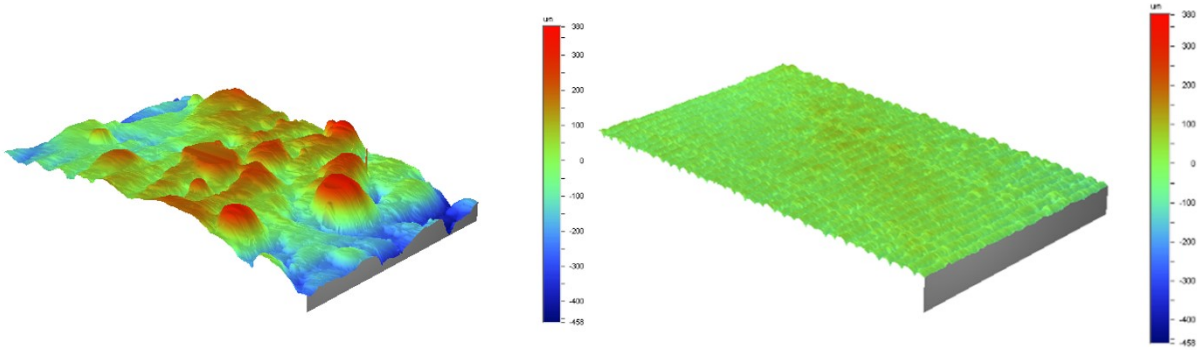


Figure IV. 28 : Profil spatial 3D des échantillons (a) 1 (R_a=116 µm) et (b) 2 (R_a=20 µm) du Tableau IV. 8

IV.2.4. Conclusion intermédiaire sur la FA par SLM avec un laser vert 1 kW

Le procédé SLM avec un laser vert a montré des résultats prometteurs sur le cuivre, avec des taux de porosité inférieur à 0.5 % sur coupes micrographique, correspondant à de meilleures densités de pièces que celles obtenues en laser IR dans la littérature. Vis-à-vis du laser IR, et même si ce dernier a également permis de bien densifier les pièces dans notre étude, le laser vert permet d'augmenter la productivité théorique du procédé avec des débits de fusion de 40 cm^3/h pour des pièces de densité supérieure à 99.5%. Les stratégies de balayage pouvant également être simplifiées par rapport au laser IR grâce à une meilleure absorptivité de la longueur d'onde verte, qui autorise plus de flexibilité.

Par contre, le système (Laser + tête scanner + focalisation) loué à TRUMPF pour cette étude impose une faible distance de travail de 170 mm pour suffisamment focaliser le faisceau (d=90 µm), ce qui limite la taille de la surface de fabrication. Utiliser une focale plus longue revient à élargir le faisceau. C'est cette solution qui a été retenue sur les machines industrielles *TruPrint 1000 Green Edition* récemment commercialisées qui utilisent un faisceau de 200 µm top-hat et une distance de travail de l'ordre de 370 mm.

IV.3. Etude des microstructures

Dans cette partie, nous cherchons à tirer quelques enseignements généraux sur les microstructures SLM du cuivre en fonction des paramètres du procédé, de l'état de densification du matériau, et de la mise en œuvre de post-traitements thermiques.

IV.3.1. Microstructures des matériaux bruts de fabrication SLM

Pour rappel, les microstructures des matériaux bruts de SLM présentent une texture morphologique avec des grains colonnaires alignés selon la direction de fabrication, et une texture cristallographique souvent orientée <001> // DF sur les matériaux cubiques à faces centrées. L'intensité de texture est plus ou moins marquée en fonction des paramètres du procédé, mais également en fonction de la composition chimique initiale du matériau considéré.

Cette double texture morphologique et cristallographique est en partie corrélée au gradient thermique moyen dans la pièce (orienté selon l'axe de fabrication), et à la forme des cordons et l'orientation des vecteurs solidification. C'est particulièrement le cas pour des stratégies de fusion simples (avec un seul sens de lasage) comme dans le cas ci-dessous issu de (Andreau et al., 2019) où l'on retrouve une microstructure en chevrons issue du recouvrement latéral des cordons adjacents entrecoupée de grains colonnaires fins (en rouge) issus d'une croissance épitaxiée verticale depuis le fond des cordons.

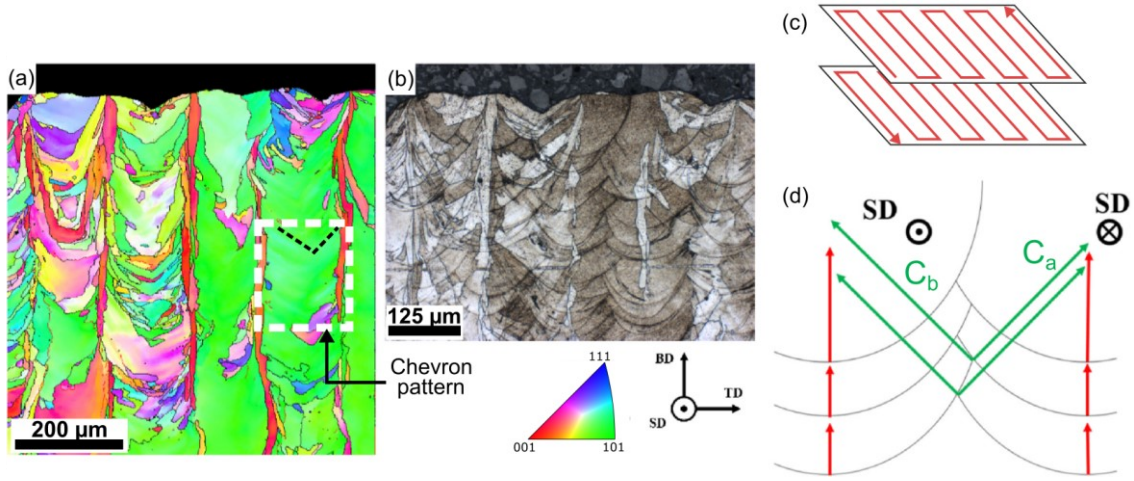


Figure IV. 29 : Microstructure de solidification (texture <110> //DF) obtenue sur 316L brut de SLM par une stratégie lignes aller-retour sans angle de rotation inter-couche (Andreau et al., 2019). La microstructure en chevrons (en vert sur la cartographie IPF perpendiculaire à la direction de fabrication) s'explique par le taux de recouvrement et la concavité marquée des zones fondues.

IV.3.1.1. Analyse micrographique

Contrairement à des microstructures très colonnaires et texturées issues de zones fondues peu pénétrantes et à faible concavité, les microstructures obtenues sur les pièces denses fabriquées en IR chez ADDUP (Figure IV.2) sont caractéristiques d'un mode de fusion de type *keyhole*, comme déjà évoquées dans les thèses de (Andreau et al., 2019) et (Traore, 2020). Ce régime de fusion a largement été discuté au chapitre 3, et se justifie par les fortes densités de puissance ou d'énergie requises pour densifier le cuivre dans l'IR. Il se traduit par une fusion pénétrante, avec un bas de cordon présentant une concavité importante et deux bords quasi-parallèles.

On distingue deux parties sur les microstructures du cuivre SLM :

- Dans les zones majoritaires où le front de solidification est orienté perpendiculairement à la direction de fabrication (zones ② sur la Figure IV. 30), la microstructure associée, qui peut être qualifiée de microstructure en chevrons, est alors formée par le recouvrement latéral entre les grains et l'épitaxie latérale ou transversale qui en résulte. Les grains se retrouvent alors orientés plus ou moins horizontalement sur un plan de coupe. Ces zones en chevrons sont également favorisées par un taux de recouvrement suffisant des cordons (Grange et al., 2020). En se basant

sur les dimensions des mono-cordons sur pièces 3D (Figure III. 25), le taux de recouvrement latéral correspondant à la Figure IV. 30-c est estimé à (1-Hatch/ Largeur) = (1-200/300) ~ 30 %).

- Au niveau de la partie inférieure de chaque cordon (racine de cordon), le front de solidification progresse verticalement. Cette zone (zones ① sur Figure IV. 30-b,c) est à l'origine du liseré continu et fin de grains majoritairement colonnaires mais localement équiaxes. Dans cette zone, associée aux racines de cordons SLM, se concentre la majorité des porosités présentes dans les échantillons correctement densifiés. Ces porosités sont typiques de porosités de *keyhole* provoquées par des instabilités hydrodynamiques à l'origine de la fermeture du capillaire de vapeur. En raison de la petite taille des ZF en cuivre, ces porosités-cavités gazeuses n'ont pas eu le temps de dégazer en remontant vers la surface libre du cordon et se sont retrouvées piégées. Ces zones ① sont essentiellement issues d'une épitaxie axiale dans la direction de fabrication, lors de la dilution avec la couche précédente.

A travers l'analyse de cette microstructure caractéristique, on retrouve donc la spécificité de la fusion SLM du cuivre, qui nécessite de fortes densités d'énergie, donc le passage dans un mode de *keyhole* bien établi (rapport d'aspect ~ 2) pour contrebalancer la grande diffusivité thermique du cuivre pur. En cela, ce matériau diffère des autres alliages CFC plus classiques (Inconel 625, 316L) pour lesquels des zones fondues moins concaves sont envisageables, et peuvent amener à des microstructures largement colonnaires et souvent texturées <001> // la direction de fabrication.

L'un des points d'interrogation concerne la présence d'une proportion non-négligeable de structure à grains fins plutôt équiaxes dans les parties ① censées être associées à une croissance épitaxiée verticale selon la direction de fabrication. Ces structures équiaxes peuvent être favorisées par la présence des porosités de *keyhole*, qui cassent localement l'épitaxie, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant.

Dans une représentation quasi-3D combinant une micrographie sur coupe (plan (X,Z) et une micrographie en surface (plan (X,Y)) du même échantillon (Figure IV. 31), on met également en évidence une microstructure composée de colonnes parallélépipédiques à forte rapport d'aspect séparées par des liserés de grains colonnaires verticaux. Sur le plan (X,Y), cette microstructure prend la forme d'un damier. Un schéma de principe de la formation de cette microstructure est présenté en Figure IV. 32.

A paramétrie équivalente (P, V, H), la stratégie de fabrication a également un effet sur les microstructures formées. Dans les mêmes conditions (1 kW – 0.5 m/s – 200 µm) que celles de la Figure IV. 31-b, une stratégie en lignes classique (ordre des cordons : 1 → 2 → 3 → 4 →5) forme dans la partie ② une structure a priori plus colonnaire et texturée, en se basant sur le contraste cristallographique issu de l'attaque chimique, Figure IV. 31-a), qu'avec une stratégie entrelacée (ordre des cordons 1 → 3 → 5 → 2 →4). Cette dernière présente quant à elle des grains plus petits et a priori moins de texture cristallographique (absence de grains blancs verticaux de hauteur millimétrique).

En comparaison (Figure IV. 33-a), une pièce réalisée avec le laser vert (500 W – 0.5 m/s – 120 µm) en stratégie lignes classique présente une microstructure très proche de celle obtenue en IR. Par contre (Figure IV. 33-b), le fait d'augmenter significativement l'écart vecteur (300 µm) et la puissance du faisceau laser (1000 W – 0.5 m/s), avec à la clé un recouvrement latéral très faible (~ 4 %) et une profondeur fondue (~ 314 µm) plus importante entraînent la formation d'une microstructure atypique en zigzag.

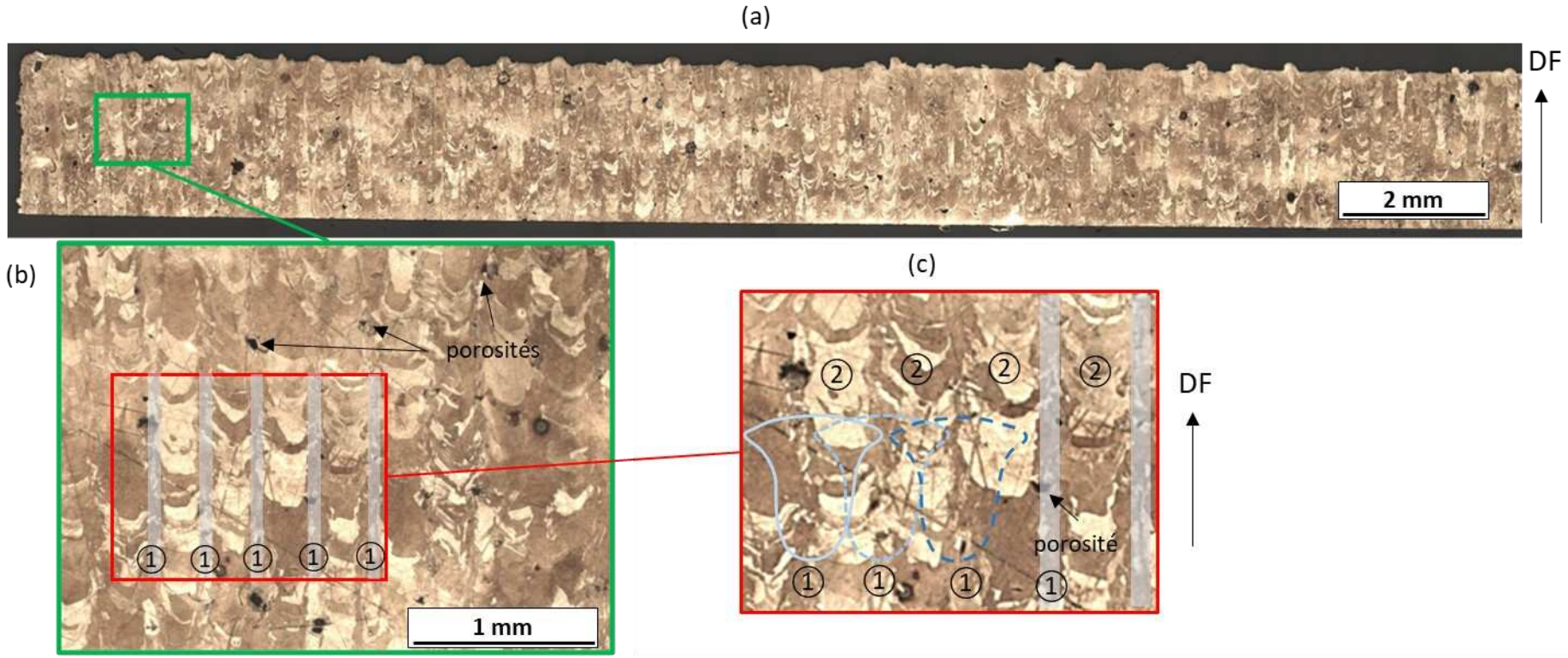


Figure IV. 30 : (a) Coupe métallographique et attaque chimique d'une pièce dense réalisée par AddUp (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm en stratégie entrelacée) (b-c) Zoom sur une partie de la pièce et lien avec les cordons de fusion en mode keyhole

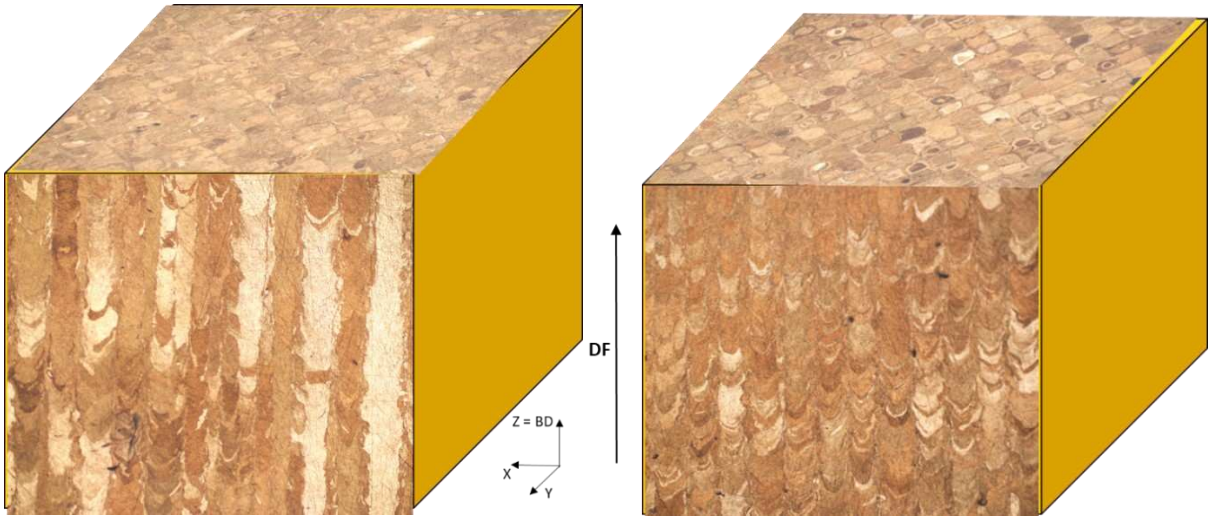


Figure IV. 31 : *Influence de la stratégie de balayage à iso-paramétrie (laser IR, P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm, angle de rotation = 90°), (a) stratégie lignes AR classique, (b) stratégie entrelacée.*

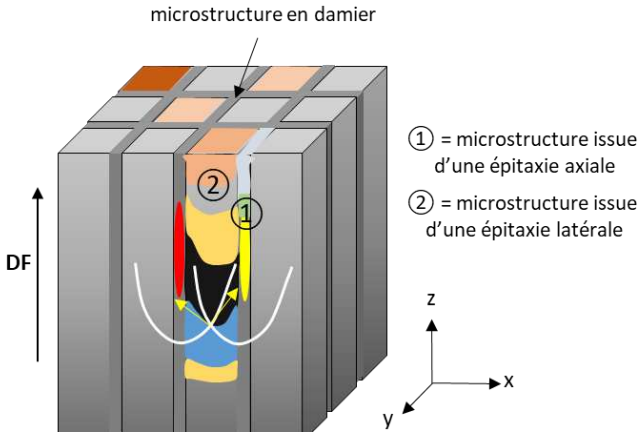


Figure IV. 32 : Schéma de la microstructure en colonnes parallélépipédiques

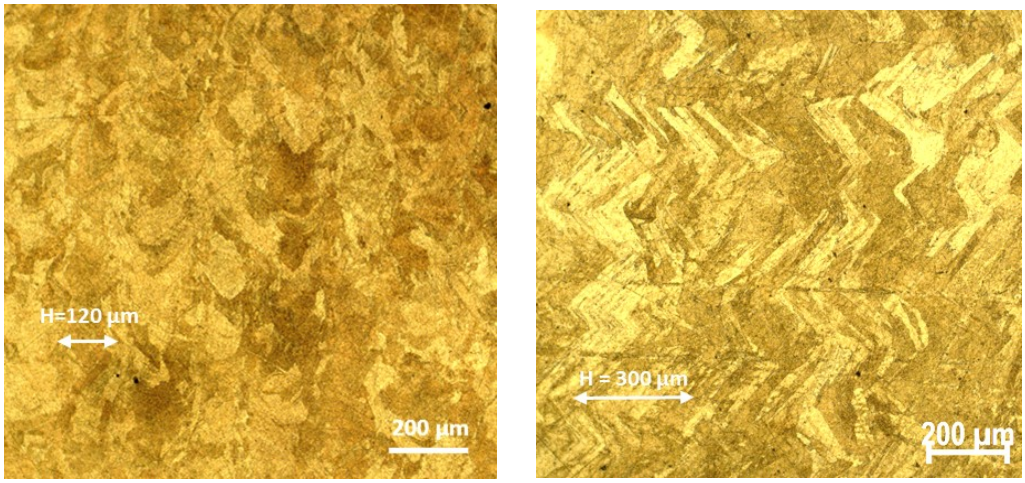


Figure IV. 33 : Coupes transverse (x-z) pour (a) P = 500 W – V = 0.5 m/s – H = 120 µm ; (b) P = 1000 W – V = 0.5 m/s – H = 300 µm (laser vert)

IV.3.1.2. Analyses EBSD

La représentation en figures de pôles inverses (*Inverse Pole Figure* IPF) sur des cartographies EBSD permet d'analyser à la fois le type de solidification (colonnaire, équiaxe), et les orientations cristallographiques associées. Par ailleurs, elle permet d'étudier plus facilement les microstructures de pièces mal densifiées que l'analyse micrographique. En effet, le réactif chimique a tendance à attaquer préférentiellement les porosités, accélérant localement le processus de dissolution et gênant l'analyse micrographique.

Sur la plupart des échantillons Cu bien densifiés par le procédé SLM, les analyses EBSD sur coupe métallographique mettent en évidence, comme les analyses au microscope optique, une alternance de colonnes de gros grains (100-300 µm), séparés par des liserés de grains plus petits (< 30 µm) (Figure IV. 34). Les deux configurations présentent une orientation majoritairement <110> // DF, l'orientation étant plus marquée sur la configuration la plus chaude (Figure IV. 34-a). Cette texture cristallographie en chevrons orientés <110> sur les côtés et <100> au centre traduit de la présence de régime de forte pénétration (*keyhole)* lors de la fusion. Cette microstructure est assez différente de celle observée sur des pièces denses en cuivre pur réalisées par le procédé SEBM. En effet, la présence de bain liquide plus large que profond (Thomas, 2021), induit la formation de grain majoritairement orienté <001>. La texture cristallographique colonnaire est cependant commune aux deux procédés.

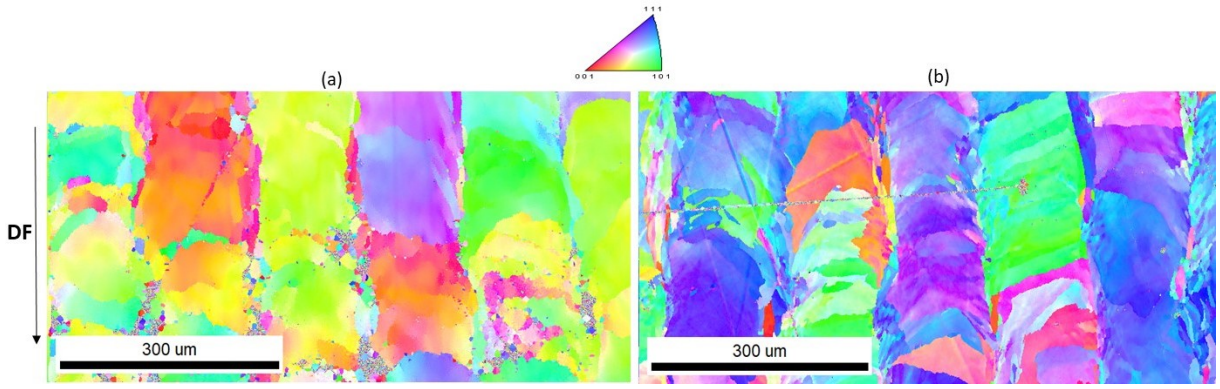


Figure IV. 34 : Image IPF sur coupes d'échantillons élaborés par fusion laser vert : (a) 700 W – 300 mm/s – hatch = 100 µm, (b) 700 W – 500 mm/s – hatch = 120 µm

Dans l'exemple présenté ci-dessous correspondant à un écart vecteur de 200 µm, l'échantillons poreux (P=400 W, V=0.5 m/s) présente une microstructure fine (diamètres de grains < 80 µm) et orientée selon la direction de fabrication DF, avec des variations d'inclinaison de part et d'autre de cette direction. L'échantillon mieux densifié (P=700 W, V=0.5 m/s) présente plus de texture cristallographique et des grains sensiblement plus gros (en moyenne >100 µm) que ceux des échantillons plus poreux (< 40 µm). La présence de porosités modifie donc à l'échelle locale les conditions de solidification, et limite la croissance par épitaxie.

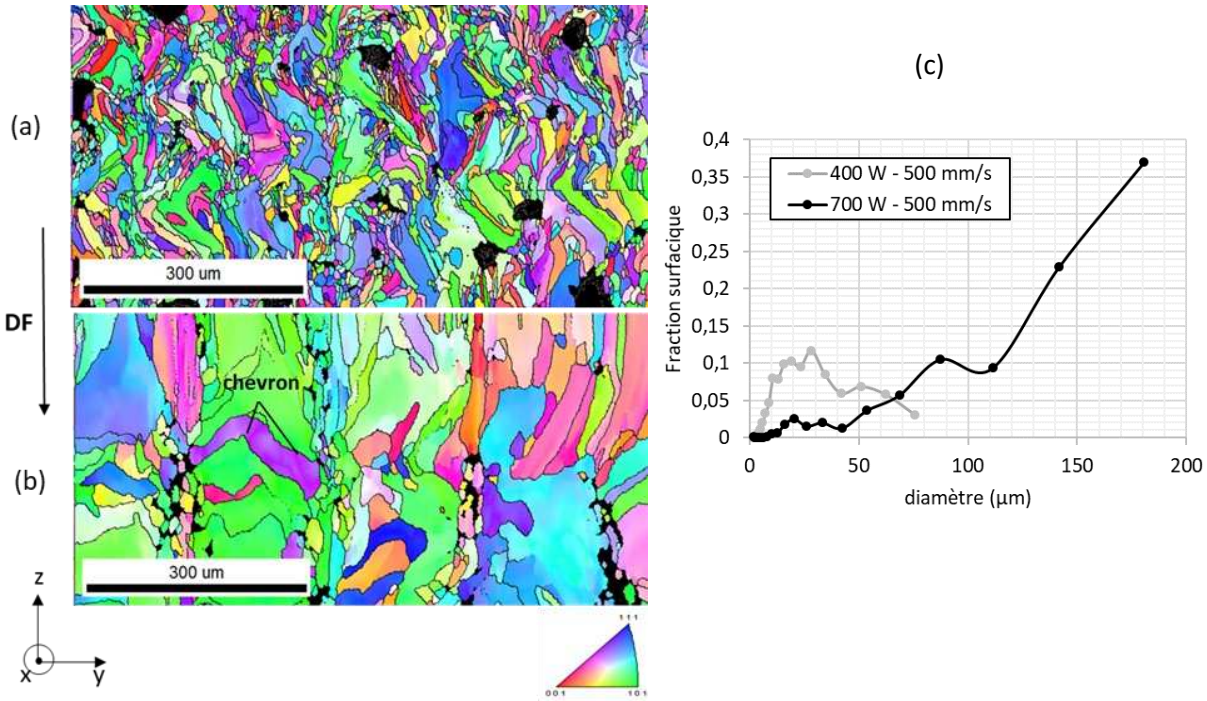


Figure IV. 35 : Influence de la puissance sur les microstructures EBSD d'échantillons fabriqués par laser vert : V = 0.5 m/s, H = 200 µm, ⊿h = 60 µm, (a) P = 400 W, VED =125 J/mm³, % porosité ~2 %, (b) P = 700 W, VED =218 J/mm³, % porosité ~0.5 % (NB : les zones sombres du 2nd échantillon correspondent à des points mal indexés et pas à des porosités ouvertes), (c) distributions de tailles de grains

La Figure IV. 36 présente une analyse EBSD en IPF de la surface de l'échantillon (700 W – 0.5 m/s, hatch = 200 µm), déjà étudié sur coupe en Figure IV. 35-b. On y retrouve en surface le pavage régulier déjà mis en évidence sur les micrographies de la figure précédente (en laser IR). La surface de construction présente une texture fibre <011> prononcée (intensité de texture = 14), au sein de laquelle les orientations <110> varient d'une ligne de lasage à une autre, comme en témoignent l'orientation du cristal CFC sur la cartographie. On retrouve la même orientation majoritaire <110> dans l'imagerie sur coupe précédente (Figure IV. 35-b).

Le même type d'analyse effectuée sur coupe pour une épaisseur de couche de 100 µm (Figure IV. 37) confirme la différence de microstructure entre échantillon poreux (obtenu pour VED = 220 J/mm³) et échantillon dense (pour VED=282 J/mm³). Le poreux (Figure IV. 37-a) présente une microstructure unique composée de grains assez fins (<100 µm) et colonnaires, majoritairement allongés selon l'axe de fabrication (avec un certain angle). Seul l'environnement immédiat des porosités est mixte équiaxe-colonnaire avec des grains très fins. Pour la même épaisseur de couche, l'échantillon mieux densifié (à 900 W au lieu de 700 W : Figure IV. 37-b) présente la microstructure duale (en chevrons séparés par un liseré de grain fins), avec une texture cristallographique <110>, et plus de 40 % de grains de diamètre équivalent supérieur à 100 µm.

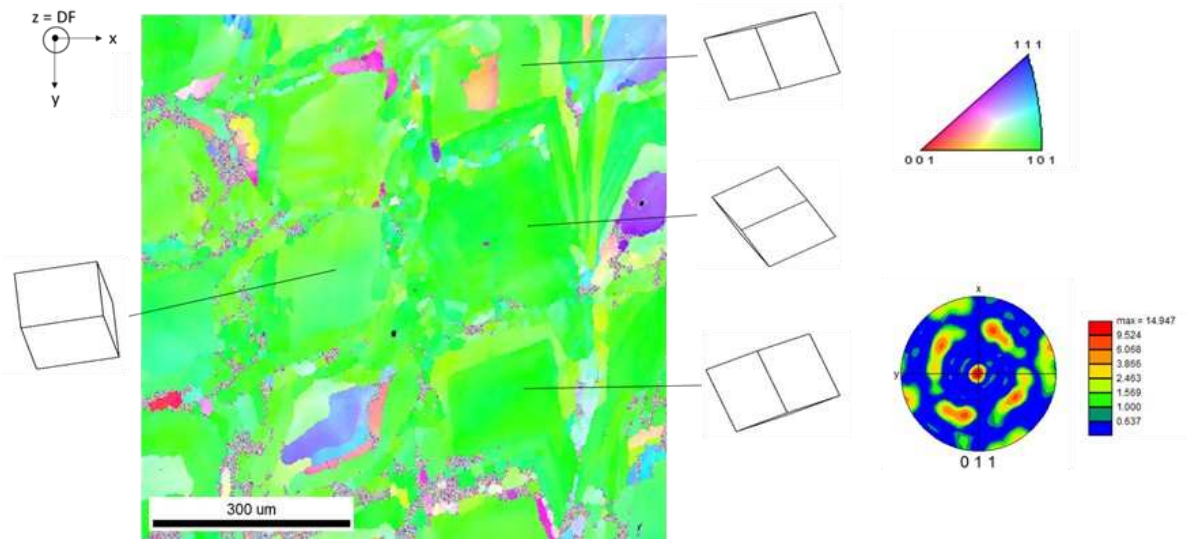


Figure IV. 36 : *Analyse IPF-EBSD et PF (Figure de Pôle) <011> d'un échantillon élaboré par laser vert avec P = 700, V = 0.5 m/s, hatch = 200 µm, VED = 250 J/mm³ en vue de dessus (avec z// DF)*

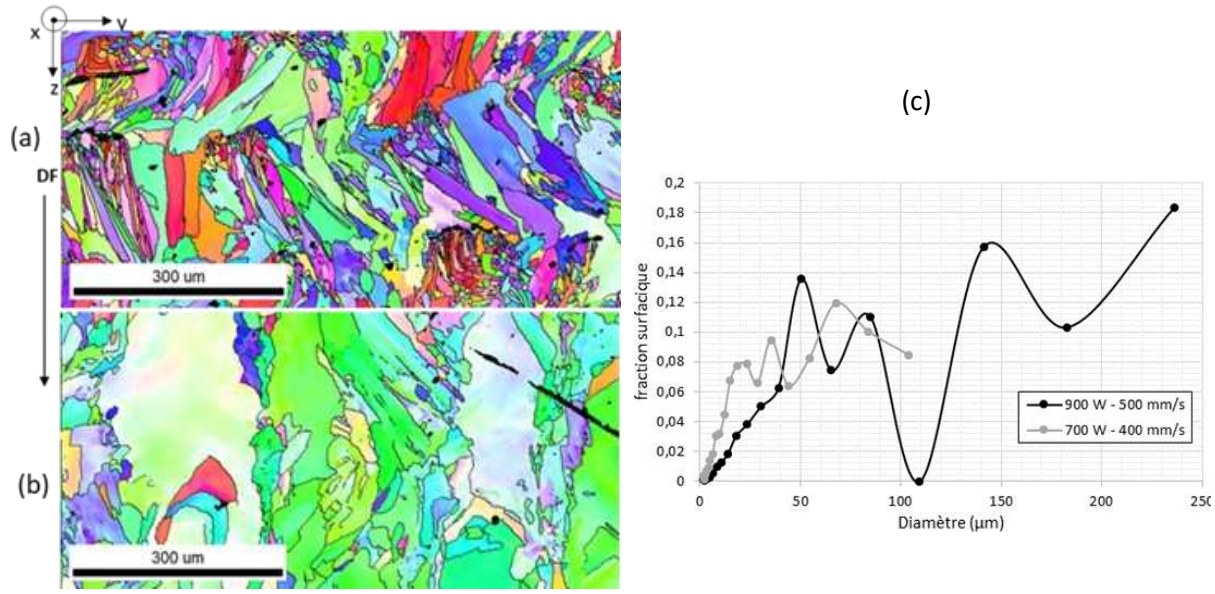


Figure IV. 37 : *Influence des paramètres du procédé sur les microstructures (IPF-EBSD) du cuivre obtenu par SLM laser vert avec des couches de 100 µm : (a) 700 W – 400 mm/s – H = 250 µm, VED = 220 J/mm³ (~ 1.5 % porosité), (b) 900 W – 500 mm/s – H = 200 µm, VED = 282 J/mm³ (~ 0.5 % porosité), (c) comparatif des tailles de grains*

Des analyses ont également été réalisées sur des murs d'épaisseur variable (1 mm à 8 mm) élaborés par laser vert (cf section IV.2.2.3). Elles ont confirmé une texture <011> selon le sens de fabrication, qui semble un plus prononcée pour les échantillons les plus petits.

IV.3.2. Influence d'un traitement thermique

Dans cette partie, les effets des traitements thermiques (TT) sont évalués à travers l'analyse microstructurale d'un échantillon correctement densifié avant et après TT, l'évolution de la dureté et

l'estimation par diffraction des rayons X de la densité de dislocations. Les traitements thermiques (1 h – 200°C et 1 h – 500°C) ont été choisis en se basant sur (Barbery, 1991).

IV.3.2.1. Microstructures après TT

Une représentation IPF – EBSD de la surface de construction d'un échantillon élaboré avec P = 800W – V = 0.5 µm, H=200 µm avant et après traitement thermique ne met pas en évidence d'évolution cristallographique notable, avec une texture qui reste majoritairement orientée <110> selon la direction de fabrication et une intensité de texture (~13) conservée.

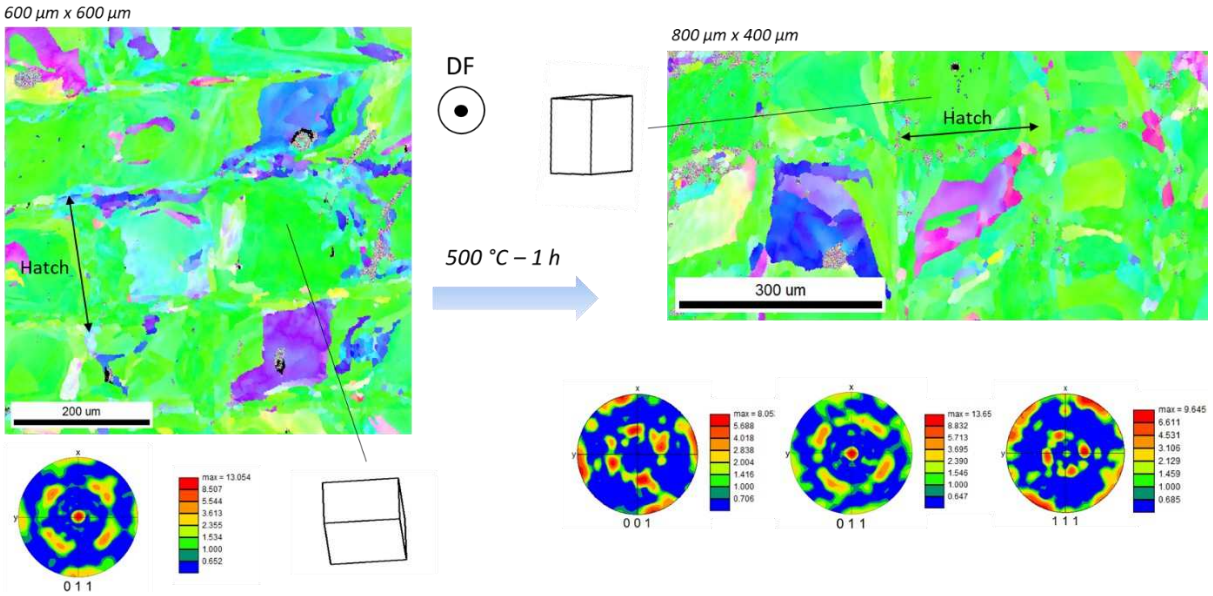


Figure IV. 38 : *analyses IPF- EBSD de la surface de fabrication d'échantillons bruts de SLM (P=800 W – V= 0.5 m/s – H=200 µm) et traité 1 h – 500°C (avec z // DF)*

IV.3.2.2. Microdureté

Des analyses de dureté ont été faites sur des coupes transverse de pièces issues de la fabrication sur le banc FAIR à l'aide du laser vert TRUMPF. Les mesures ont été réalisées avec une charge appliquée de 200 g (empreinte de ~80 µm) au-delà de laquelle la dureté ne varie plus (cf chapitre 2). Dans ces conditions, les matériaux bruts de SLM présentent une dureté moyenne de 70 $HV_{0.2}$ (Figure IV. 39).

Les pièces denses brut de SLM ont donc une dureté plus importante que celle issue d'EBM (50 HV) (Thomas, 2021) ou que du cuivre à l'état recuit (autour de 45 HV). On en déduit donc que, comme les autres matériaux bruts de SLM, le cuivre présente un état d'écrouissage thermique en sortie de procédé SLM, associé potentiellement à une densité de dislocations élevée.

Après traitement thermique 1h - 200°C ou 1h - 500°C, les valeurs de dureté Vickers diminuent légèrement (70 => 60-65), comme indiqué sur le graphe ci-dessous, ce qui traduit un effet réel mais modéré du traitement thermique.

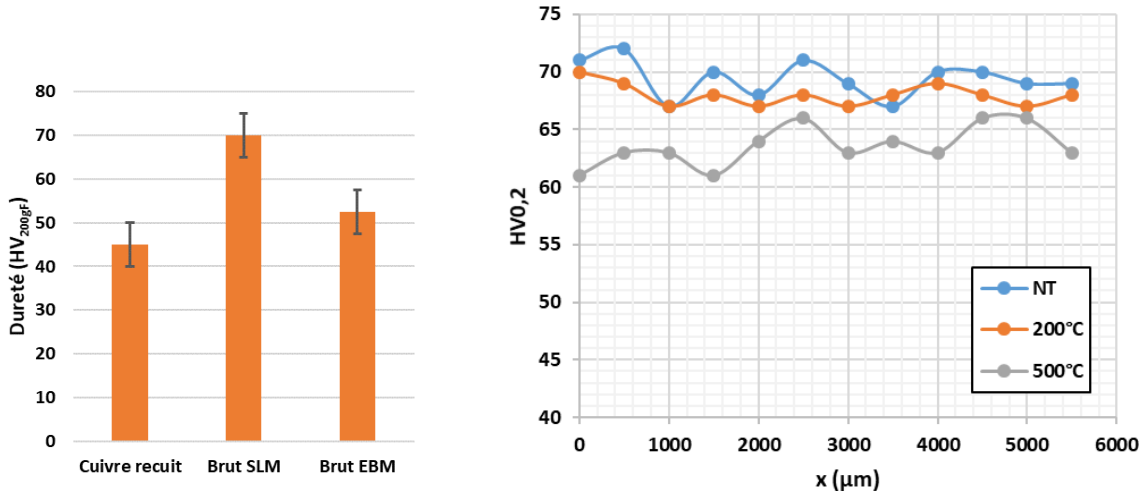


Figure IV. 39 : (a) Comparaison de la dureté HV de pièces issues de différents procédés (b) effet des traitements thermiques

IV.3.2.3. Analyse par diffraction des rayons X

Nous avons utilisé la diffraction des rayons X essentiellement pour estimer le degré d'écrouissage thermique et le taux de dislocations du cuivre brut de SLM et traité thermiquement. Dans ce but, nous avons mis en œuvre l'approche de Williamson – Hall basée sur l'analyse des élargissements de raies, déjà utilisée dans les thèses récentes de (De Terris, 2019) et (Traore, 2020) sur l'Inconel 625 SLM. Cette approche analytique permet de distinguer les contributions respectives à l'élargissement des pics associées à : (1) la taille des domaines cohérents de diffraction (liés plus ou moins directement à la taille des grains), (2) les micro-distorsions $\dot{\varepsilon}=\Delta d/d$ du réseau cristallin.

Les diffractogrammes de chaque pièce traitée thermiquement sont présentés dans la Figure IV. 40. On observe dans un premier temps assez peu de variation d'intensités relatives des raies entre les trois essais.

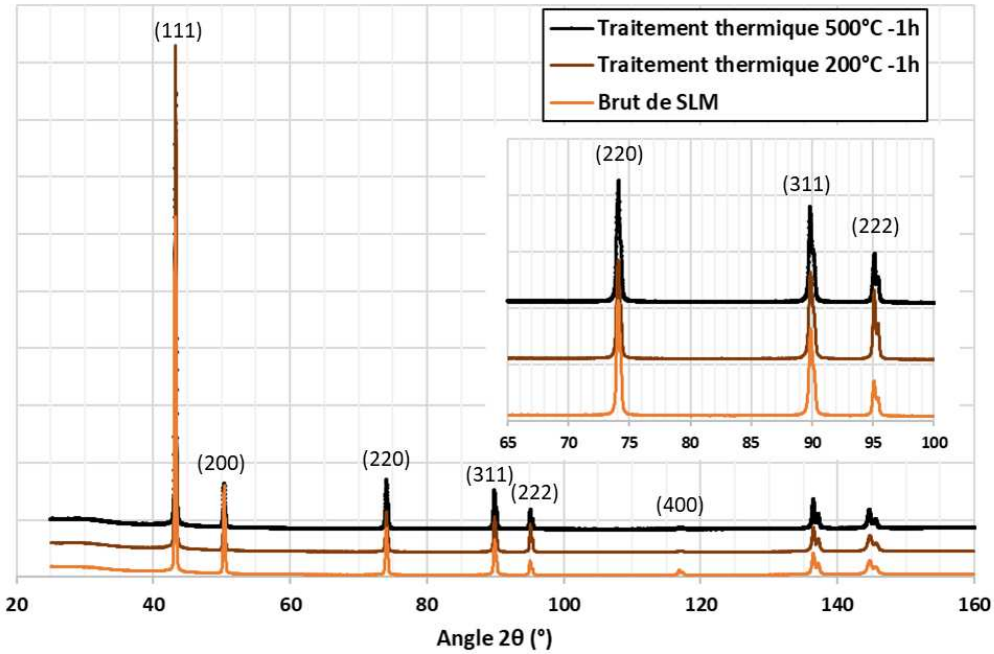


Figure IV. 40 : Diffractogrammes X obtenus sur brut de fabrication SLM (face de construction) suivant le traitement thermique réalisés (brut SLM, 200°C-1h et 500°C-1h)

Le paramètre de maille est déterminé via l'équation (IV.4) pour tous les essais : a=0.361 nm. Ce résultat est cohérent à la fois avec les données bibliographiques (Davis and ASM International, 2001) et avec le calcul de la taille de maille cfc via le rayon de l'atome (a = 4*R/√2) avec R = 0.128 nm .

$$a = d_{hkl}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \frac{4R}{\sqrt{2}} \quad \text{(IV.4)}$$

Avec R le rayon de l'atome de cuivre (R = 128 pm), d_{hkl} la distance interatomique des plans cristallins de direction dans l'espace h, k, l. La distance interatomique peut être déterminer via l'équation (IV.5) à partir de l'angle de diffraction θ_{hkl} et de la longueur d'onde du rayonnement X de l'anticathode du cuivre λ_X = 0.154 nm.

$$\lambda_X = 2\, d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) \quad \text{(IV.5)}$$

L'étude de diffraction est menée sur les plans (111), (200), (220) et (311). Comme dans les thèses de (De Terris, 2019) et de (Traore, 2021), les largeurs des pics à mi-hauteur (FWHM) ont été mesurées avec le logiciel Fityk (version 1.3.1), et corrigées via les valeurs de référence d'une poudre de LaB6, dans le but de supprimer la composante instrumentale. En utilisant l'équation de Williamson-Hall (équation (IV.6)), on peut alors déterminer la déformation du réseau cristallin $\dot{\varepsilon}$ pour les différents essais. Puis en connaissant le vecteur de Burgers (b = 0.255 nm pour la maille cfc du cuivre pur), l'équation (IV.7) permet de déterminer la densité de dislocation de la pièce.

$$FWHM\cos(\theta_{hkl}) = 4\sin(\theta_{hkl})\,\dot{\varepsilon} + \frac{0.9\,\lambda_X}{D_S} \quad \text{(IV.6)}$$

Avec D_S la taille moyenne des cristallites et $\dot{\varepsilon}$ l'écart type de la déformation du réseau cristallin.

$$\rho_{dis} = \frac{16.1\dot{\varepsilon}^2}{b^2} \quad \text{(IV.7)}$$

Avec ρ_{dis} la densité de dislocations et b le vecteur de Burgers égal à a*√2/2 = 0.255 nm (Davis and ASM International, 2001).

Une modification du modèle de Williamson-Hall a été proposée par (Ungár, 1998) afin d'intégrer des contrastes de diffraction C_{hkl} pour les dislocations, variables en fonction des plans cristallins considérés. Dans ce modèle de WH modifié, le taux de distorsion $\dot{\varepsilon}$ est estimé par la pente de la droite de régression FWHM cos θ = f($C_{hkl}^{0.5}$ sinθ), et l'ordonnée à l'origine ($\sim\lambda/D_s$) traduit l'effet de taille des domaines cohérents de diffraction. Dans le cas du cuivre pur, les contrastes de diffraction sont les suivants : C_{111} = 0.099, C_{200}=0.304, C_{220}=0.150 et C_{311}=0.207 (Ungár, 1998).

L'application numérique est montrée en Figure IV. *41*-b, avec $\dot{\varepsilon}$ qui représente la pente de la droite. On n'observe que peu de variation dans les largeurs des pics avant et après traitement thermique. Les calculs (Tableau IV. 9) montrent une légère diminution de la densité de dislocations pour le traitement thermique à 500°C - 1h.

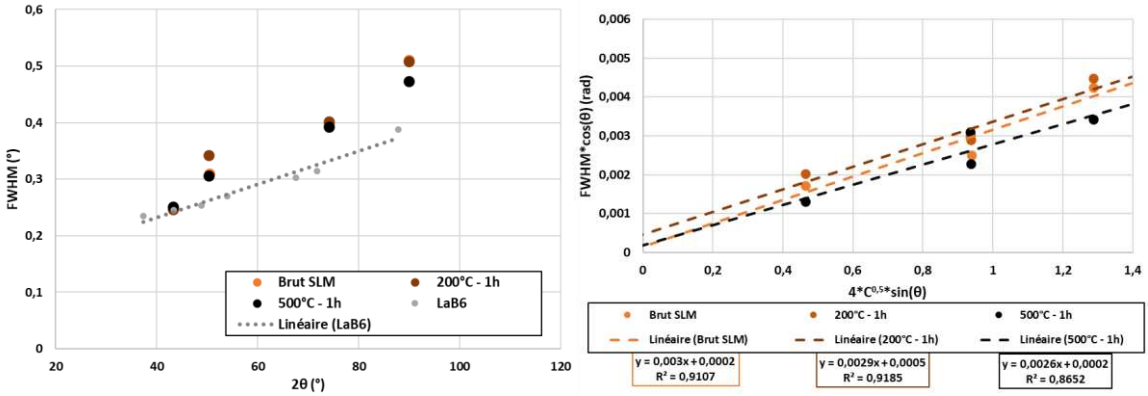


Figure IV. 41 : (a) Largeur des pics en fonctions de l'angle de diffraction et du traitement thermique et (b) détermination de l'écart type de la déformation du réseau cristallin.

	Brut de SLM	Traitement thermique : 200°C – 1h	Traitement thermique : 500°C – 1h
$\dot{\varepsilon}$	0.003	0.0029	0.0026
ρ_{dis} (m^{-2})	$2.2 \cdot 10^{15}$	$2.1 \cdot 10^{15}$	$1.7 \cdot 10^{15}$

Tableau IV. 9 : densité de dislocation calculée pour les cubes (P = 600 W, V = 0.5 m/s, H = 120 µm) pour trois conditions : brut de SLM, traitements thermique 200 °C – 1h et 500 °C – 1h

IV.3.3. Bilan sur les microstructures

Le cuivre élaboré par SLM dans les conditions expérimentales utilisées lors de cette thèse (faisceau de 80-90 µm, P > 400 W en vert, P > 800 W dans l'IR, stratégie de balayage croisée avec angle de rotation de 90°) présente une microstructure contrôlée par la forte concavité des zones fondues liée au régime de *keyhole*, qui oriente le vecteur solidification quasi-perpendiculairement à l'axe de fabrication vertical, et au gradient thermique principal. Il en résulte une microstructure que nous avons qualifiée de « en chevrons » orientée <110> par rapport à la direction de fabrication, et qui traduit le recouvrement latéral et la croissance épitaxiée transverse. Entre ces zones de croissance latérale subsistent des zones contrôlées par l'épitaxie et la croissance axiale, et qui sont issues principalement des racines de cordons de fusion. Il en résulte une microstructure moins colonnaire et moins texturée morphologiquement et cristallographiquement que celles obtenues avec des zones fondues moins profondes et moins concaves.

Après traitement thermique à 200°C et 500°C, la microstructure varie peu, malgré une baisse de dureté (pour un traitement à 500°C) qui traduit un début de restauration de la structure de dislocations, en partie confirmé par l'analyse des élargissements de pics en DRX.

IV.4. Analyse de la conductivité électrique des pièces SLM

La maximisation des propriétés électriques des pièces SLM est l'un des enjeux principaux du projet FUI AMBITION dans lequel s'intègre cette thèse. Ce paragraphe est donc consacré à l'étude de ces propriétés, sur des pièces 3D élaborées par SLM avec le laser vert TRUMPF 1 kW sur le banc FAIR.

IV.4.1. Bibliographie : relation conductivité électrique/densité

Différents facteurs peuvent conditionner a priori la conductivité de matériaux fabriqués par SLM : (1) leur composition chimique et son homogénéité, (2) leur densité ou leur taux de porosité, (3) leur état d'écrouissage.

L'un des principaux facteurs d'influence est le taux de porosité, les porosités pouvant être modélisées comme une phase à très faible conductivité thermique ou électrique au cœur d'un matériau biphasé. Dans un premier temps, nous allons utiliser les modèles existants pour estimer l'influence d'un taux de porosité sur le cuivre pur. Le Tableau IV. 11 présente les différents modèles de conductivité thermique équivalente considérés, pour différentes distributions de la matière. Les modèles ont déjà été comparés des mesures expérimentales expérimentalement pour des matériaux biphasés (Bories et al., 2008 ; Ranc-Darbord et al., 2018) avec des résultats prédictifs variables. Nous considèrerons dans ce qui suit que l'évolution de la conductivité électrique suit celle de la conductivité thermique en accord avec la loi de Wiedemann-Franz (équation I.15).

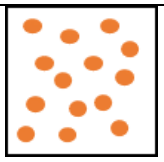
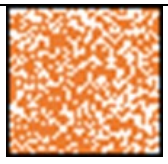
Modèle	Equation	Illustration
Série	$K_{eq} = \frac{K_s K_f}{(1-\varepsilon)K_f + \varepsilon K_s}$	
Parallèle	$K_{eq} = (1-\varepsilon)K_s + \varepsilon K_f$	
Géométrique	$K_{eq} = K_f^{\varepsilon} K_s^{1-\varepsilon}$	
Maxwell – borne supérieure	$K_{eq} = \frac{2(1-\varepsilon)K_s^2 + (1+2\varepsilon)K_s K_f}{(2+\varepsilon)K_s + (1-\varepsilon)K_f}$	
Maxwell – borne inférieure	$K_{eq} = \frac{2\varepsilon K_f^2 + (3-\varepsilon)K_s K_f}{(3-\varepsilon)K_f + \varepsilon K_s}$	
EMT (Effective Medium Theory model)	$(1+\varepsilon)\frac{K_s - K_{eq}}{K_s + 2K_{eq}} + \varepsilon\frac{K_f - K_{eq}}{K_f + 2K_{eq}} = 0$	

Tableau IV. 10 : Modèles de conductivité thermique équivalente (en orange : le matériau à haute conductivité)

On retrouve pour toutes les équations ci-dessus : ε le taux de porosité du matériau, K_{eq} la conductivité thermique équivalente, K_s la conductivité thermique de la phase solide (ici du cuivre pur à 20°C Ks = 400 W/Km), K_f la conductivité de la phase fluide, pour les calculs on considèrera de l'argon dans les porosités (K_f = 0.017 W/Km), ce dernier étant utilisé pour l'inertage de la machine SLM.

La conductivité est exprimée en % IACS, donc en pourcentage de la conductivité électrique du cuivre pur. Les modèles utilisés sont des modèles thermiques mais on fait l'hypothèse, grâce à la relation de Wiedemann-Franz que les rapports de conductivité seront les mêmes d'après l'équation (IV.8).

$$\sigma_{eq}(\%IACS) = \frac{\sigma_{eq}(S/m)}{\sigma_{Cu}(S/m)} = \frac{K_{eq}/TL_0}{K_{Cu}/TL_0} = \frac{K_{eq}(W/(Km))}{K_{Cu}(W/(Km))} \quad \text{(IV.8)}$$

On peut ainsi tracer l'évolution de la conductivité électrique pour tous les modèles (Figure IV. 42). Il reste à savoir quel modèle est le plus proche de l'évolution de la conductivité expérimentale. Tous ces modèles montrent logiquement une diminution de la conductivité avec le taux de porosité. Ainsi, pour 5% de porosité dans la pièce la conductivité électrique ne serait plus que de 60 à 90 % IACS. A priori le modèle EMT représentant 2 phases réparties aléatoirement dans un matériau ou le modèle de Maxwell – borne supérieure traduisant une phase fluide dispersée dans une phase solide semblent les plus proches de la réalité des pièces SLM

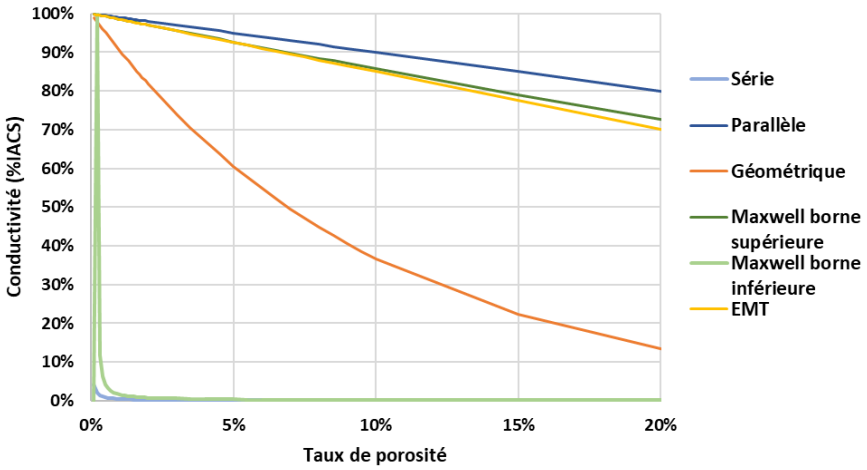


Figure IV. 42 : Evolution de la conductivité électrique équivalente (%IACS) suivant le modèle retenu.

IV.4.2. Résultats expérimentaux : conductivité électrique/porosité

On mesure ici la conductivité électrique des pièces brutes de SLM sur des éprouvettes tests de dimension 5 x 10 x 25 mm et 5 x 10 x 40 mm fabriquées avec le laser vert 1 kW.

Les mesures ont été effectuées à Schneider Electric par Nathalie Caillault sur 16 pièces obtenues dans des conditions paramétriques différentes, afin d'obtenir des taux de porosités variables. Le taux de porosité a été estimé par simple pesée, connaissant le volume précis de chaque pièce. Les échantillons ont, préalablement à la mesure, été polis manuellement. La Figure IV. 43 montre les résultats de ces mesures, avec une diminution linéaire de conductivité avec la porosité. Ces résultats sont compris entre ceux fournis par le modèle EMT et ceux obtenus via le modèle géométrique.

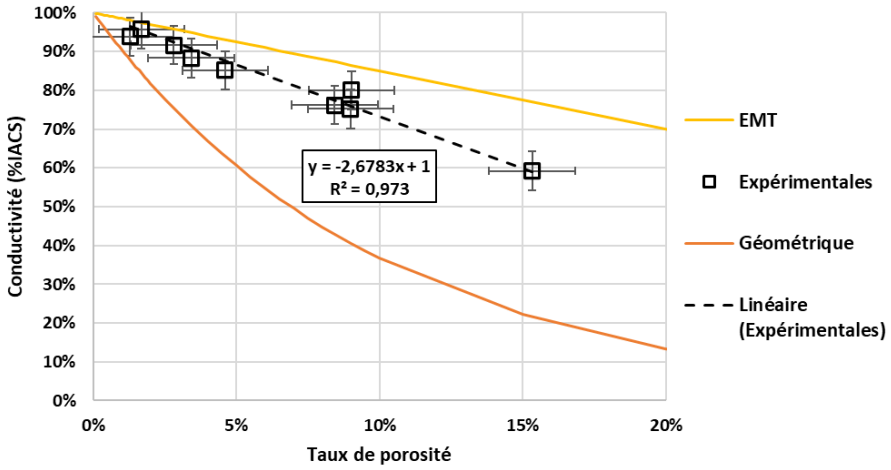


Figure IV. 43 : Conductivité électrique des échantillons mesurée en fonction du taux de porosité mesuré par simple pesée.

IV.4.3. Influence du traitement thermique sur la conductivité électrique

On sait que la présence d'éléments d'alliage qui distordent la maille cristalline et le taux de dislocation peuvent avoir une influence néfaste sur la conductivité électrique (Delomel, 2003). Les dislocations dans un matériau fortement écroui se comportent ainsi comme des obstacles au passage des électrons libres. Afin de s'affranchir de cet effet, nous avons appliqué des traitements thermiques (1 h à 200°C ou 500°C) destinés à restaurer la structure de dislocations pour supprimer l'écrouissage thermique des pièces brutes de SLM, et à générer un début de recristallisation des matériaux.

Ces traitements thermiques appliqués sur les pièces dans un four à atmosphère argon contrôlés ne semblent pas avoir eu d'effet visible au-delà de l'erreur de mesure sur les valeurs de conductivité Figure IV. 44, qui saturent à 94-95 % IACS, avec des valeurs maximales obtenues pour 600 W – 0.5 m/s (ech 65), et 700 W – 0.5 m/s (éch 75). Deux explications possibles : (1) le traitement thermique n'était pas suffisamment long même si les mesures de dureté montrent bien une diminution modérée, (2) l'impact de l'écrouissage sur la conductivité thermique est négligeable par rapport à celui du taux de porosité. Avoir une pièce poreuse (autour de 0.5% - 1 %) est plus préjudiciable à la conductivité électrique que d'avoir une pièce écrouie. Cette seconde hypothèse plus probable qu'un effet microstructural.

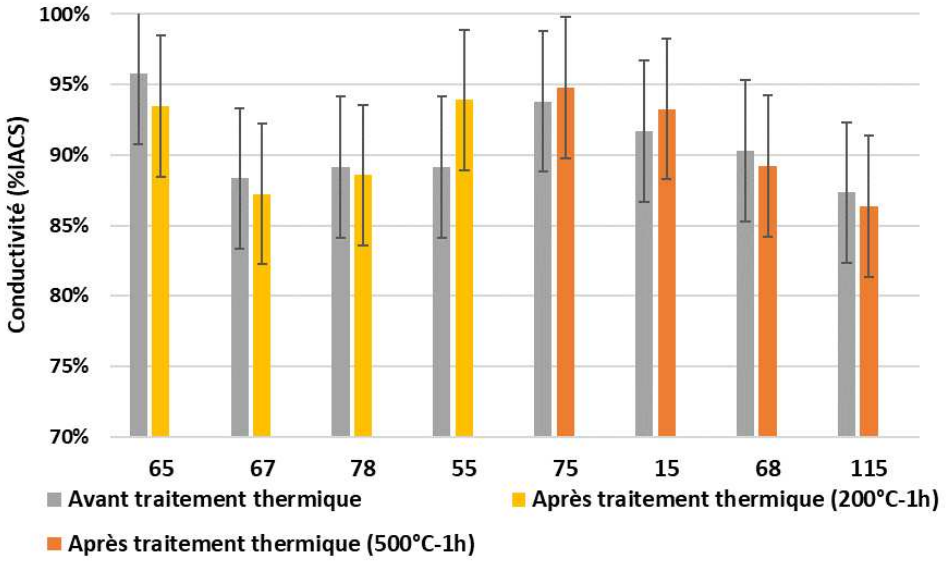


Figure IV. 44 : Conductivité électrique des échantillons avant et après traitement thermique

IV.5. Bilan du chapitre IV : comparaison vert/IR

Nous avons montré dans cette étude, malgré différents problèmes techniques liés à l'utilisation de puissances laser élevées (1 kW), que l'obtention de pièces suffisamment denses en cuivre pur est possible et envisageable avec le procédé SLM. Les deux longueurs d'onde étudiées (1080 nm et 515 nm) ont ainsi confirmé la possibilité de densifier les pièces à plus de 99.5%., ce qui correspond à une avancée significative par rapport aux résultats existants. Dans les deux cas, pour les diamètres de faisceau considérés (80-90 µm) la réalisation d'une fusion SLM stable et d'une bonne densification a été couplée avec l'utilisation d'un régime de *keyhole* bien établi, donc suffisamment pénétrant.

Les contraintes liées au procédé ne sont toutefois pas les mêmes pour chaque longueur d'onde et, en se basant sur les technologies actuelles, elles possèdent leurs avantages et inconvénients, résumés dans le tableau ci-dessous.

Sur les pièces bien densifiées en cuivre pur, on obtient une microstructure (Figure IV. 30) globalement colonnaire avec la présence de deux types de grains : (1) des gros grains en chevrons orientés <110> // DF issus d'une croissance épitaxiée latérale et (2) un liseré de grains colonnaires plus fins correspondant au refroidissement du centre des mono-cordons et issus d'une épitaxie verticale. Cette microstructure est caractéristique du régime de *keyhole* utilisé pour densifier le cuivre.

Le cuivre brut de SLM présente ainsi des duretés plus élevées que celui issu de procédé classique (70 HV pour le cuivre SLM vs 45 HV pour un cuivre recuit), en raison d'un taux de dislocations élevé (10^{15} m^{-2}), qu'un traitement thermique à 500°C – 1h n'a pas suffi à restaurer.

Enfin, les pièces produites (en l'occurrence en laser vert), présentent, pour leurs meilleures conditions de densification, des conductivités électriques maximales de l'ordre de 94-95 % IACS, sensiblement inférieures à celles obtenues en EBM, mais qui restent acceptables pour des applications électriques. La différence semble plus due à l'effet des porosités résiduelles (autour de 0.5 %) qu'à celui de la microstructure SLM. Dans la continuité de cette étude, et à court terme, il s'agira de valider les propriétés mécaniques (traction, compression) des pièces SLM en cuivre pur, étape cruciale dans la validation globale du couple procédé-matériau.

Longueurs d'onde	Avantages	Inconvénients
IR	• Utilisation des machines d'impression 3D actuelles • Possibilité en adaptant la stratégie de réaliser des pièces denses à plus de 99.5%	• Faible plage paramétrique pour le procédé • Nécessité de travailler à 0.8-1 kW • Productivité - Débit de fusion limité (22 cm^3/h max) par la faible absorptivité • Risque d'abimer les optiques à cause de la forte réflectivité du matériau
Vert	• Stratégies de balayage classiques pour fabriquer des pièces denses • Grande plage paramétrique permettant d'obtenir des débits de fusion plus élevés (jusqu'à 40 cm^3/h)	• Faible distance focale et zone de balayage réduite (avec un diamètre < 100 µm) • Nombre de pièces réalisables par plateau limité • Coût d'un laser 1 kW vert ~ 2 à 2.5 fois celui d'un laser 1 kW IR

Conclusion de la thèse

Cette thèse a permis d'étudier la fabrication par SLM d'un matériau peu commun pour ce procédé : le cuivre pur. Ce matériau du fait de sa grande conductivité électrique possède un fort intérêt pour de nombreuses applications. Cependant, c'est cette forte conductivité électrique – donc thermique, combinée à une faible absorbance dans l'IR qui le rendent complexe à fabriquer par fusion laser sur lit de poudre. Nous avons donc cherché à mieux comprendre l'interaction laser-cuivre et à tester des solutions technologiques permettant de mieux densifier le cuivre par le procédé SLM.

Pour ce faire nous avons réalisé des études à la fois sur : (1) des mesures de réflectivité pour mieux maîtriser l'interaction laser-matière, (2) la réalisation de mono-cordons pour identifier les régimes de stabilité-instabilité associés et (3) sur l'optimisation de la densification de pièces 3D. Pour la première fois à notre connaissance, trois longueurs d'onde : IR (1030 à 1080 nm), vert (515 à 532 nm) et bleu (450 nm) ont été utilisées ainsi que différentes poudres de cuivre avec ou sans modification de la chimie de surface.

Dans le chapitre III, des mesures de réflectivité utilisant une sphère intégrante, ont permis de déterminer les taux d'absorptivité des différents états de la matière (solide, lit de poudre, liquide ou keyhole) pour les longueurs d'ondes IR et vertes. Ces résultats montrant une diminution de l'absorptivité au passage à l'état liquide avec la longueur d'onde verte (515-530 nm) et à l'opposé, une augmentation de l'absorptivité au passage à l'état liquide avec la longueur d'onde IR (1080 nm). Le même type de mesures de réflectivité résolues en temps réalisées lors de l'élaboration de cordons ou de surfaces ont également pu être corrélées avec les morphologies finales des zones fabriquées. Ce type d'analyse s'est avéré très précieux dans l'analyse des transitoires d'absorbance (effets des éjectas) lors de la fabrication SLM du cuivre.

Les analyses de stabilité sur mono-cordons montrent que, si l'on considère la puissance absorbée par le liquide, les plages de continuité sur des plans (P, V) peuvent se recouper quelle que soit la longueur d'onde. Le passage de l'IR au vert permet alors uniquement de diminuer, environ d'un facteur 2, la puissance incidente nécessaire pour obtenir des cordons continus. Enfin, la réalisation de surfaces 2D a montré l'importance de maîtriser le positionnement du laser par rapport à la zone dénudée lors de la fabrication par SLM du cuivre en IR. En effet, l'interaction du laser avec la poudre est presque obligatoire pour favoriser le couplage laser-matière dans l'IR (~5 % en phase solide et 12 % en phase liquide), obligeant à une adaptation des stratégies de balayage et de l'ordre des cordons (stratégie entrelacée). En revanche, la plus forte absorbance du cuivre liquide sous un éclairement par laser vert (~25 %), qui se rapproche de celle des matériaux usuels fabriqués en SLM, permet d'utiliser des stratégies plus classiques en lignes.

Des modèles analytiques de soudage, intégrant la spécificité des longueurs d'onde vert ou IR ont également été validés sur des configurations mono-cordons, en intégrant les valeurs d'absorptivité mesurées à l'état liquide. L'utilisation de ces modèles a bien mis en évidence une spécificité du cuivre, dont la diffusivité thermique élevée compense largement le transfert de chaleur par convection.

Quelle que soit la longueur d'onde, et toujours en raison de la forte diffusivité thermique du cuivre, les bains liquides formés par l'interaction laser matière restent toujours plus petits et sphériques que sur les matériaux classiques de SLM. Cela explique en partie la présence de gros éjectas liquides, et également les limitations en vitesse de la FA du cuivre même avec de fortes densités de puissance, correctement absorbées en laser vert ($V < 0.8$ m/s).

Les études menées dans l'IR ont également permis de montrer l'intérêt de poudres de cuivre revêtues (Nickel, Carbone ou oxyde de cuivre) pour améliorer l'absorbance au laser IR, même si les modifications

dimensionnelles associées des mono-cordons fabriqués ont été modérées. Le fait que l'interaction laser-matière se produise majoritairement sur une phase liquide, au sein de laquelle le revêtement se dissout et perd en partie son rôle absorbant, explique très certainement ce résultat.

Le chapitre IV a lui permis de montrer la faisabilité du procédé à la fois en laser IR et en laser vert, et ont permis d'élaborer du cuivre dense à plus de 99.5 %, ce qui constitue une avancée significative par rapport aux travaux déjà publiés. Les problématiques ne sont toutefois pas exactement les mêmes pour les deux longueurs d'onde. La longueur d'onde IR des lasers déjà utilisés sur les machines L-PBF, nécessitent une puissance au moins égale à 800 W pour densifier correctement, et entraîne une plage paramétrique (P, V) limitée et une stratégie de balayage adaptée (avec entrelacement ou stratégie à petits damiers) pour correctement densifier le cuivre pur. Ces puissances élevées imposent une tenue au flux accrue des optiques permettant de déplacer et focaliser le faisceau, sous peine de provoquer leur échauffement, des phénomènes de défocalisation en cours de procédé et un effondrement des capacités de densification.

Le laser vert 1 kW loué durant la thèse a également permis d'obtenir des bons états de densification, avec une plage paramétrique élargie (entre 450 W et 1000 W), mais avec une limitation dans la vitesse de balayage maximale utilisable ($V < 0.8$ m/s). Malgré cette limitation, Les expériences réalisées ont montré une amélioration de la productivité en laser vert par rapport à la configuration IR.

Le chapitre IV a aussi permis d'étudier les microstructures d'échantillons brut de SLM et traités thermiquement à 200°C et 500°C. A l'état brut de fabrication, et pour des matériaux bien densifiés, le cuivre élaboré par SLM en régime de *keyhole* présente une microstructure colonnaire orientée <110> parallèlement à la direction de fabrication, qui résulte d'un recouvrement latéral des cordons de fusion. Le cuivre brut de SLM, présente également une dureté supérieure à celle d'un cuivre recuit ou d'un cuivre élaboré par SLM, en raison d'un taux de dislocations élevé (2-4. 10^{15} cm^{-2} estimé en diffraction des rayons X) issu d'une contraction rapide du métal fondu. Les traitements thermiques effectués à 200°C et 500 °C n'ont que peu d'effets sur l'état microstructural et les niveaux de dureté.

Enfin, les pièces brutes de SLM présentent des conductivités électriques maximales de 95 % IACS sur les pièces les plus denses, et une forte décroissance avec le taux de porosité, qui a été confrontée à différents modèles analytiques.

Dans un futur plus ou moins proche, il semblerait important de prolonger cette étude par :

- Une optimisation des traitements thermiques pour évaluer les possibilités de restauration et/ou recristallisation des matériaux élaborés et évaluer les cinétiques associées,
- Une optimisation plus poussée des revêtements à base de carbone (épaisseur, homogénéité) pour faciliter la mise en œuvre du procédé SLM dans l'IR
- Une étude complète des propriétés mécaniques du cuivre SLM (comportement en traction quasi-statique à froid et à chaud), en lien avec l'état microstructural. Cet aspect est particulièrement important à maîtriser pour les composants électriques, en plus de leurs propriétés électriques.
- Une comparaison plus poussée des propriétés des pièces réalisées soit par le procédé SLM soit par le procédé SEBM.



Exemples de pièces fabriquées par SLM avec laser vert

Références

Additive manufacturing, n.d. . ScanAndMake. URL https://scanandmake.com/additive-manufacturing (accessed 6.2.20).

AddUp WebSite, 2020. Solutions Globales De Fabrication Additive Métallique [WWW Document]. AddUp. URL https://addupsolutions.com/fr/ (accessed 7.8.21).

Allen, T.R., Huang, W., Tanner, J.R., Tan, W., Fraser, J.M., Simonds, B.J., 2020. Energy-Coupling Mechanisms Revealed through Simultaneous Keyhole Depth and Absorptance Measurements during Laser-Metal Processing. Phys. Rev. Applied 13, 064070. https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.13.064070

Andreau, O., Koutiri, I., Peyre, P., Penot, J.-D., Saintier, N., Pessard, E., De Terris, T., Dupuy, C., Baudin, T., 2019. Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting. Journal of Materials Processing Technology 264, 21–31. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049

Ashby, M.F., 2011. Materials selection in mechanical design, 4th ed. ed. Butterworth-Heinemann, Burlington, MA.

Barbery, J., 1991. Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages 23.

Barlier, C., Bernard, A., 2015. Fabrication Additive, Dunod.

Bergström, D., 2008. The Absorption of Laser Light by Rough Metal Surfaces 226.

Bertsch, K.M., Meric de Bellefon, G., Kuehl, B., Thoma, D.J., 2020. Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L. Acta Materialia 199, 19–33. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.063

Bidare, P., 2018. Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion. Acta Materialia 14.

Cagran, C., 2000. Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity of Liquid Copper.

Cai, M., Wu, C., Gao, X., 2017. Research on Humping Tendency in High Speed Laser Welding of SUS304 Austenitic Stainless Steel, in: Proceedings of the 2017 International Conference on Material Science, Energy and Environmental Engineering (MSEEE 2017). Presented at the 2017 International Conference on Material Science, Energy and Environmental Engineering (MSEEE 2017), Atlantis Press, Xi'an, China. https://doi.org/10.2991/mseee-17.2017.69

Callet, P., 2018. Couleur et apparence visuelle - L'aspect métallique 34.

Chen, H.-C., Bi, G., Nai, M.L.S., Wei, J., 2015. Enhanced welding efficiency in laser welding of highly reflective pure copper. Journal of Materials Processing Technology 216, 287–293. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.09.020

Chung, W.-S., Olowinsky, A., Gillner, A., 2020. Process studies on copper laser beam welding over gap by using disc laser at green wavelength. Journal of Advanced Joining Processes 1, 100009. https://doi.org/10.1016/j.jajp.2020.100009

Colopi, M., Caprio, L., Demir, A.G., Previtali, B., 2018. Selective laser melting of pure Cu with a 1 kW single mode fiber laser. Procedia CIRP 74, 59–63. https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.08.030

Colopi, M., Demir, A.G., Caprio, L., Previtali, B., 2019. Limits and solutions in processing pure Cu via selective laser melting using a high-power single-mode fiber laser. Int J Adv Manuf Technol 104, 2473–2486. https://doi.org/10.1007/s00170-019-04015-3

Courtois, M., 2014. Modélisation thermohydraulique tri-dimensionnelle du soudage laser de flans raboutés et validation expérimentale (PhD Thesis).

Davis, J.R., ASM International (Eds.), 2001. Copper and copper alloys, ASM specialty handbook. ASM International, Materials Park, OH.

De Terris, T., 2019. Fabrication additive par fusion laser sélective (SLM) d'un superalliage base nickel : relations procédé – microstructures – propriétés mécaniques. Arts et Métiers.

De Terris, T., Castelnau, O., Hadjem-Hamouche, Z., Haddadi, H., Michel, V., Peyre, P., 2021. Analysis of As-Built Microstructures and Recrystallization Phenomena on Inconel 625 Alloy Obtained via Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). Metals 11, 619. https://doi.org/10.3390/met11040619

Delomel, J.-C., 2003. Conducteurs métalliques - Présentation générale 16.

Drude, P., 1900. The Theory of Optics.
Engler, S., Ramsayer, R., Poprawe, R., 2011. Process Studies on Laser Welding of Copper with Brilliant Green and Infrared Lasers. Physics Procedia 12, 339–346. https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.142
Fabbro, R., 2020a. Depth Dependence and Keyhole Stability at Threshold, for Different Laser Welding Regimes. Applied Sciences 10, 1487. https://doi.org/10.3390/app10041487
Fabbro, R., 2020b. Depth Dependence and Keyhole Stability at Threshold, for Different Laser Welding Regimes. Applied Sciences 10, 1487. https://doi.org/10.3390/app10041487
Fabbro, R., 2019. Scaling laws for the laser welding process in keyhole mode. Journal of Materials Processing Technology 264, 346–351. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.09.027
Fabbro, R., 2010. Melt pool and keyhole behaviour analysis for deep penetration laser welding. J. Phys. D: Appl. Phys. 43, 445501. https://doi.org/10.1088/0022-3727/43/44/445501
Fabbro, R., Dal, M., Peyre, P., Coste, F., Schneider, M., Gunenthiram, V., 2018. Analysis and possible estimation of keyhole depths evolution, using laser operating parameters and material properties. Journal of Laser Applications 30, 032410. https://doi.org/10.2351/1.5040624
François, M., 2020. Conception pour la fabrication additive, par fusion laser sur lit de poudre, de composants hyperfrequences 161.
Gandin, C.-A., 2021. Cours école doctorale FABADD : Solidification rapide, genèse et évolution des microstructures.
Géosciences Montpellier - EBSD : principe [WWW Document], n.d. URL http://www.gm.univ-montp2.fr/spip.php?article2037 (accessed 9.3.21).
Girault, M., 2015. Etude d'un plasma généré lors d'un traitement de surface métallique par ablation laser dans l'air: caractérisations du rayonnement et des nanoparticules induits 219.
Gouffé, A., 1945. Corrections d'ouverture des corps-noirs artificiels compte tenu des diffusions multiples internes. Revue d'Optique théorique et instrumentale.
Graf, D.T., 2016. Analytical model for the threshold of deep-penetration laser welding 36.
Grange, D., Bartout, J.D., Macquaire, B., Colin, C., 2020. Processing a non-weldable nickel-base superalloy by Selective Laser Melting: role of the shape and size of the melt pools on solidification cracking. Materialia 12, 100686. https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100686
Griñán, L.P., 2018. Pure Copper Processed by Electron Beam Melting (EBM) Technology for Industrial Applications. Functional Materials 6.
Gunenthiram, V., 2018. Compréhension de la formation de porosités en fabrication additive (LBM). Analyse expérimentale de l'interaction laser – lit de poudre – bain liquide. Arts et Métiers ParisTech.
Gunenthiram, V., Peyre, P., Schneider, M., Dal, M., Coste, F., Fabbro, R., 2017. Analysis of laser–melt pool–powder bed interaction during the selective laser melting of a stainless steel. Journal of Laser Applications 29, 022303. https://doi.org/10.2351/1.4983259
Gunenthiram, V., Peyre, P., Schneider, M., Dal, M., Coste, F., Koutiri, I., Fabbro, R., 2018. Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process. Journal of Materials Processing Technology 251, 376–386. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.08.012
Gusarov, A.V., Yadroitsev, I., Bertrand, Ph., Smurov, I., 2009. Model of Radiation and Heat Transfer in Laser-Powder Interaction Zone at Selective Laser Melting. Journal of Heat Transfer 131, 072101. https://doi.org/10.1115/1.3109245
Guschlbauer, R., Burkhardt, A.K., Fu, Z., Körner, C., 2020. Effect of the oxygen content of pure copper powder on selective electron beam melting. Materials Science and Engineering: A 779, 139106. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139106
Guschlbauer, R., Momeni, S., Osmanlic, F., Körner, C., 2018. Process development of 99.95% pure copper processed via selective electron beam melting and its mechanical and physical properties. Materials Characterization 143, 163–170. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.009
Hanna, M., 2012. Sources laser à fibre et applications 23.

Haubold, M., Ganser, A., Eder, T., Zäh, M.F., 2018. Laser welding of copper using a high power disc laser at green wavelength. Procedia CIRP 74, 446–449. https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.08.161

Heider, A., Hess, A., Weber, R., Graf, T., 2011. Stabilized copper welding by using power modulated green and IR laser beams, in: International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Presented at the ICALEO® 2011: 30th International Congress on Laser Materials Processing, Laser Microprocessing and Nanomanufacturing, Laser Institute of America, Orlando, Florida, USA, pp. 395–402. https://doi.org/10.2351/1.5062263

Heider, A., Stritt, P., Weber, R., Graf, T., 2014. High-power laser sources enable high-quality laser welding of copper, in: International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Presented at the ICALEO® 2014: 33rd International Congress on Laser Materials Processing, Laser Microprocessing and Nanomanufacturing, Laser Institute of America, San Diego, California, USA, pp. 343–348. https://doi.org/10.2351/1.5063080

Hess, A., Schuster, R., Heider, A., Weber, R., Graf, T., 2011. Continuous Wave Laser Welding of Copper with Combined Beams at Wavelengths of 1030nm and of 515nm. Physics Procedia 12, 88–94. https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.012

High Power Blue Laser | NUBURU [WWW Document], n.d. URL https://nuburu.net/ (accessed 7.15.21).

Hou, S., Qi, S., Hutt, D.A., Tyrer, J.R., Mu, M., Zhou, Z., 2018. Three dimensional printed electronic devices realised by selective laser melting of copper/high-density-polyethylene powder mixtures. Journal of Materials Processing Technology 254, 310–324. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.11.020

Ikeshoji, T.-T., Nakamura, K., Yonehara, M., Imai, K., Kyogoku, H., 2018. Selective Laser Melting of Pure Copper. JOM 70, 396–400. https://doi.org/10.1007/s11837-017-2695-x

INSA Rouen, 2015. Fabrication additive métallique : technologies et opportunités 36.

Institut Européen du Cuivre - France [WWW Document], n.d. . European Copper Institute. URL https://copperalliance.fr/ (accessed 4.27.20).

Jadhav, Dadbakhsh, Vleugels, Hofkens, Puyvelde, Yang, Kruth, Humbeeck, Vanmeensel, 2019. Influence of Carbon Nanoparticle Addition (and Impurities) on Selective Laser Melting of Pure Copper. Materials 12, 2469. https://doi.org/10.3390/ma12152469

Jadhav, S.D., Dadbakhsh, S., Goossens, L., Kruth, J.-P., Van Humbeeck, J., Vanmeensel, K., 2019. Influence of selective laser melting process parameters on texture evolution in pure copper. Journal of Materials Processing Technology 270, 47–58. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.02.022

Jadhav, S.D., Vleugels, J., Kruth, J., Van Humbeeck, J., Vanmeensel, K., 2020. Mechanical and electrical properties of selective laser-melted parts produced from surface-oxidized copper powder. Mat Design & Process Comms 2. https://doi.org/10.1002/mdp2.94

Kaiser, E., Dold, E.-M., Killi, A., Zaske, S., 2018. Application benefits of welding copper with a 1 kW, 515 nm continuous wave laser 6.

King, W.E., Barth, H.D., Castillo, V.M., Gallegos, G.F., Gibbs, J.W., Hahn, D.E., Kamath, C., Rubenchik, A.M., 2014. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology 214, 2915–2925. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005

Kou, S., 2003. Welding metallurgy, 2nd ed. ed. Wiley-Interscience, Hoboken, N.J.

Kumar, A., Bai, Y., Eklund, A., Williams, C.B., 2017. Effects of Hot Isostatic Pressing on Copper Parts Fabricated via Binder Jetting. Procedia Manufacturing 10, 935–944. https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.07.084

Kwon, H., Yoh, J.J., 2012. Polarized reflectance of aluminum and nickel to 532, 355 and 266nm Nd:YAG laser beams for varying surface finish. Optics & Laser Technology 44, 1823–1828. https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2012.02.014

Lacroix, D., 1997. Etude spectroscopique des plasmas de soudage laser : application au transfert d'énergie. Université de Lorraine.

Laumer, T., Stichel, T., Sachs, M., Amend, P., Schmidt, M., 2013. Qualification and modification of new polymer powders for laser beam melting using Ulbricht spheres, in: High Value Manufacturing: Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping. CRC Press, pp. 255–260. https://doi.org/10.1201/b15961-48

Lide, D.R., Baysinger, G., Chemistry, S., Berger, L.I., Goldberg, R.N., Kehiaian, H.V., 2005. CRC Handbook of Chemistry and Physics 2661.

Lin, R., Wang, H., Lu, F., Solomon, J., Carlson, B.E., 2017. Numerical study of keyhole dynamics and keyhole-induced porosity formation in remote laser welding of Al alloys. International Journal of Heat and Mass Transfer 108, 244–256. https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.12.019

Liu, Y., Yang, Y., Mai, S., Wang, D., Song, C., 2015. Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder. Materials & Design 87, 797–806. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.086

L'optimisation topologique pour l'impression 3D, 2016. . 3Dnatives. URL https://www.3dnatives.com/optimisation-topologique-3d-07032016/ (accessed 6.2.20).

Louvis, E., 2011. Selective laser melting of aluminium components. Journal of Materials Processing Technology 10.

Lykov, P.A., Safonov, E.V., Akhmedianov, A.M., 2016. Selective Laser Melting of Copper. MSF 843, 284–288. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.843.284

Magnus, C., 2012. Department of Mechanical Engineering 126.

Mancisidor, A.M., Garciandia, F., Sebastian, M.S., Álvarez, P., Díaz, J., Unanue, I., 2016. Reduction of the Residual Porosity in Parts Manufactured by Selective Laser Melting Using Skywriting and High Focus Offset Strategies. Physics Procedia 83, 864–873. https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.090

Marqueurs laser | Connaissances | Centrale du marquage laser | KEYENCE France [WWW Document], n.d. URL https://www.keyence.fr/ss/products/marking/lasermarker/knowledge/variety.jsp (accessed 4.27.20).

Mas, C., 2003. Modélisation physique du procédé de découpe de métaux par laser 318.

Matthews, M.J., 2016. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes. Acta Materialia 10.

Mayi, Y., 2021. Compréhension et simulation des phénomènes affectant la fabrication par fusion laser de lits de poudre. Arts et Métiers ParisTech.

Mills, K.C., 2002. Recommended values of thermophysical properties for selected commercial alloys. Woodhead, Cambridge.

Miyagi, M., Zhang, X., 2014. INVESTIGATION OF LASER WELDING PHENOMENA OF PURE COPPER BY USING X-RAY OBSERVATION SYSTEM 5.

Miyagi, M., Zhang, X., Kawahito, Y., Katayama, S., 2017. Surface void suppression for pure copper by high-speed laser scanner welding. Journal of Materials Processing Technology 240, 52–59. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.09.008

Neuenschwander, B.;, Schmid, M, Zehnder, S., Schwaller, P, Held, M., Hunziker, U., Zürcher, J., 2013. Measuring Optical Properties On Rough And Liquid Metal Surfaces. https://doi.org/10.12684/ALT.1.78

Norme ISO, 2015. ISO/ASTM 52900:2015 Fabrication additive — Principes généraux — Terminologie.

Olakanmi, E.O., Cochrane, R.F., Dalgarno, K.W., 2015. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. Progress in Materials Science 74, 401–477. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002

Perrot, O., 2011. COURS DE RAYONNEMENT 101.

Peyre, P., Vignal, V., 2012. Traitements de surface par laser et tenue à la corrosion aqueuse 17.

PIPAME, Direction générale des entreprises (2014- ...), France, Pôle interministériel de prospective et d'anticipation des mutations économiques, France, Commissariat général à l'égalité des territoires, 2017. Futur de la fabrication additive. DGE, Paris.

Prix des métaux : les tarifs des métaux en avril 2020 [WWW Document], n.d. URL https://www.journaldunet.fr/patrimoine/guide-des-finances-personnelles/1146972-prix-des-metaux-les-tarifs-des-metaux-en-avril-2020/ (accessed 4.27.20).
Prokhorov, A.M. (Ed.), 1990. Laser heating of metals, The Adam Hilger series on optics and optoelectronics. A. Hilger, Bristol ; Philadelphia.
Rubenchik, A.M., King, W.E., Wu, S.S., 2018. Scaling laws for the additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology 257, 234–243. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.02.034
Seiler, M., Patschger, A., Bliedtner, J., 2016. Investigations of welding instabilities and weld seam formation during laser microwelding of ultrathin metal sheets. Journal of Laser Applications 28, 022417. https://doi.org/10.2351/1.4944446
Semak, V., Matsunawa, A., 1997. The role of recoil pressure in energy balance during laser materials processing 13.
Senvol, 2020. Senvol Database material trend analysis in Wohlers Report.
Simonds, B.J., Sowards, J., Hadler, J., Pfeif, E., Wilthan, B., Tanner, J., Harris, C., Williams, P., Lehman, J., 2018. Time-Resolved Absorptance and Melt Pool Dynamics during Intense Laser Irradiation of a Metal. Phys. Rev. Applied 10, 044061. https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.10.044061
Steen, W.M., Mazumder, J., 2010. Laser Material Processing. Springer London, London. https://doi.org/10.1007/978-1-84996-062-5
Strano, G., Hao, L., Everson, R.M., Evans, K.E., 2013. A new approach to the design and optimisation of support structures in additive manufacturing. Int J Adv Manuf Technol 66, 1247–1254. https://doi.org/10.1007/s00170-012-4403-x
Subran, C., Sagaut, J., Lapointe, S., 2009. Lasers : principes, applications et mesures énergétiques 18.
Tang, C., 2020. Physics of humping formation in laser powder bed fusion. International Journal of Heat and Mass Transfer 18.
Tang, M., Pistorius, P.C., Beuth, J.L., 2017. Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion. Additive Manufacturing 14, 39–48. https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.12.001
The difference between various AM technologies [WWW Document], n.d. . Digital Metal. URL https://digitalmetal.tech/home-digital-metal/am-metal-technologies/ (accessed 5.4.20).
Thomas, A., 2021. Processing of pure copper by Electron Powder Bed Fusion (E-PBF).
TOP 5 des vidéos de la semaine : Michelin, l'impression 3D et la construction... [WWW Document], 2018. . 3Dnatives. URL https://www.3dnatives.com/video-3d-04032018/ (accessed 7.8.21).
Traore, S., 2021. Influence de l'environnement de travail en fabrication additive par fusion laser "lit de poudre. Arts et Métiers ParisTech.
Traore, S., Schneider, M., Koutiri, I., Coste, F., Fabbro, R., Charpentier, C., Lefebvre, P., Peyre, P., 2020. Influence of gas atmosphere (Ar or He) on the laser powder bed fusion of a Ni-based alloy 19.
Trapp, J., 2017. In situ absorptivity measurements of metallic powders during laser powder-bed fusion additive manufacturing. Applied Materials Today 9.
TruDisk à longueur d'onde verte | TRUMPF [WWW Document], n.d. URL https://www.trumpf.com/fr_FR/produits/laser/laser-a-disque/trudisk-a-longueur-donde-verte/ (accessed 7.15.21).
TruPrint 1000 Green Edition [WWW Document], n.d. URL https://www.trumpf.com/fr_FR/produits/machines-systemes/systemes-de-fabrication-additive/serie-truprint-1000-green-edition/ (accessed 9.6.21).
Uchida, S., Kimura, T., Nakamoto, T., Ozaki, T., Miki, T., Takemura, M., Oka, Y., Tsubota, R., 2018. Characteristics of Cu-Cr Alloys Fabricated Using Selective Laser Melting. Functional Materials 6.
Ungár, T., 1998. Strain Broadening Caused by Dislocations. MSF 278–281, 151–157. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.278-281.151

Valente, E.H., Gundlach, C., Christiansen, T.L., Somers, M.A.J., 2019. Effect of Scanning Strategy During Selective Laser Melting on Surface Topography, Porosity, and Microstructure of Additively Manufactured Ti-6Al-4V. Applied Sciences 9, 5554. https://doi.org/10.3390/app9245554

Wallis, C., Buchmayr, B., 2019. Effect of heat treatments on microstructure and properties of CuCrZr produced by laser-powder bed fusion. Materials Science and Engineering: A 744, 215–223. https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.017

Wang, D., Wu, S., Fu, F., Mai, S., Yang, Y., Liu, Y., Song, C., 2017. Mechanisms and characteristics of spatter generation in SLM processing and its effect on the properties. Materials & Design 117, 121–130. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.12.060

WOHLERS, T.T., 2018. WOHLERS REPORT: 3d printing and additive manufacturing state of the industry. WOHLERS Associates, FORT COLLINS.

Yadroitsev, I., 2011. Surface Morphology in Selective Laser Melting of Metal Powders. Physics Procedia 7.

Yana, K., 2018. Evaluation of Mechanical Properties of Copper Alloys Manufactured by Selective Laser Melting. Additive Manufacturing 5.

Zhou, X., Liu, X., Zhang, D., Shen, Z., Liu, W., 2015. Balling phenomena in selective laser melted tungsten. Journal of Materials Processing Technology 222, 33–42. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.02.032

Table des Figures

Figure I. 1 : Principe de l'optimisation topologique avec les grandes étapes de conception associées ("L'optimisation topologique pour l'impression 3D," 2016) 19
Figure I. 2 : Diagramme SWOT des procédés de fabrication additive 20
Figure I. 3 : Exemples de pièces réalisées par AddUp (a) vision des canaux internes du moteur spatial Aurora, (b) échangeur thermique, (c) échangeur-réacteur de méthanation 21
Figure I. 4 : Etapes de la fabrication d'une pièce par un procédé de FA : de la CAO à la pièce finale ... 21
Figure I. 5 : Zones ayant besoin de support et effet escalier des pièces obtenues en fabrication additive 22
Figure I. 6 : Evolution du nombre de polymères (a) et métaux (b) fabricable par FA (Senvol, 2020).... 23
Figure I. 7 : Exemples de Pièces fabriquées par (a) WAAM (pale de bateau, EC Nantes) et (b) WLAM (Cylindre plein, Institut Maupertuis) 26
Figure I. 8 : Longueurs d'onde du laser suivant le matériau d'amplification (Magnus, 2012) 26
Figure I. 9 : Schéma de répartition de l'onde incidente lors de l'interaction avec un matériau 27
Figure I. 10 : Absorption du rayonnement laser (Peyre and Vignal, 2012) 28
Figure I. 11 : Variation de l'absorptivité des métaux solides en fonction de la longueur d'onde ("Marqueurs laser | Connaissances | Centrale du marquage laser | KEYENCE France," n.d.) 31
Figure I. 12 : Maille CFC du cuivre pur 32
Figure I. 13 : Propriétés électriques du cuivre en fonction de la température (Cagran, 2000; Mills, 2002) 33
Figure I. 14 : Estimation analytique de l'évolution de l'absorptivité du cuivre pur à 1.06 µm (haut) et 0.53 µm (bas) en fonction de la température pour les deux modèles de Hagen-Rubens et Drude-Lorentz et comparaison avec les résultats de (Engler, 2011) 34
Figure I. 15 : Comparaison des absorptivités du cuivre à l'état liquide pour des longueurs d'onde vert et infra-rouge, résultats expérimentaux issus de (Engler et al., 2011) et (Chung et al., 2020) 34
Figure I. 16 : Illustration des modes de soudage : régime de conduction (gauche) ; régime transitoire (milieu) ; régime de capillaire de vapeur (droite) 35
Figure I. 17 : Illustration du régime de soudage conductif lors d'un traitement de surface (Peyre and Vignal, 2012) 35
Figure I. 18 : (a-d) Schémas de création d'un capillaire de vapeur (Fabbro et al., 2018) et (e) angle du capillaire lors de la fusion 36
Figure I. 19 : Modélisation géométrique du capillaire de vapeur (Gouffé, 1945) 37
Figure I. 20 : Evolution de l'absorptivité dans le capillaire en fonction de la forme du capillaire (application du modèle de Gouffé dans le cas du cuivre pur) 38
Figure I. 21 : Calcul analytique de la transition d'absorptivité laser entre le régime de conduction (R<1) et le régime de keyhole (R>1) (Fabbro, 2020) 38
Figure I. 22 : (a) Mesures d'absorptivité sur un acier 316L sous forme solide et sous forme de lit de poudre en fonction de la puissance laser incidente (Trapp, 2017), (b) comparaison avec le modèle de (Gouffé, 1945)(d'après (Fabbro, 2020)) 39
Figure I. 23 : Représentation schématique des mouvements au sein du bain liquide dans le cas d'un éclairement Gaussien sous l'effet de la convection de Marangoni a) mouvements centrifuges pour $\partial\sigma\partial T < 0$; b) mouvements centripètes pour $\partial\sigma\partial T > 0$ (Kou, 2003) 40
Figure I. 24 : Représentation schématique du soudage keyhole et mouvements de convection associés (Courtois, 2014) 40
Figure I. 25 : Pressions exercées sur le capillaire de vapeur 41
Figure I. 26 : Propriétés thermo-physiques du cuivre et de l'Inconel 718 en fonction de la température 43

Figure I. 27 : Vitesse de refroidissement d'une sphère de liquide (diamètre = 100 µm) en fonction de la température initiale du matériau (Zhou et al., 2015) 43
Figure I. 28 : Viscosité dynamique et tension de surface en fonction de la température pour le cuivre et l'inconel 718 43
Figure I. 29 : Description schématique d'une machine de SLM (double plateau + étalement par rouleau) ("Additive manufacturing," n.d.) 45
Figure I. 30 : Stratégies de balayage utilisées pour le procédé de SLM (Louvis, 2011; Valente et al., 2019) 48
Figure I. 31 : Modélisation des multi-réflexions du laser dans un lit de poudre (Laumer et al., 2013) . 49
Figure I. 32 : Modèle d'absorption de l'énergie laser par un lit de poudre et application à différents matériaux et différentes longueurs d'onde dans le cas d'un lit de poudre épais (Gusarov et al., 2009), ρ_i = réflectivité du solide constituant les grains 49
Figure I. 33 : Cordons de soudure réalisés sur lit de poudre en Inconel 625. Influence de l'atmosphère de travail sur les largeurs dénudées (Traore et al., 2020) 50
Figure I. 34 : Effet de la dénudation sur la taille des cordons lors de la fabrication d'une surface 2D par SLM (Yadroitsev, 2011) 50
Figure I. 35 : (a) Formation des zones dénudées et éjectas de matière issus du lit de poudre (Matthews, 2016) et (b) éjections de matière en cours de procédé 51
Figure I. 36 : Directions des éjections de matière en fonction de la morphologie du cordon de soudure (Bidare, 2018) 51
Figure I. 37 : Diagramme de stabilité de cordons de soudure réalisés sur lit de poudre en 316L (Gunenthiram et al., 2017) 52
Figure I. 38 : (a) Coupes de cordons SLM d'acier 316L en fonction de la puissance et de la vitesse ((a) 0.3 m/s et (b) 0.75 m/s) (Gunenthiram et al., 2018) - Le humping est obtenu à vitesse et puissance élevée ; (b) Morphologies de cordons en condition de humping (Cai et al., 2017) 53
Figure I. 39 : Modélisation du capillaire de vapeur avec apparition des porosités (Lin et al., 2017) 53
Figure I. 40 : Modèle géométrique de recouvrement de cordons adjacents (Tang et al., 2017) 54
Figure I. 41 : Formation de porosité due à la non refusion des éjections de matière (Wang et al., 2017) 54
Figure I. 42 : Cartographie des microstructures formées en soudage (Kou, 2003) 55
Figure I. 43 : Cartographie de solidification d'un cordon de soudage. Evolution des conditions thermiques locales (Gandin, 2021) le long de l'isotherme de fusion 56
Figure I. 44 : Microstructure d'une pièce en 316L fabriquée par le procédé SLM (Andreau et al., 2019) 56
Figure I. 45 : Répartition de l'utilisation du cuivre ("Institut Européen du Cuivre - France," n.d.) 58
Figure I. 46 : (a) Tableau comparatif des prix des métaux et (b) conductivité thermique en fonction de la résistivité électrique (Ashby, 2011) 58
Figure I. 47 : Phénomène d'explosion du capillaire de vapeur avec la création d'une bulle de gaz dans le fond du keyhole (Miyagi and Zhang, 2014) 59
Figure I. 48 : Cordon de soudure de cuivre réalisé avec un laser IR (P = 1500 W ; D = 100 µm ; V = 0.1 m/s) (Heider et al., 2014) 59
Figure I. 49 : Influence de la puissance sur la fusion laser du cuivre(Miyagi and Zhang, 2014) 60
Figure I. 50 : Influence de la vitesse sur la fusion laser du cuivre (Miyagi and Zhang, 2014) 60
Figure I. 51 : Laser de soudure réalisé avec (a) une fréquence de wobbling trop faible (b) une fréquence assez importante pour stabiliser le bain liquide (Miyagi et al., 2017) 61
Figure I. 52 : Comparaison des cordons de soudure réalisés avec un laser infra-rouge 800 W et un laser vert 300 W (Engler et al., 2011) 61

Figure I. 53 : Laser IR et vert utilisés par (Kaiser et al., 2018) et (b) profondeur des mono-cordons de soudage observé par (Kaiser et al., 2018) en fonction de la vitesse et de la longueur d'onde 62
Figure I. 54 : Comparaison des densités maximales des pièces en cuivre pur en fonction de la densité d'énergie volumique (VED) 63
Figure I. 55 : Répartition énergétique suivant la stratégie de balayage pour la fusion SLM du cuivre pur avec un laser IR à (Colopi et al., 2019) 64
Figure I. 56 : Densité relative de pièces fabriquées en CuCrZr (Wallis and Buchmayr, 2019) 65
Figure I. 57 : Densité des pièces en fonction des paramètre opératoire et surélévation des bords observée lors de la fabrication SEBM de pièces en cuivre pur (Guschlbauer et al., 2018)..... 66
Figure I. 58 : Résumé des pistes d'étude de la thèse 67

Figure II. 1 : Photo du poste expérimental laser fixe (b) schéma de principe du fonctionnement du paste et (c) Photo de l'enceinte de travail 73
Figure II. 2 : Mesures du taux d'oxygène dans l'enceinte 2 lors du remplissage en argon et de l'arrêt du remplissage en fonction de deux débits d'argon 74
Figure II. 3 : Schéma de principe de la méthode d'étalement de la poudre de manière manuelle (haut) et profil de l'épaisseur de poudre mesuré au profilomètre optique ALICONA. 74
Figure II. 4 : Banc instrumenté SLM (FAIR) dans sa configuration adaptée à l'installation du laser vert TruDisk 1020..... 75
Figure II. 5 : Distributions spatiales des faisceaux laser IR au plan focal : (a) laser monomode SPI redPOWER, (b) laser multimode à disque (F_{foc}= 200 mm, F_{col} = 200 mm)..... 76
Figure II. 6 : Mesure à l'oscilloscope du temps de montée du laser pour une puissance de consigne de 400 W et variation du temps de montée en fonction de la puissance de consigne 77
Figure II. 7 : Photos des deux lasers verts utilisés pour l'étude : (a) laser 500 W GLPN-500 R de IPG, (b) intérieur du laser 1 kW Trumpf TruDisk 1020 78
Figure II. 8 : Caustique du laser vert TruDisk 1020, forme du faisceau et distribution spatiale au plan focal 78
Figure II. 9 : Image du laser bleu Nuburu et configuration optique associée 79
Figure II. 10 : Schéma de principe des installations caméra rapide pour (gauche) l'observation des éjections, (milieu) l'observation des bains liquides avec une caméra inclinée, et (droite) l'observation des bains liquides en utilisant l'objectif Questar à fort grandissement..... 80
Figure II. 11 : Principe de comptage des particules éjectées. (a) image issue de la caméra rapide, (b) image binarisée après suppression de la plume de vapeur, (c) détection et comptage des particules 80
Figure II. 12 : Exemples de traitement d'une image de bain liquide (BL) permettant de calculer ses dimensions (laser vert TruDisk 1020). (Haut) Tir statique, (milieu) extrait de vidéo rapide d'un BL à 10000 fps, (bas) traitement de l'image sous imageJ en réalisant une projection (Z project)..... 81
Figure II. 13 : Mesure de réflectivité par sphère intégrante. Montage expérimental et schéma de principe..... 82
Figure II. 14 : Signaux photodiode obtenus pour un tir statique de 20 ms à une puissance de 30 W avec le laser TruDisk 1020 (lit de poudre Cu, substrat Cu et substrat Al pur poli comme référence) 82
Figure II. 15 : Schéma du dispositif expérimental de collecte des fumées et des éjectas 84
Figure II. 16 : Exemples d'analyses 3D réalisées avec les profilomètres (a) Alicona optique : analyse d'un mono-cordon SLM, (b) Veeco Dektak 150 mécanique : analyse d'une surface de fabrication, (c) Gocator optique : analyse d'une surface de fabrication dégradée par les éjectas juste après l'essai 85
Figure II. 17 : Illustration des image prises pour un mono-cordon SLM (a) vu de dessus et (b) vu en coupe après attaque chimique 87

Figure II. 18 : Analyse par microscopie optique d'un échantillon de cuivre pur élaboré par SLM (a) mosaïque d'image à grandissement x50 (b) image binarisée utilisée pour l'étude des taux de porosité (c) après attaque chimique pour étude des microstructures..... 87
Figure II. 19 : exemples d'images prises avec le MEB HITACHI : (a) Image d'un mono-cordon ; (b) éjecta de 110 µm collecté sur une lame de verre (c) grains de poudre de cuivre recouvert de Nickel et (d) nano-condensats de fumée récoltés sur une lame de verre 88
Figure II. 20 : Schéma de principe du fonctionnement de l'analyse EBSD (haut) ("Géosciences Montpellier - EBSD : principe,"); exemple de cartographie d'orientation cristallographique IPF sur pièce SLM en cuivre pur (bas) 89
Figure II. 21 : (a) Principe de la mesure de dureté Vickers et (b) Optimisation de la charge appliquée = évolution de la dureté et de la longueur des diagonales des indentations en fonction de la charge appliquée 90
Figure II. 22 : (gauche) Montage pour les mesures de conductivité électrique 4 points et (droite) dimensions moyennes des échantillons..... 91
Figure II. 23 : (a) modèle utilisé pour la simulation avec conditions aux limites et (b) maillage du modèle 92
Figure II. 24 : (gauche) Photo MEB de la poudre de cuivre pur et (droite) spectre granulométrique obtenu au granulomètre laser CILAS..... 93
Figure II. 25 : Analyse MEB - Présence de microporosités au cœur des grains de poudre Cu atomisés 93
Figure II. 26 : Comparaison entre un lit de poudre neuve juste sortie du bac (sans étuvage) et une poudre de cuivre gardée en étuve à 70 °C plus de 4 semaines..... 94
Figure II. 27 : Principaux critères de choix d'un matériau : (a) Absorptivité théorique des matériaux pur au rayonnement IR (b) influence de l'ajout d'un pourcentage massique d'élément d'alliage (Lide et al., 2005)..... 95
Figure II. 28 : (a) Schéma d'une poudre revêtue, (b) épaisseur de revêtement en fonction du pourcentage massique final (Ni et C) 95
Figure II. 29 : Lits de poudre obtenus à partir de poudres de Cu pur ou de Cu revêtu de nickel 96
Figure II. 30 : Photos MEB de (a) la poudres de cuivre pur, (b) la poudre revêtue de 0.4 % Nickel 96
Figure II. 31 : Images MEB sur coupe d'un grain de poudre revêtue de Nickel. Mise en évidence d'une épaisseur de Nickel comprise entre 80 et 170 nm par contraste chimique..... 97
Figure II. 32 : Analyse MEB des poudres revêtues de Carbone sur coupes. On identifie par endroits (flèches blanches) la décohésion du revêtement de C d'épaisseur estimée = 0.5 µm. 97
Figure II. 33 : Photos des poudres et des substrats de cuivre oxydés à 400°C pendant 5, 10 et 20 minutes 98
Figure II. 34 : (a) Photos de deux lits de poudre non oxydée et oxydée par LIFCO et (b-c) images MEB de la poudre oxydée x300 et x1k..... 98

Figure III. 1 (a) Exemple de mesures réalisées en tirs statique de 40 ms avec un faisceau laser IR de diamètre 200 µm et une puissance de 6 W. Mesures d'absorptivité sur cuivre pur pour les 3 longueurs d'onde à l'état solide pleine tôle ou sur un lit de poudre (240 µm d'épaisseur). 103
Figure III. 2 : Calibration des mesures d'absorptivité à partir de tirs statiques pleine tôle de 20 ms de 40 W à 780 W pour le cuivre et l'aluminium. (a) tension de la photodiode en fonction de la puissance avec image par microscopie optique de la marque présente après le tir (trait blanc pointillé = diamètre de faisceau) ; (b) Evolution de la tension mesurée à la photodiode en fonction de la puissance ; (c) valeurs d'absorptivité en fonction de la puissance..... 105
Figure III. 3 : Tirs statiques de 20 ms pour 40 W à 780 W, sur une plaque de cuivre avec variation du diamètre de faisceau de 150 µm à 500 µm (correspondant à une variation de la distance focale de -6

mm (D ≈ 500 µm) à +4 mm (D ≈ 250 µm)). (a) vue de dessus des tirs statiques ; (b) variation temporelle de la tension de la photodiode (c) absorptivité calculée en fonction de la puissance 107
Figure III. 4 : Orientation des mono-cordons réalisés par rapport à l'angle de 8° nécessaire pour les mesures d'absorptivité (a) orientation de la plaque ; (b) tir suivant X : variation du diamètre de 180 µm à 140 µm ; (c) tir suivant Y : pas de variation du diamètre sur le cordon 108
Figure III. 5 : Tir sur tôle inclinée avec modification du diamètre de faisceau (diamètre compris entre 190 µm et 120 µm, 468 W et 0.2 m/s) : Mise en évidence de la transition entre un régime de conduction et un régime de key-hole à cause de la variation de diamètre de faisceau..... 108
Figure III. 6 : Régime de conduction lors de la fusion pleine tôle λ = 515 nm, P = 468 W ; V = 0.2 m/s ; d =180 µm ; I = 1.84 MW/cm²). (a) vue de dessus ; (b) vue en coupe 109
Figure III. 7 : Régime de pénétration (keyhole) lors de la fusion pleine tôle (λ = 515 nm, P = 468 W ; V = 0.2 m/s ; d = 140 µm ; I = 3.04 MW/cm²). (a) vue de dessus ; (b) vue en coupe 109
Figure III. 8 : Comparaison à iso-paramètres (d = 150 µm, V = 0.5 m/s, λ = 515 nm) de la fusion sur substrat et lit de poudre : absorptivité = f(longueur) et aspect des cordons (a) P = 390 W (b) P = 780 W. 110
Figure III. 9 : Variation de l'absorptivité du cuivre pur pour la longueur d'onde verte (515 nm) en fonction de la puissance et de l'état de la matière (pleine tôle ou lit de poudre de 80 µm d'épaisseur), avec V = 0.2 m/s, D = 180 µm. 111
Figure III. 10 : (a) Evolution de la tension de la photodiode en fonction de la puissance laser incidente (b) correspondance en absorptivité (mono-cordons, V= 0.5 m/s)..... 113
Figure III. 11 : Comparaison à iso-paramètres (d = 90 µm, V = 0.5 m/s, λ = 1.08 µm) de la fusion par laser IR sur substrat et sur lit de poudre : absorptivité = f(longueur) et aspect des cordons (a) P = 600 W (b) P = 1000 W. 114
Figure III. 12 : Variation de l'absorptivité du cuivre pur pour la longueur d'onde IR (1.08 µm) en fonction de la puissance et de l'état de la matière (pleine tôle ou lit de poudre de 80 µm d'épaisseur), pour V = 0.5 m/s, d = 100 µm. 114
Figure III. 13 : Comparaison des absorptivités mesurées avec celles issues du modèle géométrique de (Gouffé, 1945) 116
Figure III. 14 : Evolution du rapport A/χ (Absorptivité / rapport d'aspect) pour les valeurs expérimentales et un modèle géométrique d'absorption (Gouffé, 1945) pour les cordons pleine tôle (a) et lit de poudre (b) avec une longueur d'onde de 515 nm 116
Figure III. 15 : Diagramme de stabilité des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de couche de poudre = 80 µm, λ = 1080 nm, d = 80 µm) et micrographie vue de dessus des mono-cordons (1) balling (P = 200 W – V = 0.5 m/s) ; (2) cordon quasi continu (P = 300 W – V = 0.5 m/s) ; (3) cordon continu (P = 800 W – V = 0.5 m/s) 118
Figure III. 16 : Diagramme de stabilité des mono-cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de poudre = 80 µm, λ = 515 nm, d = 90 µm) et micrographie vue de dessus (1) balling (200 W –0.6 m/s) ; (2) cordon quasi continu (300 W –0.6 m/s) ; (3) cordon continu (800 W –0.6 m/s) ; (4) cordon continu à haut VED (800 W –0.2 m/s) ; (5) humping (800 W –1 m/s) 118
Figure III. 17 : Diagramme de stabilité (P, V) des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse (hauteur de couche de poudre = 80 µm, λ = 532 nm, d = 80 µm) 119
Figure III. 18 : Puissances limites de stabilité des mono-cordons pour les laser vert et IR..... 120
Figure III. 19 : Cartographie puissance absorbée – vitesse (P_{abs}-V) pour les 4 faisceaux laser utilisés (en rouge, les essais IR, en vert les essais à 515 nm et 532 nm), QC = quasi-continu 120
Figure III. 20 : Images extraites de vidéos caméras rapides (10000 fps) : comparaison des zones fondues obtenues sur cuivre pur (à droite) avec et sans poudre et sur inconel 625 (à gauche) avec et sans poudre (P = 450 W, V = 0.4 m/s, d = 80 µm, λ = 532 nm), en rouge le spot laser, en jaune le contour de la ZF 121

Figure III. 21 : Contours des isothermes de fusion obtenus (a) sur Inconel 625, (b) sur cuivre pur avec une simulation COMSOL Multiphysics (en rouge, contour du laser) (P = 450 W, V = 0.4 m/s, d = 80 µm) 121
Figure III. 22 : Image extraites de caméra rapide (10000 fps) : Formation des mono-cordons quasi-continus par incorporations de particules de poudres en bordure de bain liquide et provenant des éjections de matière (P = 400 W, V = 0.1 m/s, d = 80 µm, λ = 532 nm) 122
Figure III. 23 : Micrographies des cordons sur cuivre pur en vue de dessus et en coupe, pour essais avec laser IR SPI 1 kW, (a) P = 500 W ; (b) 750 W ; (c) 1000 W et V = 0.5 m/s avec la même épaisseur de poudre (80 µm) et un diamètre de spot de 80 µm. 123
Figure III. 24 : (a) Profondeur fondue en fonction de P et V, (b) Dimensions (largeur l et profondeur fondues e des mono-cordons) pour P>750 W en fonction du VED (λ= 1080 nm) 124
Figure III. 25 : Micrographies des cordons sur cuivre pur en vue de dessus et en coupe, pour essais avec laser vert TRUMPF 1 kW, (a) P = 200 W ; (b) 600 W ; (c) 900 W et V = 0.4 m/s avec la même épaisseur de poudre (80 µm) et un diamètre de spot de 90 µm. 124
Figure III. 26 : (a) Profondeurs fondues en fonction de P et V (λ = 515 nm) (b) Dimensions des mono-cordons (largeur l et profondeur fondues e) en fonction du VED 125
Figure III. 27 : (a) Profondeurs fondues laser vert- Comparaison d'un éclairement top-hat (λ = 515 nm) et Gaussien (λ = 532 nm) , (b) coupes transverses pour P =400 W, V = 0.2 m/s 125
Figure III. 28 : Cordon de soudure réalisé avec un laser IR (λ = 1030 nm, P = 2 kW, V = 0.5 m/s, d = 180 µm) sur une surface pleine tôle polie au papier SiC 360 et sur un lit de poudre de 80 µm d'épaisseur 126
Figure III. 29 : Evolution des profondeurs totales fondues pour les mono-cordons réalisés avec le laser vert IPG 500 W (λ = 532 nm) et micrographie correspondant aux différents cas : (1-2) capillaire de vapeur avec et sans poudre (cordon continu à P = 450 W et V = 0.2 m/s). Sur le graphe : e = profondeur totale fondue (au-dessus + dans le substrat) et p = profondeur fondue dans le substrat..... 126
Figure III. 30 : Comparaison des largeurs fondues l, et profondeurs fondues e à iso-paramètres (P = 900 W, V = 0.2 - 0.5 - 0.8 m/s) en laser IR (en rouge) et en laser vert (en vert) 127
Figure III. 31 : Evolution du rapport dimensionnel e/d pour les essais menés sur le laser IR SPI 1 kW, λ = 1080 nm et le laser vert TruDisk 1 kW, λ = 515 nm 127
Figure III. 32 : Rapport d'aspect en fonction du VED avec un diamètre de faisceau utile recalculée pour les faisceau Gaussien. 128
Figure III. 33 : Influence des propriétés thermiques (k, Cp) sur les isothermes de fusion. Modélisation thermique d'une fusion laser par le logiciel COMSOL, vue 3D et dimension du bain liquide en fonction des caractéristiques matériaux à différentes températures. Les courbes représentent l'isotherme de fusion à 1356 K pour chaque essai suivant le plan (X, Y) ou le plan (X, Z) 130
Figure III. 34 : Estimations des profondeurs fondues par le modèle de Fabbro, 2020. Comparaison avec les données expérimentales pour le laser vert TRUMPF (λ = 515 nm) en utilisant les valeurs d'absorptivité A(χ) mesurées en partie III.1.2.1.1 130
Figure III. 35 : Identification de l'absorptivité dans le capillaire de vapeur à partir des données expérimentales IR (mesures de rapport d'aspect) et du modèle de (Fabbro,2020) 131
Figure III. 36 : Application du modèle de (King et al., 2014) pour les mono-cordons sur cuivre pur et comparaison aux essais réalisés sur d'autres matériaux (316L, Inconel 625) 131
Figure III. 37 : (a) Evolution temporelle de la réflectivité lors du balayage d'une surface avec un laser IR (λ = 1080 nm, d = 90 µm, P = 1 kW, V = 0.5 m/s) pour trois écart-vecteur différents (100 µm ; 200 µm ; 300 µm ; vue du dessus (b) pour un hatch de 100 µm, (c) un hatch de 200 µm, (d) un hatch de 300 µm 133

Figure III. 38 : (a) Evolution temporelle de la réflectivité lors du balayage d'une surface avec un laser vert (λ = 515 nm, d = 90 µm, P = 480 W, V = 0.5 m/s) pour trois écart-vecteur différents (100 µm ; 200 µm ; 500 µm ; vues du dessus (b) pour H= 100 µm, (c) H= 200 µm, (d) H= 500 µm 134
Figure III. 39 : Différents positionnements possibles du faisceau laser en fonction du hatch (en rouge, le faisceau laser)..... 136
Figure III. 40 : surface de construction créée après 4 cordons (λ = 1030 nm, d = 180 µm, P = 2 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm)..... 136
Figure III. 41 : (a) Présence de couche noire sur les mono-cordons après fusion et (b) corrélation avec la continuité des mono-cordons 137
Figure III. 42 : (a) Identification de la couche noire sur des surfaces (1000 W, 0.5 m/s). (b) Mesures de réflectivité effectuée à faible puissance 6W - 30 ms sur une surface présentant de la couche noire 138
Figure III. 43 : (a)&(b) Analyse (x50k & x100k) des particules de fumées déposées sur la lame de verre. (c) Ejecta. (d) analyse (x100k) des particules de fumées déposées sur l'éjecta 139
Figure III. 44 : Superposition d'images (suivant la vitesse, 200 à 500 images) issues de vidéos caméra rapide (10000 fps) en vue latérale. Visualisation des trajectoires des éjectas en fonction de la puissance et de la vitesse. La flèche blanche représente la direction de balayage (λ=515 nm), P= 800 W 140
Figure III. 45 : Evolution du nombre moyen d'éjectas par image en fonction du VED 140
Figure III. 46 : Evolution du nombre d'éjectas mesurés (en moyenne sur 100 images) et de leurs diamètres respectifs pour une variation de vitesse à P = 800 W (0.2 m/s, 0.5 m/s, 0.8 m/s) et une variation de puissance à V= 0.5 m/s (400 W, 600 W, 800 W)..... 141
Figure III. 47 : Extraits de vidéos caméra rapide (10000 fps) en vue latérale. Suivi de la formation et de la trajectoire d'un éjectas de diamètre supérieur à 200 µm (cercle jaune). La flèche blanche représente la direction de balayage, le cercle vert la position approximative du faisceau (TRUMPF 1 kW : λ=515 nm, P = 800 W, V = 0.5 m/s)..... 142
Figure III. 48 : Essais laser vert IPG (λ=532 nm, D = 80 µm, P= 800 W, V = 0.5 m/s), images issues de caméra rapide (10000 fps), vue de dessus : formation de « gros » éjectas partant vers l'avant du bain liquide. En vert : position du faisceau laser. 142
Figure III. 49 : Superposition d'images issues de vidéos caméra rapide (10000 fps) lors de la fabrication de surfaces. Visualisation latérale des éjectas en fonction de l'écart vecteur et du n° de cordon. La flèche blanche représente la direction de balayage pour toutes les images. 143
Figure III. 50 : Tension de la photodiode en fonction du temps pour les essais tirs statiques sur poudre revêtue de Nickel et (b) vue des tirs statiques au microscope 144
Figure III. 51 : Evolution de l'absorptivité des lits de poudre revêtues de nickel pour des tirs statiques de 3.2 W d'une durée de 40 ms avec un faisceau laser IR de diamètre 200 µm (phase solide)..... 145
Figure III. 52 : Mesures d'absorptivité sur un plaque recouverte de 7 µm de spray carbone et d'une poudre de cuivre revêtue de 500 nm de carbone (laser IR) 145
Figure III. 53 : Mono-cordons réalisés pour (a-c) P = 1 kW et V = 0.6 m/s (VED = 589 J/mm^3) et (b-d) P = 750 W et V = 0.4 m/s (VED = 663 J/mm^3) en fonction du taux de Nickel - (a-b) vue de dessus et (c-d) vue en coupe..... 146
Figure III. 54 : (a) Profondeur fondue et (b) largeur des cordons en fonction du VED 146
Figure III. 55 : Mesure des surfaces fondues pour les trois poudres (cuivre pur, cuivre revêtu de 0.2 % et 0.4 % massique de Nickel)..... 146
Figure III. 56 : Fusion laser IR sur substrat revêtu de C (P = 2500 W ; d = 180 µm et V = 0.5 m/s) (a) Extrait de vidéo rapide (10000 fps) avec le laser en rouge par rapport à la zone fondue et (b) vue de dessus du cordon lors du changement de surface (avec revêtement à gauche et sans revêtement à droite).... 147
Figure III. 57 : Profondeurs fondues sur substrat de cuivre pur revêtu de 7 µm de spray carbone 148
Figure III. 58 : Comparaison des cordons réalisés avec la poudre de cuivre pur (a) et la poudre de cuivre revêtue de Carbone (b). La poudre revêtue ne permet pas la fabrication de matière. 148

Figure III. 59 : Absorptivité en fonction du temps d'oxydation à 400 °C dans un four à air ambiant et (b) photos des plaques oxydées 149
Figure III. 60 : Absorptivité du cuivre en fonction du mode d'oxydation (lit fluidisé / four) 150
Figure III. 61 : Profondeur fondue et largeur des mono-cordons réalisés pour des tir pleine tôle et des lits de poudre de cuivre pur et cuivre oxydée (LIFCO) d'épaisseur 70 µm (D = 55 µm) 150

Figure IV. 1 : Analyses de faisceau IR SPI 1 kW du banc FAIR montrant la défocalisation du faisceau lors d'un tir statique de 1 s pour une puissance de 1kW 157
Figure IV. 2 : Effet du temps de pause sur une surface (8x5 mm) à même paramétrie (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm) sur le banc FAIR (D = 80 µm) (a) surface sans temps de pause et (b) surface avec un temps de pause de 100 ms entre chaque cordon de longueur 8 mm 157
Figure IV. 3 : (a) Taux de porosité des pièces mesurée par coupe métallographique et pycnométrie ; (b) Pièces fabriqué sur le banc FAIR ; (c) Coupe métallographique des pièce (1) H = 100 µm, (3) H = 250 µm et (4) H = 300 µm 158
Figure IV. 4 : Analyse x100 du dessus de la dernière couche pour des pièces de base (a) 5x5 mm et (b) 21x21 mm, dans la même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) 159
Figure IV. 5 : Coupes transverses des pièces de base (a) 5 mm x 5 mm et (b) 15 mm x 15 mm pour une même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) 159
Figure IV. 6 : Taux de porosité en fonction de la surface balayée pour une même condition paramétrique (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) – Influence de la dimension des pièces 160
Figure IV. 7 : Schéma de principe de la stratégie de balayage sur (a) une couche en damier et (b) décalage des jonctions du damier entre deux couches (bleu couche n et rouge couche n+1) 161
Figure IV. 8 : Influence de la stratégie de lasage : (a) Taux de porosité en fonction de la stratégie de balayage (damiers ou lignes) pour des pièces de même dimensions 15x15x5 mm, (b) image du plateau de construction, (c) et (d) Coupes transverses de pièces réalisées avec (P = 1 kW – V = 0.5 m/s – H = 200 µm) avec damier de 5 mm (a) (0.8 % porosité) (b) avec stratégie lignes classique (4.7 % porosité)... 161
Figure IV. 9 : Mesure au granulomètre laser des diamètres équivalents des particules récoltées après la fabrication d'un plateau sur le banc FAIR. Poudres tamisées avec un tamis de 63 µm 162
Figure IV. 10 : Photos MEB des éjectas issus d'une fabrication sur le banc FAIR (laser IR) avec une poudre de cuivre pur (a) grandissement x100 et (b) grandissement x200 163
Figure IV. 11 : (a) extrait d'image de vidéos obtenue sur une caméra thermique IR (fréquence d'acquisition 73 Hz) (b) évolution de la température au centre de chaque cube 163
Figure IV. 12 : (a) pièces en sortie de fabrication, (b) Taux de porosité mesuré par coupes métallographiques à iso-paramètre (P = 1 kW – V = 0.5 m/s) pour les poudres de cuivre pur (orange) et de Cu0.4Ni (gris) 164
Figure IV. 13 : Comparaison de la microstructure entre un cordon réalisé sur (a) un substrat issu de SLM et (b) un substrat plaque à une même paramétrie (P =1 kW – V = 0.5 m/s – D = 80 µm) 166
Figure IV. 14 : Comparaison (a) des largeurs et (b) des profondeurs fondues pour un substrat plaque (réalisé au PIMM sur le banc FAIR) et un substrat pièce 3D issues de SLM (réalisé chez AddUp) pour un même diamètre de faisceau : D = 80 µm 166
Figure IV. 15 : Pour une même puissance de 1 kW, influence du diamètre de faisceau sur les (a) largeurs fondues et (b) profondeurs fondues pour les essais réalisés sur substrat issu de SLM. 167
Figure IV. 16 : Influence du second passage en stratégie entrelacée sur la variation de hauteur des cordons (a) premier passage (écart entre les vecteurs = 400 µm) et (b) deuxième passage (hatch final = 200 µm) 167
Figure IV. 17 : (a) Coupe transverse d'une pièce réalisée par AddUp (partie haute avec temps de pause), (b) pièce fabriquée par AddUp avec lignes de porosité dues à la stratégie damier (c) pièce rompue au niveau des lignes de porosités 168

Figure IV. 18 : Mesure du taux de porosité sur les pièces réalisées par AddUp (a) par double pesée et (b) par analyse micrographique pour deux VED 169
Figure IV. 19 : (b) cartographies des surfaces scannées pour 3 conditions paramétrique à même puissance (P = 1 kW), même stratégie (Aller-Retour classique), même hatch (200 µm) pour 3 vitesses de balayage (V = 0.3 m/s ; 0.5 m/s ; 0.8 m/s)..... 170
Figure IV. 20 : Rugosité arithmétique de la surface de construction en fonction de la stratégie de balayage et du VED 171
Figure IV. 21 : Taux de porosité mesurés sur des coupes micrographiques en fonction du VED (a) et de la productivité (b) pour différentes hauteurs de couche (laser vert TRUMPF 1 kW) 173
Figure IV. 22 : Taux de porosité mesuré par coupe métallographique en fonction de la vitesse pour des échantillons fabriqués avec le laser vert TRUMPF sur le banc FAIR (∆z = 60 µm ; H = 120 µm) 173
Figure IV. 23 : (a) Taux de porosité en fonction du taux de recouvrement pour l'ensemble des essais réalisés avec le laser vert, (b) application du critère de densification de (Tang et al., 2017)..... 174
Figure IV. 24 : (a) Coupes micrographique transverses des échantillons en fonction de la puissance et de la vitesse, (b) exemple d'optimisation de débit de fusion 175
Figure IV. 25 : Extrait de caméra rapide coaxiale (10000 fps) lors d'un essai (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, h = 100 µm) pour une pièce de2x6 mm réalisée avec le laser vert (a) 5ème cordon, (b) Dernier cordon .. 176
Figure IV. 26 : Pièces de largeur différente réalisées par fusion SLM laser vert à paramétrie identique 176
Figure IV. 27 : (a) taux de porosité mesuré par coupe micrographique (ci-contre) en fonction de la largeur de la pièce et (b) coupes micrographiques pour trois largeurs initiales : (1) 0.5 mm, (2) 1 mm et (3) 5 mm 177
Figure IV. 28 : Profil spatial 3D des échantillons (a) 1 (R_a=116 µm) et (b) 2 (R_a=20 µm) du Tableau IV. 8 178
Figure IV. 29 : Microstructure de solidification (texture <110> //DF) obtenue sur 316L brut de SLM par une stratégie lignes aller-retour sans angle de rotation inter-couche (Andreau et al., 2019). La microstructure en chevrons (en vert sur la cartographie IPF perpendiculaire à la direction de fabrication) s'explique par le taux de recouvrement et la concavité marquée des zones fondues. 179
Figure IV. 30 : (a) Coupe métallographique et attaque chimique d'une pièce dense réalisée par AddUp (P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm en stratégie entrelacée) (b-c) Zoom sur une partie de la pièce et lien avec les cordons de fusion en mode keyhole 181
Figure IV. 31 : *Influence de la stratégie de balayage à iso-paramétrie (laser IR, P = 1 kW, V = 0.5 m/s, H = 200 µm, angle de rotation = 90°), (a) stratégie lignes AR classique, (b) stratégie entrelacée.* 182
Figure IV. 32 : Schéma de la microstructure en colonnes parallélépipédiques 182
Figure IV. 33 : Coupes transverse (x-z) pour (a) P = 500 W – V = 0.5 m/s – H = 120 µm ; (b) P = 1000 W – V = 0.5 m/s – H = 300 µm (laser vert)..... 182
Figure IV. 34 : Image IPF sur coupes d'échantillons élaborés par fusion laser vert : (a) 700 W – 300 mm/s – hatch = 100 µm, (b) 700 W – 500 mm/s – hatch = 120 µm..... 183
Figure IV. 35 : Influence de la puissance sur les microstructures EBSD d'échantillons fabriqués par laser vert : V = 0.5 m/s, H = 200 µm, ∆h = 60 µm, (a) P = 400 W, VED =125 J/mm^3, % porosité ~2 %, (b) P = 700 W, VED =218 J/mm^3, % porosité ~0.5 % (NB : les zones sombres du 2nd échantillon correspondent à des points mal indexés et pas à des porosités ouvertes), (c) distributions de tailles de grains 184
Figure IV. 36 : *Analyse IPF-EBSD et PF (Figure de Pôle) <011> d'un échantillon élaboré par laser vert avec P = 700, V = 0.5 m/s, hatch = 200 µm, VED = 250 J/mm^3 en vue de dessus (avec z// DF)*..... 185
Figure IV. 37 : *Influence des paramètres du procédé sur les microstructures (IPF-EBSD) du cuivre obtenu par SLM laser vert avec des couches de 100 µm : (a) 700 W – 400 mm/s – H = 250 µm, VED = 220 J/mm^3 (~ 1.5 % porosité), (b) 900 W – 500 mm/s – H = 200 µm, VED = 282 J/mm^3 (~ 0.5 % porosité), (c) comparatif des tailles de grains* 185

Figure IV. 38 : *analyses IPF- EBSD de la surface de fabrication d'échantillons bruts de SLM (P=800 W – V= 0.5 m/s – H=200 µm) et traité 1 h – 500°C (avec z // DF)*..... 186
Figure IV. 39 : (a) Comparaison de la dureté HV de pièces issues de différents procédés (b) effet des traitements thermiques 187
Figure IV. 40 : Diffractogrammes X obtenus sur brut de fabrication SLM (face de construction) suivant le traitement thermique réalisés (brut SLM, 200°C-1h et 500°C-1h)..... 187
Figure IV. 41 : (a) Largeur des pics en fonctions de l'angle de diffraction et du traitement thermique et (b) détermination de l'écart type de la déformation du réseau cristallin..... 189
Figure IV. 42 : Evolution de la conductivité électrique équivalente (%IACS) suivant le modèle retenu. 191
Figure IV. 43 : Conductivité électrique des échantillons mesurée en fonction du taux de porosité mesuré par simple pesée..... 192
Figure IV. 44 : Conductivité électrique des échantillons avant et après traitement thermique..... 193

Tableaux

Tableau I. 1 : Répartition de nombre de matériaux fabricables en fonction du procédé de FA utilisé BJT : Binder Jetting ; DED : Direct Energy Deposition ; MEX : Material Extrusion ; MJT : Metal jetting ; PBF : Powder Bed Fusion SHL : Sheet Lamination ; VPP : Vat Photopolymerization (Senvol, 2020) 24
Tableau I. 2 : Procédés de FA utilisant un matériau de base sous forme de poudre (Barlier and Bernard, 2015) 25
Tableau I. 3 : Valeurs des nombres adimensionnés pour divers matériaux couramment utilisés en SLM 44
Tableau I. 4 : Paramètres du procédé SLM (Vert paramètres modifiables ; rouge paramètres non modifiables)..... 46
Tableau I. 5 : Paramètres types utilisés pour optimiser le procédé SLM..... 46
Tableau I. 6 : Résumé des conditions expérimentales utilisées pour la fabrication de pièces 3D en cuivre pur 63

Tableau II. 1 : Dimensions (sur coupe transverse) des mini-enceintes utilisées..... 73
Tableau II. 2 : Les différents lasers utilisés au cours de la thèse..... 79
Tableau II. 3 : Procédure de polissage des échantillons utilisée sur les échantillons de cuivre pur. 86
Tableau II. 4 : Caractéristiques de la poudre de cuivre pur 93

Tableau III. 1 : Tableau récapitulatif des conditions expérimentales 103
Tableau III. 2 : Absorptivité du lit de poudre aux différentes longueurs d'onde. Comparaison de l'expérience avec le modèle analytique de (Gusarov et al., 2009) 104
Tableau III. 3 : Rappel des absorptivités mesurées en fonction de la surface d'interaction et de la longueur d'onde. 115
Tableau III. 4 : Paramètres opératoires utilisées pour réaliser les mono-cordons sur lit de poudre de 80 µm d'épaisseur 117
Tableau III. 5 : Valeur des coefficients a et b dans l'équation (III.3) en fonction du type de faisceau utilisé 128
Tableau III. 6 : Analyse élémentaire (en % at) des particules déposées sur la lame de silice. 139
Tableau III. 7 : Analyse élémentaire (en %) des particules déposées sur un éjecta de cuivre. 139
Tableau III. 8 : Rappel des absorptivités mesurées en fonction de la surface d'interaction et de la longueur d'onde. 151

Tableau IV. 1 : Conditions expérimentales étudiées sur le banc FAIR équipé du laser fibre IR SPI redPower QUBE..... 157
Tableau IV. 2 : Conditions expérimentales pour les premières pièces réalisées sur le banc FAIR sans support, angle de rotation : 90° 158
Tableau IV. 3 : Conditions expérimentales pour la fabrication des pièces 3D chez AddUp..... 165
Tableau IV. 4 : Description de la stratégie dite classique en Aller-retour et de la stratégie dite entrelacée 165
Tableau IV. 5 : Coupe micrographique pour deux conditions P-V suivant la stratégie de balayage utilisée 169
Tableau IV. 6 : Résumé des paramètres procédé utilisés pour la fabrication de pièces 3D sur le banc FAIR avec le laser vert TRUMPF 1 kW (diamètre laser top-hat de 90 µm)..... 172
Tableau IV. 7 : illustrations (vue de dessus) du taux de recouvrement en fonction du hatch et de la largeur du mono-cordon 174

Tableau IV. 8 : Mesure des états de surface (Ra) pour échantillons réalisés avec le laser vert TRUMPF sur le banc FAIR 178
Tableau IV. 9 : densité de dislocation calculée pour les cubes (P = 600 W, V = 0.5 m/s, H = 120 µm) pour trois conditions : brut de SLM, traitements thermique 200 °C – 1h et 500 °C – 1h..... 189
Tableau IV. 10 : Modèles de conductivité thermique équivalente (en orange : le matériau à haute conductivité)..... 190

Guillaume NORDET

Fabrication additive de cuivre pur par fusion sélective laser

Résumé

La Fabrication Additive (FA) de pièces à base de cuivre constitue un enjeu important pour de nombreux domaines comme l'électronique, l'aérospatiale, l'automobile ou le luxe grâce aux formes et aux designs qu'elle autorise, irréalisables avec les procédés de fabrications conventionnels et grâce à l'optimisation de forme, qui permet d'obtenir les mêmes fonctions de pièces (conduction électrique, contrainte mécanique …) avec des masses réduites. Les procédés de FA métallique, et notamment les procédés de fusion laser lit de poudre (SLM) permettent aujourd'hui de mettre en forme de nombreux matériaux comme les alliages de titane, d'acier ou d'inconel. Le cuivre reste un matériau complexe à mettre en œuvre à l'aide des lasers infra-rouge (IR : $\lambda \approx 1.03$ µm) couramment utilisé sur les machines SLM) à cause de sa forte conductivité thermique et de sa forte réflectivité dans l'IR. Le présent travail de thèse, réalisé dans le cadre d'une collaboration entre AddUp et le laboratoire PIMM (Groupe Laser), s'articule autour des points d'intérêt suivants: (1) la compréhension de l'interaction laser-matière lors de la fusion du cuivre pour différentes longueurs d'onde laser : IR (1.03 à 1.08 µm), vert (0.515 à 0.532 µm) ou bleu (0.45 µm), (2) la recherche d'une paramétrie optimale pour le procédé SLM sur le cuivre en termes de productivité et taux de porosité des pièces pour la création de pièce 3D , (3) la mise en œuvre de poudres revêtues (Ni, C, O) pour faciliter la fusion laser IR. Plusieurs expérimentations ont été menées pour répondre à ces objectif : (1) des mesures d'absorptivité (sphère intégrante d'Ulbricht) pour déterminer la quantité d'énergie absorbée pour un état de la matière donné (lit de poudre, solide liquide ou *keyhole*), (2) La fusion de mono-cordons pour déterminer les plages de stabilité du procédé SLM et estimer les dimensions des cordons lors de la fabrication, (3) l'étude métallographique de l'influence des paramètres procédé sur la densité des pièces (taux de porosité) et leurs propriétés microstructurales et électriques . Les expériences SLM ont été réalisées à la fois sur des bancs prototypes et des enceintes instrumentées. Au final, à travers les différentes solutions techniques testées (changement de longueur d'onde, fonctionnalisation des poudres …), des pièces denses à plus de 99.5 % ont pu être obtenues ainsi qu'une meilleure compréhension globale de l'interaction laser – lit de poudre – zone fondue dans le cas du cuivre pur.

Mots clés : Fabrication additive, cuivre, SLM, laser vert, mesure d'absorptivité

Abstract

Additive Manufacturing (AM) of copper-based parts is a key point for many industrial sectors such as electronics, aerospace, automotive or luxury. Indeed, AM processes not only make it possible to build shapes or designs of parts that cannot be possible with conventional manufacturing processes but also allows to obtain similar functions (electrical conduction, mechanical resistance) while reducing the mass. On the one hand, metallic AM processes, and in particular powder bed laser fusion, allow to obtain dense parts made of materials such as titanium, steel or inconel alloys. On the other hand, copper is a more complex metal to manufacture due to its high reflectance under infrared laser irradiance (IR: $\lambda \approx 1.03$ µm, commonly used on SLM machines) and because of its high thermal conductivity. The current thesis work, carried out as a cooperation between AddUp and PIMM laboratory, was focused on the following points of interest: (1) The understanding the laser-matter interaction during copper melting for different laser beams and different wavelengths like IR (1.03 to 1.08 µm), green (0.515 to 0.532 µm) or blue (0.45 µm), (2) the search for optimization parameters (productivity and part porosity rate) of the SLM process for the creation of 3D parts and (3) the use of coated powders (Ni, C, O) to improve IR laser melting. Several experiments have been carried out to fulfil these objectives: (1) absorptance measurements (with integrating Ulbricht sphere) to determine the amount of energy absorbed for a given state of matter (powder bed, liquid solid or keyhole), (2) the fusion and analysis of single tracks (with or without powder) to determine the stability ranges of the SLM process and to estimate the dimensions and stability domains of the beads during manufacturing, (3) a detailed investigation on the influence of process parameters on final properties of 3D copper parts (porosity rate, microstructure, electrical conductivity). All the corresponding SLM tests have been carried out either on small instrumented SLM chambers or on a SLM prototype machine allowing to use up to 1 kW IR or green lasers. Finally, through the different approaches tested in this work, more than 99.5 % density could be obtained on SLM-manufactured copper, together with a much better understanding of laser – powder bed – melt-pool interaction in the case of pure copper.

Keywords: Additive manufacturing, copper, SLM, Green wavelength, Absorptance measure