

AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4 Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u>



cea

École doctorale UL C2MP (Chimie-Mécanique-Matériaux-Physique) Laboratoire CEA LISL (Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers)

<u>Thèse</u>

Présentée et soutenue publiquement pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE l'UNIVERSITÉ DE LORRAINE Mention : Sciences des matériaux

par Vincent JACQUIER Sous la direction de Wilfried PACQUENTIN et Julien ZOLLINGER

Étude de l'insertion d'une interface de compatibilité multi-matériaux pour le revêtement par projection laser combinant des métaux immiscibles

07/07/2022

Membres du jury :

| Président | M. Hanlin LIAO | Professeur des Universités, Université de technologie de Belfort Montbéliard |
|-------------------------|------------------------|--|
| Rapporteurs : | M. Matthieu RAUCH | Maître de conférences, École Centrale de Nantes |
| | M. Hanlin LIAO | Professeur des Universités, Université de technologie de Belfort Montbéliard |
| Examinateurs : | M. Jean-Yves HASCOET | Professeur des Universités, École Centrale de Nantes |
| | Mme. Muriel CARIN | Professeure des Universités, Université Bretagne Sud |
| | M. Morgan DAL | Maître de conférences HDR, ENSAM |
| | Mme. Salima BOUVIER | Professeure des Universités, Université de Technologie de Compiègne |
| Directeur(s) de thèse : | M. Julien ZOLLINGER | Maître de conférences HDR, Institut Jean Lamour, Université de Lorraine |
| | M. Wilfried PACQUENTIN | Ingénieur-Chercheur, CEA Saclay |
| Membres invités : | Mme. Marianne RICHOU | Ingénieur-Chercheur, CEA Cadarache |
| | M. Christophe COLIN | Enseignant-Chercheur, MINES Paris |

Résumé

La fabrication additive multi-matériaux par projection laser offre de nouvelles opportunités pour la création de composants de haute performance combinant différents métaux aux propriétés complémentaires. L'existence d'incompatibilités entre certains couples de métaux, comme la précipitation de phases indésirées à partir du mélange, le manque de fusion d'éléments réfractaires et la surchauffe d'éléments volatils limite cependant son adoption. L'obtention de dépôts sans défaut est de plus rendue complexe par l'évolution de la composition et des propriétés associées, qui requiert une adaptation conjointe des paramètres de procédé au cours de la fabrication afin d'assurer le contrôle des différents phénomènes dans le bain de fusion. Dans ce travail, pour permettre le revêtement par projection laser de cuivre par un métal beaucoup plus réfractaire, le tungstène, une stratégie d'introduction d'interface de compatibilité avec multiples gradients de composition a été utilisée. La méthodologie mise en place repose sur le choix d'une succession de matériaux liants à l'aide de la thermodynamique, suivi de l'optimisation des paramètres pour chacune des différentes couches en s'appuyant sur la caractérisation des matériaux et l'analyse théorique de la phénoménologie du procédé. Pour cela un modèle de simulation numérique par éléments finis à l'échelle du bain de fusion a été élaboré et exploité, prenant en compte les phénomènes de conduction, de déformation et de dynamique du métal liquide, de vaporisation et de mélange des éléments. L'étude a révélé l'importance de la maîtrise du taux de refusion de la souscouche par le bain de fusion, qui permet de générer des gradients de composition et d'éviter d'une part l'apparition de défauts à l'interface entre deux métaux dissimilaires et d'autre part de limiter la vaporisation sévère des éléments volatils. La succession de ces gradients de composition a permis d'atteindre l'objectif initial d'augmentation progressive de la température du bain de fusion, depuis le substrat de cuivre jusqu'aux couches riches en tungstène. Un revêtement de cuivre par une couche contenant 90% en masse de tungstène a ainsi été obtenu, avec une interface de compatibilité faite de 6 couches intermédiaires pour une épaisseur totale d'environ 1.6 mm et montrant une bonne continuité métallurgique. L'analyse théorique a mis en lumière l'importance du rôle de la dissolution des particules infondues permettant le mélange des éléments réfractaires, et du rôle de la vaporisation préférentielle des éléments volatils, sur les caractéristiques des couches formées. Ce travail contribue globalement à la construction d'une méthodologie générale pour la conception, la fabrication par projection laser et l'analyse de composants multi-matériaux combinant des métaux fortement dissimilaires.

Mots-clés : métallurgie, fabrication additive, modélisation, thermodynamique, revêtements, multi-matériaux

Abstract

Multi-material additive manufacturing by laser deposition offers new opportunities for the processing of high-performance components combining different metals with complementary properties. Incompatibilities between metals, such as precipitation of undesired phases, lack of melting of refractory elements, and overheating of volatile elements, limit its usage. Obtaining defect-free deposits is further complicated by the variation in composition and associated properties, which requires concurrent adaptation of process parameters during fabrication to ensure control of the various phenomena in the melt pool. In this work to create coatings by laser deposition of copper by a much more refractory metal, tungsten, a strategy of introducing compatibility interfaces with multiple composition gradients was used. The implemented methodology consists of the selection of a succession of binding materials using thermodynamics, followed by the optimization of parameters for each layer, supported by the material characterization and theoretical analysis of the process phenomenology. To that end, a fast numerical simulation model by finite elements at the scale of the melt was developed and applied, taking into account the phenomena of conduction, deformation and dynamics of the liquid metal, as well as vaporization and mixing of the elements. The study revealed the importance of controlling the remelting ratio of the sub-layer by the melt pool, which allows for the generation of compositional gradients and prevents the appearance of defects, such as porosity at the interface between two dissimilar metals as well as severe vaporization of volatile elements. The succession of the compositional gradients allows to achieve the initial goal of a progressive increase in melt pool temperature, from the copper substrate to the tungsten-rich layers. A coating with a layer containing 90% in mass of tungsten on copper was finally obtained, with a compatibility interface made of 6 intermediate layers for a total thickness of about 1.6 mm, showing good metallurgical continuity. The theoretical analysis highlighted the important role of the dissolution of unmelted particles, leading to the mixing of the refractory elements, as well as the role of the preferential vaporization of the volatile elements, in determining the characteristics of the produced layers. This work contributes to the construction of a general methodology for the design, fabrication by laser deposition, and analysis of multi-material components combining highly dissimilar metals.

Keywords: metallurgy, additive manufacturing, modeling, thermodynamics, coatings, multi-materials

Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma reconnaissance envers M. Hanlin Liao et M. Matthieu Rauch pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail de thèse, ainsi que pour la qualité de leurs rapports et pour leurs commentaires durant la soutenance. Je remercie plus généralement l'ensemble des membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce travail. Merci en particulier à M. Hanlin Liao pour avoir présidé le jury durant la soutenance. Je remercie chaleureusement Mme. Muriel Carin, M. Morgan Dal, Mme. Salima Bouvier, M. Jean-Yves Hascoet, Mme. Marianne Richou et M. Christophe Colin, pour leurs discussions et commentaires très enrichissants, qui ont permis d'élargir ma vision du sujet et d'améliorer ce manuscrit.

Je veux exprimer mon immense gratitude envers mon directeur de thèse Wilfried Pacquentin, qui a dirigé au quotidien mes recherches durant ces trois années au sein du Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers (LISL) du CEA Saclay. La grande qualité de ses enseignements scientifiques et de ses conseils, son énergie, son efficacité et sa ténacité ont été des moteurs indispensables au quotidien, qui m'ont guidé et me suivront toute ma vie. Je le remercie pour son soutien sans failles et pour la confiance qu'il m'a accordée.

Je remercie grandement mon directeur de thèse Julien Zollinger pour son accompagnement durant ces trois années. Son expertise et ses conseils ont été d'une aide cruciale à la compréhension des phénomènes et à la construction des modèles. Son encadrement a été particulièrement enrichissant sur le plan scientifique et humain.

Je souhaite remercier chaleureusement Philippe Zeller pour m'avoir encadré et pour sa grande implication dans tous les aspects de la thèse, en partant de sa création. Nos diverses discussions scientifiques ainsi que les nombreux conseils et corrections ont été des clés essentielles à la réalisation de ce travail, et ont permis de me pousser toujours plus loin vers la rigueur et la compréhension de la physique du procédé.

Un grand merci également à Sylvie Chatain pour son encadrement et ses enseignements précieux sur la thermodynamique, et à Morgan Dal pour ses conseils et son aide sur la modélisation du procédé. Merci également à Mme. Marianne Richou pour son temps et ses conseils concernant les matériaux face au plasma.

Je veux à présent vivement remercier Hicham Maskrot et Lionel Gosmain pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire, et pour le grand soutien qu'ils m'ont constamment apporté. Je remercie également Frédéric Schuster d'avoir permis à cette thèse de se créer, ainsi que pour ses conseils. Je remercie Michel Schlegel et Laurence Rancœur pour leur suivi et participation au projet.

Merci à Jérôme Varlet et Cécile Blanc pour leurs formations et précieux conseils sur les caractérisations métallurgiques. J'exprime également toute ma gratitude envers Yanis Taïbi et Louis Mougel pour leur bonne humeur et leur implication durant leur stage. Un grand merci à tout le personnel du LISL pour leur accueil, leur gaité et leur soutien. Je regrette déjà les discussions passionnantes avec Pascal, Nicolas, Fernando, Alexandre et Ayoub.

Je souhaite à présent remercier les personnes qui d'un certain côté ont été les plus importantes de cette aventure. Timothée et Thomas, mes collègues mousquetaires, vous savez que je ne pourrai pas imaginer ces trois ans sans vous ; Ulysse des Ulis, Quentin, Christina (Jésus), Gauthier, Angélique, Clément, Théo, et tous les autres ; merci à vous tous de m'avoir soutenu dans les moments difficiles, de m'avoir fait rire, de m'avoir inspiré, merci pour tous vos conseils. Merci pour les memes et pour tous les gâteaux (même les cookies) ! Ça a été un réel plaisir de venir au labo tous les jours avec vous. J'espère retrouver des collègues aussi exceptionnels. À ma femme Laure, mon soutien inestimable depuis plus de 8 ans, je dédie ce travail. Tu sais que je ne te remercierai jamais assez pour ta lumière, ton courage et ta bienveillance, surtout pendant ces 3 ans. Cette thèse n'aurait jamais pu aboutir sans toi.

Du fond du cœur je remercie mes parents et ma sœur pour leur gentillesse inépuisable, et pour m'avoir transmis leur passion à chacun leur façon. Cette thèse n'aurait pas débuté sans vous.

Table des matières

| Int | roduc | tion g | générale | 1 |
|-----|-------|--------|---|----|
| 1 | Rev | vue bi | ibliographique | 4 |
| | 1.1 | Cor | nposants multi-matériaux : cas des dissipateurs thermiques W-Cu | 5 |
| | 1.1. | .1 | Conception | 5 |
| | 1.1. | .2 | Procédés de fabrication de composants multi-matériaux | |
| | 1.2 | Prés | sentation de la projection laser | |
| | 1.2. | .1 | Caractéristiques techniques | 14 |
| | 1.2. | .2 | Phénomènes généraux | 17 |
| | 1.2. | .3 | Défauts | |
| | 1.2. | .4 | Détails de la simulation numérique du procédé | |
| | 1.3 | Pro | jection laser avec matériaux dissimilaires | |
| | 1.3. | .1 | Maîtrise du bain de fusion | |
| | 1.3. | .2 | Fissuration en phase solide | |
| | 1.3. | .3 | Maîtrise d'une fabrication multi-matériaux complète | |
| | 1.3. | .4 | Synthèse générale des incompatibilités | |
| | 1.4 | Sol | utions permettant la combinaison par projection laser de métaux dissimilaires | |
| | 1.4. | .1 | Ajustement de la composition de l'interface | 39 |
| | 1.4. | .2 | Ajustement de la stratégie de fabrication | 41 |
| | 1.5 | Syn | thèse et axes de recherche | |
| 2 | Mo | yens | et méthodes | 43 |
| | 2.1 | Cho | bix des couches intermédiaires | 44 |
| | 2.2 | Mo | yens expérimentaux | 47 |
| | 2.2. | .1 | Machine de fabrication | 47 |
| | 2.2. | .2 | Matériaux | 50 |
| | 2.2. | .3 | Moyens de caractérisations matériaux | 52 |
| | 2.2. | .4 | Stratégie et déroulement de l'étude | 52 |
| | 2.3 | Sim | ulation numérique du bain de fusion | 53 |
| | 2.3. | .1 | Définition du système modélisé et de la géométrie | 53 |
| | 2.3. | .2 | Hypothèses simplificatrices | 55 |
| | 2.3. | .3 | Équations des phénomènes | 55 |
| | 2.3. | .4 | Propriétés | 65 |
| | 2.3. | .5 | Résolution numérique | 68 |
| | 2.4 | Cal | cul de la dissolution et mélange des particules dans le liquide | 70 |
| | 2.4. | .1 | Calcul de la proportion de particules résiduelles | |
| | 2.4. | .2 | Calcul du mélange dans le liquide | 74 |
| 3 | Étu | de de | cas dépôt Cr sur 316L et validation du modèle | 76 |

| | 3.1 | Moyens et méthodologie | |
|---|----------|--|-----|
| | 3.2 | Importance de la turbulence | |
| | 3.3 | Importance de l'effet Marangoni | |
| 4 | Étuc | es paramétriques pour W-Cu | |
| | 4.1 | Dépôts de Ni : influence des éléments d'addition sur les porosités | |
| | 4.2 | Dépôts de Cr : gestion des manques de fusion | |
| | 4.3 | Dépôts de Mo : gestion de la dégradation des sous-couches | |
| | 4.3.1 | Mo-Cr-Ni | |
| | 4.3.2 | 2 Mo-Cr-D22-Cu | 100 |
| | 4.4 | Dépôts de W : impact de la nature du substrat | 105 |
| | 4.4.1 | Dépôt de W sur substrat de W pur | 105 |
| | 4.4.2 | 2 Dépôt de W sur substrat de Mo pur | 106 |
| | 4.4.3 | Dépôt de W sur multi-couches Mo-Cr-D22-Cu | 109 |
| 5 | Ana | lyse de la fabrication W-Cu finale | 112 |
| | 5.1 | Paramètres de fabrication | |
| | 5.2 | Analyse globale | |
| | 5.3 | Analyses couche par couche | 118 |
| | 5.4 | Interprétation et discussion | |
| | 5.4.1 | Variation de paramètres | |
| | 5.4.2 | 2 Fusion et dissolution partielles des poudres | |
| | 5.4.3 | B Homogénéité des mélanges | |
| | 5.4.4 | Vaporisation préférentielle | |
| С | onclusio | on générale | 132 |
| | Synthè | se | |
| | Conclu | sion et remarques générales | |
| | Perspe | ctives | 135 |
| A | nnexes | | 137 |
| L | iste des | figures | 146 |
| L | iste des | tableaux | 150 |
| B | ibliogra | phie | 151 |

Introduction générale

La projection laser est une technologie permettant de déposer des cordons de métal sur des surfaces métalliques par projection localisée de poudre et fusion du métal par faisceau laser. Le contrôle précis de la puissance appliquée, les hautes densités des fabrications obtenues, ainsi que la formation d'interfaces métallurgiques diffuses entre les couches rendent ce procédé particulièrement attractif. Il est utilisé industriellement depuis les années 1980 [1] pour la réparation et la réalisation de revêtements épais de pièces métalliques plus-ou-moins complexes, permettant de prolonger leur durée de vie. Dans les années 2000 la technologie a été perfectionnée pour permettre la fabrication additive [2], qui consiste en la fusion et solidification point par point de métal pour réaliser des pièces de formes variées. De par la possibilité de modifier en dynamique les paramètres laser et le mélange de poudres injectées, la projection laser a récemment ouvert la voie à la fabrication additive multi-matériaux [3]. De nombreux travaux ont ainsi étudié la fabrication de pièces multi-matériaux de haute performance, en combinant des alliages aux propriétés complémentaires [3]-[19] comme le couple Ti-6Al-4V/Inconel [13], ou encore en générant des gradients de composition aux propriétés uniques [4], [10], [13], [20]-[30]. Différents obstacles entravent cependant une adoption généralisée de ce type de fabrication avancée, à commencer par le besoin de mieux comprendre et maîtriser les phénomènes physiques du procédé, ainsi que la nécessité d'optimiser les paramètres en fonction de la composition locale [3].

Il existe également de multiples combinaisons de métaux d'intérêt pour le revêtement et la fabrication additive mais qui s'avèrent difficiles à réaliser par projection laser, généralement du fait de trop grandes différences de propriétés ainsi que d'incompatibilités métallurgiques. Par exemple, le dépôt d'alliage de titane sur acier par projection laser souffre de la formation de phases intermétalliques fragiles titane fer [31]. Pour certains métaux réfractaires, leur très haute température de fusion peut empêcher la liaison par projection laser à des métaux moins réfractaires, notamment du fait de l'apparition de défauts de type manque de fusion ou vaporisation, comme cela est le cas pour le dépôt de tungstène sur acier ou cuivre [32], [33]. Pour remédier à ces incompatibilités entre matériaux, plusieurs travaux ont montré que l'utilisation de matériaux intermédiaires « liants » et de gradients de composition étaient des solutions particulièrement efficaces [6], [34]–[43]. Depuis quelques années, une méthodologie pour la projection laser avec matériaux dissimilaires commence à prendre forme, basée notamment sur l'utilisation d'outils théoriques comme les diagrammes de phase [44] pour la prédiction des phases formées, ainsi que la simulation numérique du procédé [45], [46] pour aider à la maîtrise des phénomènes et travers la sélection des paramètres. Pour aboutir à une méthodologie générale qui permettrait de concevoir et de fabriquer avec succès des interfaces « sur-mesure » entre des matériaux incompatibles, il nous apparaît nécessaire d'approfondir encore la compréhension de différents phénomènes spécifiques aux fabrications multi-matériaux, notamment grâce à une utilisation plus poussée d'outils théoriques dédiés.

Une association de métaux dissimilaires particulièrement attrayante mais difficile à réaliser est la combinaison de cuivre avec du tungstène, d'intérêt en tant que matériaux de structure de réacteurs à fusion nucléaire [47]–[50]. La haute conductivité et la résistance mécanique élevée du tungstène à haute température (jusqu'à 1500 °C) le rendent très attractif pour faire face aux hauts flux thermiques et au bombardement des particules du plasma. Le tungstène étant fragile à température ambiante, un alliage de cuivre est utilisé en-dessous, permettant d'évacuer efficacement la chaleur produite par le plasma (transmise par l'armure de tungstène). L'assemblage du tungstène avec l'alliage de cuivre est cependant difficile à réaliser, du fait de la haute résistance mécanique et haute température de fusion du tungstène, d'une interdiffusion très limitée entre les deux, et de grandes différences de propriétés thermomécaniques [47], [48]. Dans le cas du réacteur ITER, une couche intermédiaire de cuivre pur de 1 mm est directement coulée sur un bloc de tungstène (adhésion par mouillage), et permet par la suite la jonction avec un tube d'alliage CuCrZr. La transition abrupte de composition entre le tungstène et le cuivre conduit cependant à un fort différentiel de coefficient de dilatation thermique à l'interface. Ce

Introduction générale

différentiel engendre des contraintes élevées lors de cyclages thermiques, pouvant même aboutir à de la fissuration à l'interface [50]–[52]. L'utilisation d'autres matériaux intermédiaires ainsi que de gradient de composition entre le tungstène et le cuivre sont deux solutions envisagées pour l'amélioration des performances de l'interface sous cyclages thermiques [32], [53]–[62], cependant leur réalisation par des procédés de fabrication traditionnels est complexe. La projection laser est un procédé prometteur pour la réalisation de telles interfaces multi-matériaux et à gradients de composition, du fait de la possibilité de modifier point par point les matériaux ainsi que l'énergie apportée. Également, la fabrication additive complète de pièces tungstène – cuivre permettrait de consolider et combiner ces deux matériaux en une seule fabrication, et avec la possibilité de réaliser des designs plus complexes [63]–[67] qui pourraient permettre d'optimiser les performances thermiques et mécaniques. Très peu de travaux sont cependant disponibles sur la projection laser associant des couches de tungstène avec du cuivre.

L'objectif de cette thèse est de faire la preuve de la viabilité de réaliser une fabrication de multimatériaux combinant deux matériaux incompatibles en projection laser, en utilisant des métaux intermédiaires et des gradients de composition entre les deux. L'application étudiée est le dépôt de tungstène sur cuivre. Dans le but de progresser vers une méthodologie générale, nous détaillerons le choix des matériaux intermédiaires permettant la liaison tungstène-cuivre, et nous développerons des stratégies et des outils théoriques permettant d'aider à l'élaboration et à l'analyse de fabrications additive combinant des matériaux dissimilaires.

Ce manuscrit est divisé en 5 principaux chapitres. Le premier chapitre propose une revue bibliographique, décrivant en premier lieu les différents designs et procédés à l'étude pour la réalisation de divertors de type tungstène sur cuivre. Est ensuite réalisée une présentation de la projection laser, avec une étude des phénomènes physiques impliqués et des défauts existants. S'ensuit un état de l'art sur la simulation du procédé de projection laser, en particulier à l'échelle du bain de fusion. Nous abordons finalement les phénomènes et défauts spécifiques à la fabrication multi-matériaux par projection laser, ainsi que les moyens identifiés dans la littérature pour permettre la liaison de matériaux dits incompatibles.

Le second chapitre détaille le choix des matériaux intermédiaires pour la liaison tungstène – cuivre, au regard des incompatibilités existantes, et en s'appuyant sur des diagrammes de phase à l'équilibre. Sont ensuite présentés les différents moyens expérimentaux utilisés pour fabriquer et caractériser les échantillons, ainsi que les outils théoriques permettant d'aider à la maîtrise de la fabrication et à l'interprétation des résultats. Un modèle de simulation numérique du procédé à l'échelle du bain de fusion est présenté, ainsi que des modèles analytiques permettant d'estimer la dissolution et le mélange des poudres dans le liquide.

En troisième chapitre, une étude de cas de fabrication multi-matériaux est réalisée, permettant une première validation du modèle de simulation du bain de fusion. Cette étude met également en lumière l'importance de la prise en compte de la turbulence lors de simulation de bains de fusion en projection laser, au regard des valeurs des températures, des vitesses du fluide, ainsi que des mélanges réalisés. L'influence de l'effet Marangoni sur la forme des bains et du mélange avec la sous-couche est également soulignée, à travers des comparaisons entre des fabrications réelles et les simulations.

En quatrième chapitre nous présentons une synthèse des différentes études paramétriques réalisées dans l'objectif d'aboutir à une fabrication finale tungstène – cuivre avec métaux intermédiaires. Différents phénomènes et défauts spécifiques sont identifiés et commentés au regard des différences de propriétés entre les matériaux en jeu. Ces phénomènes conduisent à devoir adapter pour chaque matériau les

paramètres de fabrication et les compositions des couches obtenues, pour finalement permettre une fabrication multi-matériaux sans défaut majeur.

Une analyse couche par couche de la fabrication finale tungstène – cuivre retenue est ensuite proposée en cinquième chapitre, en s'appuyant sur les caractérisations réalisées ainsi que les outils théoriques développés. Les variations des paramètres et des caractéristiques des couches sont interprétées à la lumière des propriétés et des phénomènes en jeu, comme la fusion et vaporisation des différents éléments ainsi que la dissolution et le mélange des poudres dans le bain.

Le manuscrit est finalement complété par une synthèse, ainsi qu'une conclusion et une proposition de perspectives.

1 Revue bibliographique

| Introduction | n générale | 1 |
|--------------|---|----|
| 1 Revue | bibliographique | 4 |
| 1.1 C | omposants multi-matériaux : cas des dissipateurs thermiques W-Cu | 5 |
| 1.1.1 | Conception | 5 |
| 1.1.2 | Procédés de fabrication de composants multi-matériaux | |
| 1.2 Pr | résentation de la projection laser | |
| 1.2.1 | Caractéristiques techniques | |
| 1.2.2 | Phénomènes généraux | 17 |
| 1.2.3 | Défauts | |
| 1.2.4 | Détails de la simulation numérique du procédé | |
| 1.3 Pr | rojection laser avec matériaux dissimilaires | |
| 1.3.1 | Maîtrise du bain de fusion | |
| 1.3.2 | Fissuration en phase solide | |
| 1.3.3 | Maîtrise d'une fabrication multi-matériaux complète | |
| 1.3.4 | Synthèse générale des incompatibilités | 38 |
| 1.4 So | olutions permettant la combinaison par projection laser de métaux dissimilaires | |
| 1.4.1 | Ajustement de la composition de l'interface | 39 |
| 1.4.2 | Ajustement de la stratégie de fabrication | 41 |
| 1.5 Sy | ynthèse et axes de recherche | 42 |

1.1 Composants multi-matériaux : cas des dissipateurs thermiques W-Cu

La combinaison de plusieurs matériaux disparates peut permettre l'obtention de pièces aux propriétés inatteignables par un matériau monobloc [7], [29], [68], [69]. La fabrication de ces pièces multi-matériaux est cependant ardue et limite souvent la liberté de conception et les performances finales [7], [29]. Pour illustrer l'intérêt de combiner des matériaux différents et présenter les procédés de fabrication multi-métaux, nous étudions dans cette partie les dissipateurs thermiques pour très hautes températures utilisés dans les réacteurs à fusion thermonucléaire, et composés de la combinaison de tungstène (noté W) avec un alliage de cuivre (noté Cu pour simplification) [59]. Du fait des grandes différences de propriétés entre ces deux métaux (notamment des températures de fusion) nous utilisons le terme de métaux « dissimilaires ».

1.1.1 Conception

La fusion nucléaire consiste en la réaction exothermique de deux noyaux atomiques légers formant un atome plus lourd. Dans les réacteurs à fusion, le combustible (composé de deux isotopes de l'hydrogène) est chauffé jusqu'à formation d'un plasma d'une température supérieure à plusieurs dizaines de millions de degrés, dans lequel la fusion nucléaire pourra survenir [70]. Aucun matériau solide ne pouvant résister à de telles températures, ce plasma est confiné, par exemple à l'aide de champs magnétiques dans un tokamak [70]. Même à l'aide de ce confinement, les matériaux de la structure à l'intérieur du réacteur sont soumis à des températures extrêmes et au bombardement de particules [70], [71]. Un composant particulièrement sollicité est le divertor, qui assure l'extraction des cendres (résidus de la réaction) et d'une partie de la chaleur du plasma [70], [71]. La Figure 1 de la revue de Linke *et al.* [72] permet d'avoir une vision d'ensemble des principales sollicitations auquel sont soumis les matériaux du divertor.



Figure 1 : exigences et défaillances potentielles du divertor [72]

Du tungstène (W) est généralement utilisé comme matériau faisant directement face au plasma, du fait de sa grande résistance aux hautes températures et à l'érosion de surface, sa bonne stabilité sous flux neutronique, ainsi que sa haute conductivité thermique [59], [71], [73], [74]. En-dessous de cette armure en W est présent un tube dans lequel circule de l'eau sous pression qui permet d'évacuer la chaleur. Le W étant trop fragile à basses températures pour être utilisé comme matériau de structure, un alliage de Cu (à la conductivité thermique élevée) est utilisé pour ce tube, typiquement CuCrZr (0.7% de masse de Cr et 0.04% de Zr) [59], [71], [73], [74]. La Figure 2 permet d'illustrer le design et la place d'un divertor dans un tokamak.



Figure 2 : schémas d'un réacteur à fusion de type tokamak [75], d'une des 54 cassettes du divertor [76], et d'une portion de la paroi verticale d'une cassette montrant les composants face au plasma [76]

Le composant face au plasma doit rester intègre en extrayant depuis la surface du W des flux thermiques (élémentaires) allant typiquement jusqu'à 10 MW/m² en régime stationnaire, et augmentant par moment jusqu'à 20 MW/m² durant une dizaine de secondes (épisodes transitoires lents) [72]. Ces cyclages thermiques se traduisent par des températures et des contraintes mécaniques à ne pas dépasser pour chacun des matériaux et des interfaces entre eux [49]. Notamment la température de l'alliage de Cu utilisé doit rester en dessous de sa 450°C pour qu'il conserve ses propriétés mécaniques [47], [77]. La température nominale à ne pas dépasser pour le W est aux alentours de 1500°C, qui correspond à une recristallisation rapide aboutissant à de larges grains prompts à la fissuration [47], [71]. Cette température maximum limite l'épaisseur entre l'armure de W et le tube d'alliage de Cu, car la température maximale (à la surface du W) augmente avec l'épaisseur (car augmente la résistance thermique totale) [71]. Le design retenu pour le réacteur ITER (aujourd'hui en cours de construction) est celui présenté en Figure 2, avec une épaisseur de W entre la surface et le tube d'alliage de Cu de l'ordre de 8 mm [78]. Avec ces épaisseurs, la température à la surface du W a été mesurée comme étant de l'ordre de 1000°C sous un flux nominal de 10 MW/m², et de 2000 °C sous un flux de 20 MW/m² [79]–[81].

Le bloc étant soumis à des cyclages thermiques jusqu'à 20 MW/m², des contraintes mécaniques sont notamment générées à l'interface entre le W et l'alliage de Cu du fait de la différence entre leur coefficient de dilatation thermique (Tableau 1) [82]. Ces contraintes peuvent provoquer de la fissuration au niveau de la surface de W ou de l'interface avec l'alliage de Cu, notamment par fatigue thermique [50]–[52].

| Propriétés à 20°C | W | CuCrZr |
|---------------------------------------|------|--------|
| Température de fusion (°C) | 3410 | 1080 |
| Température d'ébullition (°C) | 5555 | 2562 |
| Conductivité thermique [W m–1 K–1] | 145 | 340 |
| Coefficient de dilatation [10–6 °C–1] | 4,5 | 16,8 |
| Module de Young [GPa] | 410 | 135 |
| Résistance à la rupture [MPa] | 1000 | 440 |
| Déformation totale à la rupture [%] | 0.4 | 25 |

Tableau 1 : propriétés thermiques et mécaniques du W et CuCrZr [47]

De nombreux designs et procédés de fabrication sont à l'étude dans le but d'améliorer les performances des composants W-Cu [59], [83], [84], et notamment le nombre de cyclages thermiques sans défaillance, correspondant pour ITER à 5000 cycles jusqu'à 10 MW/m², et à 300 cycles jusqu'à 20 MW/m² (pour lesquels des fissures apparaissent dans le W) [79]–[81]. Des contrôles non-destructifs, des essais en laboratoire et réacteurs, ainsi que des simulations numériques sont utilisés pour qualifier et guider les différents designs [49], [50], [52], [59], [77], [82], [83], [85].

De manière générale, l'interface entre deux matériaux dissimilaires est un des points critiques qui conditionne la performance d'un composant multi-matériaux. Nous définissons ici la notion d'interface comme l'épaisseur où la composition passe d'un matériau homogène à un autre. Cette épaisseur peut être de l'ordre de quelques plans atomiques (interface considérée ici comme courte), ou dépasser la dizaine de micron par exemple lorsque l'interdiffusion entre les deux matériaux a été suffisante (interface dite diffuse, considérée ici comme longue). La durabilité d'une interface bi-matériaux soumise à un cyclage thermique dépendra notamment de sa résistance mécanique (au sens large) et de la différence de dilatation thermique entre les deux matériaux combinés. Nous détaillons ici deux extrêmes :

- <u>Cas d'une interface fine et peu résistante :</u>

Une interface fine entre deux matériaux dissimilaires (aux propriétés différentes) se traduira par un gradient abrupt de propriétés, et notamment du coefficient de dilatation thermique, ce qui pourra être source de contraintes lors de cyclages thermiques [86]. Si l'interface est de plus peu résistante, par exemple du fait de la présence de phases fragiles ou de défauts de fabrication, alors les contraintes thermiques générées risqueront d'aboutir à défaillance de cette interface (fissuration, délamination).

- <u>Cas d'une interface large et résistante :</u>

Une interface à la résistance mécanique élevée (par exemple de type liaison métallique) permettra généralement d'améliorer la tenue en service, et d'autant plus si sa présence permet la réduction des contraintes thermomécaniques générée à l'interface lors de cyclages thermiques. Par exemple l'utilisation d'une couche de matériau peu rigide et ductile entre deux matériaux dissimilaires peut permettre d'accommoder les différences de dilatation, et ainsi réduire les contraintes dans les matériaux de base. Également, la présence d'un gradient de propriétés entre les deux matériaux (obtenu par exemple avec un gradient composition) peut permettre la réduction de ces contraintes, notamment grâce à la transition plus graduelle du coefficient de dilatation thermique [86]. L'obtention d'une interface diffuse entre deux matériaux miscibles (et sans formation de phase fragile) se traduisant généralement par la présence d'un gradient de composition, une telle interface peut donc être considérée comme bénéfique pour la tenue sous cyclage thermique.

Dans le cas du W et CuCrZr, l'utilisation de couches de matériaux intermédiaires entre les deux peut ainsi permettre d'augmenter la tenue de l'interface sous cyclages thermiques, tout en permettant l'assemblage des deux [59], [71], [73], [87]. La littérature comporte des travaux utilisant des métaux purs, ductiles, par exemple le Au, Cu, Ni, ou Ti. Le Ni et le Ti permettent notamment une bonne interdiffusion avec le W, ce qui facilite l'obtention d'une interface saine. À noter que l'introduction de matériaux supplémentaires peut rendre plus complexe la prédiction de la tenue de la structure à long terme, et peut également réduire la conductivité par exemple avec du Ti, ou de manière générale les alliages en solution solide (de nature peu conducteurs).

Le design de référence du réacteur ITER utilise une couche ductile de Cu de 1 mm (Cu coulé sur le W) [49], [59], qui permet de réaliser la liaison (par mouillage) entre le W et l'alliage de Cu, et d'accommoder les différences de dilatations thermiques entre les deux du fait de sa faible rigidité et haute ductilité [51], [87]. Cependant une grande différence de propriétés thermomécaniques subsiste à l'interface entre cette couche de Cu et l'armure de W, pouvant provoquer la fissuration à l'interface durant les cyclages thermiques [48], [50],

[52], [77]. De nombreux travaux visent à créer une interface à gradient de propriétés, pour améliorer la résistance de la liaison permettre de lisser les dilatations thermiques [53], [57], [61], [73], [88]–[91]. L'utilisation d'un gradient de particules de W dispersées dans une matrice de Cu peut notamment aboutir à une transition monotone des propriétés macroscopiques de l'alliage de Cu vers le W, sans modification drastique de propriétés critiques comme la conductivité thermique ou la tenue sous irradiation. À noter qu'un gradient court (~25 μ m) ne permet apparemment pas de lisser suffisamment les dilatations thermiques et est donc plus sujet à la fissuration [51].

La fabrication d'un bloc avec un gradient de propriétés aux compositions contrôlées en tout point est cependant complexe [57], [61], [73], [92]. Les propriétés macroscopiques et microscopiques variant dans l'espace, la compréhension et la prédiction de la tenue des interfaces est également un challenge. Bien que la conception et la fabrication de ce type d'interfaces restent à optimiser, les premiers essais de tenue sous cyclage thermique sont prometteurs [59], [61].

1.1.2 Procédés de fabrication de composants multi-matériaux

La fabrication de composants W-Cu est rendue difficile par la résistance mécanique élevée et la haute température de fusion du W, et d'autre part du fait des grandes différences de propriétés entre le W et l'alliage de Cu (Figure 3). Il faut également noter que l'interdiffusion entre le W et le Cu est très limitée, du fait de la très faible miscibilité entre les deux métaux (Figure 3).



Figure 3 : diagramme de phase à l'équilibre calculé pour le système W-Cu [93]

Nous présentons à présent les différents procédés de fabrication multi-matériaux permettant la création de tels composants.

- 1.1.2.1 Fabrications et assemblages de massifs
- 1.1.2.1.1 Assemblage avec phase liquide

Une couche de Cu est directement coulée à la surface d'un bloc de tungstène décapé [48], [49], [74], [87], [94], [95]. L'interface après mouillage et solidification du Cu liquide est très nette [87], [95] du fait de l'absence de fusion du tungstène (donc de l'absence de mélange liquide) et d'une interdiffusion W-Cu très limitée. Le Cu est

ensuite joint au CuCrZr généralement par compression à chaud, brasage, ou encore soudage par faisceau d'électron [48], [49], [73], [74], [87], [94]. Cette méthode de fabrication est celle de référence pour ITER [47], [59], [59], [59], [83] et l'absence de défauts macroscopique (de tailles supérieures à la centaine de microns) en fait une interface considérée comme saine, dont la résistance à la traction est égale à celle du Cu, et qui permet de supporter 5000 cycles de chauffage jusqu'à 10 MW/m².

Dans le but d'atténuer la différence entre les coefficients de dilatation thermique entre le W et Cu, il est possible de réaliser une transition W-Cu à gradient de propriétés en infiltrant par gravité du Cu liquide dans des structures ouvertes de W poreuses ou fibrées (Figure 4) [96]–[99]. La tenue sous haut flux thermique peut ainsi être améliorée grâce à ce gradient.



Figure 4 : image par microscope optique d'une coupe d'une interface W-Cu avec gradient de composition particulaire, fabriquée par infiltration de Cu liquide dans une structure W poreuse, après sollicitations thermiques jusqu'à 20 MW/m² [99]

1.1.2.1.2 Assemblage en phase solide (soudage par diffusion, brasage, métallurgie des poudres)

Dans cette catégorie de procédé, aucun des deux métaux à lier (W et alliage de Cu) ne passent pas en phase liquide. Lors du soudage par diffusion, les deux pièces massives de W et Cu sont mises en contact et soumises à de hautes pressions et températures, ce qui les joint par diffusion atomique et déformation plastique [100], [101]. La transition entre les deux métaux reste courte, de l'ordre de la dizaine de nanomètres (Figure 5), ce qui induira des contraintes à l'interface après fabrication et lors des cyclages thermique. Toutefois la liaison formée étant résistante (de type métallurgique) et sans défaut, la tenue sous haut flux satisfait les exigences [48].



Figure 5 : (gauche) profil de composition par EDX de l'interdiffusion du W et Cu à l'interface d'un assemblage par soudage par diffusion ; (droite) image par HRTEM de l'interface [101]

Le brasage est un procédé similaire à la technique précédente, mais pour lequel la température de fabrication est diminuée grâce à l'utilisation d'un matériau intermédiaire entre le W et le CuCrZr (comme le Au [87] ou le CuMn) [49], [102], [103]. Le choix d'un matériau permettant l'assemblage à de basses températures est d'intérêt pour diminuer les dilatations thermiques lors de la fabrication, et ainsi réduire les contraintes résiduelles à l'interface W-Cu. Cependant, le matériau utilisé devra également résister aux hautes températures en service (ne pas fissurer ou fondre), ce qui nécessitera généralement d'utiliser des matériaux demandant de hautes températures de fabrication (comme pour le Ni et le Ti [104]).

Une interface à gradient de composition peut également être créée par métallurgie des poudres, en utilisant des mélanges de poudres de W et de CuCrZr, consolidées sous haute pression et température [73], [89], [90], [92], [105]. Tout comme les gradients fabriqués par infiltration de Cu liquide dans un squelette de W, la tenue sous haut flux thermique peut être améliorée grâce à ce gradient de propriétés.

1.1.2.2 Fabrications par couches successives

Certains procédés reposent sur une construction couche par couche, sans fortement influencer l'ensemble de la fabrication sous-jacente. En modifiant en dynamique les paramètres et matériaux utilisés il est possible d'ajuster les compositions et microstructures de chaque couche. Ces procédés semblent donc particulièrement adaptés à la production de fabrications multi-matériaux, aux propriétés optimisées couche par couche.

1.1.2.2.1 Projection thermique

Un matériau d'apport sous forme de particules est projeté par un gaz sur une surface à haute vitesse (de l'ordre de 1000 m/s) et à plus ou moins haute température [106], [107], de moins de 1000°C (projection à froid) jusqu'à plus de 2000°C. À l'impact les particules s'aplatissent et se lient entre elles et avec la surface, générant des liaisons métallurgiques et/ou mécaniques [108], avec une faible perturbation thermique du substrat [106], [107]. Le jet de projection est balayé plusieurs fois sur la surface pour créer un revêtement d'une épaisseur entre une dizaine de µm à plusieurs cm [106]. La réalisation d'épaisseurs plus importantes est limitée par les fortes contraintes résiduelles et par le manque de cohésion des particules entre elles et avec la surface, ce qui peut mener à des fissures et délaminages du revêtement [106], [109]. L'utilisation de la projection à froid est particulièrement adaptée pour le dépôt de couches de matériau peu compatible métallurgiquement avec le substrat, puisque les transformations de phases sont minimisées de par les température d'ébullition ou encore la précipitation de phases intermétalliques fragiles peuvent ainsi être minimisées [110]. Cependant, une haute densification par projection à froid nécessitant de hautes déformations plastiques à des températures modérées, la fabrication de couches denses de matériaux très résistants et peu ductiles comme le W est difficile par projection à froid [111].

Des couches épaisses de W peuvent être directement construites par projection thermique à la surface du cuivre, cependant les couches comportent généralement des porosités et contraintes résiduelles, et apparaissent finalement peu adhérentes au substrat [47], [112]–[114]. Pour accommoder les différences de dilatations thermiques et améliorer la résistance de l'interface W-Cu, il est possible de créer une interface à gradient de composition par mélange de poudres projetées (Figure 6) [57], [61], [113], [115], [116], ou encore d'introduire des métaux intermédiaires ductiles comme du Ni ou Ti pur [111], [116], [117].



Figure 6 : photographie du monobloc W-Cu pour divertor ; (droite) image par microscope optique d'une coupe d'une interface W-Cu avec gradient de composition particulaire, fabriqué par projection thermique de mélanges de poudres [61]

Des travaux récents visent à améliorer la qualité des revêtements de W en réalisant notamment de la projection sous vide [112] ou utilisant de très hautes vitesses de projection [111]. Il est possible avec cette technologie de réaliser une interface W-Cu à gradient de composition, puis de lier ce gradient à une pièce de W massive par exemple par soudage par diffusion, permettant finalement d'obtenir une bonne tenue de l'ensemble [61].

1.1.2.2.2 Procédés de dépôt en phase vapeur

Le dépôt de vapeurs à la surface d'un substrat d'alliage de Cu permet la croissance progressive d'une épaisseur de W, si besoin avec intégration entre les deux d'une couche d'un matériau améliorant l'interdiffusion (typiquement le Ni ou Ti) et améliorant les propriétés de l'interface [118]. Des gradients de composition peuvent également être créés en modifiant les paramètres durant le dépôt [57], [58], [91]. Un inconvénient de ces procédés pour la fabrication de pièces massives est la faible vitesse de construction (typiquement ~ 0.1 mm/h pour le dépôt par réaction chimique), et les couches réalisées sont ainsi typiquement de l'ordre de la centaine de microns [47], [91]. On rappelle que l'utilisation d'une interface W-Cu trop courte (de l'ordre de ~10 μ m) n'est généralement pas suffisamment résistante en fatigue thermique (du fait des fortes dilatations thermiques différentielles) et ne permet donc qu'une tenue modérée sous haut flux [48], [49], [51], [57].

Il est cependant à noter qu'avec les machines modernes de dépôt chimique en phase vapeur, des dépôts de plus en plus rapides sont permis (~ 1 mm/h) [91], [118], [119]. La revue de Lian *et al.* [91] à ce sujet a souligné le haut potentiel de ce procédé pour réaliser des armures millimétriques de W pour la fusion, avec une grande pureté et de bonnes propriétés (en particulier la stabilité à haute température). Des recherches sont encore nécessaires pour améliorer notamment les propriétés mécaniques des couches épaisses en raffinant leurs grains, et améliorer la résistance de l'interface W-Cu par exemple en intégrant un gradient de composition entre les deux [91].

1.1.2.2.3 Fabrication additive métallique

Les procédés de fabrication additive métallique reposent sur la fusion et solidification locale de métal, point par point et couche par couche, ce qui permet de générer des pièces de hautes densités et aux liaisons métallurgiques diffuses entre les matériaux (du fait des hautes températures maximales) [120]. Des pièces de géométrie complexe sont fabriquées à partir d'un fichier numérique, et certaines propriétés mécaniques peuvent s'avérer être supérieures à celles obtenues par fonderie. La possibilité de modifier les compositions et paramètres point par point rend ces procédés très attractifs pour la fabrication « sur-mesure » de composants multi-matériaux de haute qualité [121], avec formation d'interfaces diffuses entre les matériaux. Nous abordons ici les technologies à base de fusion sur lit de poudre et à base de projection laser.

1.1.2.2.3.1 Fusion sur lit de poudre

Un faisceau laser ou d'électrons de quelques dizaines à plusieurs centaines de microns de large balaie une couche de poudre pour les faire fondre (formation d'un bain de fusion) et les lier métallurgiquement entre elles, ainsi qu'avec la couche sous-jacente [120], [122]. La succession de couches de poudre déposée puis fondue permet de réaliser des pièces tridimensionnelles à la géométrie complexe et aux microstructures fines [120], [122]. Le mélange de plusieurs métaux et la réalisation de gradients de composition est possible mais complexe, car nécessitant une modification du lit de poudre à chaque couche. Le mélange des différents types de poudre dans le bain est généralement peu homogène après fabrication, du fait des hautes vitesses de balayage et de la faible taille du bain de fusion par rapport aux particules [9], [14], [123]–[127].

La fabrication avec ce procédé de composants combinant du W et du Cu est toujours au stade de recherche, rendue complexe notamment du fait des grandes différences de propriétés entre le W et le Cu, et de la faible miscibilité entre les deux (en phase solide et liquide) [121], [128], [129]. Wei et al. [129] ont évalué la fabrication de couches de Cu à la surface de W, qui souffrent de manque de fusion et de délamination. Les auteurs imputent ces résultats à l'immiscibilité et la très haute température de fusion du tungstène. Tan et al. [121] ont étudié la fabrication de W depuis un substrat de Cu, et si les paramètres utilisés permettent une bonne densification du W en surface (nombre limité de micro-porosités et micro-fissures), l'interface avec le Cu souffre de manques de fusion notamment du fait de la grande dissipation de chaleur par conduction dans le Cu. Une augmentation de l'énergie améliore la densification à l'interface mais accroît la fissuration du W, ce qui est attribué aux forts gradients thermiques qui génèrent de hautes contraintes lors de la solidification. Le point de fusion du Cu étant bien inférieur à celui du W, les particules de W ne sont pas directement fondues dans le Cu liquide. L'interface résultante est ainsi constituée de particules de W dispersées dans une matrice de Cu (Figure 7), et la liaison est principalement de type mécanique (grâce aux imbrications créées) [121]. Une telle interface possède néanmoins une résistance en flexion surpassant celle du Cu pur [121], et laisse présager des applications intéressantes, d'autant plus si les paramètres sont optimisés couche par couche pour minimiser les défauts à l'interface, et si les avantages de la fabrication sont pleinement exploités (géométries complexes et microstructures fines).



Figure 7 : (a) image par MEB d'une coupe d'une interface W/Cu réalisée par fusion laser d'un lit de poudre de W étalé sur un substrat de Cu ; (b) schéma du mécanisme de fusion et mélange des matériaux durant le procédé [121]

Ces premiers travaux illustrent les problématiques de la fabrication additive de multi-matériaux W/Cu, présentes du fait de l'absence de miscibilité entre les deux et de l'impossibilité de réaliser un mélange liquide des deux matériaux.

Wei *et al.* [129] ont pu montrer dans leur étude la possibilité d'utiliser un matériau intermédiaire pour fabriquer par fusion laser sur lit de poudre du Cu sur substrat de W. Une épaisseur de 316L de 240 µm a d'abord été fabriquée directement sur la surface du W, avec formation d'une liaison métallurgique grâce à l'interdiffusion

du W solide avec le 316L liquide. Une épaisseur de 2 mm de Cu a ensuite été réalisée sur le 316L, avec mélange des métaux en phase liquide dans les bains de fusion. Les auteurs indiquent que bien que des liaisons métallurgiques aient été formées, des travaux supplémentaires doivent être réalisés pour améliorer la qualité des interfaces obtenues [129]. Notamment, l'interface du W au 316L est très courte (inférieure à 1 μ m) du fait d'une interdiffusion qui reste limitée, et ce qui selon eux peut s'avérer pénalisant pour la tenue mécanique [129]. Également, l'interface du 316L au Cu souffre de fissures, induites par la fragilisation aux grains de grain de 316L par du Cu liquide (due au manque de miscibilité entre le Cu et le 316L) [129].

1.1.2.2.3.2 Projection laser

En projection laser, un apport de matière (poudre ou fil) et un faisceau laser, de largeurs de l'ordre du millimètre, sont dirigés en un point de la surface pour créer un bain de fusion dans lequel les matériaux se mélangent, formant par balayages successifs des cordons (Figure 8), puis des couches, jusqu'à des pièces massives [120], [122]. Comparé à la fusion sur lit de poudre, les débits de fabrication sont généralement plus élevés mais les géométries sont plus grossières. L'avantage singulier de ce type de procédé est la possibilité de modifier en dynamique la nature des poudres projetées et mélangées dans le bain de fusion, permettant ainsi de fabriquer des pièces multi-matériaux, et de créer *in situ* des alliages et des composites à matrice métallique [8], [23], [130]–[135]. Des gradients de composition peuvent également être générés, pour notamment lisser les changements de propriétés entre les matériaux [86], [136].

La fabrication par projection laser de mélanges W-Cu est possible par incorporation de poudre de W solide dans un bain de Cu liquide (Figure 8) [32], [137], [138], générant après solidification une distribution de particules de W dans une matrice de Cu liante. Des irrégularités de surface ont été observées pour certaines combinaisons de puissances et de vitesses [138], notamment du fait d'une fusion insuffisante du Cu (qui sert de liant aux particules de W). Une analyse par caméra rapide et simulation [137] a pu détailler les interactions poudre-laser et poudre-bain, montrant notamment que des particules solides de Cu pourraient adhérer et fondre sur des particules de W solides flottant à la surface du bain.



Figure 8 : (gauche) schéma du dépôt par projection laser d'un cordon W-Cu ; (droite) image par microscope optique d'une coupe longitudinale [139]

Le passage d'un mélange W-Cu avec matrice de Cu pur à du W pur paraît difficilement réalisable du fait de la vaporisation du Cu aux températures de fusion du W [32], de leur faible miscibilité, et de la grande différence de coefficient de dilatation thermique. Une telle transition n'a apparemment jamais été réalisée par projection laser, et nécessiterait sans doute l'utilisation de couches de matériaux intermédiaires.

1.1.2.3 Comparaison des procédés

Un graphique présenté par Linke, datant de 2006, [140] permet une comparaison des performances de divertors (en cyclage thermique), pour différents designs et différents procédés de fabrication (Figure 9). Il apparaît que

les procédés de fabrication couche par couche offrent les moins bons résultats, ce qui pourrait s'expliquer en partie par le fait que ces procédés comportent généralement plus de défauts. Cependant, avec l'amélioration rapide des technologies, des matières premières, et des moyens d'optimisation des paramètres, il est possible que les santés matières deviennent à terme suffisamment bonnes pour rendre ces procédés compétitifs pour la fabrication de composants W-Cu pour le divertor.



Figure 9 : performances de cyclage thermique jusqu'à rupture de divertors, pour différents designs et procédés de fabrication, datant de 2006 [140]

1.2 Présentation de la projection laser

Pour la fabrication de pièces multi-matériaux et de revêtements métalliques de l'ordre du millimètre et au-delà, la projection laser est une technologie particulièrement adaptée, avec comme principaux avantages face aux autres procédés la possibilité de former des couches millimétriques de très haute densité et avec modification en dynamique des paramètres et des matériaux déposés. Ce travail de thèse a étudié l'utilisation de ce procédé pour la réalisation de revêtements W sur Cu de haute performance, et une présentation détaillée de celui-ci est proposé dans cette section.

1.2.1 Caractéristiques techniques

Durant la fabrication additive par projection laser, un apport de matière (typiquement de poudre) et un faisceau d'énergie laser, de largeurs de l'ordre du millimètre, sont dirigés en un point de la surface pour créer un bain de fusion dans lequel les matériaux se mélangent, formant par balayages successifs des cordons, puis des couches, jusqu'à des revêtements ou pièces massives [120], [122].

1.2.1.1 Laser

L'énergie permettant la formation d'un bain de fusion est apportée au moyen d'un faisceau laser, pointé verticalement sur la surface. Dans le cas d'un faisceau de distribution Gaussienne, on peut calculer la distribution radiale de l'intensité au moyen des Équation 1 et Équation 2 [120], [141].

Équation 1 :

$$I_{l} = \frac{P_{0}}{2\pi \left(\frac{\varphi_{l}}{4}\right)^{2}} exp\left(-\frac{x^{2}+y^{2}}{2\left(\frac{\varphi_{l}}{4}\right)^{2}}\right)$$

Équation 2 :
$$\varphi_{l} = \varphi_{l foc} \cdot \sqrt{1 + \left(\frac{z-z_{foc}}{R_{L}}\right)^{2}}$$

Avec \emptyset_l le diamètre effectif du faisceau au plan (x, y, z) considéré, $\emptyset_{l foc}$ le diamètre effectif minimal (au plan focal), z_{foc} la hauteur du plan de focalisation, et P_0 la puissance totale du faisceau laser. R_L est la distance de Rayleigh du faisceau, déterminée avec l'Équation 3 [141] :

Equation 3 :

$$RL = \left(\frac{\emptyset_{l foc}}{2}\right)^2 \frac{\pi}{\lambda} \frac{1}{M^2}$$

Avec λ la longueur d'onde du laser et M^2 le facteur de qualité du laser, qui est égal à 1 pour un laser parfaitement Gaussien. Dans le cas d'une distribution Gaussienne non-idéale, on peut utiliser les formules présentées comme approximations, en utilisant le facteur M^2 inhérent au laser utilisé [141] et avec le diamètre \emptyset_l calculé comme le 2^{ème} moment de la distribution de l'intensité.

Les distributions d'intensité réellement utilisées peuvent en réalité s'écarter d'une distribution Gaussienne, comme c'est le cas pour des lasers à fibre (amplification dans une fibre optique), pour lesquels la distribution en sortie de fibre et au point de focalisation est généralement uniforme [142]–[144]. Wu *et al.* ont caractérisé la distribution du faisceau d'une tête de projection laser utilisant un laser à fibre (dopé en ytterbium, continu, et de la marque IPG), focalisé par une lentille convergente (et utilisation de diaphragme). La Figure 10 permet de montrer que la distribution d'intensité est uniforme au plan focal (en champ proche) et devient progressivement de forme quasi-Gaussienne en champ lointain, c'est-à-dire au-delà de la longueur de Rayleigh (au-dessus du plan B dans la Figure 10).



Figure 10 : (gauche) comparaison de distributions Gaussiennes théoriques avec la distribution réelle, (droite) reproduction de la distribution d'intensité mesurée [143]

Les principaux paramètres de procédé associés au pilotage du laser sont la puissance totale et le diamètre du spot laser à la surface (qui dépend de la défocalisation).

1.2.1.2 Jet de poudre

La poudre est injectée à la surface du bain de fusion au moyen d'une buse de projection (coaxiale au laser) qui permet de focaliser un jet de mélange argon-poudre à la surface. Au plan de focalisation, la distribution surfacique du débit massique est généralement de largeur minimale, et s'apparente à une distribution Gaussienne (Figure 11) [145], [146]. Les vitesses des particules convoyées par le gaz porteur dépendent du débit de ce dernier, et sont typiquement de l'ordre de plusieurs mètres par seconde [145]–[147].



Figure 11 : observations latérales par caméra du jet de poudre en sortie de buse [145] ; l'encadré blanc en bas à droite indique une zone où la largeur de la distribution est la plus faible (donc proche du plan de focalisation)

Le laser irradie et chauffe une partie des particules en vol. Une part de ces particules irradiées servira à chauffer le bain lors de leur incorporation à la surface liquide, mais le reste ne sera pas introduit dans le bain et induira donc une perte de l'énergie laser apportée au bain. Lorsque le débit massique est bas, du point de vue du bilan

d'énergie dans le bain cette interaction laser-poudre peut être négligée par rapport à l'énergie laser absorbée par la surface [148], [149].

Les principaux paramètres de la projection de poudre sont le débit de matière, le diamètre du jet à la surface, le diamètre des particules de poudre, et la vitesse de balayage.

- 1.2.2 Phénomènes généraux
- 1.2.2.1 Absorption et conduction

Le bain de fusion est créé à la surface de métal par augmentation de la température due à l'accumulation de l'énergie apportée par le laser. Une proportion non-négligeable de l'énergie laser est réfléchie par la surface, et l'énergie absorbée à la surface est progressivement diffusée dans toute la pièce (conduction thermique). Une fraction de l'énergie initiale permettra finalement de faire localement fondre le métal à la surface et de créer ainsi le bain de fusion. La chaleur transmise dans le reste de la pièce génèrera des températures décroissantes depuis le bain de fusion (Figure 12). Zhang *et al.* [150] ont utilisé une caméra thermique pour analyser les champs thermiques des surfaces (solides) de la fabrication, et ont mis en lumière l'effet de la stratégie de balayage et du nombre de couche. On peut noter avec la Figure 12 que les gradients thermiques dans la pièce diminuent lors de l'augmentation du nombre de couches, du fait de l'augmentation de la température globale de la pièce.



Figure 12 : distributions de températures à la surface solide de la fabrication pour la couche 1 (a), 5 (b), 10 (c), et le long de la ligne parallèle (d) et perpendiculaire (e) à la direction de projection et passant par le milieu de la surface [150]

Des solutions analytiques du champ de température généré par une source de chaleur en mouvement existent pour des situations simplifiées, notamment avec des propriétés matériaux et des paramètres constants, et en ne prenant en compte que la conduction thermique dans la pièce. Rosenthal a ainsi proposé en 1946 [151] une solution analytique (Équation 4) du champ thermique généré, par la conduction (à l'état stationnaire) depuis une source de chaleur ponctuelle (infinitésimale), en mouvement à vitesse uniforme à la surface d'un substrat de taille infinie.

Équation 4 :

$$T(x, y, z) - T_0 = \frac{\alpha_l \cdot P_0}{2\pi \cdot k} \frac{1}{r} exp\left(-U_S \frac{\rho \cdot C_p}{2k} (x+r)\right)$$

Avec le repère (x, y, z) fixé au centre de la source de chaleur, et r la distance depuis le centre. L'absorptivité laser α_l , la conductivité thermique k, la capacité thermique massique C_p , et la masse volumique ρ sont pris comme constantes. Cette équation permet une modélisation approximative du procédé, permettant l'estimation

de la taille du bain de fusion, de la durée de passage en phase liquide, des gradients thermiques, ou encore de la taille de la zone solide affectée thermiquement (au sens métallurgique) [152]. Tang a pu montrer avec ses travaux de thèse [152] que l'équation de Rosenthal reproduisait l'augmentation linéaire de la largeur du bain avec la puissance, ainsi que la décroissance exponentielle de la largeur avec la vitesse, évolutions observées expérimentalement durant la fusion par laser. Ces tendances apparaissent être cohérentes avec la forme de l'équation de Rosenthal (Équation 4).

En partant d'une vitesse de balayage nulle, on peut simplifier la formule de Rosenthal et obtenir une estimation de la puissance laser nécessaire pour former (à basse vitesse) un bain de fusion de même largeur que le diamètre laser (Équation 5), avec k_s la conductivité thermique en phase solide juste avant la fusion.

Équation 5 :

$$P = \left(T_{fusion} - T_0\right) \pi \frac{k_S}{\alpha_l} \omega_l$$

Cette équation permet de comprendre quantitativement l'impact de paramètres et de propriétés sur la puissance permettant la création d'un bain de fusion de largeur donnée. On comprend notamment que plus bas sont le coefficient de réflexion, la température de fusion, et la conductivité thermique du matériau, plus basse sera la puissance laser permettant d'obtenir un bain de fusion assez large. En utilisant des vitesses de balayage non-nulles, la puissance devra être augmentée par rapport à cette puissance à vitesse nulle.

Les formules analytiques présentées restent par construction approximatives puisque ne prenant pas en compte de nombreux phénomènes physiques d'importance (advection, radiation, dynamique du fluide, vaporisation) et ne permettant pas d'être appliquées à des systèmes où les propriétés varient fortement, par exemple dans le cas de dépôts multi-matériaux.

1.2.2.2 Dynamique du bain de fusion

L'étude de la dynamique du fluide dans les bains de fusion générés par chauffage localisé est depuis longtemps un sujet de grand intérêt, initialement amorcé par l'adoption du soudage, et aujourd'hui encore d'avantage stimulé par l'essor de la fabrication additive.

En se basant sur des études de suivi de particules à la surface du bain et sur des études théoriques et numériques de la dynamique du fluide dans le bain, et notamment avec l'étude de Wirth *et al.* (Figure 13), on peut retenir que les vitesses maximales du fluide sont de l'ordre de 0.1-1 m/s [153]–[159]. À l'aide de simulations thermofluidiques du bain de fusion, Kumar et Roy [158] ont pu comparer l'intensité des différentes forces agissant sur le métal liquide. Il en ressort que les forces engendrées par la tension de l'interface gaz-liquide sont dominantes. Cette tension de surface maintient la surface du bain en une forme hémisphérique (minimisant l'énergie de déformation). Également, les gradients de tension de surface présents du fait des gradients thermiques et chimiques provoquent la mise en mouvement du fluide depuis les zones à faible tension de surface vers celles à haute tension de surface. Ce phénomène, nommé effet Marangoni, est responsable des hautes vitesses de circulation du fluide dans le bain. Dans les métaux sans impuretés, la tension de surface diminue avec l'augmentation de température, et le fluide à la surface circule alors du centre (hautes températures) vers la périphérie (Figure 13).



Figure 13 : (gauche) image par caméra rapide de la surface d'un bain de fusion avec particules solides ; (centre) vecteurs vitesse correspondant ; (droite) surface du bain simulé avec les vecteurs vitesse [153]

La circulation du liquide participe activement à l'homogénéisation de la température dans le bain, ce qui réduit la température maximale et modifie la forme du bain ainsi que les gradients thermiques durant la solidification [159], [160]. Certains éléments présents dans le liquide peuvent être ségrégés à la surface et modifier fortement les tensions de surface, comme cela est le cas pour le soufre et l'oxygène dans des bains riches en Fe ou Ni [158], [160]–[163]. Cette ségrégation d'éléments tensio-actifs, plus ou moins marquée en fonction de la température, peut même provoquer une inversion du sens de circulation du fluide (Figure 14), et engendrer un approfondissement du bain (Figure 14).



Figure 14 : (gauche) coupe d'un cordon fabriqué (normale à la direction de balayage), (droite) coupe transversale du bain simulé ; pour une fraction de soufre dans le liquide faible (a) et haute (b) [163]

Des analyses d'échelles [157], [161], [164] fournissent des approximations de la surchauffe du liquide ($T_{max} - T_{fusion}$) et de la vitesse du fluide à la surface ($U_{surface}$) en fonction notamment de la puissance laser P_0 , de la largeur du bain W_L et de son rapport d'aspect AR_L (épaisseur divisée par la demi-largeur) dont la valeur est généralement proche d'un tiers [157] (Équation 6, Équation 7).

Équation 6 :

$$T_{max} - T_{fusion} \approx 2 \frac{AR_L \cdot W_L}{k_L} \frac{\alpha_l \cdot P_0}{\pi \cdot \varphi_l^2}$$

Équation 7 :

$$U_{surface} \approx \left(2 \frac{\left(\frac{d\gamma}{dT} \left(T_{max} - T_{fusion} \right) \right)^2}{\rho \cdot \mu \cdot W_L} \right)^{1/3}$$

Avec $\frac{d\gamma}{dT}$ le coefficient de variation de tension de surface γ en fonction de la température, ρ la masse volumique et μ la viscosité dynamique du liquide.

On peut notamment remarquer avec ces équations qu'une puissance plus élevée résultera en une augmentation de la surchauffe et de la vitesse du fluide dans le bain, du fait de l'accroissement des gradients thermiques et de la largeur du bain de fusion.

Une analyse par caméra rapide de la dynamique réelle de la surface du bain a été réalisée par Wirth *et al.* [153], [165] durant le revêtement par projection laser d'un substrat d'acier, avec présence de particules solides dont le mouvement a pu être suivi. Les auteurs ont noté le caractère erratique de la dynamique à la surface, qu'ils attribuent à l'injection de la poudre et à la présence de turbulence du fluide. En comparant les observations expérimentales avec une simulation thermofluidique supposant un fluide non-turbulent (régime laminaire), il s'est avéré que les résultats de la simulation surestimaient la vitesse maximale et sous-estimaient le mélange des éléments [165]. L'utilisation d'une augmentation artificielle de la viscosité et de la conductivité thermique a permis de faire mieux correspondre les résultats de la simulation aux mesures expérimentales [165]. La turbulence du fluide générant une augmentation du transport de la quantité de mouvement, de la chaleur, et des éléments [166], Wirth souligne en conclusion [165] la nécessité d'implémenter dans le futur un modèle de la turbulence du fluide, basé sur des équations physiques générales.

Chakraborty *et al.* ont réalisé des analyses théoriques et des simulations numériques de la turbulence dans des bains de fusion créés par laser, sans injection de poudre, et ont pu révéler l'influence non-négligeable de la turbulence du fluide [167]–[172]. Dans leur étude sur le mélange dans le bain durant l'alliage par laser d'une surface de fer par injection de poudre d'aluminium [170], les effets diffusifs induits par la turbulence provoquent une augmentation de l'homogénéité du mélange des éléments et une diminution des températures et des vitesses (par rapport à un modèle sans turbulence). La comparaison de la distribution chimique expérimentale avec celle de la simulation montre que la prise en compte de la turbulence permet un meilleur accord avec les mesures expérimentales.

Plus récemment Kidess *et al.* ont réalisé une simulation type DNS (*Direct Numerical Simulation*) d'un bain de fusion de métal avec effet Marangoni [173], et ont confirmé la présence d'instabilités du fluide (liées à la turbulence) menant à des augmentions du transport de la quantité de mouvement et de la chaleur.

1.2.2.3 Apport de matière et mélange

L'injection de poudre dans le bain provoque une élévation de la surface du bain de fusion, et permet la création d'un cordon après solidification (Figure 15).



Figure 15 : coupe longitudinale du dépôt d'un cordon simulé, avec isothermes de fusion à droite, distribution en couleur de la fraction massique du soufre du substrat, et vecteurs vitesse du liquide en noir [163]

Le chevauchement successif de nombreux cordons linéiques forme une couche. L'empilement de couches différentes permet de générer des pièces massives de géométries variées. La Figure 16 illustre trois couches réalisées avec une stratégie de balayage unidirectionnelle, c'est-à-dire avec des cordons parallèles entre eux. On peut constater que les cordons recouvrent et refondent une partie du cordon précédent et de la couche précédente, ce qui permet d'assurer la continuité de la fabrication. Le dernier cordon de la dernière couche n'ayant pas été refondu dans cette fabrication (Figure 16), il est d'intérêt de l'analyser pour évaluer ses dimensions. Le taux de refusion du bain avec la couche précédente est appelé le taux de dilution. En projection laser cette refusion est typiquement sur une seule couche (la couche précédente).

Chapitre 1 : Revue bibliographique



Figure 16 : cliché optique d'une coupe normale à la direction de dépôt, d'une fabrication avec trois couches de cordons parallèles, avec un nombre de cordon décroissant par couche. Le tracé rouge est un résultat de simulation de la fabrication [174]

L'intégration des particules dans le liquide est généralement directe si la poudre a été chauffée par le laser jusqu'à son point de fusion. Dans le cas où des particules sont solides lorsqu'elles atteignent la surface du bain, elles peuvent pénétrer le bain ou bien adhérer et flotter à la surface [165], [175]–[177]. Des analyses théoriques et expérimentales [175]–[179] ont révélé que le temps nécessaire pour qu'une particule de poudre à température ambiante atteigne la température locale du bain est de l'ordre de 0.1 ms - 1 ms. Cette durée est courte du fait de la faible masse que possède une particule de poudre. D'autre part, la durée de mélange liquide d'une particule dans un bain de taille caractéristique de 1 mm et avec une vitesse de balayage caractéristique de 10 mm/s est de l'ordre de 100 ms, après quoi elle sera captée par le front de solidification [124], [178]. Ainsi la durée de chauffe dans le bain liquide est en général suffisamment grande pour considérer que la poudre aura au moins atteint la température minimale du bain avant solidification.

L'apport de matière à la surface va être progressivement mélangé avec la partie refondue de la couche précédente, du fait de la recirculation et diffusion dans le bain [124], [163], [170], [180], [181] comme observé avec la Figure 15 (tirée d'une simulation d'un bain de fusion multi-matériaux). Dans le cas d'un dépôt multi-matériaux, l'homogénéité du mélange dépendra en premier lieu de la durée et de l'intensité du mélange liquide. L'étude de Hegge et De Hosson [124] sur les revêtements par fusion laser a montré les mélanges de métaux miscibles les plus homogènes étaient ceux obtenus avec les vitesses de balayage les plus faibles (~ 10 mm/s). Cela peut se comprendre par le fait qu'un plus long passage en phase liquide (du fait d'une basse vitesse) laisse plus de temps à la recirculation et à la diffusion d'opérer [124], avant solidification.

Outre le mélange dans le cœur du cordon, un gradient de composition est formé à l'interface entre le dépôt et la sous-couche (de composition différente), généré par la diffusion partielle des éléments ainsi que par le mélange partiel dans la zone de solidification, où le liquide est progressivement ralenti par la présence de grains [163], [170], [180], [182].

1.2.2.4 Vaporisation

Pour les procédés de fusion par faisceau d'énergie concentrée (ici en régime continu), les hautes températures à la surface du bain de fusion peuvent entraîner la vaporisation du liquide. Deux phénomènes peuvent contribuer au transfert de vapeur métallique depuis la surface vers l'atmosphère ambiante : la diffusion chimique du métal vers le gaz ambiant, et l'éjection de vapeur à haute vitesse lorsque la pression de vapeur à la surface dépasse la pression ambiante [183]–[186]. Cette éjection de vapeur métallique depuis la surface génère des pertes non-négligeables de chaleur, ainsi qu'une pression de recul qui creuse la surface liquide (Figure 17), et pouvant mener à la formation d'une cavité pénétrant profondément dans le bain [187]–[191]. Les réflexions du laser dans cette cavité (nommé *keyhole* en anglais) augmentent l'énergie totale absorbée et amplifient donc la vaporisation [192]. La Figure 17 tirée du travail de Mayi *et al.* illustre la cavité formée à la surface du bain d'un alliage de Ni Inconel® 625, avec comparaison à un résultat de simulation thermofluidique. Le spot laser est de 205 µm et la température d'ébullition du liquide est de 3190 K. On peut notamment remarquer que bien que la zone fondue soit profonde, l'épaisseur de la partie liquide reste relativement petite par rapport à la largeur (horizontale) du bain.



Figure 17 : macrographie de la zone fondue (gauche) et distribution de température donnée par la simulation (droite) [191]

Après vaporisation à la surface, le gaz métallique pénètre dans le gaz ambiant (ici de l'argon). Les hautes densités et les hautes températures provoquent suffisamment de collisions entre les atomes de gaz pour que le jet de vapeur et l'atmosphère ambiante soient approximés comme étant deux fluides (continus) [193]. L'expansion du jet de vapeur à haute vitesse (fluide gazeux métallique) est ainsi physiquement contrecarrée par la présence de l'atmosphère (fluide gazeux inerte). Le phénomène d'expansion rapide du jet de vapeur dense a pu être observé expérimentalement [189]–[191], [194]–[196], et reproduit par des modèles numériques [191], [195]–[199].

En 2011, Hirano *et al.* [188] ont cherché à valider expérimentalement le fait que la déformation induite par le jet de vapeur (advectif) ne se forme qu'à partir de la température d'ébullition du liquide, correspondant au moment où la pression de vapeur saturante à l'équilibre dépasse la pression atmosphérique. La mesure de la température exacte à la surface est complexifiée par la réflexion des rayons dans la cavité. Néanmoins les auteurs ont pu obtenir une mesure de la température au moment où la déformation de la surface par le jet de vapeur s'amorce, avec donc une déformation encore faible. Les auteurs ont conclu que l'apparition du jet de vapeur (advectif) et la déformation de la surface ne se produisent effectivement qu'à partir du dépassement de la température d'ébullition.

D'après les travaux de Debroy *et al.* sur le calcul des flux de vaporisation par diffusion et par éjection de vapeur sous haute pression, la diffusion chimique de vapeur métallique dans l'atmosphère de gaz inerte peut être considérée comme négligeable devant le flux advectif (initié lorsque la température d'ébullition est dépassée).

1.2.2.5 Solidification

La vitesse de refroidissement, produit du gradient thermique et de la vitesse de croissance solide, est de l'ordre de 10000 K/s durant la solidification du bain de projection laser [120], [130]. Du fait de ces vitesses élevées de refroidissement, la durée de maintien de la pièce à haute température est trop faible pour que l'équilibre thermodynamique (global) soit atteint dans le solide à température ambiante. On retrouve ainsi des phases solides hors équilibre dans les fabrications finales, issues de transformations à hautes températures [6], [24], [200], [201].

Dans le cas où le liquide est un mélange de plusieurs éléments purs, de la microségrégation peut survenir et générer différents types de « sous-structures » [120], [130]. La vitesse de refroidissement du bain ne permettant pas l'homogénéisation complète par diffusion en phase solide, ces microségrégations sont conservées dans la fabrication finale [120], [130].

La taille et la morphologie des microstructures générées (grains et sous-structures) dépendent de la vitesse du front de solidification (liée à la vitesse de balayage) ainsi que du gradient thermique local. Les microstructures formées sont généralement plus colonnaires au fond du dépôt et plus équiaxes proche de la surface [120], [130].

La refusion de la surface par la couche supérieure peut éliminer les microstructures équiaxes potentiellement présentes, et induire de la croissance de grains par épitaxie [120]. Les gradients thermiques à la vertical étant particulièrement élevés du fait de la nature de la fabrication (empilement successif de couches, verticalement) les grains finalement formés sont généralement allongés verticalement (Figure 18) [120], [202].



Figure 18 : cliché EBSD d'un dépôt d'alliage Al-11.28Si sur substrat d'alliage Al 7475, illustrant la croissance de grains colonnaires [120], [202]

1.2.2.6 Mécanique

Les gradients thermiques élevés induits par les passages laser provoquent des différences de dilatations thermiques, et par conséquent des déformations et contraintes résiduelles dans la fabrication [120]. Des études ont pu indiquer que les contraintes proches de la surface de la fabrication étaient majoritairement de tension, alors que les contraintes au cœur étaient plus majoritairement de compression [130], [203], [204].

Les propriétés finales des dépôts dépendent des compositions, microstructures, contraintes résiduelles, et également des éventuels défauts générés au cours de la fabrication.

1.2.3 Défauts

On peut classer en deux principaux types les défauts rencontrés durant la fabrication additive : les porosités et les fissures.

Des porosités peuvent être présentes du fait de manque de fusion, survenant lorsque l'énergie apportée est trop faible. En effet lorsque les bains formés sont de trop petites tailles (notamment par rapport à celles des poudres), la fusion est moins stable, et les cordons peuvent devenir discontinus (avec formation de billes successives, phénomène nommé *balling* en anglais) [205]–[207]. Également, si les bains sont de trop faibles largeurs par rapport à la distance utilisée d'espacement entre les cordons (appelée *hatching distance* en anglais), ou trop fins par rapport à l'épaisseur de couche déposée, des manques de fusion peuvent apparaître aux interfaces entre les cordons ou entre les couches [130], [208]–[210].

À l'autre extrême lors de l'utilisation d'énergie très élevée, des porosités sphériques de type gazeuses peuvent apparaître au fond des dépôts. Celles-ci sont souvent liées à la forte vaporisation d'éléments du bain [130], [211]–[213] (Figure 19).



Figure 19 : cliché par rayons X de la vue de côté d'un bain de fusion (tracé rouge) avec formation d'un keyhole (tracé bleu) générant des bulles dans le liquide (cercles blancs) [211]

Des porosités gazeuses peuvent également être introduites du fait de pores initialement présents dans la poudre utilisée [214], d'intégration dans le bain de gaz injecté à la surface [215], ou encore de par l'agrégation de fines bulles de retrait de solidification ou de dégazage d'impuretés [216].

Des fissures pourront être générées durant la fabrication lorsque l'accumulation de déformations thermiques aura épuisé la réserve de déformation élasto-plastique du solide. La contrainte dépasse alors la résistance à la rupture locale du matériau [217], et provoque une ouverture de fissure [217], [218]. Les matériaux peu ductiles à température ambiante, comme les matériaux réfractaires et de types intermétalliques, sont généralement prompts à la fissuration à froid en fabrication additive [219]–[221]. Des fissurations à hautes températures peuvent également survenir pour certains matériaux [218], [222]–[224], typiquement du fait de joints de grains fragilisés par la présence de liquide ségrégé ou de précipités durcissant [223].

1.2.4 Détails de la simulation numérique du procédé

La simulation du procédé est un outil précieux pour comprendre le rôle des différents phénomènes présentés ainsi que l'influence des paramètres associés, et à terme permettre la prédiction et l'optimisation des caractéristiques et propriétés des dépôts. Dans une revue bibliographique approfondie de la modélisation de la fabrication additive métallique, Wei *et al.* [46] ont notamment souligné le besoin d'une utilisation plus systématique de simulations du procédé, pour permettre la réduction de l'espace de paramètres disponibles et donc la diminution du nombre d'essais-erreurs aboutissant à des fabrications saines et reproductibles.

Les simulations du procédé peuvent en pratique être classées en différentes échelles spatiales, liées entre elles : à l'échelle de la pièce, à l'échelle du bain de fusion, et à l'échelle de la microstructure.

1.2.4.1 Échelle de la pièce

Les simulations à l'échelle de la pièce s'attachent globalement à obtenir les histoires thermiques et mécaniques en tout point. Pour simuler la fabrication complète d'une grande pièce en des temps réalistes (par exemple en moins d'une semaine), la dynamique du fluide dans le bain de fusion doit être négligée [136], [225], ce qui rend les résultats de ces modèles peu précis proche du bain de fusion.

Il est ainsi possible de simuler les distorsions et contraintes résiduelles de la pièce après refroidissement, en fonction par exemple de la stratégie de balayage [226]. L'histoire thermique est également d'importance en tant que données d'entrée pour par exemple des calculs de transformations de phase dans le solide [227].

1.2.4.2 Échelle du bain de fusion

Des modèles complets du bain peuvent être développés en prenant en compte l'ensemble des phénomènes dominants dans le bain (conduction de l'énergie laser, circulation du fluide par effet Marangoni, apport de matière et mélange, vaporisation), et en intégrant des conditions limites réalistes ainsi que des propriétés variant en fonction de la composition et de la température. La résolution de tels problèmes complexes est réalisée numériquement, en discrétisant l'espace (et si besoin le temps) par exemple en utilisant la méthode de calcul par éléments finis [228].

Les premiers modèles de simulations thermofluidiques du bain de fusion créé par laser remontent aux années 80, et permettaient déjà de comprendre l'impact non-négligeable du sens de circulation du bain sur sa forme et sur la thermique de solidification [154], [228]. Arrizubieta *et al.* [159] ont plus récemment souligné l'importance de la prise en compte de la dynamique du fluide pour reproduire les bonnes dimensions et les bonnes températures des bains de fusion (Figure 20).



Figure 20 : (gauche) comparaison de la zone fondue simulée avec et sans dynamique du fluide, (droite) comparaison des températures maximales mesurées et simulées avec et sans dynamique du fluide [159]

Pour gérer le passage de la phase liquide à la phase solide dans un même domaine, Kou *et al.* ont utilisé la méthode d'augmentation de la viscosité en-deçà de la température de fusion, permettant d'empêcher le mouvement de matière pour ces températures [229]. Une autre méthode utilisée pour annuler le mouvement a été proposée par Asai et Muchi [230], en se basant sur la loi de Darcy de la vitesse d'un fluide à travers un milieu poreux, avec l'emploi d'une force volumique s'opposant au mouvement dans la partie solide.

En 2004, Picasso et Hoadley [228] présentent le premier modèle 2D prenant en compte la déformation de la surface libre et la formation du coron du fait de l'apport de poudre, approximé par une distribution continue de forme Gaussienne. Le profil global de la surface libre à l'équilibre est obtenu en résolvant l'équilibre des forces sur la surface, et en imposant une hauteur finale satisfaisant la conservation de la masse injectée dans le bain. Il est supposé que durant le procédé toutes les particules injectées à la surface du bain sont captées et participent à la construction.

D'autres méthodes de suivi de surface libre ont depuis été employées, permettant de modéliser la déformation locale de la surface. On peut distinguer les méthodes de déformation de maillage de type ALE (*Arbitrary Lagrangian-Eulerian*) [180], [231] qui permettent de conserver la présence d'une interface nette (ici la surface du bain), et les méthodes à maillage fixe avec interface diffuse (d'épaisseur non-nulle) [210], [232] qui permettent de prendre naturellement en compte les changements de topologie et donc de prédire la formation de porosités.

L'apport de poudre est généralement approximé par une distribution continue de forme Gaussienne [228], [231], [233], mais il est également possible d'utiliser des particules discrètes pour obtenir un des interactions poudrebain et laser-poudre plus réalistes [234], [235], au prix de l'augmentation du temps de calcul.

Dans le cas où le matériau d'apport est différent de celui de la sous-couche, la simulation du bain de fusion peut permettre de calculer le mélange liquide et la diffusion des différents éléments [180], [232]. Les propriétés matériaux doivent alors être renseignées pour toutes les compositions possibles par le mélange de la poudre avec la sous-couche. Lorsque les propriétés des alliages formés ne sont pas disponibles dans la littérature, il est nécessaire de les estimer, par exemple à l'aide de lois des mélanges depuis les propriétés des constituants des alliages [45], [180], [232]. À noter également que les calculs transitoires [210], [236] permettent la simulation explicite du dépôt de plusieurs cordons, ainsi que la capture de phénomènes d'instabilités du bain, mais nécessitent en contrepartie de longues durées de calcul, ce qui rend difficile leur utilisation quotidienne [46].

Comme nous l'avons décrit précédemment, de la turbulence est susceptible d'apparaître dans le fluide et affecter la solution de par une augmentation du transport local de la quantité de mouvement, de la chaleur, et des quantités des différents éléments [170]. La plupart des modèles de la littérature font l'hypothèse que le fluide est laminaire dans le bain [45], [154], [163], [182], [210], [228], [232], [237]–[239], ou bien prennent en compte l'effet de la turbulence par l'utilisation de coefficients de diffusion augmentés [165], [181], [240], [241] (pour la quantité de mouvement, la chaleur, et le mélange des éléments). Pour évaluer de manière physique l'impact macroscopique de la turbulence il est possible d'utiliser l'hypothèse de Boussinesq, consistant en l'ajout d'une viscosité turbulente μ_T à la viscosité intrinsèque du fluide. La distribution complète de cette viscosité turbulente dans l'espace et le temps peut être obtenue avec des modèles de turbulence à équation de transport de type RANS (*Reynolds Averaged Navier-Stokes*) [166]. Le modèle RANS *k*- ε est généralement utilisé, et est adapté dans les cas où la turbulence est pleinement développée. Ce modèle résout 2 équations de transport, une pour l'énergie cinétique turbulente *k* (avec production de la turbulence à partir de l'écoulement local), et une autre pour le taux de dissipation de la turbulence ε (avec dissipation aux petites échelles par la viscosité intrinsèque). À partir des distributions de *k* et ε , on en déduit la viscosité turbulente μ_T en tout point [168], [170].

Récemment, Nzebuka *et al.* [242] ont utilisé le modèle de turbulence RANS k- ε - v^2 -f pour la simulation thermofluidique de la fonderie avec un alliage d'Aluminium. Les auteurs ont pu montrer qu'il était plus adapté que le modèle RANS k- ε pour modéliser l'atténuation progressive de la dynamique du fluide par la solidification (zone à bas nombre de Reynolds). Ce modèle a été proposé initialement par Durbin en 1991 [243], en se basant sur l'hypothèse que l'échelle de vitesse correcte à utiliser pour calculer μ_T est donnée par v^2 (la composante de la vitesse turbulente normale aux lignes de champ de la vitesse moyenne), plutôt que par l'énergie cinétique turbulente k. Cette correction permet de prendre en compte la nature anisotropique de la turbulence, ce qui est indispensable pour correctement reproduire la diminution non-locale de la vitesse turbulente moyenne [243]. La 4^{ème} variable f est un terme source entrant dans le calcul de v^2 , et qui prend en compte l'effet non-local d'atténuation par les murs [243], [244]. Dans leur étude, Nzebuka *et al.* [242] constatent que sans cette prise en compte anisotrope et globale de l'atténuation par les bords du bain, il y a surestimation de la turbulence.

Concernant la modélisation de la vaporisation et de la formation d'une cavité, il est nécessaire de quantifier l'évolution des flux de vapeur et de la pression de recul en fonction de la température et composition à la surface du bain. Le modèle d'Anisimov est généralement employé [245], [246], développé en 1968 comme une approximation 1D du phénomène d'évaporation intense sous vide. À la surface du fluide, il existe une fine épaisseur (quelques longueurs de parcours moyen) où la vapeur n'est pas en équilibre thermodynamique (local), appelée couche de Knudsen. Du fait des collisions des atomes de gaz à l'intérieur de cette couche, une partie du flux de vapeur est recondensée à la surface. À l'aide de deux fonctions de distribution de Maxwell utilisées pour approximer la distribution des vitesses des atomes évaporés et recondensés, Anisimov a obtenu la température et la pression de la vapeur en sortie de cette couche de Knudsen, et calculé un coefficient de recondensation du flux de vapeur égal à 18%. Après avoir traversé cette couche, la vapeur devient localement à l'équilibre thermodynamique, et la dynamique de sa propagation dans l'atmosphère ambiante peut être décrite avec les équations de Navier-Stokes. [247]. L'utilisation de ce modèle en fabrication additive sous atmosphère implique de négliger l'impact du gaz ambiant. Cependant, même pour des régimes de forte vaporisation comme le soudage laser, de fortes diminutions de la profondeur de la cavité sont observées lors du passage d'une atmosphère sous vide à une atmosphère sous pression atmosphérique [248], [249]. Une diminution du flux de vapeur à la surface lors de l'augmentation de la pression ambiante a également été observée par des mesures expérimentales [184], [250]. La prise en compte de la pression ambiante apparaît donc indispensable pour modéliser les procédés de fusion et vaporisation par laser.

Dans les années 1970, Ytrehus a étendu le modèle d'Anisimov pour proposer un modèle 1D de la vaporisation d'un matériau sous pression quelconque de sa propre vapeur [251]–[253]. En partant des mêmes approximations des distributions de vitesse des atomes que pour le modèle d'Anisimov, Ytrehus a abouti à une expression de la

fraction de vapeur recondensée, dépendant entièrement du ratio de la pression de vapeur saturante sur la pression du gaz ambiant. Cette fraction, initialement égale à 100% pour une pression de vapeur saturante égale à la pression du gaz ambiant, diminue progressivement jusqu'à devenir égale à 18.4% pour une pression de vapeur saturante égale à 4.81 fois la pression du gaz ambiant. Dans le cas où la pression de vapeur saturante est supérieure à cette valeur, le flux de vapeur est un jet supersonique sous-détendu, et la fraction de vapeur recondensée reste constante (égale à 18.4%) [251]–[253].

En 2022, Stokes *et al.* [199] ont présenté une étude numérique de la vaporisation à la surface d'un bain de fusion typique du procédé de fusion sur lit de poudre, en utilisant une simulation DSMC (de type Monte Carlo, développée par Bird [254]) pour résoudre la dynamique du gaz dans la couche de Knudsen ainsi que la propagation et la diffusion du jet de vapeur dans l'atmosphère de gaz inerte. À partir de ce modèle complet, les calculs de la température, de la pression et du nombre de Mach maximal à la sortie de la couche de Knudsen (à la base du jet de vapeur) ont pu être obtenus. Dans ce travail, Stokes *et al.* emploient également le modèle d'Ytrehus pour estimer analytiquement certaines caractéristiques du jet de vapeur en sortie de couche de Knudsen.

Parmi les différentes caractéristiques d'intérêt fournies par la simulation des bains de fusion, on peut retenir notamment la température maximale du liquide [159], [210], les dimensions du bain et des cordons formés [45], [159], [165], [210], [233], [238], [255]–[258], ainsi que le mélange dans le bain de la poudre avec la sous-couche [45], [155], [163], [180], [182]. On peut alors estimer les profils de composition (exemple en Figure 21) et la santé matière des différentes couches, ce qui est d'une grande utilité pour les fabrications multi-matériaux complexes [180], [182], [228], [232].



Figure 21 : (gauche) coupe transversale des cordons multi-couches simulés, avec distribution en couleur de la fraction massique de Ni ; (droite) comparaison des profils verticaux de fractions massiques expérimentales et simulées [182]

Certaines simulations du bain sont capables de prédire l'apparition de défauts comme les manques de fusion [210], et des défauts liés à la vaporisation excessive du bain comme la perte d'éléments d'alliage [259] et la génération de pores [260].

Également, la thermique de solidification du bain peut être utilisée pour estimer la nature et la taille des phases et des microstructures formées [233], [236], [238], [256], [257]. Il est même possible à partir de ces estimations de viser la prédiction et l'optimisation de propriétés des fabrications [233], [261]–[263], par exemple la dureté des dépôts réalisés, qui apparaît bien diminuer avec l'énergie comme constaté expérimentalement [263].
1.3 Projection laser avec matériaux dissimilaires

La fabrication de composants multi-matériaux par projection laser est particulièrement attractive, du fait de la possibilité de modifier en dynamique la nature des poudres projetées et mélangées dans le bain de fusion, permettant de créer point par point différents alliages et composites, avec des continuités métallurgiques [8], [23], [130]–[135]. Des gradients de composition plus ou moins longs peuvent être introduits pour accommoder les changements de propriétés entre matériaux et même exploiter des propriétés synergiques [4], [10], [13], [20]–[30], [86], [136].

La combinaison de matériaux dissimilaires, c'est-à-dire aux propriétés particulièrement différentes, est d'intérêt pour créer des pièces multi-matériaux de hautes performances. Cependant les matériaux dissimilaires sont généralement difficiles à combiner du fait des variations brutales des propriétés qui nécessitent d'adapter localement les paramètres, et de l'apparition d'incompatibilités métallurgiques entre certains couples.

Nous détaillons ici deux principales catégories de phénomènes identifiés dans la littérature : la maîtrise des phénomènes du bain de fusion (fusion, mélange, vaporisation), ainsi que la fissuration des dépôts du fait d'incompatibilités métallurgiques et thermomécaniques.

1.3.1 Maîtrise du bain de fusion

Lorsque le métal refondu en sous-couche et la métal d'apport sont miscibles en phase liquide et sont fondus dans le bain, le cœur des cordons après solidification est généralement homogène en composition, du fait du mélange vigoureux du fluide dans le bain [180] (pour des vitesses suffisamment lentes). Il est à noter que certains couples de métaux ne sont toutefois pas totalement miscibles en phase liquide, ce qui pourra résulter en des ségrégations plus ou moins marquées après solidification [8], [264]–[266].

Alors que la fusion des poudres est désirée pour l'obtention de mélanges denses et homogènes, lors de l'ajout de particules durcissantes pour renforcer la matrice, leur fusion et dissolution seront par contre généralement à éviter [135], [267]. Ainsi la maîtrise de l'état des matériaux au sein du bain est primordiale pour maîtriser les compositions et microstructures des dépôts. Cette maîtrise dépendra des paramètres du procédé et des différences de propriétés entre la poudre et la sous-couche.

1.3.1.1 Dépôt de matériau plus réfractaire que la sous-couche

1.3.1.1.1 Fusion

Si le point de fusion du matériau injecté est supérieur à la température du bain, certaines particules peuvent rester solides dans le bain et ainsi créer des hétérogénéités de composition après solidification [11], [25], [33], [124], [132], [178], [267]. C'est le cas notamment pour la projection laser de particules de W sur substrat de Cu (Figure 8 de la section 1.1.2.2.3.2).

Des particules solides plus lourdes ou plus légères que le fluide vont progressivement migrer au fond ou à la surface du bain, respectivement, du fait de la gravité. Wirth a montré l'importance de la vitesse de balayage sur cette ségrégation, une vitesse assez élevée permettant en effet de diminuer suffisamment le temps de passage en phase liquide pour éviter la migration significative des particules [165]. Wirth note également la nécessité d'utiliser un débit de gaz suffisamment grand pour que les particules injectées surpassent la tension de surface et intègrent le cœur du bain [165].

Mohan Raj *et al.* ont utilisé [268] une simulation thermofluidique pour étudier la fusion et le mélange de particules de Ni dans un bain riche en Al (moins réfractaire que le Ni). Ils ont mis en évidence la possibilité qu'une zone centrale du bain soit suffisamment chaude pour permettre la fusion des particules de Ni, alors que la zone en périphérie est à une température proche de la température de fusion de l'Al et ne permet donc pas la fusion des particules de Ni.

Ainsi dans le cas de l'injection de poudres plus réfractaires que le bain, la fusion des particules et le mélange final peuvent fortement dépendre des températures et des vitesses dans le bain.

Des travaux sur la fabrication et la simulation de la fusion de couches de mélanges de poudres ont également fait part de la présence de particules réfractaires résiduelles [269]–[271]. Les études de Gu *et al.* [269] et de Wei *et al.* [271] ont ainsi révélé l'impact des paramètres procédés sur le mélange par fusion de poudres d'alliage de Cu et d'alliage de Ni. L'augmentation de la puissance permet notamment d'améliorer l'homogénéité du fait de l'élévation de la température du bain, qui permet la fusion de davantage de poudre d'alliage de Ni (plus réfractaire que l'alliage de Cu) (Figure 22).



Figure 22 : cliché optique de coupes verticales de fabrications par fusion laser d'un mélange de 75% d'une poudre d'alliage de Ni avec une poudre d'alliage de Cu, pour une énergie volumique de 208 J/mm³ (gauche) et de 314 J/mm³ (droite) [271]

Dans les cas où les matériaux et/ou paramètres changent couche par couche au cours d'une fabrication, la fusion et le mélange des particules peuvent évoluer. Dans l'étude de Xie *et al.* sur la projection laser de W sur acier inoxydable [272], de nombreuses particules de W résiduelles ont par exemple été détectées dans les premières couches, alors que pour les dernières couches (riches en W) les températures dans les bains ont apparemment été assez hautes pour faire fondre les particules de W (Figure 23).

Chapitre 1 : Revue bibliographique



Figure 23 : clichés MEB (normales aux cordons) du dépôt multi-couches de W sur Acier, et mesures par EDS des compositions des zones dans le tableau (b) [272]

Une transition similaire est observée dans les travaux de Schneider-Maunoury *et al.* lors du dépôt de Mo sur alliage de Ti, avec un passage à une fusion complète des particules de Mo (plus réfractaires) pour la dernière couche à haute puissance et haut taux de Mo [23].

1.3.1.1.2 Dissolution des particules

Dans la zone du bain où la température ne permet pas la fusion des particules réfractaires, les particules seront progressivement dissoutes si la poudre et le liquide sont miscibles à l'équilibre (à la température du bain) [133], [178], [273], [274]. Plusieurs paramètres de procédé ont été identifiés dans la littérature comme pouvant accroitre la dissolution des poudres après solidification, en particulier l'utilisation de poudres de faibles diamètres par rapport à la taille du bain [275], et la diminution de la vitesse de balayage [124], [125], [267], [274], [276]. La diminution de la vitesse permet en effet l'augmentation de la durée de résidence des poudres dans le bain [125], ce qui laisse plus de temps à la dissolution et diminue donc la quantité de particules résiduelles finale.

Des modèles de diffusion permettent de simuler la dissolution des particules dans un liquide sous-saturé, en calculant la diffusion d'éléments de la particule dans le liquide [273], [277], [278]. La réaction de passage des atomes solides en phase liquide étant supposée très rapide devant la diffusion, le liquide à l'extrême surface de la poudre sera à l'équilibre (à saturation). C'est le gradient de diffusion de cette couche de liquide saturé vers le cœur du liquide sous-saturé qui pilotera en partie la vitesse de la dissolution.

La Figure 24 illustre la dissolution partielle de particules de W dans des bains riches en Cr, durant la réalisation par projection laser d'un gradient W-Cr sur une substrat d'acier inoxydable [33]. La dissolution des particules semble plus agressive dans les couches pauvres en W, ce qu'on peut expliquer en partie par le fait que la dissolution du W est plus efficace dans un liquide fortement sous-saturé en W que dans un liquide proche de la saturation en W.



Figure 24 : clichés MEB et cartes par EDX des éléments (intensités relatives) pour les différentes couches d'un gradient de composition W-Cr sur Acier créé par projection laser [33]

Pour une particule sphérique, Hsu et Liu [278] ont proposé un modèle de diffusion unidirectionnelle permettant d'expliciter la vitesse de diminution du rayon de la particule en régime stationnaire (Équation 8). La Figure 25 schématise ce phénomène de transport d'éléments depuis la surface par la diffusion, et accélérée par les mouvements du fluide autour de la sphère.

Équation 8 :

$$\frac{d \varpi_P}{dt} = -2k_D \frac{\rho}{\rho_P} (w_P^{sat} - w_P^0)$$

Avec k_D le coefficient de diffusion effectif de la sphère (prenant en compte la diffusion et l'advection), et w_P^{sat} et w_P^0 les fractions massiques de la poudre dans le liquide, à saturation (à la surface de la poudre) et dans le cœur du liquide respectivement.



Figure 25 : schéma de la dissolution d'une particule solide sphérique, à l'état stationnaire, adapté de [279]

On constate avec l'Équation 8 que la vitesse de dissolution est notamment fortement dépendante de l'écart à la composition d'équilibre (qui est ici la composition à saturation). La fraction dans le liquide à saturation peut dépendre de la température, et la solubilité étant de manière générale meilleure à haute température [273], une augmentation de la température d'un liquide sous-saturé pourra permettre d'accentuer le gradient et donc d'accélérer la dissolution.

Le calcul du coefficient de diffusion effectif k_D dépend notamment du nombre de Sherwood Sh, à travers l'Équation 9.

Équation 9 :

$$k_D = Sh \frac{D_{m_L}}{\omega_P}$$

Avec D_{m_L} le coefficient de diffusion massique de la poudre dans le liquide et \emptyset_P le diamètre de la particule (assimilée à une sphère). Le nombre de Sherwood pour de la diffusion depuis la surface d'une sphère est calculé par l'équation de Frössling [280] (Équation 10).

Équation 10 :
$$Sh = 2 + 0.6Re^{1/2} Sc^{1/3}$$

En remplaçant les nombres de Reynolds *Re* et de Schmidt *Sc* par leur expression pour un fluide autour d'une sphère on obtient finalement l'Équation 11 [280].

 $\begin{aligned} & \acute{Equation 11}:\\ \frac{d \varnothing_P}{dt} = -2 \left(2 + 0.6 \left(\frac{U_P \cdot \varnothing_P}{\nu} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\nu}{D_{m_L}} \right)^{\frac{1}{3}} \right) \frac{D_{m_L}}{\varnothing_P} \frac{\rho}{\rho_P} (w_P^{sat} - w_P^0) \end{aligned}$

Avec U_P l'amplitude de vitesse de la particule à travers le fluide, et ν la viscosité cinématique du fluide.

On peut noter que lorsque les particules ont une vitesse U_P non-nulle à travers le liquide, par exemple dans le cas où les particules ont une masse différente de celle du liquide [280], le mouvement du fluide autour de la particule augmente le transfert de matière et accélère donc la dissolution.

Pour calculer la dissolution de particules WC dans un bain riche en Fe et Ni, Babu *et al.* [273] ont utilisé un modèle de diffusion unidimensionnel avec un coefficient diffusion artificiellement augmentée pour prendre en

compte le transport de matière par advection, qui correspond dans leur cas à un nombre de Sherwood égale à 1000, donc à une augmentation de 1000 par rapport à la diffusion moléculaire. Le temps nécessaire à la dissolution d'une particule de 100 µm est estimé par leur modèle comme étant de l'ordre de 0.1 s. On peut noter que ce temps est donc du même ordre que la durée de passage en phase liquide, en effet en prenant les valeurs caractéristiques de 1 mm de longueur de bain et 10 mm/s de vitesse de balayage, on obtient une durée de passage en phase liquide de l'ordre de 0.1 s. On comprend ainsi que la dissolution peut avoir un impact non-négligeable sur l'homogénéité finale des fabrications, puisqu'en fonction des paramètres et des propriétés la durée de passage en phase liquide peut devenir plus grande ou plus faible que la durée de dissolution totale.

Un calcul exact de la dissolution de chaque particule devra se baser sur l'historique des compositions du liquide, des températures (pour déterminer les fractions massiques à saturation), ainsi que des vitesses de chaque particule par rapport au fluide (pour obtenir le transfert de masse par advection). Une approximation de cet historique peut être faite avec une simulation thermofluidique du bain de fusion, sur laquelle est réalisée un suivi de la circulation des particules solides, comme proposé dans le travail de Kovalev et Gurin [178].

1.3.1.1.3 Manque de mélange durant la solidification

Outre des hétérogénéités liées à des manques de fusion, de dissolution, ou de mélange dans le cœur du bain, différentes zones hétérogènes en composition peuvent également être générées à l'interface entre le bain de fusion et la sous-couche. En effet, si le liquidus du mélange du bain (noté ici T_{LW}) est supérieur à celui de la sous-couche (noté ici T_{LB}), une zone partiellement fondue sera présente entre les isothermes T_{LW} et T_{LB} (Figure 26) [281], [282]. En pénétrant cette zone où le substrat est fondu, le liquide du bain et le matériaux d'apport commence à se solidifier et ne s'y mélangent donc que partiellement [281], [282].



Figure 26 : (gauche) schéma d'un phénomène de macroségrégation durant la solidification à l'interface bainsubstrat dans le cas d'un bain plus réfractaire, (droite) cliché optique des macroségrégations observées à l'interface d'un dépôt riche en Ni sur substrat de Cu [281]

Les fluctuations du bain perturbent cette large zone de solidification, créant des macroségrégations visibles après solidification (Figure 26) [11], [281]–[283]. L'étude de Yang et Kou [281] sur ces phénomènes a notamment pu montrer l'importance de l'écart entre les températures de fusion du bain et de la sous-couche, les hétérogénéités étant en effet plus marquées lorsque cet écart est grand.

Ces larges interfaces peuvent également contenir des poudres non-dissoutes [284]. En effet cette zone étant à une température inférieure au liquidus du métal d'apport, les poudres pénétrant dans cette zone ne seront pas directement fondues, et peuvent ne pas être totalement dissoutes à la fin de la solidification [284], [285]. On peut ainsi détecter des poudres non-dissoutes lors du dépôt d'un alliage de Mn sur un alliage de Al moins réfractaire (Figure 27).



Figure 27 : image par MEB d'une coupe (normale aux cordons) d'un dépôt de Mn sur Al [284]

Ce type de macroségrégation d'éléments plus réfractaires à l'interface a également été remarqué dans un gradient W sur Mo réalisé par fabrication par arc et fil [10].

1.3.1.2 Dépôt de matériau moins réfractaire que la sous-couche

1.3.1.2.1 Fusion

Une poudre d'un matériau dont le point de fusion est inférieur ou égal à la température minimale du bain sera rapidement fondue après avoir atteint la température du bain [175]–[179]. La température minimale du bain peut être facilement évaluée comme étant la température de fusion de la couche précédente ou en cours de construction. Ainsi il n'est généralement pas observé de poudres infondues dans le cœur de cordons dont le point de fusion est égal ou inférieur à celui de la sous-couche [180].

Dans le cas où la température de fusion de la sous-couche est très supérieure à la température de fusion de la poudre injectée, il est possible que la surface de la sous-couche ne soit pas fondue, mais soit portée à une température suffisamment élevée pour permettre la fusion des particules projetées [38].

1.3.1.2.2 Dissolution du substrat

Si la poudre fondue et la sous-couche solide sont miscibles, la diffusion et dissolution dans le liquide à l'interface pourra permettre de réaliser une liaison métallurgique diffuse, de type brasage [38]. Jiang *et al.* ont par exemple montré que lors de la projection laser d'acier sur W, la diffusion à l'interface acier-W aboutissait à la formation de l'intermétallique FeW [38].

1.3.1.2.3 Manque de mélange durant la solidification

Concernant le mélange à l'interface bain et sous-couche, si le liquidus du mélange du bain est inférieur à celui du substrat, la zone de solidification à l'interface bain-substrat sera pilotée par la solidification du substrat, et sera donc plus fine que lorsque le bain est plus réfractaire. C'est ici la solidification du substrat qui sera perturbée par la dynamique du fluide du bain [281], [282], du substrat partiellement solidifié pouvant se faire transporter par les mouvements du fluide jusque dans des zones de solidification du bain moins réfractaire, se solidifiant alors et créant des macroségrégations [281], [282].

1.3.1.3 Vaporisation préférentielle

Pour un liquide constitué d'un mélange de plusieurs éléments, la pression de vapeur saturante sera égale à la somme des pressions partielles de vapeur saturante de chacun des éléments dans le mélange. Celles-ci dépendent des pressions de vapeur saturante des éléments purs et de leur activité dans le mélange. Pour un mélange de deux métaux A et B on peut ainsi écrire [259], [286] :

$$\begin{split} & \acute{E}quation \ 12: \\ & p_{sat} = x_A \gamma_A^c p_{sat_A} + (1-x_A) \gamma_B^c p_{sat_B} \end{split}$$

Avec x_i la fraction atomique de l'élément *i* dans le mélange, et γ_i^c le coefficient d'activité chimique de l'élément *i* dans le mélange. La température où la pression de vapeur saturante du mélange dépasse la pression ambiante dépendra ainsi des pressions de vapeurs saturantes des éléments purs, des fractions molaires, ainsi que de l'activité chimique des éléments dans le mélange.

Une expression de la pression de vapeur saturante d'un élément peut être dérivée de l'équation de Clausius-Clapeyron [287] (Équation 13).

Le coefficient d'activité des éléments dans un mélange liquide peut être calculé à partir des énergies libres de Gibbs, en s'appuyant par exemple sur la méthodologie de calcul Calphad [288]. Dans le cas de mélanges idéaux (interactions équivalentes entres toutes les différentes espèces), ce coefficient est égal à 1.

Une difficulté rencontrée lors de la fabrication additive multi-matériaux est la vaporisation préférentielle d'éléments peu réfractaires présents dans le bain, qui peut générer des défauts de fabrication même pour de faibles fractions de tels éléments. Cela a notamment été étudié par Yin *et al.* avec la fusion sur lit de poudre de l'alliage Cu-10Zn [289]. L'activité du Zn est faible dans ce mélange liquide (~ 0.025), mais la température d'ébullition du mélange, égale à 1700 K, reste plus proche de la température d'ébullition du Zn pur (1180 K) que de celle du Cu pur (2833 K). Ainsi lors de la fusion de cet alliage de Cu, les hautes énergies utilisées mènent à des explosions dues à la vaporisation du Zn, qui laissent des cratères après solidification (Figure 28).



Figure 28 : cliché par microscopie optique (gauche) et microscopie confocale (droite) de la surface de cordons de poudre de Cu-10Zn fondues par laser

Ces difficultés de mélange d'éléments réfractaires avec des éléments peu réfractaires sont également illustrées dans les travaux de Wu *et al.* [33], [290] et les travaux de Xie *et al.* [272] sur la projection laser de poudres de W sur acier inoxydable. En effet bien que le W, Cr et Fe soient miscibles à l'état liquide et solide, le point de fusion du W dépasse la température d'ébullition du Cr et du Fe, et les hautes températures du bain (pour de hautes puissances et de haut taux de W dans le liquide) apparaissent générer des porosités (Figure 23) du fait de la vaporisation des éléments peu réfractaires Cr et Fe [33].

1.3.2 Fissuration en phase solide

Des fissures et délaminations du dépôt peuvent survenir durant le refroidissement, lorsque les matériaux utilisés sont fragiles et que la fabrication induit des contraintes thermiques dépassant leur résistance. Il existe de plus des incompatibilités entre matériaux pouvant augmenter les risques de fissures et délaminations.

1.3.2.1 Apparition de phases fragiles

Certains mélanges de métaux auront tendance à former des phases intermétalliques à certaines températures et compositions. Lorsque ces phases sont peu ductiles et se forment en trop grande quantité à l'interface, elles la durcissent et la fragilisent, ce qui peut entrainer des fissurations [31], [291]–[294].

Les diagrammes de phases à l'équilibre renseignent sur le risque d'apparition d'intermétalliques entre différents métaux [22], [295], [296]. Dans le cas où le diagramme de phases entre des alliages spécifiques est inexistant, des calculs d'équilibre thermodynamique de type Calphad peuvent être réalisés pour simuler les phases formées à l'équilibre [13], [24], [297]. Ji *et al.* ont montré qu'il était possible de minimiser la quantité de ces intermétalliques en évitant de créer des couches aux compositions proches de leur composition [13]. Une étude interne CEA [294] a permis le dépôt par projection laser de Zr sur acier, en minimisant le mélange par refusion et dilution de la couche de Zr dans le substrat d'acier, limitant ainsi la formation de phases intermétalliques fragiles qui produisent des fissures lors de hautes dilutions.

Lorsqu'il n'est pas possible d'empêcher la formation de phases intermétalliques fragiles, l'incorporation de particules céramiques peut affiner leur microstructure, et ainsi améliorer leurs propriétés mécaniques [38].

1.3.2.2 Différence de propriétés thermomécaniques

Lorsque les coefficients de dilatation thermique du matériau déposé et du matériau de la sous-couche sont différents, des contraintes mécaniques supplémentaires seront générées à l'interface lors du refroidissement. Des fissures peuvent alors apparaître, surtout si des phases fragiles sont présentes. Par exemple l'interface entre un acier inoxydable (austénitique) et du titane, en plus de former des intermétalliques fragiles, subit lors du refroidissement de fortes contraintes mécaniques (pouvant mener à des fissures) du fait d'une grande différence de coefficient de dilatation thermique (Figure 29).



Figure 29 : coefficients de dilatation thermique de différents métaux [298]

On note également une très grande différence de coefficient de dilatation entre le W et Cu, qui est une des raisons avancées par Tan *et al.* [121] pour expliquer l'apparition de fissures à l'interface W-Cu durant le dépôt de W sur Cu par SLM.

Dans leur étude sur la projection laser de W-Cr sur Acier [33], Wu *et al.* révèlent également que les hautes énergies utilisées pour les couches riches en matériaux réfractaires provoquent l'apparition de fissures dans la première couche moins réfractaire qui est en effet moins résistante aux hautes températures générées.

1.3.3 Maîtrise d'une fabrication multi-matériaux complète

Comme nous l'avons noté précédemment, le choix des compositions, puissances et vitesses utilisées lors du dépôt de matériaux dissimilaires est primordial pour maîtriser la fusion et le mélange des éléments, ainsi que l'évolution thermomécanique de la pièce. Une optimisation paramétrique matériau par matériau est souvent nécessaire durant une fabrication combinant plusieurs matériaux.

Pour un dépôt plus réfractaire que la sous-couche, nous avons vu que la diminution de la vitesse de balayage permettait d'allonger la durée du passage en phase liquide et ainsi d'améliorer la diffusion et le mélange liquide. Également, l'augmentation de la puissance permet d'augmenter la température du bain et donc de favoriser la fusion des matériaux réfractaires. Cependant cette augmentation de la puissance est généralement limitée par de la fissuration des phases les plus fragiles [33], [121] ou de la vaporisation sévère à la surface du bain qui introduit des porosités dans la fabrication finale [123], [125], [299], [300]. Cela est particulièrement le cas pour le mélange liquide d'éléments réfractaires avec des éléments à hautes pressions de vapeur saturante, en effet ces derniers pouvant être vaporisés préférentiellement du fait des hautes températures du bain [33], [272], [289]. À l'opposé, une puissance trop faible diminuera l'homogénéité chimique des dépôts, et pourra également générer des porosités de manque de fusion.

Un équilibre entre les paramètres doit ainsi être trouvé pour chaque composition de la fabrication multimatériaux, minimisant à la fois les manques de fusion, les manques de mélange, et la présence de porosités gazeuses et de fissures. Cela est notamment illustré avec les travaux de Wu *et al.* [33], [290] et les travaux de Xie *et al.* [272] (Figure 23) sur l'optimisation de la projection laser de poudres de W sur acier inoxydable. Également, l'étude de Gu *et al.* a montré qu'il était possible d'utiliser des simulations thermofluidiques pour viser à optimiser point-par-point la fabrication de pièces multi-matériaux (Figure 30).



Figure 30 : résultat de simulation, coupe verticale le long d'un cordon en gradient de composition horizontal mélangeant une poudre d'alliage de Ni avec une poudre d'alliage de Cu, pour une puissance constante optimisée pour l'alliage de Ni (a), et pour une puissance optimisée en fonction des compositions (b) [269]

Dans certains cas, la combinaison saine de matériaux dissimilaires par projection laser peut devenir impossible, même après optimisation des paramètres, du fait de trop fortes incompatibilités de fusion et de mélange. C'est le cas par exemple du W et Cu, avec le W possédant une température de fusion supérieure à la température d'ébullition du Cu, auquel s'ajoute le fait qu'ils soient immiscibles et possèdent des propriétés mécaniques très différentes. Il n'apparaît donc pas possible en théorie de générer une interface métallurgique diffuse entre les deux métaux par projection laser au moyen de mélange des liquides ou d'inter-diffusion. Durant les essais de Pintsuk du dépôt par projection laser d'un mélange W-Cu sur substrat de W [32], les paramètres permettant la fonte du W ont provoqué la vaporisation du Cu et la formation d'un plasma du fait de l'interaction des fumées avec le laser. En diminuant la puissance, Pintsuk a pu faire fondre le Cu sans vaporisation excessive, mais la poudre de W et le substrat de W n'ont alors pas été fondues et aucune liaison métallurgique n'a été générée.

La fabrication additive d'alliage de Cu directement sur W par SLM a été récemment évaluée par Wei *et al.*, qui observent des manques de fusion et délaminage à l'interface Cu-W du fait de l'absence d'inter-diffusion et de fusion du W [129]. Tan *et al.* [121] ont évalué la fabrication SLM de W sur Cu, et il apparaît que l'interface W/Cu comporte des porosités et fissures.

1.3.4 Synthèse générale des incompatibilités

Nous avons identifié et décrit les principaux phénomènes et défauts spécifiques à la fabrication additive de multi-métaux, et présentons avec la Figure 31 une classification des différentes incompatibilités de combinaison de métaux dissimilaires.



Figure 31 : classification des incompatibilités entre matériaux combinés par projection laser et défauts généraux associés

Reichardt *et al.* proposent dans une revue [29] une synthèse des principales incompatibilités entre des alliages courants (Figure 32).

| | Austenitic SS | Martensitic and precipitation hardened SS | Low alloy steel | Nickel | Aluminium | Cobalt | Copper | Magnesium | Zirconium | Refractory metals |
|--|--|--|--|--------------------------|--|-----------------|-------------------------|---------------------------------|---------------------|-------------------------|
| Titanium | IM, TM, CTE [69–71] | IM, TM [77,78] | IM, TM[68] | IM, TM [72,73] | IM, TM, CTE [79,80] | IM, CTE* | TM, CTE [81] | PS, TM, CTE, TC [82,83] | None* | TM, TC [84,85] |
| Austenitic SS | - | CTE [86] | CTE, M, CM, S [8,87] | IM, CM, S [88,89] | IM, TM, CTE, TC [63] | None* | PS, CTE, TC, TM [75] | PS, TM, CTE [90] | IM, CTE [91] | IM, TM, CTE [92,93] |
| Martensitic & Precipitation hardened SS | - | - | CM, OM [94,95] | None | IM, TM, CTE, TC | None* | PS, TC, TM [96] | PS, TM, CTE* | IM* | IM, TM, CTE [17] |
| Low alloy steel | - | - | - | M, CP, S [97,98] | IM, TM, CTE, TC [63,99] | None* | PS, TC, TM [100] | PS, TM, CTE [101] | IM* | IM, TM, CTE |
| Nickel | - | - | - | - | IM, TM, CTE, TC* | None | TC, TM [102] | TM, CTE* | IM* | IM, TM, CTE [103] |
| Aluminium | - | - | - | - | - | IM, TM, CTE* | IM, TM [104,105] | IM [106] | IM, TM, CTE* | IM, TM, CTE [107] |
| Cobalt | - | - | - | - | - | _ | PS, TC* | TM, CTE* | IM, CTE* | IM, TM, CTE* |
| Copper | - | - | - | - | - | - | - | IM, TM, CTE, TC [108,109] | IM, TM, CTE, TC* | PS, TM, CTE [85,110] |
| Magnesium | - | - | - | - | - | - | - | - | PS, TM, CTE* | PS, TM, CTE* |
| Zirconium | - | - | - | - | - | - | - | - | - | IM* |
| Refractory metals Intermetallic formation & s | - solubility limitations | – Thermal prope | - rty mismatch | – Other n | – netallurgical effects | - | - | - | - | - |
| IM PS | brittle intermetallic formation poor solubility | TM CTE TC | melting temperature mismatch coefficient of thermal expansion mismatch thermal conductivity mismatch | CM OM CP S M | carbon migration other species migration carbide precipitation sensitisation martensite formation | | | | | |

Notes: none = no known issues. *Limited data available.

Figure 32 : tableau récapitulatif de la compatibilité entre alliages lors de leur liaison par fusion. Les numéros des références sont à retrouver dans l'article original [29]

1.4 Solutions permettant la combinaison par projection laser de métaux dissimilaires

Outre le choix judicieux des paramètres du procédé, nous avons identifié dans la littérature plusieurs stratégies pouvant permettre de contourner les problèmes spécifiques mentionnés dans la partie précédente.

- 1.4.1 Ajustement de la composition de l'interface
- 1.4.1.1 Matériaux intermédiaires

Deux métaux difficiles à combiner par projection laser pourront généralement être joints à l'aide d'un ou plusieurs métaux intermédiaires. Un métal liant idéal devra notamment être métallurgiquement compatible avec chacun des métaux à combiner (miscibilité, pas de formation de phases fragiles, sans risque de vaporisation préférentielle), et avoir des propriétés mécaniques et physiques compatibles avec l'application finale, par exemple la ductilité [301].

Cette méthode permet ainsi d'éviter la formation de fissures [302], [303] et de phases intermétalliques fragiles [24], [36], [37], [40], [42], [295], [296], [304], [305], par exemple comme celles formées lors du mélange de Ti avec du Fe, et qui peuvent être évitées en intégrant entre les deux du V et du Cu (Figure 33).



Figure 33 : (gauche) image par microscopie optique et (droite) image MEB avec profil EDX d'une coupe d'un dépôt de TC4 sur Acier liés par V et Cu [296]

Lier deux métaux peu miscibles et aux points de fusion très éloignés est également possible en utilisant une ou plusieurs couches de métaux aux points de fusions intermédiaires. Ng *et al.* ont ainsi utilisé une couche de Ni entre le Mo et le Cu pour permettre le revêtement (par fusion laser sur couche de poudre) d'une pièce de Cu par une couche de Mo [306]. Même si le Ni et Mo forment à l'interface des phases intermétalliques dures, pas de fissure apparente n'a été détectée, du fait de la ductilité du Ni et du faible taux de Ni dilué dans la couche de Mo (limitant la quantité d'intermétalliques formée).

1.4.1.2 Gradients de composition

L'utilisation d'un gradient de composition entre deux matériaux à lier peut permettre une transition plus graduelle des propriétés (Figure 34) [22], [86], [307], [308], et mène donc entre autres à une diminution des contraintes induites par la dilatation thermique différentielle entre le revêtement et le substrat [26], [86].



Figure 34 : (gauche) profil de composition vertical et (droite) dureté et coefficient de dilatation thermique le long d'un gradient de composition de 304L au Invar 36 produit par projection laser [22]

L'étude interne CEA de Pacquentin *et al.* [309] a notamment montré lors de dépôts de 316L sur un alliage base Ni (Nucalloy 453) que l'utilisation de longs gradients de composition permettait d'éliminer les fissurations et délaminations à l'interface entre les deux.

Dans le cas où les métaux à joindre forment des phases fragiles, il pourra être judicieux de chercher à ne pas faire totalement dissoudre et mélanger les poudres pour diminuer les risques de défauts [27], [42]. Il est à noter que pour contrôler la composition tout le long du gradient, il faut d'une part maîtriser la composition du mélange de poudres injectées, et d'autre part prendre en compte le mélange du bain avec la couche précédente [308].

L'utilisation d'interfaces multi-couches avec métaux intermédiaires et/ou gradients de composition peut ainsi permettre la liaison de métaux incompatibles. Cependant la conception et fabrication de ces interfaces « surmesure » ajoute de la complexité et augmente le nombre d'essais à réaliser pour optimiser chacune des différentes couches. L'utilisation de calculs thermodynamiques et de simulations du procédé peut permettre d'améliorer la compréhension des phénomènes et de guider le choix des paramètres pour de telles fabrications multi-matériaux. Eliseeva *et al.* ont notamment utilisé la méthode Calphad pour concevoir un gradient de composition entre le 316L et du Cr, en ajoutant assez de Ni dans le gradient pour diminuer la formation de phase fragile sigma lors d'un maintien à haute température (8h à 900°C) [24] (Figure 35).



Figure 35 : résumé graphique du travail de [24] sur la conception et fabrication d'un gradient de composition 316L+Ni+Cr pour joindre le 316L et le Cr en limitant la formation de phase sigma

- 1.4.2 Ajustement de la stratégie de fabrication
- 1.4.2.1 Préchauffage

Préchauffer le substrat permet d'une part de réduire les gradients thermiques et donc de diminuer les risques de fissurations lors de fabrications multi-matériaux [264], [303], [310], et d'autre part de faciliter la fabrication grâce à la diminution de la puissance laser nécessaire pour faire suffisamment fondre les différents matériaux dans le bain de fusion [264].

Une étude interne CEA de Pacquentin *et al.* [311] a pu conclure que lors du dépôt de couches de Tribaloy T700 sur du 316L, l'utilisation d'un préchauffage était très efficace pour éviter la fissuration des dépôts. En comparaison, l'utilisation d'un gradient de composition pour lisser les dilatations thermiques différentielles n'a pas permis à lui seul d'éliminer les fissures.

1.4.2.2 Refusion

Pour améliorer la fusion et le mélange des particules dans le bain il peut être bénéfique de réaliser une ou plusieurs passes de refusion par laser sans apport de poudre [124], [132], [285], le temps d'interaction total des particules avec le bain étant en effet augmenté. Dobbelstein *et al.* [132] ont ainsi utilisé une première passe dite de dépôt de poudre, et une deuxième passe dite de refusion pour obtenir un mélange assez homogène de plusieurs poudres réfractaires, avec notamment ~1350°C de différence entre la température de fusion des poudres de Ti et de Ta. Le premier passage laser se fait avec une faible puissance (500 W) pour éviter la vaporisation du Ti, et permet d'obtenir un cordon hétérogène composé de nombreuses particules réfractaires non-fondues mais bien intégrées au cordon. Une passe de refusion s'ensuit, à une haute puissance (2500 W) permettant la fusion ou dissolution de la majorité des particules les plus réfractaires, en particulier au milieu du cordon (Figure 36).

Chapitre 1 : Revue bibliographique



Figure 36 : cliché MEB et cartographie EDS qualitative de la fraction en élément à la surface d'un cordon d'un mélange de poudres réfractaires, après première passe dite de dépôt (a), puis deuxième passe dite de refusion (b) [132]

1.5 Synthèse et axes de recherche

Bien que la projection laser permette la création de structures multi-matériaux aux propriétés inédites, leur réalisation est souvent rendue complexe par les différences de propriétés entre les matériaux et l'apparition d'incompatibilités spécifiques. Les propriétés variant avec les compositions, les paramètres du procédé doivent de plus être optimisés couche par couche pour garantir la maîtrise du bain durant toute la fabrication. Certaines incompatibilités spécifiques peuvent apparaître lors de la combinaison de matériaux, notamment la présence de phases fragiles, ou lorsqu'un des matériaux à combiner possède un point de fusion surpassant la température d'ébullition de l'autre. L'utilisation de couches de matériaux intermédiaires peut permettre la liaison de tels matériaux incompatibles. Le préchauffage et les gradients de composition peuvent également faciliter l'obtention de dépôts multi-matériaux sains, notamment pour de grandes différences de températures de fusion ou de coefficients de dilatation thermique. Des particules résiduelles et des manques de mélange apparaissent fréquemment lors de fabrication multi-matériaux par projection laser, notamment lorsque la couche déposée est plus réfractaire que la sous-couche. Augmenter la puissance et diminuer la vitesse permet d'améliorer l'homogénéisation du mélange dans le bain, mais l'accroissement de l'énergie apportée peut mener à des défauts de type fissuration des phases plus fragiles ou encore vaporisation préférentielle des éléments réfractaires.

Face à l'augmentation du nombre de combinaisons de variables possibles et à la présence de nombreux phénomènes complexes durant les fabrications multi-matériaux, il apparaît nécessaire d'utiliser plus systématiquement des outils théoriques permettant d'aider à la compréhension et maîtrise du procédé [46].

Des bases de propriétés matériaux et de calculs thermodynamiques peuvent notamment être utilisées pour guider la sélection de matériaux intermédiaires permettant de combiner par projection laser des métaux dissimilaires, par la prévention de l'apparition de phases fragiles, et la réduction des différences entre les températures de fusion ainsi qu'entre les propriétés thermomécaniques.

La modélisation du procédé est d'intérêt pour guider la sélection de paramètres procédé permettant de maîtriser les phénomènes et optimiser les caractéristiques des fabrications multi-matériaux. Cependant des modèles plus rapides devraient être développés pour permettre une utilisation plus facilement couplée à l'expérimentation, comme le conseillent Wei *et al.* dans leur revue [46].

2 Moyens et méthodes

| 2 | | 3 |
|------|--|----|
| 2.1 | Choix des couches intermédiaires | 44 |
| 2.2 | Moyens expérimentaux | 47 |
| 2.2. | 1 Machine de fabrication | 47 |
| 2.2. | 2 Matériaux | 50 |
| 2.2. | 3 Moyens de caractérisations matériaux | 52 |
| 2.2. | 4 Stratégie et déroulement de l'étude | 52 |
| 2.3 | Simulation numérique du bain de fusion | 53 |
| 2.3. | 1 Définition du système modélisé et de la géométrie | 53 |
| 2.3. | 2 Hypothèses simplificatrices | 55 |
| 2.3. | 3 Équations des phénomènes | 55 |
| 2.3. | 4 Propriétés | 65 |
| 2.3. | 5 Résolution numérique | 68 |
| 2.4 | Calcul de la dissolution et mélange des particules dans le liquide | 70 |
| 2.4. | 1 Calcul de la proportion de particules résiduelles | 70 |
| 2.4. | 2 Calcul du mélange dans le liquide | 74 |

2.1 Choix des couches intermédiaires

Des recommandations générales sur la sélection de métaux intermédiaires (liant des métaux dissimilaires) peuvent être trouvées dans des manuels sur le revêtement et le soudage dissimilaire par fusion [301]. Le métal de liaison doit idéalement être miscible avec le revêtement et le substrat (sans formation de phase fragile) et avoir une température de fusion et un coefficient de dilatation thermique intermédiaires par rapport aux métaux de base [301]. Également, les alliages formés par le mélange du métal d'apport avec les métaux de base doivent avoir des propriétés acceptables après fabrication, notamment des résistances et des ductilités idéalement égales ou supérieures aux métaux de base [301]. Cela implique d'éviter la formation de phases intermétalliques fragiles lors de la solidification.

Dans le but de créer par projection laser une liaison métallurgique saine entre le W et Cu, des métaux intermédiaires sont utilisés pour permettre une transition des températures de fusion et d'ébullition du Cu au W, et pour réaliser le passage de la structure cubique face centrée (Cu) à la structure centrée (W). Pour chercher à éviter l'apparition de défauts, présentés dans la section 1.3 (notamment manque de mélange, vaporisation et fissuration), nous cherchons à obtenir une succession de métaux (la plus courte possible) garantissant la miscibilité complète en phase liquide, la miscibilité en phase solidifiée (solution solide après solidification, sans solidification de phase intermétallique), et évitant le cas où la température de fusion d'un métal soit supérieure à la température d'ébullition de son voisin dans la séquence (Figure 37). Les propriétés à température et pression ambiantes sont tirées de la base de données matériaux de Comsol.



Figure 37 : températures de fusion et d'ébullition des métaux envisagés pour la transition W-Cu

Partant du Cu et après analyse des différents diagrammes de phase binaires métalliques à l'équilibre (au moyen de la base ASM [312]), il s'avère que le Ni permet la meilleure miscibilité avec le Cu en phase liquide et solide.

À partir du Ni, on retient après analyse des diagrammes de phases les Co, Fe et Cr comme candidats pour le métal suivant, du fait de leur miscibilité. Le Cr est choisi puisqu'il autorise la plus grande augmentation de la température de fusion, et permet de plus un passage progressif de la structure cubique face centrée à la structure cubique centrée (voir par la suite la Figure 38).

Le Cr et W sont miscibles en phases liquides et solides, cependant la température de fusion du W dépasse la température d'ébullition du Cr (Figure 37). Le Mo étant miscible à la fois avec le Cr et avec le W, il sera donc introduit entre eux pour diminuer le risque de vaporisation du Cr lors le du passage au W.

Chapitre 2 : Moyens et méthodes

Il est à noter que d'autres successions de métaux seraient possibles, par exemple en augmentant encore le nombre de métaux (notamment Cu-Ni-Cr-V-Nb-W), en acceptant le risque de vaporisation (Cu-Ni-Cr-W), la formation de phases très peu miscibles à la solidification (Cu-Nb-W avec Cu et Nb très peu miscibles en phase solide), ou encore la formation de phases intermétalliques (Cu-Zr-W avec Cu et Zr formant des intermétalliques). Pour simplification et pour des raisons de prix et de disponibilité, seule la succession des trois métaux intermédiaires Ni-Cr-Mo a été retenue pour l'étude. Nous présentons finalement en Figure 38 la succession de métaux intermédiaires choisis sous forme de diagrammes de phases à l'équilibre.



Figure 38 : succession des diagrammes de phase [312] du multi-couches sélectionné, avec températures de changement d'état en rouge et structure cristalline en haut (FCC : Face Centered Cubic & BCC : Body Centered Cubic)

Avec cette succession de métaux miscibles deux à deux, les températures de fusion et d'ébullition des couches fabriquées sont graduellement augmentées depuis le Cu jusqu'au W, limitant ainsi les risques de surchauffe et permettant la création de liaisons diffuses. Également, la formation d'alliages en gradients de composition entre ces différents métaux est possible par mélange de poudre et/ou refusions avec la sous-couche. Les gradients de composition sont d'intérêt pour faciliter l'obtention de dépôts multi-matériaux sans défaut, et pour chercher à réduire les différences de propriétés thermomécaniques aux interfaces (voir section 1.4.1.2).

Il est intéressant d'analyser l'évolution de propriétés thermophysiques et thermomécaniques à travers cette séquence de métaux. On peut notamment constater avec la Figure 39 que la présence de Ni permet de diminuer la grande différence de coefficient de dilatation thermique entre le Cu et les matériaux réfractaires (Cr, Mo, W), ce qui pourrait être bénéfique pour la diminution des contraintes aux interfaces. On note également que les conductivités thermiques des métaux choisies sont inférieures à la conductivité thermique du Cu et W, ce qui peut être délétère pour l'application si les épaisseurs des couches intermédiaires sont trop épaisses (augmentation de la résistance thermique totale et donc de la température à la surface du W).



Figure 39 : évolution de la conductivité thermique et du coefficient de dilatation thermique, à température ambiante, de la séquence multi-matériaux choisie

Cette utilisation de métaux intermédiaires pour permettre le dépôt de W sur Cu est comparable à l'étude de Chong *et al.* sur l'impact de différentes couches intermédiaires pour le revêtement de W sur alliage de Cu par projection thermique [116], utilisant notamment un mélange Cu25W, du Ti ou un alliage NiCrAl. L'application visée est également la réalisation de composants face au plasma pour des divertors, et dans cette optique les auteurs ont réalisé des simulations thermomécaniques pour évaluer l'utilité d'insérer des couches intermédiaires, aux coefficients de dilatation thermique intermédiaires entre le W et l'alliage de Cu, pour diminuer les contraintes aux interfaces lors de la chauffe par le flux thermique. Pour une épaisseur de W de 1 mm et un flux thermique de 5 MW/m², les auteurs ont estimé que l'épaisseur minimale de couche de compliance permettant de réduire les contraintes générées à l'interface était de l'ordre de 0.1 mm. Les épaisseurs des couches créées par projection laser étant généralement supérieures à 0.1 mm, on peut supposer que les couches intermédiaires introduites pourraient permettre de diminuer les contraintes dans le composant face au plasma.

Également, Chong *et al.* ont mesuré une augmentation de la température maximale à la surface du W sous flux thermique, du fait de l'ajout de la couche intermédiaire, et dont l'ampleur dépend de l'épaisseur et de la conductivité thermique de cette couche. Pour le revêtement de W sur Cu avec matériaux intermédiaires, la réalisation de dépôts fins de métaux purs (de conductivité thermique élevée) serait donc d'intérêt pour chercher à maximiser la conductivité thermique du composant face au plasma.

Il est à noter que les métaux réfractaires Mo et W sont relativement difficiles à fabriquer par fabrication additive, notamment du fait de leur haut point de fusion, de leur haute conductivité thermique, et de leur faible ductilité [33], [121], [272], [313]–[316]. L'oxydation, particulièrement rapide aux températures de fusion de ces métaux, est à éviter le plus possible. En effet la forte ségrégation d'oxygène aux joints de grains de ces deux métaux peut provoquer des fissurations inter-granulaires lors de la solidification et du refroidissement [313]. Des essais préliminaires de dépôts de poudres de W sur substrat de W ont été réalisés durant un stage au laboratoire LISL du CEA, dans le cadre du projet CREATE [317]. Même avec les hautes puissances utilisées (~ 2000 W) et un faisceau fin (~1 mm), les poudres fordues forment un bain instable qui produit un cordon discontinu, constitué de billes à la surface (phénomène de balling [318], [319]) du fait de la haute tension de surface du W liquide et de la fusion limitée du substrat. De faibles débits de poudres et vitesses de balayage pourront être employés pour favoriser la fusion du substrat, en plus du préchauffage de ce dernier à l'aide d'un système de chauffage par induction.

Le Cu, de par sa haute conductivité thermique [315] et de sa faible absorption des longueurs d'ondes proches de 1 μ m [320], nécessite de hautes puissances laser dont les réflexions peuvent endommager des composants de la machine de fabrication [321], [322]. L'étude interne CEA de la projection de poudres de Cu sur substrat de Cu (dans le cadre d'un stage au LISL [317]) a révélé les difficultés de fusion du Cu, même en utilisant un faisceau relativement fin (~1 mm) et de hautes puissances (~2000 W). Les dépôts sont constitués de particules de Cu frittées entre elles, et les couches sont donc peu denses et peu adhérentes. Les réflexions du laser depuis la surface solide du cuivre ont par ailleurs provoqué des surchauffes de la fibre laser.

Des liaisons entre le Ni et Cu ont déjà pu être réalisées par projection laser [41], [323]–[326], facilitées par le fait que le Ni liquide ait une meilleure absorptivité laser proche de 1 μ m (35% contre 16% pour le Cu) [320]. Le dépôt direct de Ni sur substrat de Cu sablé sera donc évalué, avec des puissances modérées et vitesses et de hauts débits de poudres, pour minimiser le risque de réflexion de haute puissance par la surface de Cu.

Pour la fabrication dans le sens W sur Cu, les poudres seront plus réfractaires que le bain, et le bain sera plus réfractaire que la sous-couche. Des poudres non-dissoutes dans le bain et des manques de mélange à l'interface bain – sous-couche sont donc à prévoir. Les basses vitesses seront favorisées en première approche pour maximiser la dissolution et le mélange. Les passages de Cr à Mo et de Mo à W pourraient être particulièrement difficiles du fait des grandes différences de températures de fusion (~800 °C), de leur manque de ductilité à température ambiante, ainsi que de leurs hautes températures de fusion qui nécessiteront de hautes puissances. Pour permettre ces dépôts, il pourra être mis en place des gradients de composition pour diminuer les différences de propriétés entre les couches, ou encore le préchauffage de la pièce (avant le dépôt) pour faciliter la fusion et diminuer les risques de fissuration.

2.2 Moyens expérimentaux

2.2.1 Machine de fabrication

Pour réaliser les dépôts par projection laser une machine de la marque Optomec est employée, constituée d'une enceinte de fabrication (Figure 40, gauche) contenant la tête de projection laser, d'une unité laser, et d'une unité d'apport de poudre avec quatre différents réservoirs de poudre (Figure 40, droite).



Figure 40 : (gauche) enceinte de fabrication de la machine de projection laser ; (droite) unité d'apport de poudre avec quatre différents réservoirs de poudre

Pour réaliser les fabrications, du gaz d'argon est introduit dans l'enceinte pour réaliser une atmosphère inerte. Une unité de recirculation et de filtration de l'atmosphère permet de capter en continu l'oxygène résiduel. Un détecteur d'oxygène permet de s'assurer que les fabrications sont toujours effectuées à moins de 20 ppm d'oxygène dans l'enceinte de fabrication.

L'unité laser est le modèle YLS-3000-CT de la marque IPG Photonics. Le laser est continu et de puissance maximale de 3000 W. Ce laser est de type « laser à fibre », l'amplification du signal (créé par des diodes) étant réalisé dans une fibre optique (fibre « cœur »), dopée en terres rares (ici ytterbium). Après passage dans cette fibre « cœur », le faisceau laser est transporté par une fibre optique « procédé » jusqu'à l'enceinte de fabrication. Les tests du fournisseur sur le faisceau laser en sortie de la « fibre procédé » indiquent une longueur d'onde λ de 1070 nm et un facteur de qualité M^2 de 41.8.

La tête de projection laser est constituée d'une tête optique mettant en forme le faisceau laser (Figure 41, Figure 42 gauche), à la sortie de laquelle est fixée une buse de projection de poudre (Figure 41, Figure 42 gauche). Cette buse reçoit un mélange d'argon et de poudres depuis les réservoirs de poudre. Ce mélange est focalisé en un jet vers la surface de travail à l'aide d'un cône à la sortie de la buse, coaxial au laser (Figure 41, Figure 42). Pour permettre un bon transport des poudres dans les tuyaux et à l'intérieur de la buse poudre, les tailles de particules recommandées par le fournisseur Optomec sont de 45 - 150 µm.



Figure 41 : schéma simplifié de la tête de projection laser, pas à l'échelle, et pour une surface de travail endessous du plan focal du jet de poudre et du faisceau laser

La surface de travail est celle d'un substrat de métal, placé sur les plaques en céramiques du plateau de fabrication (Figure 42). Les déplacements horizontaux du plateau de fabrication et verticaux de la tête de projection laser sont réalisés par commande numérique, à partir d'un code (langage G-Code) importé dans l'unité de commande de l'enceinte de fabrication. Les déplacements de la surface par rapport à la tête de projection laser permettent de générer des cordons (Figure 41).

La Figure 42 présente la tête de projection laser et le plateau de fabrication durant des fabrications. Un pyromètre laser (spot de 2 mm, longueur d'onde de mesure de 2.4 μ m, fréquence d'acquisition de 1 Hz) est pointé sur le substrat pour estimer sa température (Figure 42, droite), pilotée par un système de chauffage par bobine à induction présent en-dessous du plateau de fabrication. Le chauffage uniforme du substrat permet des dépôts avec des gradients thermiques plus faibles dans la pièce, et ainsi moins de risque de fissuration du fait de trop grandes déformations thermiques et contraintes. Après projection laser, le refroidissement de la pièce jusqu'à température ambiante est contrôlé par le système de chauffe par induction.



Figure 42 : photographies de l'intérieur de l'enceinte de fabrication, pour la fabrication d'un bloc massif de 316L (gauche), et le revêtement d'un substrat de Cu préchauffé (droite)

Le jet de poudre généré en sortie de la buse ayant une distance de focalisation typiquement de l'ordre de 12-15 mm, la distance de travail a été prise égale à 15 mm. Le diamètre $\emptyset_{J_P foc}$ du jet à son plan focal est de l'ordre de 3-5 mm (par analyse par image).

La distance entre la sortie de la buse et le plan focal du laser étant plus grande que 15 mm, le spot laser formé à la surface est ici défocalisé. Pour estimer sa taille nous utilisons l'Équation 14 présentée précédemment (section 1.2.1.1).

Le diamètre $\emptyset_{l foc}$ du faisceau laser à son plan focal est déterminé à partir du spot laser en sortie de fibre procédé (égal au diamètre interne de cette fibre) et du grandissement du système optique, égal au rapport de la distance focale de la lentille de focalisation sur la distance focale de la lentille de collimation (Équation 15).

Équation 15 :

$$\emptyset_{l\,foc} = \emptyset_{l\,fibre} \frac{foc_{focalisation}}{foc_{collimation}}$$

Dans notre cas le calcul aboutit à un diamètre du faisceau laser au plan focal de 1.07 mm. La distance de Rayleigh *RL* peut alors être calculée avec l'Équation 16.

Équation 16 :

$$RL = \left(\frac{\emptyset_{l foc}}{2}\right)^2 \frac{\pi}{\lambda} \frac{1}{M^2} = \left(\frac{1.07 \cdot 10^{-3}}{2}\right)^2 \frac{\pi}{1070 \cdot 10^{-9}} \frac{1}{41.8} = 19.9 \, mm$$

La longueur de défocalisation $(z - z_{foc})$ mesurée expérimentalement étant de 10 mm pour une distance de travail de 15 mm, on estime finalement (avec l'Équation 14) une taille théorique de spot laser à la surface comme égale à 1.2 mm.

On peut noter que puisque le diamètre du faisceau laser à la surface est plus faible que celui du jet de poudre, et que le bain étant généralement de taille proche du spot laser, une partie non-négligeable de la poudre injectée ne pénétrera pas la surface du bain et le rendement matière ne sera donc pas de 100%.

2.2.2 Matériaux

De nombreux types de poudres et de substrats métalliques ont été utilisés pour les fabrications. Nous synthétisons ci-après leurs caractéristiques de base (chimie, taille, morphologie). À noter que la poudre Ni Deloro est un alliage base Ni comportant 2.5% de Si et 1.4% de B (en masse). Cette poudre sera par la suite dénommée D22.

Le Tableau 2 récapitule le taux de pureté et le taux d'impureté (O, C et S) des matériaux utilisés pour les fabrications. Les taux annotés d'un astérisque ont été mesurés par le laboratoire EAG à partir d'échantillons de notre stock. Les autres sont des mesures fournies par les fournisseurs.

| Nature | Fournisseur | Pureté | 0 | С | S |
|----------------------|-------------------|---------|----------|-----------|----------|
| Poudre Ni | Sandvik | >99.3% | 0.13% | <0.01% | <0.003% |
| Poudre Ni Si2.5 B1.4 | Deloro | >98.3% | 0.022% | 0.02% | - |
| Poudre Cr | TLS | >99.7% | 0.1%* | 0.0022%* | - |
| Poudre Mo | Tekna | >99.95% | 0.013% | <0.002% | - |
| Poudre Mo | Hoganas | >99.96% | < 0.1% | <0.1% | - |
| Poudre W | Tekna | >99.98% | < 0.01% | <0.001% | - |
| Plaque Cu | Bronmetal | >99.0% | 0.016%* | < 0.001%* | <0.001%* |
| Plaque Ni | Goodfellow | >99.9% | - | 0.020% | <0.001% |
| Plaque Mo | Starck | >99.95% | 0.0021%* | <0.001% | - |
| Plaque W | Starck | >99.95% | <0.001%* | 0.0016% | - |
| Plaque 316L | Böllinghaus Steel | >99.9%* | 0.0045%* | 0.015%* | 0.022%* |

Tableau 2 : fractions massiques des métaux utilisés

Le Tableau 3 présente les dimensions caractéristiques des poudres. Le diamètre moyen (\emptyset_P moyen) et le coefficient de circularité des poudres ont été calculés à partir de clichés des particules, avec le module d'analyse de particules du logiciel ImageJ, en utilisant au moins 100 particules. Les centiles 10, 50 et 90 des distributions des diamètres des poudres (Tableau 3, droite) sont fournis par les fournisseurs. Ceux annotés d'un astérisque sont tirés de mesures par diffraction laser, les autres de mesures par tamisages.

| Poudre | Fournisseur | ø moven (um) | Circularité | $ø_P 10$ | $ø_P 50$ | $\emptyset_P 90$ |
|---------------|-------------|---------------|-------------|----------|----------|------------------|
| Toute | roumsseur | ©p moyen (µm) | Circulatic | (µm) | (µm) | (µm) |
| Ni | Sandvik | 62.4 | 0.73 | >45 | - | <90 |
| Ni Si2.5 B1.4 | Deloro | 78.8 | 0.89 | >53 | 75-106 | <150 |
| Cr | TLS | 64.2 | 0.95 | 50.8* | 71.6* | 99.6* |
| Mo | Tekna | 66.8 | 0.84 | 46.3* | 61* | 86.3* |
| Mo | Hoganas | 50.6 | 0.76 | >45 | - | <90 |
| W | Tekna | 82.4 | 0.9 | >45 | - | <90 |

Tableau 3 : statistiques des dimensions des poudres, pondérées en volume

La Figure 43 présente des clichés permettant d'évaluer la morphologie des poudres. De la poudre Ni Sandvik a été enrobée puis polie pour permettre d'analyser une coupe, qui n'a pas révélé de porosité. Une coupe est également ajoutée pour la poudre Mo Hoganas, poreuse du fait de son procédé d'élaboration qui est l'agglomération et le frittage de fines particules. Les poudres Mo Tekna et W Tekna sont plus denses et sphériques, de par un retraitement par torche plasma réalisé par le fournisseur. Globalement les poudres sont relativement sphériques, et leur coulabilité n'a pas posé problème durant leur projection.



Figure 43 : micrographies de poudres par MEB, et par microscope optique pour la poudre Ni Sandvik

Des mesures des débits massiques de poudre ont été réalisées, en plaçant un récipient sous la buse de projection, le remplissant de poudre pendant 40 minutes avec un débit machine de 2 ¼ tr/min, et en pesant finalement le gain de masse avec une balance de précision. Nous présentons en Figure 44 les débits volumiques correspondant, ramenés au débit machine utilisé, pour différentes poudres.



Figure 44 : ratio du débit volumique total sur débit machine pour différentes poudres

On peut constater que la majorité des poudres étudiées présentent un débit volumique de l'ordre de 1.3 mm3/s par ¹/₄ de tr/min. La poudre de Mo de la marque Hoganas a un débit volumique presque 3 fois plus faible, ce qui s'explique sans doute de par une moins bonne coulabilité du fait de sa taille plus faible et sa rugosité accrue.

2.2.3 Moyens de caractérisations matériaux

Après fabrication, la surface des dépôts est analysée par loupe binoculaire. Des dépôts d'intérêt sont ensuite découpés par micro-tronçonnage de précision (modèle ACCUTOM-10 de la société Struers) avec une lame de 0.5 mm d'épaisseur. Des morceaux tronçonnés sont ensuite enrobés dans une résine conductrice (PolyFast). Les échantillons enrobés sont ensuite polis à l'aide d'un système de polissage automatique (de la marque Struers), avec une gamme de papier SiC 500, 800, 1200 puis 2000, et pour finir un polissage avec une suspension de silice colloïdale (OPS) pendant 10 min.

Un microscope optique est utilisé pour réaliser des macrographies des dépôts, au moyen d'une option de cartographie automatique (assemblage de multiples images).

Des analyses microstructurales et chimiques des coupes sont réalisées au moyen de microscopes électroniques à balayage munis d'un détecteur EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*). Le premier MEB utilisé est un modèle Tescan Vega 3, avec comme source d'électrons un filament de tungstène chauffé. Le deuxième type de MEB utilisé est un modèle JEOL JSM-7000F, utilisant comme source un canon à émission de champ (FEG, *Field Emission Gun*) qui permet de meilleurs grossissements. Les détecteurs EDS sont de modèle XFlash 6 | 30 Bruker. La quantification chimique EDS point par point est réalisée à partir de spectres générés par au moins 10 000 coups par point, et en employant la méthode $\Phi(\rho z)$ (sans standard) disponible dans le logiciel ESPRIT de Bruker. Dans ces conditions, les incertitudes de mesure sur les fractions sont de l'ordre de ± 3%.

2.2.4 Stratégie et déroulement de l'étude

La stratégie de balayage adoptée dans ce travail a été unidirectionnelle, et sans rotation entre les couches. L'espacement latéral entre les cordons formant une couche est typiquement de 0.5 mm, correspondant à un recouvrement laser d'environ 58%, qui permet d'assurer la continuité de chaque couche formée (pour des cordons à la largeur proche de la largeur du spot laser). La hauteur des couches formées est de l'ordre de 0.2 mm, environ 17% de la largeur du spot laser, ce qui a généralement été une valeur assez basse pour éviter les manques de fusion à l'interface. Pour les dépôts multi-couches, chaque couche possède un nombre de cordons supérieur à la couche suivante, de façon à pouvoir analyser sur les bords de chaque couche les dimensions des cordons (hauteur et largeur) n'ayant pas été recouverts par la couche d'après.

Au préalable des études pour la fabrication W-Cu, une première étude du dépôt de poudre de Cr sur substrat de 316L a été réalisée, pour évaluer la paramètrie permettant la construction de Cr, et pour fournir des premiers échantillons à comparer au modèle numérique du bain de fusion.

Pour l'étude du revêtement de W sur Cu avec matériaux intermédiaires, une transition W-Cu courte et constituée de métaux conducteurs est d'intérêt pour viser à minimiser la résistance thermique du composant (dissipateur thermique face au plasma). En première approche il a donc été choisi de ne pas utiliser de stratégie de mélange de poudres projetées, pour chercher à obtenir une transition courte d'un métal à un autre (Ni, Cr, Mo puis W). À noter que des alliages et des dépôts en gradient de composition peuvent toujours être générés, par refusion de la couche précédente (sous-couche) et mélange dans le bain de fusion.

L'étude des dépôts de W sur Cu a été décomposée en plusieurs étapes dans le but de faciliter l'obtention des paramètres optimaux et l'identification des phénomènes et défauts spécifiques. Des études préliminaires de dépôt de poudre de Ni sur substrat de Cu ainsi que de poudre de Cr sur substrat de Ni ont ensuite été effectuées, dans l'optique d'identifier les paramètres permettant la réalisation du multi-couches Cr-Ni-Cu (Cr sur Ni sur Cu). L'étude de dépôts de poudre de Mo a par la suite été réalisée sur des dépôts Cr-Ni et Cr-Ni-Cu. L'étude du dépôt de poudre de W a ensuite été effectuée sur des dépôts Mo-Cr-Ni-Cu, et une fabrication complète W-Mo-Cr-Ni-Cu a finalement été analysée.

Les substrats de Cu utilisés ont été sablés pour diminuer la réflexion du laser par la surface de Cu, puis préchauffés par induction pour diminuer la puissance nécessaire à la fusion et pour diminuer les contraintes thermiques. La température est contrôlée par mesure avec un pyromètre laser à la surface du substrat de Cu sablé. La valeur de l'émissivité de cette surface de Cu sablé, en phase solide à haute température (juste avant la fusion), a été estimée comme étant entre 0.2 et 0.3, en utilisant pour la calibration la fusion d'un morceau de Cu pur de température de fusion connue. Les températures de préchauffage utilisées pour le substrat de Cu, avant chaque dépôt de couche, ont été entre 670 et 730°C (pour une émissivité entre 0.2 et 0.3). La vitesse de refroidissement à température ambiante a été fixée à 2.5°C/min (refroidissement total d'environ 4 heures).

Des caractérisations ont été effectuées pour évaluer la santé matière des échantillons, la répartition chimique des différents éléments, ainsi que les microstructures obtenues après fabrication. Des outils théoriques sont développés et employés pour comprendre l'influence des différents phénomènes physiques sur les caractéristiques des dépôts multi-matériaux, et ainsi guider l'interprétation et tendre vers la maîtrise de ces fabrications complexes. Nous détaillons dans les sections suivantes les différents outils théoriques mis en œuvre.

2.3 Simulation numérique du bain de fusion

Dans le but de comprendre les phénomènes en jeu durant le procédé et aider à la maîtrise des fabrications multimatériaux réalisées, un modèle de simulation multi-matériaux du bain de fusion est développé avec le logiciel commercial Comsol Multiphysics® [327].

2.3.1 Définition du système modélisé et de la géométrie

Le système étudié est un morceau de métal autour du centre du laser et du jet de poudre, composée d'un substrat, à la surface duquel ont été déposées des couches. Un repère cartésien est fixé à la surface des couches formées, au centre de la distribution laser à la surface (Figure 45). À l'état stationnaire, le bain de fusion formé à la



surface est donc immobile par rapport au repère. La géométrie reste fixe (approche eulérienne), à part pour la surface de la fabrication qui sera déformée verticalement pour prendre en compte la construction de cordons.

Figure 45 : (gauche) géométrie totale (avec maillage), (droite) zoom sur le domaine fluide (avec maillage)

La solution recherchée est un état stationnaire du dépôt d'un cordon linéaire, proche du centre de la couche, solution considérée comme représentative de la majorité de la construction de cette couche. En effet, au cours de la formation d'une large couche par le chevauchement successif de cordons linéaires, le dépôt des cordons évolue progressivement vers un état d'équilibre. À ce stade, aucune différence significative ne sera détectable entre les bains de fusion des cordons superposées qui suivront. À partir de travaux existant dans la littérature [328]–[331], nous avons estimé que cet état était typiquement atteint lorsque la largeur de la couche dépasse environ le triple de la largeur d'un cordon. Dans la simulation, pour prendre en compte la présence des cordons précédents de la couche, nous utilisons la composition et le profil de surface obtenus avec le cordon simulé pour reproduire les compositions et profils des cordons précédents (supposés identiques). Également, en désactivant cette prise en compte des cordons précédents, le cordon simulé n'est plus représentatif de la fabrication d'une large couche, et devient alors représentatif du dépôt du 1^{er} cordon de la couche.

Durant la fabrication réelle, le bloc de métal est translaté pour permettre la création d'un cordon. Pour prendre cette translation en compte dans le modèle, nous appliquons une entrée de matière sur les faces « avant » (plans normaux à l'axe x, aux valeurs de x positives) et une sortie de matière sur les faces « arrières » (plans normaux à l'axe x, aux valeurs de x négatifs) (Figure 45), avec une vitesse égale à la vitesse de balayage. L'énergie thermique est apportée à la surface de la couche (flux de chaleur entrant) par le laser et est conduite dans toute la pièce. Une température constante est fixée à la face du bas de la pièce, et à l'équilibre thermique (à l'état stationnaire) cette face permet la dissipation de l'énergie (flux de chaleur sortant) apportée par le laser.

Un domaine « fluide » restreint autour du centre du laser est utilisé pour simuler le bain de fusion (avec prise en compte de tous les phénomènes) (Figure 45, droite), et le reste de la géométrie (Figure 45, gauche) est considéré comme solide (prise en compte uniquement de la conduction). Un terme constant d'advection thermique est appliqué dans la partie solide pour prendre en compte la translation du substrat.

On notera également que la phase gazeuse, le jet de poudre et la propagation du faisceau laser dans l'air ne sont pas explicitement modélisés. Des conditions aux limites appliquées à la surface du bain permettront de prendre en compte leurs impacts (localement moyennés).

2.3.2 Hypothèses simplificatrices

2.3.2.1 Bain de fusion

Le métal liquide dans le bain de fusion liquide est traité comme un mélange liquide incompressible, localement homogène et continu. La diffusion entre les éléments est simplifiée par un unique coefficient de diffusion effectif entre la poudre et l'alliage de la sous-couche. L'effet de la dilatation thermique sur la dynamique du bain est négligé devant l'amplitude des effets induits par la tension de surface [158]. En d'autres termes la convection naturelle est négligée devant l'effet Marangoni.

2.3.2.2 Poudre

Les particules de poudre n'étant pas explicitement modélisées dans ce modèle, le flux massique est localement continu. Cet apport de masse à la surface du bain de fusion est pris comme vertical et de forme gaussienne, avec incorporation et mélange instantané de la matière dans le liquide. On suppose en première approche que la fraction de particules résiduelles (solides) dans le liquide sera suffisamment faible pour pouvoir négliger leur impact sur la solution du bain.

L'interaction de la poudre avec le laser augmente avec le débit de poudre, comme le montrent les travaux de Tabernero *et al.* [148] ainsi que de Wirth *et al.* [149]. Les débits de poudre utilisés étant relativement bas durant nos fabrications (du fait des basses vitesses de balayage), nous avons négligé l'influence de l'interaction laserpoudre sur l'énergie, par rapport à l'énergie laser totale absorbée par le bain.

2.3.2.3 Thermique

On néglige l'impact du champ thermique instationnaire du dépôt des couches et des cordons précédents par rapport au champ thermique stationnaire du dépôt du cordon simulé. En d'autres termes on suppose complète l'homogénéisation de la température de la pièce avant le dépôt du cordon simulé. Également, les pertes de chaleur par rayonnement et par échange avec l'air ambiant sont négligées devant les hautes énergies laser absorbées.

2.3.3 Équations des phénomènes

Un glossaire des notations utilisées dans les équations présentées est disponible en Annexe 1.

2.3.3.1 Vitesses et pression

Les champs des vitesses et de la pression dans le domaine fluide sont calculés en résolvant deux équations de Navier-Stokes, la conservation de la masse (Équation 17), et la conservation de la quantité de mouvement linéaire (Équation 18). L'influence de la gravité sur le fluide est prise en compte dans l'Équation 18.

Équation 17 :

$$\vec{\nabla}\cdot(\rho\vec{u})=0$$

Équation 18 :

$$\rho(\vec{u}\cdot\vec{\nabla})\vec{u} = \vec{\nabla}\cdot\left((\mu + \mu_T + \mu_S)\left(\left(\vec{\nabla}\vec{u}\right) + \left(\vec{\nabla}\vec{u}\right)^T\right) - pI\right) + \vec{g}\rho - S_{Darcy}(\vec{u} - U_S\vec{e}_1)$$

Pour progressivement atténuer la vitesse durant la solidification, et jusqu'à ce qu'elle atteigne la vitesse U_S du solide en translation dans la direction $\vec{e_1}$, nous utilisons une augmentation artificielle de la viscosité (Équation 19) en conjonction avec une force volumique introduite à la fin de l'Équation 18, avec le coefficient de Darcy S_{Darcy} défini par l'Équation 20, dont la forme est originellement tirée du travail de Asai et Muchi [230].

$$S_{Darcy} = 10^{11} \left(\frac{0.01(1 - f_L)^2}{0.01 + f_L^3} \right)$$

 f_L est la fraction atomique de liquide, dont l'évolution en fonction de la température est estimée avec l'Équation 21.

$$\begin{split} & \acute{Equation 21}: \\ f_L = \begin{cases} 1 & si \ T \geq T_L \\ \frac{T - T_S}{T_L - T_S} & si \ T_L > T > T_S \\ 0 & si \ T \leq T_S \end{cases} \end{split}$$

La combinaison des deux techniques d'atténuation de la vitesse du fluide en phase solide nous a permis des résolutions plus rapides que lorsqu'une seule des deux était utilisée. La fonction *flc2hs* est propre au logiciel Comsol et permet une transition progressive de 0 à 1. La Figure 46 présente l'évolution de S_{Darcy} et de μ_S avec la fraction de liquide.



Figure 46 : coefficient de Darcy et de la viscosité artificielle solide, en fonction de la fraction atomique de liquide

Sur la face avant du domaine fluide (du côté des x positifs) la vitesse du fluide est fixée égale à la vitesse de balayage du substrat (positive dans le sens des x négatifs). Sur la face arrière est spécifiée une sortie du fluide, avec une condition de pression relative moyenne égale à zéro.

L'apport continu et vertical de poudre implique d'imposer à la surface du bain une vitesse normale (Équation 22) ainsi qu'une contrainte tangentielle [228] (Équation 23), liées à \vec{J}_P^V le flux (élémentaire) de volume de poudre injectée (par seconde) exprimé en $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$. Les contraintes tangentielles induites par les gradients de tension de surface du liquide sont également appliquées à la surface du bain (Équation 23, dernier terme).

Équation 22 :

$$\vec{u} \cdot \vec{n} = (T \ge T_L) \frac{1}{\rho} \rho_P(-\vec{J}_P^V \cdot \vec{n})$$

Équation 23 :

$$\vec{\sigma}_t = (T \ge T_L)\rho_P(-\vec{j}_P^V \cdot \vec{n}) \left(\vec{u} - (-\vec{j}_P^V)\right) \left(\vec{t}_1 + \vec{t}_2\right) + (T \ge T_L)\vec{\mathcal{V}}_t\gamma$$

Le calcul numérique des équations de Navier-Stokes est stabilisé dans le logiciel Comsol par les méthodes de diffusion le long des lignes de courant et de diffusion transverse (stabilisations dites cohérentes, diminuant avec le raffinement du maillage).

2.3.3.2 Turbulence

Il est nécessaire de considérer le rôle de la turbulence du fluide sur le transport dans le bain de la quantité de mouvement, de la chaleur, et des éléments [153], [170]. L'ajout d'une viscosité turbulente μ_T permet d'intégrer les effets macroscopiques moyens de la turbulence dans le bain (hypothèse de Boussinesq).

Le modèle RANS $k \cdot \varepsilon \cdot v^2 \cdot f$ est ainsi utilisé pour obtenir la distribution complète de μ_T , avec prise en compte de l'atténuation anisotropique et non-locale par les bords du bain [242]–[244]. La version alternative $k \cdot \varepsilon \cdot \zeta \cdot \alpha$ présente dans Comsol est utilisée [244], [332] ; elle facilite la résolution numérique grâce au changement de la variable v^2 par $\zeta = v^2/k$, et avec α correspondant à *f*. Les définitions et valeurs exactes de tous les paramètres du modèle sont disponibles dans l'article original de Hanjalić [332] et le manuel de simulation numérique du fluide proposé par Comsol [333].

Équation 24 :
$$\mu_T = \rho C_\mu k_{turb} \zeta \tau$$

Équation 25 :

$$\rho \vec{u} \cdot \vec{\nabla} k_{turb} = \vec{\nabla} \cdot \left(\left(\mu + \frac{\mu_T}{\sigma_k} \right) \vec{\nabla} k_{turb} \right) + P_k - \rho \varepsilon - S_{Darcy} k_{turb}$$

Équation 26 :

$$\rho \vec{u} \cdot \vec{\nabla} \varepsilon = \vec{\nabla} \cdot \left(\left(\mu + \frac{\mu_T}{\sigma_{\varepsilon}} \right) \vec{\nabla} \varepsilon \right) + \frac{C_{\varepsilon 1}'}{\tau} P_k - \frac{C_{\varepsilon 2}'}{\tau} \rho \varepsilon - S_{Darcy} \varepsilon$$

Équation 27 :

$$\rho \vec{u} \cdot \vec{\nabla} \zeta = \vec{\nabla} \cdot \left(\left(\mu + \frac{\mu_T}{\sigma_\zeta} \right) \vec{\nabla} \zeta \right) + \frac{2}{k} \left(\alpha^3 \mu + \frac{\mu_T}{\sigma_k} \right) \vec{\nabla} k \cdot \vec{\nabla} \zeta + (1 - \alpha^3) f_w + \alpha^3 f_h - \frac{\zeta}{k} P_k - S_{Darcy} \zeta d\phi$$

Équation 28 :

$$L_T^2 \vec{\nabla}^2 \alpha + 1 = \alpha - S_{Darcy} \alpha$$

Avec k_{turb} l'énergie cinétique turbulente, ε le taux de dissipation de la turbulence, ζ la fluctuation relative de la vitesse normale aux lignes de courant, et α la fonction de mélange elliptique.

Les sources volumiques ajoutées à la fin des équations de transports (associées au terme S_{Darcy}) permettent l'annulation progressive de la turbulence dans la zone pâteuse (température entre le liquidus et le solidus).

2.3.3.3 Vaporisation

Nous avons mentionné dans l'état de l'art (section 1.2.4.2) que Stokes *et al.* ont utilisé le modèle de vaporisation 1D d'Ytrehus pour estimer certaines caractéristiques du jet de vapeur depuis la surface [199], dans le cas de la vaporisation d'une surface de 316L à une température fixée T_{316L} dans une atmosphère d'argon sous pression p_{amb} . Nous cherchons ici à comparer les estimations avec le modèle analytique d'Ytrehus à leurs résultats

Chapitre 2 : Moyens et méthodes

obtenus avec le modèle numérique (modèle DSMC). L'utilisation du modèle d'Ytrehus implique de considérer que le jet sortant de la couche de Knudsen (à la surface) pénètre un gaz à pression ambiante étant constitué exclusivement de vapeur métallique. Cette hypothèse n'est pas tenable lors de l'initiation de la vaporisation en fabrication additive (sous gaz inerte), mais pourrait être justifiée pour le cas où la vaporisation a atteint l'état stationnaire, d'intérêt ici. En effet, en analysant les résultats de simulation de Stokes *et al.* [199], on constate que la diffusion de gaz inerte jusqu'à la base du jet de vapeur (en état stationnaire) est très limitée (Figure 47), du fait des hautes vitesses du flux de vapeur. En d'autres termes, le gaz situé à la surface, dans la couche de Knudsen, et à la sortie de la couche de Knudsen peut être considéré comme composé uniquement de gaz de métal vaporisé.



Figure 47 : résultats de Stokes et al. [199] de la simulation de la vaporisation d'un bain de 316L à 3500 K, dans une atmosphère d'argon à 1 bar : (a) distribution du nombre de Mach du gaz ; (b) distribution de la température du gaz et de la fraction atomique de vapeur de métal

L'étude de Mayi *et al.* [191] sur la simulation numérique en milieu continu de la vaporisation d'un bain de fusion sous argon permet également d'observer que la présence de gaz inerte est négligeable à la surface du bain, et on peut de plus constater (Figure 48) que pour un état proche de la stationnarité (à la surface) la pression du jet de vapeur de métal devient quasiment égale à la pression atmosphérique dès sa sortie depuis la surface (écart relatif de l'ordre de 2%). Ainsi, il apparaît raisonnable d'appliquer en 1^{ère} approche le modèle d'Ytrehus pour tenter d'obtenir de bonnes estimations des caractéristiques de la vaporisation à la surface, lorsque la température d'ébullition est dépassée. Nous négligeons dans ce travail le flux diffusif de vaporisation se produisant aux températures plus basses que la température d'ébullition. Le terme « vaporisation » sera ainsi associé ici au jet de vapeur dense due au dépassement de pression atmosphérique.



Figure 48 : résultats de Mayi et al. [191] de la simulation de la vaporisation d'un bain d'Inconel® 625 dans une atmosphère à 1 bar : (gauche) distribution de la pression relative ; (droite) distribution de la vitesse du gaz et isocontours de la fraction atomique de vapeur de métal

Pour évaluer les erreurs induites par l'utilisation du modèle approximatif d'Ytrehus, le Tableau 4 indique le nombre de Mach Ma_{jet} , la vitesse u_{jet} et la température T_{jet} du jet à la sortie de la couche de Knudsen calculés par interpolation à partir des tables du modèle d'Ytrehus [251], [252], et présente pour comparaison les caractéristiques calculées par Stokes *et al.* [199] avec leur modèle complet (valeurs maximales, proches de la base du jet).

| Tableau 4 : application du modèle d'Ytrehus [251] à l'étude de Stokes (vaporisation de 316L dans une | ? |
|--|---|
| atmosphère d'argon) et al. [199] et comparaison aux résultats de leur modèle complet | |

| | | Modèle Ytrehus [251] | | | Modèle Stokes et al. [199] | | | |
|-----------------|--------------------|----------------------|-----------------|---------------|----------------------------|------------------------|---------------|--|
| p_{amb} (atm) | $T_{316L}({ m K})$ | Ma _{jet} | u_{jet} (m/s) | T_{jet} (K) | Ma _{jet} | u _{jet} (m/s) | T_{jet} (K) | |
| 5 | 3500 | 0.182 | 163 | 3255 | 0.18 | 158 | 3376 | |
| 1 | 3250 | 0.47 | 383 | 2689 | 0.48 | 387 | 2770 | |
| 1 | 3500 | > 1 | > 761 | > 2348 | 1.7 | 1052 | 2724 | |

On peut constater que le modèle d'Ytrehus permet d'obtenir de très bonnes estimations des caractéristiques du jet en sortie de couche de Knudsen pour des cas subsoniques (erreurs relatives inférieures à 4%). Le modèle d'Ytrehus permet également de savoir si le flux devient supersonique, mais pas de calculer les valeurs exactes des caractéristiques étudiées. Cependant, on sait que dans ce cas le coefficient de recondensation du flux de vapeur sera de toute façon égal à 18.6% [251].

L'étude de Stokes *et al.* [199] a également pu évaluer l'influence de la nature du gaz ambiant sur les caractéristiques du jet de vapeur à la surface, en comparant des simulations avec gaz ambiant d'argon, d'hélium, et de néon. En comparant les résultats de leurs simulations, on calcule à 1.8% la différence relative maximale entre les nombres de Mach à la surface, et à 0.4% la différence relative maximale entre les températures du jet

à la surface. Ainsi, bien que ces 3 gaz aient des propriétés différentes, comme cela peut être constaté dans les documents complémentaires du travail de Stokes *et al.* [199], l'influence sur les caractéristiques du jet de vapeur à la surface est très faible. On peut également remarquer que les différences de propriétés entre ces 3 gaz sont du même ordre que les différences de propriétés entre l'argon et le gaz de 316L équivalent [199]. Cela permet de comprendre pourquoi l'utilisation du modèle d'Ytrehus, pour lequel le gaz ambiant est uniquement du métal vaporisé, donne de bonnes estimations des caractéristiques de la vaporisation du 316L en atmosphère sous argon.

Nous utilisons par la suite le modèle d'Ytrehus pour estimer les caractéristiques de la vaporisation à la surface du bain de fusion simulé. Pour obtenir un calcul direct du coefficient de vaporisation ϕ (égal à 1 moins le coefficient de recondensation), nous utilisons une formule analytique simple (Équation 30), calibrée sur les données du modèle d'Ytrehus [251] (Figure 49). L'erreur relative maximale est de 3.3%.



Figure 49 : coefficient de vaporisation en fonction du rapport de la pression de vapeur saturante sur la pression atmosphérique, depuis le modèle d'Ytrehus et depuis le calcul avec formule approximative

Dans le cas d'un modèle entre plusieurs matériaux, la pression totale de vapeur saturante p_{sat} est la somme de la pression partielle de vapeur saturante p_{sat_i} de tous les éléments, exprimée par l'Équation 31. f_i est la fraction atomique de l'élément *i* dans le mélange et γ_i^c est le coefficient d'activité chimique de l'élément *i* dans le mélange.

Équation 31 :

$$p_{sat} = \sum_{i} p_{sat_{i}} = \sum_{i} f_{i} \gamma_{i}^{c} p_{atm} exp\left(\frac{L_{vap_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{eb_{i}}} \left(1 - \frac{T_{eb_{i}}}{T}\right)\right)$$

60

En première approximation nous considérons que les mélanges seront idéaux, les coefficients γ_i^c sont donc pris égaux à 1.

À partir du coefficient de vaporisation du mélange de vapeurs métalliques à la surface, la perte de chaleur q_{vap} à la surface du fait de la vaporisation est donnée par l'Équation 32 [247], [334], et exprimée en $W \cdot m^{-2}$.

$$q_{vap} = \sum_{i} q_{vap_{i}} = \phi \sum_{i} L_{vap_{i}} p_{sat_{i}} \sqrt{\frac{M_{i}}{2\pi R_{v} T}}$$

Équation 32 .

Après des calculs préliminaires, il s'est avéré que la diminution des fractions massiques induite par la vaporisation des éléments est très faible devant les débits massiques reçus par le bain de fusion (inférieure à 0.1 % de variation relative), elle est donc négligée ici.

L'expression exacte de la pression de recul générée par la vapeur est donnée par l'Équation 33 [334].

$$p_{recul} = \begin{cases} 0 & si \, p_{sat} \leq p_{atm} \\ p_{sat} \frac{1}{2} \left(1 + \frac{1}{2} (1 - \phi) \left(1 + \frac{\rho_{vap}}{\rho_{sat}} \frac{T_{vap}}{T_{sat}} \right) \right) - p_{atm} & si \, p_{sat} > p_{atm} \end{cases}$$

Avec ρ_{vap} et T_{vap} la masse volumique et la température de la vapeur en sortie de couche de Knudsen, qu'on peut calculer avec le modèle d'Ytrehus. En approximant le terme $\frac{\rho_{vap}}{\rho_{sat}} \frac{T_{vap}}{T_{sat}}$ par 1, on obtient une approximation de la pression de recul avec une erreur relative maximale égale à 6.5% (pour $Ma \ge 1$). Pour le modèle du bain de fusion, nous utilisons l'Équation 34 pour approximer la pression de recul sur la surface libre du bain.

Équation 34 :

$$p_{recul} = \begin{cases} 0 & si \, p_{sat} \leq p_{atm} \\ p_{sat} \frac{1}{2} (1 + (1 - \phi)) - p_{atm} & si \, p_{sat} > p_{atm} \end{cases}$$

2.3.3.4 Température

,

Le champ de température dans le domaine entier est obtenu en résolvant l'équation de conservation de chaleur (Équation 35), avec incorporation de la chaleur latente de fusion pour les zones de fusion et de solidification, et avec \vec{q} un flux (élémentaire) de chaleur transférée (par seconde), exprimée en $W \cdot m^{-2}$.

Équation 35 :

$$\rho\left(c + L_f \frac{d(f_L - 0.5)}{dT}\right) \vec{u} \cdot \vec{\nabla} T = -\vec{\nabla} \cdot \vec{q}$$

Equation 36 :

$$\vec{q} = -\left(k + c\frac{\mu_T}{Pr_T}\right)\vec{\nabla}T$$

Le terme comportant la viscosité turbulente μ_T est utilisé pour prendre en compte l'augmentation de la diffusion thermique macroscopique par la turbulence. Le paramètre Pr_T correspond au nombre de Prandtl turbulent, calculé dans Comsol par le modèle de Kays-Crawford [333], [335], et qui durant nos simulations est resté proche de 1.5 dans le cœur du bain.

Sur la face inférieure du domaine entier est imposée une température fixée, déterminée expérimentalement par une mesure de la température du substrat, celui-ci étant chauffé par induction avant la fabrication. Sur la face supérieure du domaine fluide est spécifiée l'énergie absorbée (Équation 37) du faisceau laser défocalisé, de distribution approximée ici par une forme Gaussienne. Le détail du calcul du diamètre \emptyset_l du faisceau laser défocalisé à la surface est disponible dans la section 1.2.1.2. Une mesure précise de la distribution réelle d'énergie (avec présence du jet de poudre) serait à terme nécessaire pour permettre au modèle d'être réellement prédictif.

À la surface du bain de fusion sont également prises en compte les pertes de chaleur q_{vap} provoquées par la vaporisation. Les autres faces sont isolées thermiquement.

$$\begin{aligned} & \acute{E}quation \ 37: \\ & -\vec{q} \cdot \vec{n} = (\vec{q}_l \cdot \vec{n}) - q_{vap} \\ & \acute{E}quation \ 38: \\ & - \frac{\alpha_l P_0}{\alpha_l P_0} \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{\alpha_l P_0}\right) \end{aligned}$$

$$\vec{q}_l = \frac{\alpha_l P_0}{2\pi \left(\frac{\varphi_l}{4}\right)^2} exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{2\left(\frac{\varphi_l}{4}\right)^2}\right) \vec{e}_3$$

2.3.3.5 Transport des éléments

Les fractions massiques de la poudre (ω_P) et de la sous-couche (ω_{SC}) sont calculées par résolution de l'équation de conservation de la matière dans le domaine fluide (Équation 39), avec \vec{j}_i un flux (élémentaire) de masse transférée (par seconde) exprimée en $kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$.

$$\begin{split} & \acute{E}quation \ 39: \\ & \rho \vec{u} \cdot \vec{\nabla} \omega_i = -\vec{\nabla} \cdot \vec{j}_i \\ & \acute{E}quation \ 40: \\ & \vec{j}_i = -\left(\rho D_m + \frac{\mu_T}{Sc_T}\right) \left(\vec{\nabla} \omega_i - \omega_i \sum_n \vec{\nabla} \omega_n\right) \end{split}$$

Le dernier terme de l'expression du flux massique (Équation 40) est une correction permettant d'assurer que la conservation de matière soit respectée. Le paramètre Sc_T est le nombre de Schmidt turbulent, calculé dans Comsol par le modèle de Kays-Crawford [333], [335], et qui durant nos simulations est resté proche de 0.85 dans le cœur du bain.

Sur la face avant du domaine fluide (dans le sens des *x* positifs) le cordon simulé est utilisé pour émuler le cordon précédent. Pour cela le champ de fraction massique de la face avant est fixé comme égal au champ de fraction massique de la face arrière translaté latéralement, avec un espacement égal à l'espacement inter-cordon *HD* (*Hatching Distance*) (Équation 41).

Équation 41 :

$$\omega_i(x_{front}, y, z) = \omega_i(x_{rear}, y - HD, z)$$

À la surface du domaine fluide est imposée l'addition de poudre, avec \vec{j}_P le flux (élémentaire) de masse de poudre transférée (par seconde), et \vec{j}_P^V le flux (élémentaire) de volume de poudre injectée à la surface (par seconde), exprimée en $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$.

$$\begin{aligned} & \acute{Equation 42}: \\ -\vec{j}_P \cdot \vec{n} &= \rho_P (T \ge T_L) (\vec{j}_P^V \cdot \vec{n}) (1 - \omega_P) \\ & \acute{Equation 43}: \end{aligned}$$

$$\vec{J}_P^V = \frac{Q_P^V}{2\pi \left(\frac{\varnothing_{JP}}{4}\right)^2} exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{2 \left(\frac{\varnothing_{JP}}{4}\right)^2}\right) \vec{e}_3$$

 Q_P^V étant le débit volumique totale de poudre et \emptyset_{JP} le diamètre de la distribution du jet de poudre à la surface, pris égale à 5 mm.

2.3.3.6 Surface libre

La forme de la surface libre à l'équilibre est celle qui minimise l'énergie de déformation totale face aux différentes contraintes normales appliquées. Ces contraintes sont générées par l'effet de la tension de la surface courbée, de la gravité, des contraintes visqueuses normales du fluide, et des pressions à la surface du fluide [158]. Pour la méthode de résolution de ce problème, nous nous basons sur le modèle de Picasso et Hoadley [228], qu'on adapte pour le passage en trois dimensions et la prise en compte des cordons précédents émulés.

L'Équation 44 d'équilibre des forces à la surface est résolue dans le référentiel de la géométrie déformée (X_q, Y_q) , avec z_{def} l'élévation verticale de la surface déformée (par rapport à la surface initiale).

$$\begin{split} & \acute{Equation 44}: \\ \vec{V}_{g} \cdot \left(\frac{\gamma}{\sqrt{1 + \left(\frac{\partial z_{def}}{\partial X_{g}}\right)^{2} + \left(\frac{\partial z_{def}}{\partial Y_{g}}\right)^{2}}} \vec{V}_{g} z_{def} \right) = \lambda + f_{L} \left(g\rho z_{def} + \left(2\mu \frac{\partial \vec{u}}{\partial n} \cdot \vec{n} - p \right) + p_{recul} \right) \end{split}$$

L'incorporation de la fraction atomique de liquide f_L dans l'équation est réalisée pour prendre en compte le passage progressif en phase solide. λ est un multiplicateur de Lagrange permettant de satisfaire la conservation de matière totale (Équation 45).

$$\begin{split} & \acute{Equation 45}: \\ \rho_P U_S \left(\int_{L_{g_{rear}}} z_{def} \, dL_g - \int_{L_{g_{front}}} z_{def} \, dL_g \right) = \int_{S_{top}} \rho_P (T \ge T_L) \left(\vec{J}_P^V \cdot \vec{n} \right) \, dS_{top} \end{split}$$

Le terme de gauche correspond à l'élévation de surface par le cordon déposé. Une première intégrale est calculée sur la face arrière du domaine, prenant en compte l'élévation de la surface par le cordon déposé simulé (partie verte de la Figure 50) et les cordons précédents (partie rouge de la Figure 50), à laquelle est soustraite une deuxième intégrale calculée sur le côté avant et qui ne prend donc en compte que les cordons précédents présents (partie rouge de la Figure 50). On obtient ainsi l'aire effective créée par le dépôt du cordon simulé (partie verte de la Figure 50).


Figure 50 : résultat d'une simulation montrant la surface créée au-dessus de la surface par le cordon déposé (en vert) et par les cordons précédents (rouge).

Le multiplicateur de Lagrange λ agit sur la déformation z_{def} globale et permet au terme à gauche de l'égalité d'être égale au terme à droite, qui correspond à l'apport total de matière entrante dans le bain à la surface du domaine fluide (S_{top}).

Sur le côté gauche du domaine (pour les *y* positifs) est imposée une déformation nulle. La déformation des cordons précédents a été réalisée en utilisant l'Équation 46 comme condition à la limite sur le côté avant du domaine. Cette équation traduit le fait que le profil du cordon obtenu avec le bain simulé est utilisé pour reproduire les profils des cordons précédents, par translation de l'espacement inter-cordon (*Hatching Distance HD*).

Équation 46 :

$$z_{def}\left(X_{g_{front}}, Y_{g}\right) = z_{def}\left(X_{g_{rear}}, Y_{g} - HD\right)$$

Pour faire adopter à la surface en phase solide le profil du cordon généré par l'élévation du bain liquide, nous implémentons comme contrainte numérique l'Équation 47, avec en Équation 48 les forces de contrainte associées utilisées dans la forme faible du problème [336].

$$(T \le T_S) \frac{dz_{def}}{dX_g} = 0$$

Équation 48 :

$$(T \le T_S) \begin{cases} test(z_{def}) & si \ \frac{dT}{dX_g} \ge 0\\ test\left(\frac{dz_{def}}{dX_g}\right) & si \ \frac{dT}{dX_g} < 0 \end{cases}$$

La géométrie est ensuite déformée verticalement pour que l'élévation de la surface corresponde au champ de déformation z_{def} calculé. Nous utilisons pour cela un champ de déformation explicite dz (Équation 49) déterminé par résolution de l'équation de Laplace en une dimension, et fonction de l'épaisseur initiale $(-Z_{g_{min}})$ du domaine déformé.

$$dz = z_{def}(X_g, Y_g) \left(1 - \frac{Z_g}{-Z_{g_{min}}}\right)$$

2.3.3.7 Absorptivité effective

Dans le cas où une cavité profonde est formée à la surface, par exemple du fait de hautes pressions de recul par vaporisation, le faisceau laser peut être absorbé plusieurs fois par la surface du fait de réflexions par les parois.

Une formule analytique (Équation 50) tirée du modèle de Kelly [337], assimilant la cavité à un cône, est utilisée pour obtenir une estimation du coefficient d'absorption totale de la surface du liquide α_{l_L} . Une approche similaire est utilisée par Feuer *et al.* [338] ainsi que par Fetzer *et al.* [339].

Equation 50 :

$$\alpha_{l_L} = \alpha_l \frac{1 + (1 - \alpha_l)(\theta^c - \sin^3(\theta^c))}{\alpha_l(1 - \theta^c) + \theta^c}$$

Avec θ^c le demi-angle d'ouverture caractéristique de la cavité, assimilée à un cône (Figure 51).



Figure 51 : schéma d'une cavité (assimilée à un cône) formée par vaporisation par chauffe laser, depuis une surface déformée

Le demi-angle d'ouverture caractéristique θ^c de la cavité (par rapport à la direction verticale) est calculé dans le modèle à partir de la droite formée par deux points de la surface simulée : le point du fond de la cavité, et le point le plus bas de l'ouverture de la cavité.

Concernant l'absorptivité en phase solide, l'étude de Wirth el al. [149] sur l'absorptivité (à 1 μ m) d'un acier et d'un alliage de Co, montre une réduction de l'ordre de 40% de la réflectivité en phase solide par rapport à la réflectivité en phase liquide. Dans notre modèle, nous approximons ainsi l'absorptivité en phase solide par l'Équation 51.

Équation 51 :
$$\alpha_{ls} = 1 - (1 - 0.4)(1 - \alpha_l)$$

Après des calculs préliminaires, nous avons pu constater que la valeur exacte du coefficient de réduction de la réflectivité n'avait pas un très fort impact sur les solutions, du fait que le laser irradie généralement le bain (en phase liquide) plutôt que la phase solide.

2.3.4 Propriétés

Pour simplification, les propriétés de chaque matériau sont approximées par des couples de deux valeurs fixées, une valeur correspondante à la phase solide et une autre à la phase liquide. Les propriétés dans les zones de fusion et de solidification sont estimées par des lois des mélanges linéaires, à partir de la propriété correspondante en phase solide X_S et en phase liquide X_L , et en fonction de la fraction de liquide atomique (f_L) (Équation 52), massique (w_L) , ou volumique (g_L) .

Équation 52 :
$$X = X_S(1 - f_L) + X_L f_L$$

Pour faciliter la résolution numérique, une température de solidus artificielle est utilisée, fixée comme 100 K inférieure à la température de liquidus.

Pour des mélanges entre plusieurs matériaux, chaque propriété X_S (de la phase solide) et X_L (de la phase liquide) est estimée par des lois des mélanges linéaires, en fonction des fractions atomique (f_i) (Équation 53 et Équation 54), massiques (w_i), ou volumiques (g_i).

Equation 53 :

$$X_{S} = \sum_{i} f_{i} X_{S}$$
Équation 54 :

$$X_{L} = \sum_{i} f_{i} X_{L}$$

Les fractions volumiques de chaque matériau sont obtenues à partir de la fraction volumique locale de poudre dans la simulation (g_P) (Équation 55), et en fonction des fractions initiales dans la poudre (g_{i_P}) et dans la souscouche $(g_{i_{SC}})$.

Équation 55 :
$$g_i = g_{i_P} \cdot g_P + g_{i_{SC}} \cdot (1 - g_P)$$

Les fractions massiques et atomiques sont déduites des fractions volumiques.

Une exception à la loi des mélanges linéaire est faite pour la conductivité thermique en phase solide du mélange entre deux métaux purs. Dans les métaux la conduction de chaleur est réalisée par deux types de porteurs de chaleur, les phonons et les électrons. Lors de l'insertion d'éléments d'alliage (en solution solide), le transport d'électrons à travers la maille cristalline est fortement réduit, ce qui se traduit par une forte diminution de la conductivité thermique totale par rapport au métal pur initial (Figure 52) [340]. Cette diminution est moins flagrante lors du mélange entre deux alliages, puisque ces derniers comportent déjà, avant le mélange, des éléments d'alliage ayant diminué la conductivité. On peut ainsi noter qu'à température ambiante, l'ajout de 10% de Ni à du Cu pur fait chuter sa conductivité thermique de ~84% [340], alors qu'entre 30% et 40% de Ni la conductivité thermique de l'alliage ne diminue que de ~14% [340]. On constate également que cet effet est davantage marqué pour les basses températures (Figure 52).



Figure 52 : évolution de la conductivité thermique d'alliages CuNi en fonction de la fraction massique de Ni, pour différentes températures [340]

Pour prendre en compte cet effet nous utilisons la formule de Nordheim [341] qui introduit un terme quadratique pour l'augmentation de la résistivité en fonction du degré de mélange. L'Équation 56 est ainsi utilisée pour estimer la conductivité thermique des alliages (en phase solide) avec f_B la fraction atomique de l'élément B dans l'alliage AB, et C_{AB} le coefficient de Nordheim (de résistivité thermique) spécifique au couple mélangé et estimé par des données de la littérature (voir Annexe 4).

Équation 56 :

$$k_{S}^{AB} = \left(\frac{f_{B}}{k_{S}^{B}} + \frac{(1 - f_{B})}{k_{S}^{A}} + C_{AB}f_{B}(1 - f_{B})\right)^{-1}$$

Pour des mélanges entre les différents alliages binaires formés (CuNi, NiCr, CrMo, et MoW), nous utilisons une loi des mélanges linéaire (Équation 56 avec coefficient de Nordheim nul) pour estimer les conductivités thermiques des alliages formés.

Le coefficient de diffusion de l'élément de la poudre dans le liquide est estimé par l'Équation 57 [342], [343], dérivée de l'équation de Stokes-Einstein pour une particule de petite taille.

Équation 57 :

$$D_{m_L} = \frac{k_B T}{4\pi r_{ion} \mu}$$

Avec r_{ion} le rayon ionique [344] de l'élément constituant la poudre.

Également, les absorptivités à haute température des différents alliages liquides créés n'ayant pas été trouvées dans la littérature, nous avons utilisé l'Équation 58, présentée dans le livre de Brandes *et al.* [315] et obtenue à partir des équations de l'électromagnétisme de Maxwell. Cette équation permet d'estimer l'absorptivité de métaux en fonction de la longueur d'onde du laser λ_l et de la résistivité électrique ρ_{el} (dépendante de la température). Le premier terme de cette formule correspond à la relation de Hagen-Rubens, qui a déjà été utilisée dans la littérature pour estimer l'absorptivité de bains de fusion à haute température [180], [263], [345]. À noter que ces relations ne permettent pas une approximation valide pour des lasers de longueur inférieure à l'infrarouge [315].

$$\begin{split} & \acute{E}quation \ 58: \\ \alpha_l &= 0.365 \left(\frac{\rho_{el}}{\lambda_l}\right)^{1/2} + 0.0667 \left(\frac{\rho_{el}}{\lambda_l}\right) + 0.0061 \left(\frac{\rho_{el}}{\lambda_l}\right)^{3/2} \end{split}$$

Le livre Smithells de référence de propriétés de métaux (7ème édition) [315] ainsi que la base de propriétés du logiciel Comsol ont été utilisés pour estimer les propriétés en phase solide à haute température (à la température du solidus) et liquide (à la température du liquidus) des métaux utilisés, dont les valeurs sont présentées en Annexe 4.

Les différentes approximations utilisées ne permettent pas au modèle d'être réellement prédictif. Durant une étude de sensibilité du modèle (présentée en conférence [346]) nous avons pu identifier que les propriétés les plus influentes sur la taille et la température du bain sont l'absorptivité, la conductivité thermique et la température de fusion. Pour progresser vers la prédiction de fabrications, ces propriétés devraient donc être mesurées le plus précisément possible. Durant notre thèse, nous avons utilisé le modèle pour reproduire certaines fabrications, en utilisant notamment la hauteur ou la composition réelles des couches formées comme donnée d'entrée de la simulation.

2.3.5 Résolution numérique

Le modèle mathématique présenté est implémenté dans le logiciel de simulation numérique par éléments finis Comsol. Des fonctions d'interpolation linéaires sont utilisées pour toutes les variables discrétisées. Chaque variable est normée par sa valeur maximale durant le calcul. Les différentes équations sont successivement résolues de manière itérative avec le solveur linéaire direct Pardiso [347] implémenté dans Comsol, jusqu'à ce que la différence relative entre la solution calculée et la solution de l'itération précédence devienne inférieure à 0.1%. Un maillage quadrilatéral régulier est utilisé pour discrétiser le domaine fluide (Figure 45). Pour le reste du domaine entier, un maillage tétraédrique irrégulier (Figure 45) est généré par algorithme. Une étude de l'impact de la taille du maillage sera réalisée en section 3.1.

Une station de calcul portable a été utilisée pour réaliser les calculs, dotée d'un processeur Intel® Xeon® E-2286M et de 64 Go de mémoire vive. Les calculs sont réalisés typiquement entre 30 min et 7 h, en fonction de la complexité de la simulation (variations brutales de propriétés ou de variables calculées). Ce temps de calcul modéré permet une utilisation quotidienne, couplée aux fabrications réelles.

La Figure 53 est un exemple de simulation d'un dépôt multi-matériaux, pour de la poudre de Mo injectée dans un bain à la surface d'une couche de Cr pur. On peut remarquer sur la face avant la distribution de composition et le profil correspondants au cordon précédent. Les contours bleu et noir représentent les isothermes de la température de fusion locale et de la température d'ébullition locale (dépendantes de la composition). Le contour bleu représente l'isotherme de température de fusion de la poudre (Mo pur). La pression de recul exercée par la vaporisation dans cette zone provoque un certain creusement de la surface (Figure 53).



Figure 53 : vue de perspective du domaine fluide d'une simulation exemple, avec la distribution de Mo, les isothermes caractéristiques du bain, et les flèches des vecteurs vitesse à la surface

Le modèle proposé permet de fournir des estimations des caractéristiques du bain, ce qui est utile pour la compréhension de l'influence des phénomènes et des tendances en fonction des paramètres. Les principales caractéristiques obtenues sont les dimensions des cordons formés (présentées dans la Figure 54), la température et vitesse maximale à du fluide, et la composition moyenne de la poudre mélangée à la sous-couche.



Figure 54 : exemple de simulation finalisée, coupe verticale de la couche (normale à la direction de fabrication), avec traces du cordon déposé et du cordon précédent, et la distribution de la composition du matériau injecté

- 2.4 Calcul de la dissolution et mélange des particules dans le liquide
- 2.4.1 Calcul de la proportion de particules résiduelles

Les particules solides intégrées au bain peuvent passer en phase liquide du fait de deux mécanismes, la fusion dans la partie chaude du bain, et la dissolution progressive par diffusion dans le liquide. En prenant en compte ces deux phénomènes il est possible d'estimer la fraction volumique de particules solides résiduelles après solidification du bain.

On considère d'abord que les particules injectées à la surface liquide vont toutes intégrer le cœur du bain, qu'elles soient liquides ou toujours sous forme solide. Il est supposé que les particules sont instantanément portées à la température de la surface, et elles seront donc considérées comme fondues si cette température dépasse leur point de fusion. Le débit volumique totale $Q_P^{V^{tot}}$ de poudre intégrée dans le bain peut alors être décomposé en deux contributions (Équation 59), un débit volumique de poudre intégrée sous forme solide $(Q_P^{V^{(T \ge T_L) \& (T < T_{f_P})})$, et un autre sous forme liquide $(Q_P^{V^{(T \ge T_L) \& (T \ge T_{f_P})})$.

Équation 59 :

$$Q_{P}^{V^{tot}} = Q_{P}^{V^{(T \ge T_{L})} \& (T < T_{f_{P}})} + Q_{P}^{V^{(T \ge T_{L})} \& (T \ge T_{f_{P}})}$$

Ces deux débits volumiques de poudre sont obtenus par intégration à la surface du bain simulé par le modèle numérique.

$$Q_P^{V(T \ge T_L) \& (T \ge T_{f_P})} = \int_{S_{top}} (\vec{j}_P^V \cdot \vec{n}) \ (T \ge T_L) (T \ge T_{f_P}) dS_{top}$$
$$Q_P^{V(T \ge T_L) \& (T < T_{f_P})} = \int_{S_{top}} (\vec{j}_P^V \cdot \vec{n}) \ (T \ge T_L) (T < T_{f_P}) \ dS_{top}$$

Pour estimer la fraction volumique $g_{res\,fusion}$ de poudre résiduelle dans le bain, après fusion partielle d'une quantité de poudre donnée, nous utilisons la fraction volumique de poudre intégrée sous forme liquide par rapport à la quantité totale intégrée dans le bain (Équation 60).

$$Equation \ 60:$$

$$g_{P \ res \ fusion} = \frac{Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T < T_{f_P})}}{Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T < T_{f_P})} + Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T \ge T_{f_P})}}$$

Pour quantifier la dissolution moyenne des particules solides dans la partie froide du bain (pour $T < T_{f_P}$), nous nous basons sur le modèle de Hsu et Liu [278] détaillé précédemment (section 1.3.1.1.2). Nous rappelons en Équation 61 l'équation de la vitesse de diminution de la taille d'une particule solide par diffusion dans le liquide depuis la surface.

$$\hat{E}quation \ 61:$$

$$\frac{d \varpi_P}{dt} = -2Sh \frac{D_{m_L}}{\varpi_P} \frac{\rho}{\rho_P} \left(w_P_L^{sat} - w_{P_L} \right)$$

Les propriétés dans le liquide (coefficient de diffusion massique de la poudre dans le liquide D_{m_L} , masse volumique liquide ρ , fraction de poudre alliée dans le liquide w_{P_L}) sont estimées par des moyennes dans la partie froide (pour $T < T_{f_P}$) du bain simulé.

La fraction massique à saturation $w_{P_L}^{sat}$ est calculée à partir de la fraction atomique à saturation $f_{P_L}^{sat}$, estimée en supposant une évolution linéaire de T_L (la température du liquidus du mélange) avec la fraction atomique f_{P_L} de l'élément de la poudre réfractaire allié au liquide (Équation 62).

Equation 62 :
$$f_{P_L}^{sat} = \frac{T^{sat} - T_{L_0}}{T_{f_P} - T_{L_0}}$$

Avec T_{f_P} la température de fusion de la poudre et T_{L_0} le liquidus du matériau de la sous-couche sans élément de la poudre, et T^{sat} la température du liquide à la surface de la particule, qu'on estime par la température moyenne dans la partie froide du bain simulé (pour $T < T_{f_P}$).

Sh est le nombre de Sherwood, défini dans ce problème par l'Équation 63.

$$Sh = 2 + 0.6 \left(\frac{U_P \cdot \varnothing_P}{\nu}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\nu}{D_{m_L}}\right)^{\frac{1}{3}}$$

Équation 63 .

Avec U_P la vitesse relative moyenne de la particule dans le liquide, et ν la viscosité cinématique moyenne du liquide dans la partie froide du bain.

Lorsque la particule est de densité différente de celle du fluide, elle possédera du fait de la gravité une accélération verticale non-nulle. Une force de trainée s'opposera à cette accélération dans le fluide. À l'état stationnaire (équilibre des forces verticales) la vitesse verticale $U_{P_{\tau}}$ peut être définie par l'Équation 64 [278].

Équation 64 :

$$U_{P_Z} = \left(\frac{2}{27}g\left|\frac{\rho_P}{\rho} - 1\right|\right)^{5/7} (\emptyset_P)^{8/7} \left(\frac{\rho}{\mu}\right)^{3/7}$$

Le fluide étant considéré comme turbulent, il existe également une vitesse turbulente du liquide autour de la particule. L'amplitude moyenne de cette vitesse U_{turb} peut être estimée à partir de la vitesse moyenne non turbulente U_{moy} , avec l'Équation 65 tirée des travaux de Chakraborty *et al.* sur l'analyse théorique de la turbulence dans les bains de fusion formés par laser [169].

Équation 65 :

$$U_{turb} = 0.5889 U_{moy}$$

La valeur de la vitesse U_{moy} est estimée par la moyenne de la vitesse dans la partie froide du bain.

Durant nos simulations, il a été constaté que les composantes horizontales (x, y) de la vitesse et de la turbulence du fluide sont généralement grandes devant la composante verticale (z). En négligeant la présence de cette composante verticale dans la vitesse U_{turb} , on écrit finalement la vitesse totale caractéristique du fluide autour de la particule avec l'Équation 66.

Équation 66 :

$$U_P = \sqrt{U_{P_Z}^2 + U_{turb}^2}$$

Pour résoudre l'Équation 61 nous utilisons une vitesse et un nombre de Sherwood constant, déterminés pour une particule solide caractéristique de diamètre \emptyset_{P_0} . Ce diamètre caractéristique \emptyset_{P_0} est défini comme le diamètre moyen de la poudre injectée. Des calculs numériques prenant en compte des vitesses et des nombres de Sherwood variant avec le diamètre ne diffèrent que de 4% en moyenne par rapport au calcul analytique approximatif.

La résolution de l'Équation 61 en partant d'un diamètre initial \emptyset_{P_0} permet d'aboutir à l'expression du diamètre \emptyset_P en fonction du temps, et ainsi d'estimer le diamètre moyen à la fin de la dissolution dans le liquide (Équation 67).

Équation 67 :

$$\varphi_{P_{disso}} = \sqrt{\varphi_{P_0}^2 - 4t_L \cdot Sh \cdot D_{m_L} \frac{\rho}{\rho_P} \left(w_{P_L}^{sat} - w_{P_L} \right)}$$

Avec t_L le temps de passage caractéristique en phase liquide, calculé par l'Équation 68.

Équation 68 :

$$t_L = \frac{l_{B_{moy}}}{U_S}$$

 $l_{B_{mov}}$ étant la longueur moyenne du bain (déterminée avec la simulation du bain), et U_S la vitesse de balayage.

Pour une quantité de poudre donnée, la fraction volumique de poudre résiduelle après dissolution partielle $g_{res \ disso}$ est donnée par l'Équation 69.

$$g_{P res \ disso} = \left(\frac{\varpi_{P_{disso}}}{\varpi_{P_0}}\right)^3 = \left(1 - 4 t_L \cdot Sh \frac{D_{\mathrm{m}_L}}{\varpi_{P_0}^2} \frac{\rho}{\rho_P} \left(w_{P_L}^{\ sat} - w_{P_L}\right)\right)^{3/2}$$

On peut également en déduire l'expression de la durée t_{disso} (Équation 70) nécessaire pour que la dissolution soit complète, c'est-à-dire pour que $g_{P res disso}$ devienne égale à zéro.

Équation 70 :

$$t_{disso} = \left(4 Sh \frac{D_{m_L}}{\omega_{P_0}^2} \frac{\rho}{\rho_P} \left(w_{P_L}^{sat} - w_{P_L}\right)\right)^{-1}$$

La fraction volumique totale $g_{P\,res}^{couche}$ de poudre résiduelle au sein du cordon déposé va dépendre du taux de dissolution $g_{P\,res\,disso}$ de la poudre par le bain, mais également de la fraction g^{ajout} de l'aire de la zone en cours de construction et de sa fraction volumique de poudre infondue $g_{P\,res\,fusion}$, ainsi que des fractions $g^{ref\,cordon}$ et $g^{ref\,couche}$ de refusion avec le cordon précédent et avec la couche précédente, et des fractions de poudre résiduelle associées $g_{P\,res}^{ref\,cordon}$ et $g^{ref\,couche}$ (Équation 71).

Équation 71 :

$$g_{P\,res}^{couche} = (g_{P\,res\,disso}) \left(g^{ajout} g_{P\,res\,fusion} + g^{ref\,cordon} g_{P\,res}^{ref\,cordon} + g^{ref\,couche} g_{P\,res}^{ref\,couche} \right)$$

La Figure 55 illustre la zone construite, la zone refondue du cordon précédente, et la zone refondue de la souscouche, pour une simulation exemple.



Figure 55 : exemple de simulation finalisée, coupe verticale de la couche (normale à la direction de fabrication), avec zones caractéristiques du cordon déposé

En prenant en compte que le cordon déposé est similaire au cordon précédent, et en supposant que la distribution de particules est homogène dans les cordons, on peut écrire la relation de l'Équation 72.

Équation 72 :

$$g_{P\,res}^{couche} = g_{P\,res}^{ref\,cordon}$$

On peut alors obtenir l'Équation 73.

Équation 73 :

$$g_{P\,res}^{couche} = \left(\frac{g_{P\,res\,disso}}{1 - g^{ref\,cordon}g_{P\,res\,disso}}\right) \left(g^{ajout}g_{P\,res\,fusion} + g^{ref\,couche}g_{P\,res}^{ref\,couche}\right)$$

Les fractions g^{ajout} , $g^{ref \ cordon}$, et $g^{ref \ couche}$ sont déterminées avec la simulation du bain (Figure 55).

Finalement pour une quantité de poudre donnée, le taux volumique $g_{P res mix}$ de particules résiduelles après fusion et dissolution est déterminé par l'Équation 74, à partir du rapport du taux de poudre résiduelle sur le taux de poudre total (sous forme liquide et solide) dans la couche g_P^{couche} déterminé ici par la simulation.

$$g_{P\,res\,mix} = \frac{g_{P\,res}^{couche}}{g_{P}^{couche}}$$

Équation 74 :

On peut alors utiliser ce taux pour estimer en tout point, à partir d'un champ de fraction volumique de poudre local g_P^{local} , et de la fraction volumique locale g_P^{local} de poudre résiduelle (Équation 75).

$$\hat{E}quation \ 75: \\ g_{P\ res\ mix}^{local} = g_{P}^{local} \cdot g_{P\ res\ mix}$$

Enfin, on peut calculer la fraction locale de poudre alliée dans le liquide :

$$g_{P_L}^{local} = \frac{g_P^{local}(1 - g_{P res mix})}{1 - g_P^{local} \cdot g_{P res mix}}$$

73

En appliquant ce calcul à la distribution de la fraction de poudre de la simulation du bain de fusion, on peut finalement obtenir la fraction moyenne $w_{P_L}^{(T < T_{f_P})}$ d'élément de poudre alliée au liquide dans la partie froide du bain (pour $T < T_{f_P}$).

Le problème est non-linéaire puisque le calcul de la dissolution dépend au départ de $w_{P_L}^{(T < T_{f_P})}$, dans l'Équation 69. La résolution est réalisée dans Comsol, par itération jusqu'à ce que la valeur de $w_{P_L}^{(T < T_{f_P})}$ soit stabilisée (écart relatif inférieur à 0.1%).

2.4.2 Calcul du mélange dans le liquide

Lorsqu'une particule est fondue dans le bain (devenant une gouttelette), le mélange avec le liquide est réalisé par déformation de la gouttelette et diffusion progressive (pour des métaux miscibles en phase liquide). Des analyses d'échelles fournies par Villermaux [348] indiquent que pour une gouttelette de diamètre initiale \emptyset_{P_0} cisaillée dans un liquide avec un taux de déformation γ_{def} , le temps caractéristique t_{mix} permettant un mélange homogène peut être estimé par l'Équation 77 [348].

Équation 77 :

$$t_{mix} = \frac{1}{\gamma_{def}} P e^{\frac{1}{3}}$$

Avec Pe le nombre de Péclet du système (Équation 78) [348].

Equation 78 :

$$Pe = \frac{\gamma_{def} \cdot (\emptyset_{P_0})^2}{D_{m_i}}$$

Avec D_{m_l} le coefficient de diffusion massique de la poudre dans le liquide.

Nous estimons ici le taux de déformation caractéristique d'une gouttelette dans le bain avec l'Équation 79, fonction de la vitesse caractéristique à la surface $U_{surface}$ et du rayon de la recirculation du fluide dans, pris égale à la moitié de l'épaisseur totale du bain ep_L .

Le temps caractéristique du passage en phase liquide t_L (durée de vie de la phase liquide) est calculé avec l'Équation 80.

Équation 80 :
$$t_L = \frac{l_{B_{moy}}}{U_s}$$

 $l_{B_{moy}}$ étant la longueur moyenne du bain, déterminée avec la simulation numérique du bain, et U_S la vitesse de balayage.

On peut exprimer *Mix* l'indicateur de l'homogénéité du mélange en comparant les deux temps caractéristiques (Équation 81).

Équation 81 :

$$Mix = \frac{t_L}{t_{mix}} = \left(\frac{2}{3}\frac{l_{B_{moy}}}{U_S}\right) \left(\frac{\left(U_{surface}\right)^2 \cdot D_{m_L}}{0.25ep_L^2 \cdot \left(\emptyset_{P_0}\right)^2}\right)^{\frac{1}{3}}$$

1

Lorsque cette valeur est supérieure à 1, le temps de passage en phase liquide dépasse le temps caractéristique permettant un mélange homogène. On peut constater que le mélange s'améliore notamment plus la vitesse de balayage est basse, plus la vitesse du fluide est élevée, ou encore plus la taille de la gouttelette initiale est faible.

Il est également possible d'estimer, à partir du travail de Villermaux [348], $f_{P_L}^{max}$ la fraction atomique résiduelle maximale de la poudre injecté dans le liquide pur après mixage et solidification du bain avec l'Équation 95. Cette fraction peut être vue comme un indicateur d'hétérogénéité du mélange.

Équation 82 :

$$f_{P_{L}}^{max} = erf\left(\frac{1}{4\sqrt{\frac{D_{m_{L}}}{\left(\emptyset_{P_{0}}\right)^{2}}t_{L}\left(1+\frac{1}{3}\left(\gamma_{def}\cdot t_{L}\right)^{2}\right)}}\right)$$

En prenant des valeurs caractéristiques de 0.2 mm d'épaisseur et 1 mm de longueur du bain [124], une particule liquide de 100 μ m de diamètre, 10 mm/s de vitesse de balayage, 100 mm/s de vitesse du fluide, ainsi qu'un coefficient de diffusion de 2 μ m²/ms [124], on obtient une fraction résiduelle maximale de l'ordre de 1.7% (dans le cœur du cordon). Ainsi la durée du passage en phase liquide permet en théorie un mélange homogène, comme cela est généralement constaté expérimentalement lorsque la poudre injectée est fondue et mélangée par le bain (pour des métaux miscibles en phase liquide et des vitesses pas trop élevées). L'indicateur $f_{P_L}^{max}$ sera utilisé pour mieux comprendre les différents mélanges obtenus durant nos fabrications.

3 Étude de cas dépôt Cr sur 316L et validation du modèle

| 3 | Étude de cas dépôt Cr sur 316L et validation du modèle | 76 |
|-----|--|----|
| 3.1 | Moyens et méthodologie | 77 |
| 3.2 | Importance de la turbulence | 77 |
| 3.3 | Importance de l'effet Marangoni | 86 |

Une étude de cas d'une fabrication dissimilaire « modèle » a été en premier lieu réalisée et comparée à des simulations avec le modèle numérique du procédé à l'échelle du bain de fusion.

3.1 Moyens et méthodologie

Un dépôt de couche de Cr pur sur 316L a été utilisé pour la comparaison à la simulation, du fait de sa disponibilité au moment du développement du modèle. La bonne miscibilité du Cr avec le 316L (base Fe-Ni-Cr), la bonne connaissance des propriétés du Cr pur et du 316L, ainsi que de la différence non-négligeable des températures de fusion (~400 °C) font de ce dépôt un cas d'intérêt à analyser pour progresser dans la compréhension de la fabrication additive avec matériaux dissimilaires.

Une plaque de 316L de dimensions 100x50x20 mm est utilisée comme substrat, sans préchauffage. 5 couches sont construites par projection laser de poudre de Cr pur. La première couche comporte 8 cordons, les 4 autres couches comportent 6 cordons. Le dernier cordon de la 1^{ère} couche n'est pas recouvert par la couche supérieure, et il est analysé et comparé à la simulation. Après optimisation paramétrique, la puissance utilisée pour l'étude a été de 800 W, la vitesse de balayage de 10 mm/s, et l'espacement latéral de 0.8 mm (*Hatching Distance*). La hauteur des couches de Cr est en moyenne de 0.49 mm, correspondant à un débit volumique de fabrication égal à 3.9 mm³/s. Pour ces premières simulations, nous avons supposé que les températures maximales restent inférieures à la température d'ébullition du liquide. Les hauteurs des cordons fabriqués sont ici utilisées comme paramètres d'entrée pour les simulations. Le détail de tous les paramètres et des propriétés matériaux utilisés est donné dans l'article basé sur cette étude [349].

La Figure 56 présente les clichés optiques de la section du 1^{er} cordon et de la section du dernier cordon de la 1^{ère} couche construite, avec les contours tracés à partir du contraste de l'image.



Figure 56 : (gauche) cliché optique de la section du 1^{er} cordon, (droite) cliché optique de la section du dernier cordon ; les traits en pointillé indiquent les contours détectés de la surface des cordons

3.2 Importance de la turbulence

La turbulence peut avoir une importance non-négligeable sur le mélange de différents métaux dans des bains de fusion [170]. Cependant, comparés aux bains de fusion des travaux de Wirth *et al.* [165] ou de Chakraborty *et al.* [170], les bains de fusion formés en fabrication additive peuvent être de bien plus petites tailles. Lorsque la taille du système est réduite, la turbulence du fluide diminue en intensité, jusqu'à disparaitre pour une taille critique correspondant à un nombre de Reynolds critique [166]. Le nombre de Reynolds critique n'ayant pas été formellement défini pour les bains de fusion en fabrication additive, nous utilisons ici deux modèles, un utilisant le modèle de turbulence *low-Reynolds* RANS *k-ɛ-v²-f*, et un autre sans prise en compte de la turbulence (modèle dit laminaire), dont nous comparons les résultats aux analyses de la fabrication réelle. La simulation du dernier cordon de la 1^{ère} couche de Cr sur 316L est choisie pour cette étude, qui a donné lieu à une publication [349].

Une étude de convergence du maillage a tout d'abord été réalisée, pour le modèle avec turbulence, pour s'assurer que les gradients sont correctement résolus et que l'erreur numérique du fait de la discrétisation est suffisamment faible. En analysant des simulations préliminaires, nous avons constaté la présence de forts gradients verticaux de la vitesse sous la surface du bain, induits par l'effet Marangoni. À partir des ratios entre les gradients de vitesse verticaux à la surface et dans le cœur du bain, les épaisseurs verticales des éléments situés proches de la surface (dans une épaisseur de 40 μ m) ont été prises comme 10 fois plus petites que les épaisseurs verticales du reste du domaine liquide (sous 40 μ m depuis la surface). De manière similaire, la longueur et la largeur (horizontales) des éléments ont été prises comme 3 fois plus grandes que l'épaisseur verticale des éléments du domaine liquide sous 40 μ m depuis la surface. La Figure 57 et la Figure 58 permettent d'évaluer l'évolution des principales caractéristiques de la solution en fonction du nombre d'éléments total.



Figure 57 : évolution de la largeur du bain, taux (volumique) de poudre dans le bain, et température maximale du bain, avec le nombre d'éléments



Figure 58 : évolution du maximum de la vitesse du fluide et de la viscosité turbulente, avec le nombre d'éléments

Comme indicateur de la vitesse est choisie la vitesse au point où la viscosité turbulente est maximale, qui apparaît bien caractériser le champ de vitesse au cœur de la surface du bain (Figure 59). La valeur de 0.4 m/s calculée ici est d'ailleurs proche des valeurs des vitesses maximales moyennes mesurées par caméra rapide à la surface de bains de fusion [153].



Chapitre 3 : Étude de cas dépôt Cr sur 316L et validation du modèle

Figure 59 : isovaleurs de la viscosité turbulente à la surface du bain de fusion (simulation avec turbulence), vecteurs vitesses (amplitude maximale de 2.2 m/s), et valeur de la vitesse du fluide au point où la viscosité turbulente est maximale (encadré gris)

Pour la validation du modèle et l'étude de la turbulence, nous avons sélectionné le maillage comportant 323193 éléments, d'épaisseur de maille égale à 2 µm au minimum (au contact de la surface libre) et 20 µm au maximum. Le temps de calcul total est de 7 heures.

La Figure 60 présente le résultat de simulation avec turbulence du dépôt du dernier cordon de la 1^{ère} couche. On peut constater que le bain recouvre partiellement le cordon précédent. Le sens de circulation du liquide à la surface est majoritairement du centre vers la périphérie, du fait des plus basses températures à la périphérie de la surface qui provoquent ici une augmentation de la tension de surface. La largeur du bain est d'environ 1.25 mm pour les deux modèles (avec et sans turbulence).



Figure 60 : vue de perspective de la simulation du dépôt du dernier cordon, avec distribution de la fraction massique de Cr, et à la surface les flèches des vecteurs vitesse (amplitude maximale de 2.2 m/s), les isothermes liquidus et solidus, et les arêtes du maillage sur les faces latérales

La Tableau 5 présente le maximum de la température et celui de la vitesse du fluide à la surface, ainsi que le nombre de Reynolds *Re* que nous définissons selon l'Équation 83, pour les simulations des modèles avec et sans turbulence.

$$\acute{Equation 83:}$$
$$Re = \frac{U^{max}}{v^{max}} \frac{L_{bain}}{2}$$

Avec U^{max} la vitesse maximale du fluide, L_{bain} la longueur du bain, et v^{max} la viscosité cinématique maximale du liquide (viscosité intrinsèque).

Tableau 5 : maximum de la température et de la vitesse du fluide à la surface, et nombre de Reynolds calculé,
pour les simulations des modèles avec et sans turbulence

| Modèle | T^{max} | U^{max} | Re |
|-----------------|-----------|-----------|------|
| Avec turbulence | 2900 K | 2.2 m/s | 1485 |
| Sans turbulence | 3200 K | 3.7 m/s | 2602 |

On peut comparer les nombres de Reynolds calculés à des estimations du nombre de Reynolds critique (pour les bains de fusion) proposées dans la littérature. Chakraborty *et al.* ont proposé dans leurs études sur la turbulence dans les bains de fusion [157], [168], [171] que le Reynolds critique était de l'ordre de 100, avec des données expérimentales suggérant une valeur proche de 600. Les valeurs calculées ici (Tableau 5) sont de l'ordre de 1000, on peut donc penser que la turbulence est effectivement non-négligeable dans notre cas.

On constate avec le Tableau 5 que la prise en compte de la turbulence provoque une baisse de la température et de la vitesse maximale, comparé à la simulation sans turbulence. Le Tableau 6 permet d'évaluer l'importance des diffusivités turbulentes introduites par le modèle de turbulence, par rapport aux diffusivités intrinsèques (viscosité, diffusivité thermique, coefficient de diffusion chimique). Il est à rappeler que ces diffusivités turbulentes sont des représentations macroscopiques de l'effet moyen et local des transports advectifs causés par les tourbillons turbulents. On constate que cette diffusion turbulente augmente la diffusion de la quantité de mouvement jusqu'à un facteur de 20 (par rapport à la viscosité cinématique intrinsèque) et la diffusivité thermique jusqu'à un facteur de 0.6 (par rapport à la diffusivité thermique intrinsèque). L'introduction de ces effets de diffusion supplémentaires est la raison de la diminution de la température et de la vitesse maximale par rapport à la simulation sans turbulence (Tableau 5).

Tableau 6 : maximum des diffusivités turbulentes et des ratios de la diffusivité turbulente sur diffusivitéintrinsèque, pour la simulation avec turbulence

| | Viscosité | Thermique | Chimique |
|---|-------------------|-------------------|-------------------|
| Diffusivité turbulente maximale (m ² /s) | $5 \cdot 10^{-6}$ | $4 \cdot 10^{-6}$ | $6 \cdot 10^{-6}$ |
| Maximum du ratio diffusivité turbulente sur intrinsèque | 20 | 0.6 | 7000 |

Les vitesses élevées générées à la surface du bain entrainent l'apparition de vortex dans le bain, mis en évidence par les lignes de courant dans la Figure 61. Une augmentation de la viscosité ayant tendance à diffuser la vorticité, des vortex plus larges sont observés pour la simulation avec turbulence (Figure 61).



Figure 61 : coupe verticale du bain (plan xz à y=0) des simulations avec (gauche) et sans turbulence (droite), avec la distribution de la fraction massique de Cr, les isothermes liquidus (en blanc) et solidus (en noire), et des lignes de courant de l'écoulement

Dans les deux simulations, environ 0.1 mm de substrat en 316L est fondu et partiellement mélangé avec le Cr dans le bain de fusion (Figure 61). La forme irrégulière de l'isotherme du liquidus est attribuée à la complexité du mélange résultant de la dynamique du fluide et la diffusion entre le bain et le substrat. En effet, la température de fusion du chrome étant environ 400 K supérieure au liquidus du 316L, une transition de la température de solidification s'opère à l'interface bain – substrat. Lorsque du liquide riche en Cr du bain pénètre la zone fondue du substrat et s'y mélange partiellement, sa température passe en-dessous du point de fusion du Cr et ce liquide va donc commencer à se solidifier, tout en continuant à se mélanger partiellement avec le substrat encore liquide.

La Figure 62 présente les coupes de la simulation du dernier cordon (après solidification du bain) recouvrant le cordon précédent.



Figure 62 : coupe verticale (plan yz après solidification du bain) des simulations avec (gauche) et sans turbulence (droite), avec distribution de la fraction massique de Cr, et les contours des zones chauffées audelà du liquidus (en blanc) et du point de fusion du Cr pur (en magenta)

La Figure 63 révèle les profils de composition du Cr le long des flèches en pointillé, avec la cordonnée z prise ici égale à 0 à la surface du substrat.



Figure 63 : évolution de la fraction massique de Cr le long des flèches verticales en pointillé sur la Figure 62, et comparaison avec la distribution du profil EDS effectuée le long de la flèche verticale en pointillé sur la Figure 66

On constate que le mélange de Cr dans le substrat (en-dessous de z=0) est surestimé par la simulation (Figure 63). Cet écart sera discuté en détail par la suite. Une zone homogène en composition est visible dans la partie haute des cordons, d'environ 200 μ m d'épaisseur pour la simulation avec turbulence (partie horizontale de la courbe rouge dans la Figure 63), et d'environ 100 μ m d'épaisseur pour la simulation sans turbulence (modèle laminaire). La zone homogène plus épaisse dans la simulation avec turbulence peut être attribuée en partie à la présence du vortex plus large à l'arrière du bain (Figure 61). Dans la simulation sans turbulence, le mélange des espèces est essentiellement réalisé par le transport advectif, et la distribution finale de la concentration dans le cordon est donc générée par la circulation complexe de l'écoulement dans le bain de fusion (Figure 62). Dans le cas de la simulation avec turbulence, les plus larges vortex et l'augmentation de la diffusion effective jusqu'à un facteur 7000 provoquent le passage d'un mélange dominé par l'advection vers un mélange contrôlé par la diffusion turbulente, ce qui tend à lisser les isovaleurs de la distribution de fraction massique (Figure 62). Il est à rappeler que cette diffusion turbulente macroscopique est en réalité due à la présence des tourbillons turbulents microscopiques (non résolus par le maillage utilisé). À cette petite échelle, l'entrelacement des lignes de courant sur des distances très courtes provoque des cisaillements intenses, et donc de la diffusion à l'échelle macroscopique.

La Figure 64 permet de caractériser l'intensité de la diffusion turbulente calculée. On constate que les zones du bain les plus turbulentes se trouvent près de la surface, du fait des forts gradients de vitesse générés par l'effet Marangoni.



Figure 64 : coupe verticale du bain (plan xz à y=0) de la simulation avec turbulence, avec la distribution du ratio de la viscosité turbulente sur la viscosité cinématique intrinsèque, et avec les isothermes de solidification

Pour approfondir la caractérisation de la turbulence dans ce bain de fusion, nous présentons ici les distributions (Figure 65) de la fluctuation relative de la vitesse normale aux lignes de courant ζ ainsi que de la fonction de mélange elliptique α , toutes deux des variables propres au modèle k- ε - ζ - α utilisé, et qui ont été introduites dans la section 1.2.4.2.



Figure 65 : évolution de ζ la fluctuation relative de la vitesse normale aux lignes de courant, et de α la fonction de mélange elliptique, le long de la flèche verticale en pointillés sur la Figure 64

Une valeur de α inférieure à 1 indique que la turbulence est localement amortie par l'atténuation globale induite par les frontières solides du bain de fusion. La Figure 65 nous permet donc de conclure que dans le bain de fusion, l'amortissement par les frontières a un effet global, depuis le fluide proche de ces frontières jusqu'aux zones proches de la surface libre où la turbulence est maximale. La valeur de ζ est également inférieure à 1, ce qui indique que la turbulence est anisotrope dans tout le bain de fusion. Cette anisotropie est la conséquence de l'effet d'amortissement global par les frontières solides, ainsi que de la forte nature rotationnelle de l'écoulement dans le bain de fusion. Ces observations permettent de souligner la pertinence du modèle de type v^2 -f pour modéliser la turbulence est isotrope (ζ partout égal à 1) et de plus ils ne considèrent l'amortissement par les frontières solides qu'au niveau local (proche de ces frontières) au moyen d'une fonction dite « de paroi ». Ces approximations peuvent résulter en une surestimation de l'intensité de la turbulence [242].

Sur la Figure 66 est inclus le profil de quantification chimique par EDS réalisé sur la coupe de la fabrication, le long de la flèche noire en Figure 63.



Figure 66 : cliché optique de la section du dernier cordon, avec les contours bleus délimitant approximativement les zones fondues expérimentales, et les contours blanc et magenta délimitant les zones fondues dans la simulation avec turbulence

En comparant ce profil expérimental aux profils des simulations, nous avons pu calculer que l'erreur relative sur la fraction massique moyenne de Cr dans la couche (Figure 63) s'élève à 10% pour la solution sans turbulence, et 5% pour la solution avec turbulence. Pour ce qui est de la reproduction des zones fondues, la Figure 66 permet d'observer que le résultat de la simulation (ici avec turbulence) est relativement proche des zones fondues expérimentales. Les contours bleus délimitent approximativement les zones fondues expérimentales. Les contours bleus délimitent approximativement les zones fondues chauffée au-delà du liquidus (en blanc) et au-delà du point de fusion du Cr pur (en magenta). On peut corréler la zone simulée correspondant à la fusion des particules de Cr (contour magenta) au cœur homogène du cordon de la coupe expérimentale (contour bleu foncé). La zone simulée correspondant à la fusion du substrat (sous le contour magenta) peut être corrélée dans la coupe expérimentale à une zone fondue du substrat (contour bleu clair), qui apparaît être une interface irrégulière entre le dépôt et le substrat moins réfractaire.

Il apparaît que le mélange du liquide riche en Cr avec le 316L fondu (sous z=0 dans les Figure 62, Figure 63 et Figure 66) est plus faible en réalité que ce qui est calculé. Une cause possible de cet écart est l'apport de poudre, dont la description dans le modèle est très simplifiée par rapport à la réalité, puisque définie comme un apport de matière continu au lieu de particules discrètes. Au cours de l'expérience, certaines particules de Cr infondues ont probablement pu perturber la dynamique du bain à la surface, et ainsi altérer la pénétration du liquide dans le substrat fondu. On peut d'ailleurs observer sur la Figure 66 la présence de morceaux de Cr résiduels situés à l'interface bain – substrat, le cercle vert mettant en avant la présence d'une possible particule résiduelle. D'autres de ces particules dans la simulation pourrait être nécessaire pour améliorer la justesse du modèle. Une meilleure modélisation de la dynamique du fluide dans la zone pâteuse serait également utile pour correctement prédire le mélange aux interfaces, en prenant notamment en compte la ségrégation lors de la solidification, ainsi que la germination et le mouvement de grains formés dans la zone pâteuse. Pour aboutir à un modèle réellement prédictif il serait de plus nécessaire d'utiliser des propriétés matériaux plus précises.

Concernant le choix de l'utilisation ou non d'un modèle de turbulence pour simuler le bain de fusion en projection laser, il apparaît que la turbulence dans le fluide ait un impact non négligeable sur les caractéristiques du bain simulé, et que sa prise en compte permet une meilleure estimation du profil de fraction massique de Cr dans le cordon final.

Pour clarifier davantage l'influence de la turbulence du fluide dans les bains de fusion en fabrication additive, nous avons effectué des simulations supplémentaires avec différentes largeurs de bain de fusion (entre 0.04 mm et 8 mm). La taille du spot laser, la puissance et le débit massique sont ajustés pour obtenir des bains de fusion de même rapport de largeur sur taille de spot laser, et de même rapport de la hauteur sur taille de spot laser. Pour une meilleure identification de l'apparition de la turbulence, la vitesse caractéristique utilisée pour calculer un nouveau nombre de Reynolds Re* (Équation 83) a été choisie comme étant la vitesse au point où la viscosité turbulente est maximale à la surface. La Figure 67 présente les valeurs du rapport de la viscosité turbulente maximale v_T^{max} sur la viscosité intrinsèque maximale v^{max} à la surface de chaque bain simulé (d'environ $1 \cdot 10^{-6} m^2/s$), en fonction du nombre de Reynolds Re*.



Figure 67 : évolution du ratio v_T^{max}/v^{max} à la surface des bains de fusion, en fonction du nombre de Reynolds Re* ; les nombres présents au-dessus de chaque point indiquent la taille (en mm) du spot laser correspondant au bain simulé

Les bains de fusion plus larges présentent des nombres de Reynolds et viscosités turbulentes plus élevées, ce qui engendre dans les bains simulés des diffusions plus fortes de la quantité de mouvement, de la chaleur, et des éléments (par rapport à des simulations sans turbulence). Un point d'inflexion de la courbe (Figure 67) est détecté entre les points correspondant à des Re* entre 268 et 446 (spots laser entre 1.4 mm et 4.2 mm). L'analyse des deux simulations associées révèle que cette transition correspond au moment où la viscosité turbulente moyenne (volumique) dépasse la viscosité intrinsèque maximale.

Il est à noter également que les calculs sans turbulence pour les bains de fusion plus larges que 1.25 mm (spot laser de 1.4 mm) n'ont pas pu être convergés en-dessous d'une variation relative de 10⁻³, et nécessiteraient probablement un maillage plus fin et une résolution transitoire avec de faibles pas de temps.

Cette analyse indique que la turbulence du fluide serait pleinement activée lorsque la valeur de Re* dépasse ~ 450 (largeur ~ 4 mm), et que sa présence pourrait être négligée pour des valeurs de Re* inférieures à ~ 100 (largeur ~ 0.04 mm). Ces valeurs sont cohérentes avec l'ordre de grandeur du Reynolds critique égal à 100 proposée par Chakraborty [157], [168], [171]. Par conséquent, dans le cas du bain de fusion de 1.25 mm de large étudié précédemment (spot laser de 1.4 mm), résultant en un Re* de 330, la turbulence n'est pas négligeable mais peut également ne pas être totalement activée. Il est à noter que le modèle *low-Reynolds* RANS *k-\varepsilon-v^2-f* n'est pas le plus adapté pour capter au mieux les transitions du régime laminaire au régime turbulent [350]–[352], du fait de l'homogénéisation faite de la turbulence (spatiale et temporelle). Des calculs de turbulence complets de type DNS (simulation numérique directe) [173] seraient idéalement nécessaires pour mieux capturer cette transition d'un bain de fusion non-turbulent en un bain de fusion fortement turbulent.

Les résultats de la turbulence pour ces différentes simulations (de tailles de bain variées) ont ensuite été utilisés pour calibrer un modèle de turbulence simplifié, utilisant une viscosité turbulente constante dans le liquide. Pour accélérer encore le calcul tout en permettant une bonne estimation de la taille du bain et de la température

maximale, une augmentation de la viscosité intrinsèque du bain a également été utilisée. Le détail de la construction de ce modèle rapide est disponible en Annexe 3. Nous avons par la suite utilisé la solution du modèle simplifié comme point de départ pour le modèle complet (avec viscosité intrinsèque inchangée, et le modèle turbulence k- ε - v^2 -f). La solution du modèle simplifié étant proche de la solution finale, le calcul de la simulation avec le modèle complet est grandement raccourci, passant typiquement de 7h à environ 1h30min. Le calcul complet (modèle simplifié suivi du modèle complet) est finalement réalisé en moins de 2h, et nous a permis dans la suite de ce travail d'aider à la compréhension et maîtrise des phénomènes rencontrés durant différents dépôts.

3.3 Importance de l'effet Marangoni

Le modèle du bain a été utilisé pour étudier le dépôt du 1^{er} cordon du dépôt de Cr sur 316L, qui apparaît beaucoup plus dilué (taux de fusion du substrat plus élevé) que le dernier cordon (Figure 56). Du fait de cette plus forte dilution, le taux de 316L dans le bain devient plus élevé. Le 316L utilisé comme substrat contient 220 ppm de soufre en masse, ce qui est assez élevé pour avoir un impact non-négligeable sur la tension de surface du bain lorsque ce dernier est riche en 316L, du fait de la ségrégation préférentielle de soufre à la surface en fonction de la température [162]. Pour estimer la tension de surface liquide du 316L, nous utilisons la formule (Équation 84) présentée dans le travail de Sahoo *et al.* [162] de la tension de surface du Fe en fonction de la température et du taux de soufre. Les détails de l'obtention de cette formule et du choix des paramètres numériques pour le couple Fe - S sont disponibles dans les articles de Sahoo *et al.* [162] et de Belton [353].

Équation 84 :

$$\gamma = 1.943 - 4.3 \cdot 10^{-4} (T - 1690) - 1.3 \cdot 10^{-5} R_m T \cdot ln \left(1 + w_{soufre} \cdot 3.18 \cdot 10^{-3} exp\left(\frac{-1.662 \cdot 10^5}{R_m T}\right) \right)$$

Avec w_{soufre} la fraction massique de soufre dans le liquide et R_m la constante universelle des gaz parfaits. Avec cette formule, pour du 316L avec 220 ppm de soufre en masse, la dérivée de la tension de surface avec la température est positive de la température de solidus jusqu'à 2100 K.

La Figure 68 illustre les coupes des simulations du dépôt du 1^{er} cordon, avec et sans prise en compte des éléments tensio-actifs.



Figure 68 : coupe du cordon simulé pour le dépôt du 1^{er} cordon, avec distribution de la fraction massique de Cr. Avec (droite) et sans (gauche) prise en compte des éléments tensio-actifs ; les flèches ont été ajoutées pour indiquer de manière schématique le sens de circulation du fluide dans le bain

Dans le cas où la présence de soufre est négligée (Figure 68, gauche), la dérivée de la tension de surface avec la température est toujours négative, et le sens de circulation du fluide à la surface est du centre vers la périphérie. De ce fait la forte chaleur au centre de la surface est redistribuée sur les bords, et la zone fondue est finalement large et peu épaisse. En prenant en compte l'effet du soufre sur la tension de surface, le sens de circulation du fluide est inversé (Figure 68 droite). La forte chaleur du centre de la surface est transportée vers le fond du bain, et la zone fondue devient alors profonde et moins large. En analysant la coupe du 1^{er} cordon de la fabrication (Figure 56), et en comparant ses dimensions avec celles des cordons simulés (Tableau 7), on comprend que la prise en compte de la dynamique du fluide et de l'effet des impuretés est primordiale pour correctement simuler le bain de fusion.

Tableau 7 : comparaison des dimensions mesurées sur le 1^{er} cordon fabriqué par rapport aux cordons obtenues par simulation

| Dimension du cordon | Réelle | Modèle sans S | Écart relatif | Modèle avec S | Écart relatif |
|---------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Largeur (µm) | 1308 ± 57 | 1680 | 28% | 1291 | 1.3% |
| Épaisseur (µm) | 787 ± 19 | 405 | 49% | 753 | 4.3% |

L'inversion du mouvement du fluide à la surface du bain entre le 1^{er} et le dernier cordon de la couche de Cr sur 316L peut s'expliquer par l'utilisation d'une distance inter-cordon (*Hatching Distance*, HD) suffisamment faible pour produire un recouvrement non-négligeable du cordon déposé sur le cordon précédent (ce qui permet la continuité de la couche déposée). Le 1^{er} cordon ne recouvrant pas de cordon précédent, sa hauteur est plus faible que celle du dernier cordon. Les cordons suivant le 1^{er} voient leur hauteur augmenter du fait du recouvrement successif, et cette augmentation de hauteur produit une diminution de la dilution dans le substrat, faisant baisser le taux de S dans le bain. La dérivée de la tension de surface avec la température finit alors par devenir majoritairement négative, et le sens de circulation du bain est finalement inversé (du centre vers la périphérie). Le bain devient alors moins profond, et cela accentue encore la diminution de la dilution. Cet effet d'amplification peut expliquer la différence marquée de rapport d'aspect et de composition entre le 1^{er} et le denier cordon. Cet exemple montre ainsi l'importance de la prise en compte du mélange multi-matériaux et du recouvrement lors de la simulation du bain de fusion en projection laser.

En comparant les coupes, dimensions et compositions simulées et mesurées expérimentalement pour le 1^{er} cordon et le dernier cordon, on peut conclure que le modèle est apte à donner des estimations des caractéristiques des dépôts. Cette 1^{ère} étude de cas a également pu montrer l'importance de la prise en compte de l'effet de la turbulence du fluide, ainsi que de l'effet Marangoni à la surface.

4 Études paramétriques pour W-Cu

| 4 | | Études paramétriques pour W-Cu | 88 |
|------|-----|---|-----|
| 4.1 | Dép | ôts de Ni : influence des éléments d'addition sur les porosités | 89 |
| 4.2 | Dép | oôts de Cr : gestion des manques de fusion | 92 |
| 4.3 | Dép | ôts de Mo : gestion de la dégradation des sous-couches | 98 |
| 4.3. | 1 | Mo-Cr-Ni | 98 |
| 4.3. | 2 | Mo-Cr-D22-Cu | 100 |
| 4.4 | Dép | ôts de W : impact de la nature du substrat | 105 |
| 4.4. | 1 | Dépôt de W sur substrat de W pur | 105 |
| 4.4. | 2 | Dépôt de W sur substrat de Mo pur | 106 |
| 4.4. | 3 | Dépôt de W sur multi-couches Mo-Cr-D22-Cu | 109 |

Nous présentons dans ce chapitre les études paramétriques réalisées dans l'objectif d'aboutir à une fabrication multi-matériaux W-Cu avec utilisation des métaux intermédiaires Mo-Cr-Ni, choisis pour maximiser la miscibilité entre les couches et pour réduire les écarts de propriétés. Différents phénomènes et défauts spécifiques sont identifiés et commentés, au regard des différences de propriétés entre les matériaux en jeu.

4.1 Dépôts de Ni : influence des éléments d'addition sur les porosités

Une étude paramétrique du dépôt de 1 couche de Ni pur sur un substrat de Cu pur a été réalisée, dans le but d'identifier les paramètres permettant un dépôt sans défaut macroscopique. La poudre de Ni a été étuvée avant les fabrications (20 heures à 60°C sous air), pour diminuer l'humidité à la surface des particules.

42 échantillons ont été fabriqués et analysés, avec des puissances variant de 700 à 1300 W, des vitesses variant de 2.5 mm/s à 17 mm/s, et pour deux distances inter-cordon HD (*Hatching Distance*) différentes (0.5 et 0.6 mm). Le débit machine de poudre a été fixé à la valeur minimale de 2 ¹/₄ de tour par minute, ce qui permet l'utilisation d'un débit massique faible et donc d'une faible vitesse de balayage, favorisant ainsi la fusion du substrat et le mélange des éléments dans le bain. Nous présentons en Figure 69 les différentes vitesses de balayage et puissances utilisées, avec indication de la présence ou absence de défaut de type manque de fusion (du fait d'un manque d'énergie).



Figure 69 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de la vitesse de balayage, avec indication de la présence ou absence de défaut dans les dépôts

La Figure 70 permet de visualiser les coupes de 4 fabrications caractéristiques du dépôt de 1 couche de Ni sur Cu, avec le Tableau 8 associé indiquant les paramètres utilisés. Sur la coupe du dépôt Ni-Cu n°1 est identifié un défaut de type manque de fusion.

| n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | HD (mm) |
|-----------|---------------|----------------|---------|
| Ni-Cu n°1 | 1000 | 10.2 | 0.6 |
| Ni-Cu n°2 | 1200 | 10.2 | 0.6 |
| Ni-Cu n°3 | 1200 | 16.9 | 0.5 |
| Ni-Cu n°4 | 1100 | 5.1 | 0.6 |

Tableau 8 : paramètres de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Ni sur Cu



Figure 70 : clichés optiques de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de Ni sur Cu

D'après la Figure 69 et les coupes de dépôts en Figure 70, il apparaît que l'utilisation d'une puissance assez élevée est nécessaire pour obtenir une couche continue de Ni sur un substrat de Cu pur (hautement conducteur de chaleur), sans manque de fusion indiquée par exemple dans la coupe du dépôt n°1 Figure 70.

En plus de manques de fusion obtenus pour des dépôts à basse puissance, pour l'ensemble des fabrications réalisées des macroporosités ont été détectées dans la couche de Ni déposée (Figure 70), majoritairement situées proche de l'interface avec le substrat de Cu. Du fait de l'aspect sphérique des porosités, leur origine a pu être l'introduction de gaz à la surface du bain par le jet d'argon [215], la vaporisation d'éléments [289], ou encore la ségrégation d'impuretés gazeuses lors du refroidissement du bain [216]. Les interfaces entre le dépôt de Ni et le substrat de Cu sont par ailleurs particulièrement irrégulières. Des ségrégations de Ni pénétrant le substrat de Cu peuvent être observées ces interfaces, comme le met en évidence la cartographie de la fraction massique de Ni réalisée à l'interface du dépôt n°2 (par mesures EDS, avec une incertitude de l'ordre de \pm 3%).



Figure 71 : cartographie de la fraction massique de Ni réalisée à l'interface du dépôt n°2

Une possible cause de ces ségrégations est le fait que la température de fusion du Ni soit supérieure à la température de fusion du Cu, ce qui engendre une large zone de solidification à l'interface bain – substrat, comme cela a été décrit dans les travaux de Yang et Kou [281]. Il est possible que le caractère instable de cette large zone de solidification ait été une des raisons de la présence préférentielle de porosités piégées à l'interface Ni-Cu.

Le Tableau 9 et la Figure 72 présentent les paramètres de fabrication et la coupe d'un essai de dépôt de 2 couches de Ni sur Cu. La puissance a dû être fortement diminuée par rapport à la 1^{ère} couche pour éviter l'apparition de fumées, ce qui s'explique par le fait que la couche de Ni allié à du Cu est moins conductrice que le substrat de Cu pur. De manière générale, et comme on peut le constater avec la Figure 72, nous avons observé un bien plus faible nombre de macroporosités pour les 2^{èmes} couches de Ni, dans le cœur de la couche ainsi qu'à l'interface avec la 1^{ère} couche de Ni.

Chapitre 4 : Études paramétriques pour W-Cu

| n° | Couche | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | HD (mm) |
|-----------|--------|---------------|----------------|---------|
| Ni-Cu n°5 | Ni 1 | 1100 | 13.5 | 0.6 |
| Ni-Cu n°5 | Ni 2 | 600 | 7.6 | 0.5 |
| | | | | |

Tableau 9 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Ni sur Cu



Figure 72 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Ni sur Cu

La plus faible puissance utilisée pour cette 2^{ème} couche de Ni a probablement abouti à une dynamique du bain moins violente, ayant réduit l'apparition de porosités gazeuses par rapport à la 1^{ère} couche (Figure 72). Il est à noter que cette puissance ne nous a pas permis de former un bain de fusion stable pour la 1^{ère} couche (cordons discontinus). On peut également émettre l'hypothèse que l'interface avec le Cu pur piège particulièrement efficacement des bulles, du fait de la large zone de solidification du bain riche en Ni, et du fait de la haute conductivité thermique du Cu et de sa solidification rapide (sur un intervalle de température virtuellement nul, du fait de sa pureté).

La Figure 73 présente la coupe d'un dépôt d'une couche de Ni réalisé avec les paramètres n°4 (Tableau 8), mais durant lequel le débit de poudre réel a été extrêmement faible du fait d'un problème de bouchage de la buse. Il est intéressant de constater que pour ce dépôt on ne détecte pas de porosités à l'interface avec le substrat. Cela peut être principalement imputé à la différence de composition du bain, en effet le faible débit de poudre de Ni injectée ici a induit une forte dilution avec le substrat de Cu, ce qui a modifié les propriétés du bain (par rapport à un bain très riche en Ni), et notamment réduit la différence de température de fusion entre le bain et le substrat. Un gradient de composition très progressif, sur de nombreuses couches, pourrait être une solution pour parvenir à réaliser un dépôt riche en Ni sur du Cu pur sans porosité à l'interface.



Figure 73 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de Ni sur Cu, avec un très faible débit de Ni

Après étude de la littérature sur l'apparition de porosités gazeuses durant la fabrication additive de Ni, nous avons identifié les travaux de Karnati *et al.* [354] sur la fabrication de mélanges Ni-Cu par projection laser. La présence de porosités gazeuses a également été constatée, et les auteurs ont montré que l'utilisation de poudre de Ni avec addition de Si et B permettait une forte diminution du nombre de ces macroporosités. Ces éléments sont connus pour leur effet fluidifiant dans les bains de fusion de métaux [355], [356], notamment du fait de la diminution de la température de fusion du mélange, qui augmente le degré de surchauffe du liquide.

La poudre commerciale Deloro-22 (D22), alliage de Ni avec 2.4% de Si et 1.3% de Bore (en masse), a été approvisionnée et utilisée pour la suite de l'étude paramétrique. 20 fabrications ont été réalisées avec différents paramètres (notamment avec des puissances de 600 à 1000 W), et l'analyse des découpes a révélé la disparition quasi-totale des macroporosités gazeuses dans les dépôts. Le Tableau 10 et la Figure 74 présentent les paramètres et des macrographies de 2 fabrications caractéristiques des dépôts de 1 couche de D22 sur substrat de Cu.

| D22-Cu n°180010.20.62D22-Cu n°270016.90.54 | n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | HD (mm) | Débit (¼ tr/min) |
|--|------------|---------------|----------------|---------|------------------|
| D22-Cu n°2 700 16.9 0.5 4 | D22-Cu n°1 | 800 | 10.2 | 0.6 | 2 |
| | D22-Cu n°2 | 700 | 16.9 | 0.5 | 4 |

Tableau 10 : paramètres de fabrication de 2 dépôts caractéristiques de D22 sur Cu



Figure 74 : clichés optiques de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de D22 sur Cu



Figure 75 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) de la fin du dépôt n°1 de 1 couche de D22 sur Cu

L'interface entre la couche riche en D22 et le substrat de Cu est toujours assez irrégulière (Figure 75), mais apparaît bien exempte de macroporosités. Cela peut être imputé à la fluidité accrue du bain (par la présence de Si et B), qui a sans doute permis une évacuation efficace des bulles présentes dans le bain. Également, la température de fusion du D22 étant environ 300 °C inférieure à la température de fusion du Ni pur, l'écart entre la température de fusion du bain et la température de fusion du substrat de Cu a probablement été réduit, en plus de la puissance utilisé, ce qui a pu être bénéfique à la réduction de la production et rétention de porosités à l'interface bain-substrat.

Pour conclure, nous avons pu constater que le dépôt de poudre de Ni pur à la surface de substrats de Cu pur, moins réfractaire, apparaissait mener à l'apparition de porosités sphériques, préférentiellement à l'interface couche – substrat. L'utilisation d'un alliage de Ni comportant du Si et du B a permis de faire disparaitre ces porosités macroscopies à l'interface avec le substrat de Cu, sans doute du fait de l'augmentation de la fluidifié et de la diminution de l'écart entre les températures de fusion du bain et du substrat.

4.2 Dépôts de Cr : gestion des manques de fusion

Une étude paramétrique du dépôt de 1 couche de Cr pur sur 1 couche de Ni sur Cu a été réalisée par la suite. Ces essais ont d'abord été réalisés avec des couche de Ni réalisées avec la poudre de Ni pure, la poudre de D22 n'étant pas disponible au moment de l'étude. 31 échantillons ont été fabriqués et analysés, avec des puissances balayées entre 400 et 750 W, des vitesses entre 2 et 5 mm/s (restant donc relativement faibles), des débits machine de 2-3-4 (¼ tr/min), et une distance inter-cordon HD égale à 0.5 mm.

Durant ces dépôts dissimilaires (la poudre de Cr ayant une température plus élevée que la sous-couche riche en Ni), nous avons pu constater que la quantité de poudre apportée au bain avait un fort impact sur la qualité de la couche formée. Pour quantifier cette quantité de poudre apportée au bain nous utilisons ici un indicateur de hauteur H_{indic} (Équation 85), dépendant du débit machine, de la vitesse de balayage, et de la *Hatching Distance*, et correspondant à une quantité de volume injectée par unité de surface.

Équation 85 :

$$H_{indic} = \frac{D\acute{e}bit\ machine}{Vitesse \cdot HD}$$

Cet indicateur de hauteur a été obtenu en partant du constat que la hauteur moyenne d'une couche déposée pouvait être calculée avec l'Équation 86.

Le débit volumique de fabrication peut être calculé avec l'Équation 87, en fonction du débit volumique total du jet de poudre, et du rendement de poudre (fraction volumique de poudre incorporée au bain).

Équation 87 :

Débit volumique de fabrication = Débit volumique total · Rendement

Le débit volumique total (en mm³/s) peut être considéré comme proportionnel au débit machine (en tours par minute), en considérant en 1^{ère} approximation des rendements constants. On peut ainsi écrire l'Équation 88 :

Équation 88 :

Débit volumique total ∝ Débit machine

D'où l'expression de l'Équation 89 :

Équation 89 :

 $H_{moy} \propto \frac{D\acute{e}bit\ machine}{Vitesse \cdot HD}$

Nous utilisons par la suite cet indicateur de hauteur H_{indic} (Équation 85), pour comparer les différents dépôts dont les Débit machine (en ¹/₄ tour/min), Vitesse (en mm/s), et HD (en mm) varient.

La Figure 76 présente la répartition des essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur, avec indication de la présence ou absence de défaut dans les dépôts.



Figure 76 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur, avec indication de la présence ou absence de défaut dans les dépôts

Plusieurs types de défauts ont été détectés dans les dépôts de Cr, que nous avons classifié en deux principales classes :

- les manques de fusion : particules résiduelles produisant un dépôt à la surface rugueuse du fait d'un manque de fusion de la poudre (température trop basse) ; et/ou présence de porosités à l'interface Cr-Ni du fait d'un manque de pénétration du bain dans la sous-couche [130]
- la fissuration de la couche, apparaissant pour des dépôts de Cr très peu dilués dans le Ni, le Cr pur étant en effet fragile [316] et donc prompt à la fissuration à froid

Il apparaît avec la Figure 76 que ces deux classes principales de dépôt sont divisées en deux différents domaines. Pour des puissances trop basses par rapport à l'apport de poudre dans le bain (évalué par l'indicateur de hauteur), ou des apports de poudre trop élevés par rapport à la puissance, des manques de fusion de la poudre et/ou de la sous-couche de Ni apparaissent et provoquent des surfaces rugueuses, des porosités à l'interface Cr-Ni, ou encore des fissures de la couche riche en Cr.

Pour illustrer ces défauts, le Tableau 11 et la Figure 77 présentent les paramètres et clichés de coupes de 4 fabrications caractéristiques des dépôts de 1 couche de Cr sur Ni-Cu.

| n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | Débit (¼ tr/min) | H _{indic} |
|--------------|---------------|----------------|------------------|--------------------|
| Cr-Ni-Cu n°1 | 400 | 5 | 4 | 1.57 |
| Cr-Ni-Cu n°2 | 500 | 5 | 4 | 1.57 |
| Cr-Ni-Cu n°3 | 700 | 5 | 4 | 1.57 |
| Cr-Ni-Cu n°4 | 750 | 5 | 2 | 0.78 |

Tableau 11 : paramètres de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Cr sur Ni-Cu



Figure..7.7....clichés optiques de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de Cr sur Ni-Cu

La coupe_r du dépôt Cr-Ni-Cu n°1 permet d'illustrer la présence d'un grand nombre de particules résiduelles de Cr (pas complètement fondues ni dissoutes), et d'une surface très irrégulière. Ce type de surface irrégulière est à éviter lors de revêtement laser et de fabrication additive, car il est susceptible d'induire des porosités à l'interface avec la couche supérieure (manque de pénétration par le bain).

L'augmentation de la puissance par rapport au dépôt n°1 permet clairement de faire fondre la grande majorité des particules réfractaires (Figure 77 n°2 et n°3), mais des porosités apparaissent à l'interface avec la sous-couche (du fait d'une refusion insuffisante), ainsi que des fissures dans la couche riche en Cr.

Le dépôt n°4 est un exemple typique de l'obtention de dépôt sans défaut majeur, grâce à la diminution du débit et de l'utilisation d'une puissance relativement élevée, qui ont permis une certaine refusion de la sous-couche et une bonne liaison à l'interface.

Par la suite, en se basant sur les conclusions précédentes, nous avons privilégié des puissances assez grandes, pour favoriser la fusion de la poudre réfractaire et obtenir une surface de dépôt de Cr assez régulière, tout en utilisant un apport de poudre assez faible, pour favoriser la refusion et avoir un mélange assez important avec la sous-couche de Ni, et éviter l'apparition de porosités à l'interface et de fissures. Une deuxième couche de Cr a été déposée pour diminuer le taux de Ni avant le passage au Mo, et ainsi diminuer le risque de formation de phases intermétalliques entre les deux.

Après une étude paramétrique du dépôt de 2 couches de Cr sur 1 couche de D22 sur Cu, nous avons retenu les paramètres présentés en Tableau 12 (avec une distance inter-cordon HD égale à 0.5 mm), qui permettent de produire le dépôt multi-couches de la Figure 78. Les fractions massiques de Cr dans les couches sont obtenues par moyenne de profil EDS, et les taux de dilution des dépôts de Cr sont calculés avec la formule suivante :

Équation 90 :

 $Dilution = 1 - \frac{\%_{vol} Cr_{couche} - \%_{vol} Cr_{sous-couche}}{1 - \%_{vol} Cr_{sous-couche}}$

Chapitre 4 : Études paramétriques pour W-Cu

| Couche | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | Débit (¼ tr/min) | H_{indic} | %masse Cr | Dilution (%) |
|--------|---------------|----------------|------------------|--------------------|-----------|--------------|
| D22 | 700 | 16.9 | 4 | 0.47 | - | - |
| Cr 1 | 450 | 6.8 | 4 | 1.18 | 58±3 | 62±3 |
| Cr 2 | 550 | 5.1 | 2 | 0.78 | 76±3 | 45±3 |

Tableau 12 : paramètres de fabrication retenus pour le dépôt de Cr sur D22-Cu



Figure 78 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) du dépôt de 2 couches de Cr sur D22-Cu

Des particules de Cr résiduelles sont toujours observées dans les dépôts de Cr, en particulier aux interfaces et aux bords des cordons, où les températures ont sans doute été plus basses que dans le centre du bain.

Le 1^{er} dépôt de Cr semble comporter davantage de particules résiduelles, probablement du fait du bas taux de Cr dans le liquide et de la plus basse puissance, deux facteurs qui ont pu diminuer la température du bain et donc limiter la fraction de poudre Cr fondue avant solidification. On peut noter que bien que le débit de poudre ait été divisé par 2 pour la 2^{ème} couche, la hauteur de cette 2^{ème} couche n'a pas significativement diminué. On peut évaluer le rapport des rendements des deux dépôts avec l'Équation 91 :

Équation 91 :

 $\eta_{poudre}^{n^{\circ}2} \frac{1}{\eta_{poudre}^{n^{\circ}1}} = \frac{D\acute{e}bit\ fabrication^{n^{\circ}2}}{D\acute{e}bit\ machine^{n^{\circ}2}} \frac{D\acute{e}bit\ machine^{n^{\circ}1}}{D\acute{e}bit\ fabrication^{n^{\circ}1}}$

Avec les débits de fabrication estimés par la formule suivante :

Équation 92 :

$D\acute{e}bit \ fabrication = Vitesse \cdot HD \cdot H_{mov}$

L'application de ces formules indique que le 2^{ème} dépôt de Cr a un rendement augmenté de 2.37 fois par rapport au 1^{er} dépôt. Nous justifions cette forte augmentation du rendement par la plus grande quantité de particules résiduelles à la surface du 1^{er} dépôt (Figure 78), qui ont pu empêcher l'intégration d'un certain nombre de particules dans le bain, phénomène qui a notamment été observé par caméra rapide par Siva Prasad *et al.* [176]. Durant le 2^{ème} dépôt, l'augmentation de la température du bain a sans doute permis une fusion plus efficace des particules réfractaires, et *in fine* un plus haut taux d'incorporation de poudre arrivant à la surface.

Nous nous sommes interrogés sur la difficulté d'obtenir des dépôts sains de Cr sur Ni-Cu avec une faible dilution, par rapport par exemple aux dépôts de D22 sur Cu réalisés précédemment. Trois hypothèses peuvent être proposées :

- Passage d'un bain riche en particules résiduelles à un bain homogène réfractaire : l'ajout de 25% de puissance par rapport au dépôt n°1 (riche en particules de Cr résiduelles) amène au dépôt n°2, qui ne possède quasiment plus de particules résiduelles mais qui souffre de manque de fusion (manque de pénétration dans la sous-couche) (Figure 78). Il s'avère qu'en augmentant de 25% la puissance, la hauteur de la couche est passée de ~0.16 mm pour le dépôt n°1 à ~0.2 mm pour le dépôt n°2. Cela est sans-doute lié en partie à la disparation des particules résiduelles à la surface (Figure 78), susceptibles de provoquer le rebond de

particules projetée sur le bain [176] et donc de limiter le rendement. Cette augmentation de la hauteur du dépôt aura tendance à diminuer la dilution. De plus, le liquide devenant riche en Cr du fait de la fusion des particules et de la diminution de la dilution, sa température de solidification augmentera. Pour une même puissance absorbée, cela se traduira en une diminution de l'épaisseur du bain liquide, et aura donc tendance à également réduire la dilution. Finalement, l'augmentation de la dilution aura pu être assez forte pour causer une sur-construction générant des porosités à l'interface (Figure 77).

- Présence d'un eutectique : un eutectique est présent dans le diagramme binaire Cr-Ni, pour ~53% masse de Cr. Entre cet eutectique et le point de fusion du Cr pur, la température de fusion augmente de 518 °C. Cette augmentation rapide de la température du mélange peut être une des raisons de la difficulté l'obtention d'une couche de Cr sur Ni avec une faible dilution et sans porosité à l'interface.
- Surface rugueuse de la sous-couche : les surfaces des couches de Ni comportent par endroit des protubérances (particules frittées à la surface) (Figure 70) qui pourraient être une des raisons de l'apparition de porosités à l'interface de dépôts Cr-Ni faiblement dilués (Figure 77). La réalisation de dépôts de 1 couche de Cr sur un substrat de Ni pur a effectivement pu montrer qu'il était possible d'obtenir une couche de Cr très faiblement diluée sur une surface plane de Ni (sans protubérance), sans porosité à l'interface (Figure 79).



Figure 79 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de Cr sur feuille de Ni

Il est également à noter que les problématiques de particules résiduelles (et diminutions de rendement associés) n'ont pas été constatées durant des essais de fabrication de Ni sur Cr. Pour exemple nous présentons en Figure 80 une fabrication de couches de Ni pur sur couches de Cr pur.



Figure 80 : cliché optique d'une coupe verticale et normale au sens de balayage d'un dépôt de 4 couches de Ni sur un bloc de Cr pur.

On constate que l'interface Ni sur Cr est plus régulière que l'interface Cr sur Ni visible par exemple dans la Figure 79, et qu'aucune particule de Ni résiduelle n'est détectable dans les couches de Ni ou à l'interface Ni sur Cr. Cela est sans nul doute dû au fait que la température de fusion du Ni étant inférieure à la température de

fusion du Cr, le bain formé à la surface du Cr aura une température minimale dépassant la température de fusion de la poudre de Ni, permettant ainsi la fusion de l'ensemble des particules projetées à la surface du bain.

Pour conclure, nous avons pu constater que pour le dépôt de Cr sur couche riche en Ni, moins réfractaire, des manques de fusion de type particules résiduelles et porosités à l'interface dépôt – sous-couche étaient susceptibles d'apparaître. L'utilisation d'un apport de poudre modéré et d'une puissance assez élevée a été nécessaire pour assurer la pénétration du bain dans la sous-couche ainsi que le mélange des particules réfractaires dans le liquide.

4.3 Dépôts de Mo : gestion de la dégradation des sous-couches

4.3.1 Mo-Cr-Ni

En parallèle de l'étude du dépôt de Cr et Ni sur substrat de Cu présentée auparavant, une première étude paramétrique du dépôt de Mo a été réalisée sur des dépôts de Cr sur substrat de Ni. Cette étude nous a permis d'identifier les principaux défauts et phénomènes associés au dépôt de Mo sur Cr par projection laser. La poudre Mo Tekna a été choisie pour cette première étude. Des feuilles de Ni de 3 mm d'épaisseur ont été utilisées comme substrats, et préchauffées à 730-800°C par induction avant les dépôts. Pour chaque dépôt de Mo, une couche de Cr est d'abord déposée sur la feuille de Ni. Les paramètres optimisés pour le dépôt de Cr sur 3 mm de Ni pur sont une puissance de 570 W, une vitesse de balayage de 7.2 mm/s, une HD de 0.8 mm et un débit machine de 9 ¼ tr/min. La hauteur moyenne de cette couche est de 0.3 mm, et de fraction massique de Cr supérieure à 90% (par mesure EDS). La Figure 81 est un cliché d'une coupe d'une de ces couches de Cr sur Ni, qui confirme la bonne santé matière de cette couche (pas de porosité ou fissure macroscopique).



Figure 81 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) de dépôt de 1 couche de Cr sur substrat de Ni

Au total, 60 échantillons de dépôts de 1 couche de Mo (sur 1 couche de Cr sur Ni) ont été réalisés et analysés, avec des puissances entre 300 et 1000 W, des vitesses entre 3.6 et 12.7 mm/s, des HD entre 0.3 et 0.73 mm, et des débits machine entre 2 et 9 ¼ tr/min. Le Tableau 13 et la Figure 82 présentent les paramètres et calcul de l'indicateur de hauteur H_{indic} ainsi que des clichés de coupe de 4 fabrications caractéristiques du dépôt de Mo sur Cr-Ni, permettant d'illustrer les différents défauts rencontrés et les phénomènes associés.

| n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | HD (mm) | Débit (¼ tr/min) | H_{indic} |
|--------------|---------------|----------------|---------|------------------|--------------------|
| Mo-Cr-Ni n°1 | 1000 | 3.6 | 0.5 | 2 | 1.11 |
| Mo-Cr-Ni n°2 | 765 | 12.7 | 0.35 | 2 | 0.45 |
| Mo-Cr-Ni n°3 | 580 | 7.2 | 0.5 | 2 | 0.56 |
| Mo-Cr-Ni n°4 | 450 | 7.2 | 0.5 | 2 | 0.56 |

Tableau 13 : paramètre de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Mo sur Cr-Ni



Figure 82 : clichés optiques de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de Mo sur Cr-Ni

Le dépôt n°1 a été réalisé avec une puissance relativement élevée et une vitesse relativement lente (induisant un indicateur de hauteur élevé), dans l'objectif de créer une couche de Mo fondu. On constate avec la Figure 82 que la couche de Mo formée n'est pas continue ni liée à la sous-couche de Cr, signe que le bain n'a pas été assez stable, et ce qu'on peut qualifier de manque de fusion du fait d'une sur-construction (manque de pénétration). La présence d'un cratère pénétrant les sous-couches suggère que la puissance a été assez élevée pour vaporiser ponctuellement les sous-couches (moins réfractaires), possiblement lorsque des instabilités du bain amènent à ce que le laser illumine directement la surface de la couche de Cr.

Par rapport au dépôt n°1, les dépôts n°2 et 3 ont été réalisés avec des puissances diminuées, ce qui est à priori bénéfique pour éviter la vaporisation de la sous-couche, ainsi qu'un indicateur de hauteur diminué, ce qui est à priori bénéfique pour éviter la sur-construction. Les couches déposées apparaissent continues, signe que la puissance a été suffisante pour réaliser cette couche riche en Mo. Des porosités sont toutefois présentes à l'interface, ce que nous attribuons à des instabilités du bain (plus réfractaire que la sous-couche) générant des porosités à l'interface par manque de pénétration, ou à de la vaporisation ponctuelle de la sous-couche de Cr. Il est en effet connu que la cavité formée par la pression de recul de la vapeur est capable de générer des porosités après solidification du bain [130], [213], du fait d'instabilités de la dynamique de la cavité. Certaines porosités semblent avoir été comblées par une phase apparemment riche en Ni et Cr, peut-être du fait du passage en phase liquide de la sous-couche, ou de la diffusion en phase solide à haute température.

La puissance encore diminuée utilisée pour le dépôt n°4 n'a apparemment pas été suffisante pour assurer la continuité et l'homogénéité de la couche riche en Mo. La surface est rugueuse, avec de nombreuses particules de Mo résiduelles détectables dans le cœur de la couche. Les bains formés ont sans doute été moins larges et moins chauds et que pour les dépôts n°2 et n°3, ce qui aurait abouti à des cordons moins réguliers et plus riches en particules de Mo infondues.
Globalement, il apparaît difficile de réaliser sans défaut le dépôt direct d'une couche homogène de Mo pur (faiblement diluée) sur une couche de Cr.

4.3.2 Mo-Cr-D22-Cu

Une deuxième campagne d'optimisation paramétrique du dépôt de Mo sur Cr a par la suite été réalisée, en remplaçant le substrat de Ni par le dépôt d'une couche de D22 sur substrat de Cu, et en remplaçant la poudre de Mo de la marque Tekna par la poudre de Mo de la marque Hoganas. Cette poudre dit « agglomérée-frittée » n'a pas subi de traitement de sphéroïdisation. La Figure 83 permet d'observer la morphologie d'une poudre représentative, qui est constituée d'une multitude de particules frittées entre elles, de diamètres de l'ordre de 15 μ m.



Figure 83 : cliché BSE d'une particule de poudre Mo de marque Hoganas

La poudre Mo Hoganas est poreuse (porosités de type ouvertes), ce qui pourrait introduire des porosités dans la fabrication. Cependant cette morphologie singulière pourrait d'un autre côté être bénéfique à la dissolution des particules de Mo dans des bains riches en Cr. En effet d'après l'équation de la durée de dissolution présentée dans la partie 2.4.1, une masse de particules de 5 μ m de diamètre sera pleinement dissoute 1000 fois plus vite qu'une même masse de particules de 50 μ m de diamètre, qu'on prend ici comme le diamètre caractéristique de la poudre de Mo Tekna. En réalité, les fines particules sont partiellement densifiées entre elles (par frittage) pour former une poudre de diamètre apparent de l'ordre de 50 μ m, ainsi la diminution de la durée de dissolution sera sans doute moins forte que ce qui est calculé ici.

Également, cette poudre agglomérée-frittée étant moins sphérique et moins lisse que la poudre de Tekna, leur coulabilité est moins bonne, et nous avons constaté que pour un même débit machine le débit volumique de la poudre Mo Hoganas était 2.64 fois plus faible que pour la poudre Mo Tekna. Cette réduction du débit nous a permis d'obtenir des dépôts plus fins, avec un mélange plus prononcé avec la sous-couche de Cr (dilution plus élevée).

Pour cette étude paramétrique, chaque dépôt de poudre Mo (Hoganas) est réalisé sur une fabrication Cr-D22-Cu optimisée dont les paramètres et la morphologie ont été présentés dans le Tableau 12 et Figure 78 de la section 4.2. 54 échantillons de dépôt de 1 couche de Mo ont été réalisés et analysés, avec des puissances entre 400 et 640 W, des vitesses entre 3.8 et 7.2 mm/s, une HD de 0.5 mm, et des débits machine entre 2 et 16 ¹/₄ tr/min. La Figure 84 présente la répartition de ces essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur H_{indic}, et avec indication de la présence ou absence de porosités dans les dépôts (de type manque de fusion ou vaporisation).

Chapitre 4 : Études paramétriques pour W-Cu



Figure 84 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur, avec indication de la présence ou absence de défaut dans les dépôts

Encore une fois, l'utilisation d'un apport de matière trop élevé (correspondant à de hautes valeurs de H_{indic}) est corrélée à l'apparition de défauts, ici de type manques de fusion à l'interface et porosités de vaporisation. Des mesures par EDS de la fraction moyenne de Mo dans le dépôt ont été également effectuées sur 40 des fabrications réalisées, et qui peuvent être reliées aux calculs de l'indicateur de hauteur H_{indic} (Figure 85).



*Figure 85 : distribution des fractions massiques moyennes de Mo dans les dépôts en fonction de l'indicateur de hauteur H*_{indic}

Une corrélation positive semble être présente, confortée par un coefficient de corrélation linéaire calculé égal à 0.92. Ainsi de hautes valeurs de H_{indic} tendent en moyenne à produire de plus faibles taux de dilution, et donc de plus hauts taux de Mo dans le dépôt. Cela peut également être illustré par la comparaison entre les dépôts suivants (n°1 et n°2, Tableau 14, Figure 86) :

Tableau 14 : paramètres de fabrication de 2 dépôts de 1 couche de Mo sur Cr-D22-Cu

| n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | Débit (¼ tr/min) | H_{indic} | %masse Mo | Dilution (%) |
|-----|---------------|----------------|------------------|--------------------|-----------|--------------|
| n°1 | 580 | 5.1 | 8 | 3.1 | 80±3 | 26±3 |
| n°2 | 580 | 5.1 | 3 | 1.2 | 53±3 | 56±3 |



Avec les fractions volumiques de Mo de la couche et de la sous-couche calculés par moyenne de profil EDS.

Figure 86 : clichés BSE de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de Mo sur Cr-D22-Cu

Pour le dépôt n°1, le débit de poudre relativement élevé a généré un taux élevé de Mo dans le bain et la couche créée (Tableau 14). L'aspect irrégulier et hétérogène de cette couche réfractaire (Figure 86) est un signe que le bain correspondant (riche en Mo et peu dilué) a sans doute été instable. Il est à noter que des porosités ont pu être détectées à cette interface lors d'analyses complémentaires.

Le dépôt n°2 apparaît plus stable, et sans porosité à l'interface avec la sous-couche. Nous attribuons cela à la diminution de l'apport de matière utilisé, qui a permis une plus forte pénétration dans la sous-couche, ainsi que l'obtention d'un plus bas taux de Mo dans le dépôt (53% en masse). Cela aura en effet sans doute permis de réduire l'écart des températures de fusion entre le bain et la sous-couche moins réfractaire, générant ainsi une interface plus stable entre le bain réfractaire et la sous-couche, comparée à la large interface irrégulière du dépôt n°1 (Figure 86).

Une étude du dépôt de couches supplémentaires de Mo a été effectuée, dans le but d'aboutir à un taux élevé de Mo à la surface tout en assurant une bonne santé matière. Des dépôts de 2 à 3 couches de Mo ont été réalisés sur la fabrication Cr-D22-Cu, avec des vitesses de balayage 5.1 mm/s et des puissances allant jusqu'à 1000 W pour les dernières couches de Mo.

De manière similaire à l'étude du dépôt de la 1^{ère} couche de Mo sur Cr-D22-Cu, l'utilisation d'apports de poudre élevés (H_{indic} élevés, et donc faibles dilutions), s'est traduite par des dépôts instables et l'apparition de défauts. Nous illustrons la présence de ces défauts avec le dépôt n°3 de deux couches de Mo sur Cr-D22-Cu (Tableau 15, Figure 87).

| Couche | Puissance (W) | Débit (¼ tr/min) | H_{indic} | %masse Mo | Dilution (%) |
|--------|---------------|------------------|--------------------|-----------|--------------|
| Mo 1 | 550 | 5 | 2.0 | 74±3 | 33±3 |
| Mo 2 | 620 | 2 | 0.8 | 95±3 | 21±3 |

Tableau 15 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu (n°3)



Figure 87 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu

La 1^{ère} couche de Mo (Figure 87) apparaît particulièrement irrégulière et hétérogène similairement au dépôt n°1 présenté précédemment (Figure 86). La 2^{ème} couche apparait moins hétérogène, et les particules réfractaires de Mo semblent avoir été fondues en majorité, ce que nous attribuons au taux élevé de Mo dans ce dépôt. En effet ce haut taux de Mo a sans doute provoqué une plus forte température de fusion du bain, et donc permis un taux élevé de fusion de la poudre dans le bain. Cependant de larges porosités sont présentes à l'interface entre la 2^{ème} et la 1^{ère} couche de Mo, sans doute générées par des instabilités du bain (du dépôt de la 2^{ème} couche) à cette interface ainsi qu'à de la vaporisation de Cr encore présent.

Nous présentons en Tableau 16 et Figure 88 une fabrication (n°4) caractéristique avec obtention de dépôts stables pour les deux 1^{eres} couches de Mo.

| Couche | Puissance (W) | Débit (1/4 tr/min) | H_{indic} | %masse Mo | Dilution (%) |
|--------|---------------|--------------------|--------------------|-----------|--------------|
| Mo 1 | 500 | 3 | 1.2 | 48±3 | 61±3 |
| Mo 2 | 600 | 2 | 0.8 | 74±3 | 55±3 |

Tableau 16 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu (n°4)



Figure 88 : clichés BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu

L'utilisation d'apports de poudre réduits pour ce dépôt n°4 a permis d'augmenter la pénétration dans la souscouche (augmentation de la dilution) et de lisser l'augmentation du taux de Mo dans les bains (Tableau 16), réduisant ainsi les différences de propriétés entre les couches et permettant des dépôts plus stables. Il est déjà connu que des taux de dilution trop faibles augmentent de manière générale le risque d'apparition de défauts de type manque de fusion à l'interface avec la sous-couche [130], et nous pensons que ce risque est ici amplifié du fait du dépôt d'un matériau plus réfractaire que la sous-couche. En effet, le bain devenant riche en élément réfractaire Mo lors la diminution de la dilution, sa température de solidification augmentera. Pour une même puissance absorbée, cela se traduira en une diminution de la pénétration du cœur du bain dans la sous-couche, risquant alors de générer des porosités de manque de fusion à l'interface du bain avec la sous-couche.

Quelques particules résiduelles subsistent dans les couches (Figure 88). Pour tenter de les faire disparaitre, il pourrait être judicieux d'augmenter la puissance apportée au bain, pour faire fondre une plus grande partie de la poudre. Une augmentation trop sévère d'énergie pourrait cependant provoquer la vaporisation sévère des métaux les moins réfractaires encore présent dans le bain (Cr, Ni, Cu). Également, une diminution de la vitesse permettrait d'augmenter la durée du passage des particules dans le bain de fusion (avant solidification), et serait donc susceptible d'augmenter la dissolution et le mélange des particules infondues.

Hormis ces particules résiduelles, les couches apparaissent relativement homogènes sur le cliché BSE (Figure 88). Des interfaces diffuses sont présentes entre les couches (de l'ordre de 50-100 µm d'épaisseur). Des

microségrégations peuvent être observées, majoritairement sous forme de dendrites, et le refroidissement a donc sans doute été trop rapide pour qu'une homogénéisation en phase solide se fasse par diffusion.

Des fissures macroscopiques ont également pu être détectées dans certaines fabrications, et notamment dans la fabrication présentée Mo-Cr-D22-Cu présentée en Figure 88. Des fissures similaires ont également pu être détectées dans les couches de Cr et de D22, préférentiellement proche des bords des couches supérieures. Ce type de dégradation des sous-couches provient sans doute de l'accumulation des contraintes résiduelles induites par les multiples de matériaux réfractaires. Jusqu'à présent, le chauffage du substrat par induction n'était réalisé que pour préchauffer la pièce avant le dépôt de chaque couche. Le chauffage par induction était en effet coupé lorsque la tête de projection laser se rapprochait de la surface pour déposer la poudre, dans le but d'éviter l'interaction du champ électromagnétique avec la tête. Durant la fabrication d'une couche, le substrat se refroidit jusqu'à des températures d'environ 500-550 °C. Dans l'optique de diminuer le risque d'apparition de ces fissures et défauts associés, nous avons par la suite maintenu le chauffage de la pièce par induction, pour garantir une température stable, de l'ordre de 730-800 °C, durant toute la fabrication.

Pour conclure, nous avons pu constater que le dépôt de couche riche en Mo sur sous-couche riche en Cr était susceptible de souffrir de défauts similaires au dépôt de Cr sur Ni en section 4.2 (poudres résiduelles et bain instable, porosités à l'interface avec la sous-couche), sans doute dus à la faible dilution (augmentant le risque de manque de pénétration), combinée à la haute température de fusion du Mo, qui génère une interface irrégulière avec la sous-couche moins réfractaire. À cela s'est rajoutée la problématique de vaporisation de la sous-couche, sans doute du fait des températures d'ébullition des éléments Cr et Ni étant proches de la température de fusion du Mo. Les instabilités du bain et les dégradations des sous-couches ont pu être maîtrisées au moyen d'une fabrication en plusieurs couches avec des taux de dilution élevés, permettant une bonne pénétration du bain dans la sous-couche ainsi que l'augmentation progressive du taux de Mo, évitant notamment de trop grandes différences de températures de fusion entre le bain et la sous-couche (menant à des interfaces irrégulières).

- 4.4 Dépôts de W : impact de la nature du substrat
- 4.4.1 Dépôt de W sur substrat de W pur

Une étude préliminaire du dépôt de W a été réalisée sur un substrat de W, pour évaluer les paramètres nécessaires à la fabrication de W pur. Il est à noter que le débit de gaz porteur de poudre a été multiplié par 2 pour la projection de W (passant de 5 LPM à 10 LPM) pour diminuer le risque de dégradation de la tête de projection laser du fait des nombreux éjectas et fumées générés par le bain pour des puissances supérieures à 1000 W.

La Figure 89 et Figure 90 présentent la vue du dessus de deux dépôts de 3 cordons de poudre de W sur substrat de W, pour deux puissances différentes (1250 W et 2050 W). La vitesse de balayage utilisée a été prise égale à 5.9 mm/s, le débit machine égal à 2 ¼ tr/min, la HD égale à 0.5 mm, et la température de préchauffage du substrat entre 700 et 750 °C (émissivité du substrat de W prise égale à 0.5).



Figure 89 : cliché de la surface d'un dépôt de 3 cordons de W sur substrat de W, avec une puissance laser de 1250 W



Figure 90 : cliché de la surface d'un dépôt de 3 cordons de W sur substrat de W, avec une puissance laser de 2050 W

On constate que la puissance de 1250 W n'a pas été suffisante pour obtenir des bains assez stables. Les cordons formés par le dépôt à 2050 W suggèrent que les bains ont été suffisamment larges pour être stables et éviter les manques de fusion entre les passes. La nécessité d'utiliser de très haute puissance pour permettre le dépôt de W est à imputer à la très haute température de fusion et à la haute conductivité thermique du W pur.

L'observation d'une coupe d'une couche déposée avec une puissance 2050 W (Figure 91) révèle la présence de quelques porosités sphériques, potentiellement générées par l'apport de gaz à la surface du bain [215], par la vaporisation d'éléments [289], ou encore par la ségrégation d'impuretés gazeuses lors du refroidissement du bain [216].



Figure 91 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur substrat de W (surface indiquée par les pointillés blanc), avec une puissance laser de 2050 W

4.4.2 Dépôt de W sur substrat de Mo pur

Pour évaluer la possibilité de déposer du W sur du Mo, nous avons réalisé une étude paramétrique de la projection laser de poudre de W sur un substrat de Mo pur. Les débits machine et la HD ont été fixés à 2 ¹/₄ tr/min et 0.5 mm. La température de préchauffage du substrat est entre 700 et 750 °C (émissivité du substrat de Mo prise égale à 0.5). Les puissances ont été variées entre 500 et 1850 W, et les vitesses de balayage entre 1 et 30 mm/s. Les essais W-Mo n°1 et 2 sont deux dépôts caractéristiques des fabrications de 1 couche de W sur Mo, dont les paramètres sont présentés dans le Tableau 17. La fraction massique de W dans la couche est calculée par moyenne de mesures EDS, et la dilution est calculée à partir de cette fraction moyenne (Tableau 17).

Chapitre 4 : Études paramétriques pour W-Cu

| n° | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | H_{indic} | %masse W | Dilution (%) |
|-----|---------------|----------------|--------------------|----------|--------------|
| n°1 | 1700 | 2.7 | 1.48 | 88±3 | 20±3 |
| n°2 | 1500 | 15 | 0.27 | 39±3 | 75±3 |

Tableau 17 : paramètres de fabrication de 2 dépôts de 1 couche de W sur Mo.



Figure 92 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo



Figure 93 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo

De nombreuses porosités sphériques sont observées à l'interface entre le dépôt n°1 riche en W (peu dilué) et le substrat de Mo (Figure 92, Figure 93). Des fissures sont présentes dans le dépôt riche en W ainsi que dans le substrat de Mo (Figure 92, Figure 93), et peuvent être attribuées à la faible ductilité de ces matériaux réfractaires, qui se sont à priori fissurés lors du refroidissement après le passage laser. Des particules de W partiellement mélangées dans le dépôt sont également observées, signe que la température du bain n'a pas permis la fusion de la totalité des particules injectées à sa surface.

Pour le dépôt n°2, la puissance et la vitesse sont diminuées (Tableau 17), ce qui réduit l'énergie apportée au bain, et augmente ici la dilution. On obtient ainsi pour la fabrication n°2 un dépôt plus fin (Figure 94, Figure 95), signe que le bain a été plus petit, ainsi qu'un plus bas taux de W. On constate une diminution notable du nombre et de la taille des porosités. Des particules résiduelles sont toujours présentes, ainsi que quelques fissures dans le dépôt.



Figure 94 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo



Figure 95 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo

Une étude paramétrique du dépôt d'une 2^{im} couche sur cette 1^{ire} couche (dépôt n°2) a été effectuée par la suite, et nous présentons ici une fabrication caractéristique de cette étude (Tableau 18).

Tableau 18 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de W sur Mo

| n° | Couche | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | H_{indic} | %masse W | Dilution (%) |
|-----|--------|---------------|----------------|--------------------|----------|--------------|
| n°3 | W 1 | 1500 | 15 | 0.27 | 37±3 | 76±3 |
| n°3 | W 2 | 1300 | 13 | 0.31 | 83±3 | 63±3 |



Figure 96 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de W sur Mo



Figure 97 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de W sur Mo

Des porosités sont toujours observées à l'interface entre la 1^{ère} couche de W et le substrat de Mo (Figure 96, Figure 97), et les paramètres du dépôt de la 1^{ère} couche seraient donc à optimiser davantage pour garantir l'absence totale de défauts. La 2^{ème} couche apparaît cependant quasiment exempte de porosités Mo (Figure 96, Figure 97).

La problématique d'apparition de nombreuses porosités au fond de la 1^{ère} couche de W semble être ici spécifique au dépôt de W sur substrat de Mo pur, puisque cette quantité de porosités n'a pas été observée lors du dépôt de W sur W pur, et n'a pas été détectée à l'interface entre la 2^{ème} couche de W et la 1^{ère} couche de W sur Mo (Figure 97). Du fait de l'aspect sphérique de ces porosités, leur origine a pu être l'introduction de gaz dans le bain par le jet d'argon, la vaporisation d'impuretés peu réfractaires, ou encore la ségrégation d'impuretés gazeuses lors du refroidissement du bain. L'étude de Marinelli *et al.* [10] sur la réalisation d'un gradient de composition W-Mo par fabrication additive TIG - fil a également révélé la présence de macroporosités à l'interface entre le dépôt de W et la sous-couche de Mo.

Le parallèle peut être fait entre les porosités à l'interface W-Mo et les porosités à l'interface Ni-Cu que nous avons rencontré au début de ce chapitre (section 4.1). Pour ces deux dépôts, un bain de fusion plus réfractaire que la sous-couche est formé sur un substrat de métal pur, très conducteur de chaleur. Dans la littérature, nous avons pu identifier deux travaux de projection laser pour lesquels un substrat hautement conducteur de chaleur était revêtu par un dépôt plus réfractaire. Yoo et al. [357] ont ainsi réalisé le revêtement d'un substrat d'alliage Al (à la conductivité élevée) par un acier, et indiquent que l'interface entre le dépôt et le substrat est très irrégulière, et contient également des porosités sphériques. Palumbo et al. [358] ont revêtu un alliage d'Al (à la conductivité élevée) par un alliage riche en Cu (plus réfractaire), et l'interface produite est également irrégulière et comportant des porosités sphériques. Une possible explication de la présence préférentielle de porosité à l'interface entre un dépôt et un substrat pur moins réfractaire serait l'instabilité de la zone de solidification entre le bain (peu stable) et le substrat du fait de la plus grande température du bain [281], couplée à la solidification rapide du substrat pur (du fait de sa haute conductivité et l'absence d'intervalle de solidification). De plus, la haute dissipation de chaleur par le substrat nécessite en général l'utilisation de hautes puissances pour le dépôt, ce qui générera de hautes températures dans le bain de fusion, pouvant augmenter le risque d'apparition de bulles de gaz (du fait d'une dynamique du fluide plus violente). Les bulles présentes dans la zone de solidification large et instable pourraient finalement être préférentiellement piégées à l'interface avec le substrat pur. L'utilisation d'une dilution plus élevée permettant généralement de réduire l'écart entre la température de fusion du bain et du substrat, cela pourra aboutir à une plus fine zone de solidification entre le bain et le substrat, et ainsi réduire le risque d'instabilités à l'interface avec le substrat (qui favoriseraient l'apparition de porosités). Cela a effectivement pu être observé durant notre étude de la projection laser de Ni pur sur Cu pur, la réduction du débit de Ni pour un dépôt ayant en effet provoqué une forte dilution avec le substrat ainsi que la disparation des porosités (Figure 73 en section 4.1). L'utilisation d'un long gradient de composition (sur plusieurs couches) entre le W et le Mo pur pourrait donc probablement être une solution pour éviter l'apparition de porosités à l'interface W-Mo.

L'étude de la projection laser de poudre de W sur Mo a ensuite été poursuivie en remplaçant le substrat de Mo pur par des fabrications multi-couches Mo-Cr-D22-Cu.

4.4.3 Dépôt de W sur multi-couches Mo-Cr-D22-Cu

Des dépôts de W sur fabrications Mo-Cr-D22-Cu ont été réalisés avec un chauffage du Cu par induction en continu, pour assurer une température minimale entre 730°C et 800°C durant toute la fabrication. Les puissances utilisées ont dû être réduites par rapport aux dépôts de W sur W et de W sur Mo, pour éviter l'apparition de fumées et d'éjectas trop nombreux, risquant d'endommager la tête de projection laser. Cela peut se comprendre par le fait que la fabrication Mo-Cr-D22 n'est pas constituée de couches de métaux purs, mais plutôt d'alliages principalement de type solution solide (avec ici plus de 10% d'éléments d'alliage en masse), générés par les refusions successives et les mélanges liquides des éléments. La présence d'atomes en solution solide diminuant fortement la mobilité des électrons, cela réduit grandement la conductivité thermique par rapport aux métaux purs. Ainsi la puissance nécessaire à la formation d'un bain de fusion d'une certaine largeur (ici de l'ordre du spot laser) diminue lors du passage à un substrat de métal pur à un substrat constitué d'alliages en solution solide (moins conducteurs).

Les paramètres optimisés du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu sont présentées dans le Tableau 19. Il est à noter que l'utilisation de puissances plus élevées a mené à l'apparition de fumées et à la formation de cratères dans les sous-couches, similairement au dépôt de Mo sur Cr (section 4.3.1).

Tableau 19 : paramètres de fabrication du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu

| Couche | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | H_{indic} | %masse W | Dilution (%) |
|--------|---------------|----------------|--------------------|----------|--------------|
| W 1 | 750 | 12.7 | 0.31 | 64±3 | 53±3 |
| W 2 | 1000 | 18.2 | 0.22 | 88±3 | 40±3 |



Figure 98 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu



Figure 99 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dernier cordon de la 2^{ème} couche de W, du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu

Les 2 couches de W déposées apparaissent exemptes de porosité (Figure 98), contrairement aux dépôts de W sur Mo que nous avons précédemment étudiés. Cela pourrait s'expliquer par les puissances plus faibles utilisées pour les dépôts de W sur Mo-Cr-D22-Cu, et par le fait que la sous-couche étant un alliage Mo-Cr-D22-Cu, la solidification à l'interface avec cette sous-couche a pu être plus stable et progressive (comparé à une solidification sur du Mo pur), grâce à la diminution de la conductivité et de la présence d'un intervalle de solidification non-nul (entre le liquidus et le solidus de l'alliage Mo-Cr-D22-Cu de la sous-couche).

La 2^{ème} couche semble moins riche en particules résiduelles que la 1^{ère} couche (Figure 98), en particulier en haut de la couche, sans doute du fait d'un bain de fusion plus chaud de par l'utilisation d'une puissance plus élevée et de l'obtention d'un bain de fusion plus riche en W (augmentant la température de fusion du bain). Des microségrégations sont détectées (Figure 99), signe que le refroidissement a apparemment été trop rapide pour que l'homogénéisation en phase solide ait été complète.

Des fissures microscopiques sont visibles dans la 2^{ème} couche de W (Figure 99), probablement générées lors du refroidissement de la couche après le dépôt. L'utilisation d'une température de préchauffage plus élevée ou d'un refroidissement plus progressif pourrait être nécessaire pour éviter toute fissuration des couches riches en matériaux réfractaires [359]–[361].

En conclusion de cette section sur le dépôt du W, nous avons pu mettre en lumière la forte influence de la nature du substrat sur les paramètres permettant une fabrication saine. Les hautes conductivités thermiques des substrats de W et Mo purs nécessitent d'utiliser de hautes puissances pour permettre la fabrication. Pour les dépôts de W sur substrat de Mo, de nombreuses porosités sphériques ont été détectées à l'interface dépôt – substrat. Leur présence pourrait être liée au fait que le substrat soit un métal pur, de conductivité thermique élevée, et de température de fusion plus basse que le dépôt (induisant une zone de solidification instable à l'interface bain – substrat). Le dépôt de W sur sous-couche d'alliage de Mo-Cr-D22-Cu (moins conducteur) a finalement pu être réalisé sans défaut majeur, avec des taux de refusion (dilution) relativement élevés, permettant de générer un gradient de composition, et avec augmentation progressive de la puissance.

5 Analyse de la fabrication W-Cu finale

| 5 | | 2 |
|------|--|-----|
| 5.1 | Paramètres de fabrication | 113 |
| 5.2 | Analyse globale | 114 |
| 5.3 | Analyses couche par couche | 118 |
| 5.4 | Interprétation et discussion | 128 |
| 5.4. | 1 Variation de paramètres | 128 |
| 5.4. | 2 Fusion et dissolution partielles des poudres | 128 |
| 5.4. | 3 Homogénéité des mélanges | 129 |
| 5.4. | 4 Vaporisation préférentielle | 130 |

Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale

Dans ce chapitre, la fabrication finale W-Mo-Cr-D22-Cu est analysée couche par couche de manière systématique, à l'aide de caractérisations matériaux et des outils théoriques, dans le but de caractériser les phénomènes en jeu durant cette fabrication complexe et mieux comprendre leur influence sur les caractéristiques des bains et des couches obtenues.

5.1 Paramètres de fabrication

La fabrication multi-matériaux finale, d'environ 1.8 mm de hauteur, 4 mm de largeur et 8 mm de longueur, est le résultat d'optimisations paramétriques réalisées matériau par matériau. Pour rappel, le dépôt du D22 (alliage de Ni) sur le substrat de Cu est réalisé en 1 couche. Pour chaque dépôt de poudre réfractaire (Cr, Mo, W), 2 couches sont réalisées. La taille du spot du faisceau laser à la surface a été de 1.2 mm, et le substrat de Cu a été maintenu à des températures entre 730-800 °C (pour une émissivité de substrat entre 0.2 et 0.3) durant toute la fabrication (par chauffage par induction).

Les paramètres utilisés pour chaque couche sont indiqués dans le Tableau 20, avec H_{indic} l'indicateur de hauteur théorique (calculé à partir des paramètres, et dont l'équation est donnée en section 4.2).

| Couche | Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | Débit (¼ tr/min) | H_{indic} |
|--------|---------------|----------------|------------------|--------------------|
| D22 | 700 | 16.9 | 4 | 0.47 |
| Cr 1 | 450 | 5.1 | 2 | 0.79 |
| Cr 2 | 550 | 6.8 | 2 | 0.59 |
| Mo 1 | 550 | 5.1 | 5 | 1.97 |
| Mo 2 | 650 | 5.1 | 2 | 0.79 |
| W 1 | 750 | 12.7 | 2 | 0.31 |
| W 2 | 1000 | 18.2 | 2 | 0.22 |

Tableau 20 : paramètres de la fabrication W-Cu couche par couche

5.2 Analyse globale

Le cliché MEB (en mode BSE) d'une coupe de la fabrication (normale au sens de balayage), en Figure 100, permet de révéler par contraste chimique les couches déposées, de compositions différentes. Quelques porosités rondes sont présentes dans la fabrication, potentiellement dues à du gaz capturé par le bain depuis la surface, ou du fait de la ségrégation et coalescence d'impuretés gazeuses lors du refroidissement du liquide. Il est également possible que la vaporisation préférentielle d'éléments volatils ait provoqué l'apparition de bulles dans le liquide, capturées ensuite par le front de solidification du bain. Des particules résiduelles sont présentes dans les couches W 1 et Mo 2, signes que le bain de ces dépôts n'a sans doute pas été assez chaud pour faire fondre toutes la poudre apportée.



Figure 100 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) de la fabrication W sur Cu avec matériaux intermédiaires

La Figure 101 présente l'évolution des fractions massiques des principaux éléments le long de la flèche bleue de la Figure 100 (profil de mesures EDS, espacées de 5 μ m). Les traits verticaux en pointillé indiquent les positions approximatives des interfaces entre les couches, estimées à partir des contrastes sur le cliché BSE (Figure 100) et des variations des fractions massiques mesurées (Figure 101).

Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale



Figure 101 : évolution des fractions massiques des principaux éléments le long de la flèche bleue de la Figure 100

Lors du dépôt de chaque couche une partie de la couche précédente est refondue et mélangée avec la poudre dans le bain (phénomène de dilution). Ces refusions couche par couche génèrent des gradients de composition verticaux à travers la fabrication multi-couches (Figure 101). Des gradients internes aux couches sont également présents, probablement causés par des mélanges incomplets dans le bain (du fait de la solidification rapide) et par la diffusion à haute température entre les couches.

Les transitions de composition aux interfaces (Figure 101), générées par la diffusion à haute température et du mélange partiel dans la zone de solidification, sont de longueurs de l'ordre de 50 µm. Les clichés (mode BSE, dit contraste chimique) présentés en Figure 102 permettent de constater la continuité de matière aux interfaces, ainsi que la présence de particules résiduelles et de macroségrégations de solidification. Les microstructures observées sont fines et complexes, du fait des variations de composition et du refroidissement rapide des dépôts, générant notamment de fines microségrégations [120], [130].



Figure 102 : clichés MEB BSE des interfaces de la fabrication W-Cu

Les fortes variations de composition observées par endroits sur la Figure 101 sont principalement dues aux particules résiduelles présentes (Figure 100, Figure 102). La Figure 103 d'un zoom à l'interface entre une particule résiduelle de W pur et la matrice de la couche W 1 (alliage riche en W et Mo) permet de constater la continuité métallurgique entre la poudre résiduelle et la matrice. Dans la matrice de la couche (partie droite), des microségrégations sont mis en évidence par le contraste, provoqué en mode BSE par les différences de masse atomique des éléments. Des mesures EDS ont pu confirmer que les zones foncées (microségrégations) sont riches en éléments légers Cu, Ni et Cr (au total $55\pm3\%_m$), à bas point de fusion, alors que les zones claires sont riches en éléments lourds W et Mo (au total $97\pm3\%_m$), à plus hauts points de fusion, qui tendent à se solidifier en dernier lors du refroidissement du bain [120], [130].



Figure 103 : cliché MEB BSE (d'une coupe de la couche W 1) d'un zoom à l'interface entre une particule résiduelle de W pur (partie gauche) et la matrice de la couche

Des variations de composition génèrent des variations de propriétés, et en particulier des températures de liquidus T_L (début de la solidification du mélange liquide) et de point de bulle T_B (début de la vaporisation du liquide). Des estimations de ces températures sont calculées pour chaque point du profil EDS (Figure 101), à partir de formules tirées de la thermodynamique des mélanges à l'équilibre, et en considérant en 1^{ère} approximation les mélanges comme idéaux et les chaleurs latentes de changements d'états comme constantes (Annexe 2). La Figure 104 présente l'évolution de ces estimations T_L^* et T_B^* le long de la flèche bleue de la Figure 100.



Figure 104 : évolution des estimations T_L^* et T_B^* le long de la flèche bleue de la Figure 100

La valeur de T_L^* augmente progressivement avec la hauteur de la fabrication multi-matériaux, ce qui était le but initial lors du choix des matériaux intermédiaires entre le Cu et W. Pour ce qui est de la température T_B^* , sa valeur reste aux alentours de 2900 K jusqu'à la couche du dépôt Mo 2, puis augmente jusqu'à environ 3300 K au sommet de la fabrication (dans le 2^{ème} dépôt de W), avec d'occasionnels pics dus à des hétérogénéités riches en W. Contrairement à la température T_L^* , l'augmentation de T_B^* ne se produit que pour de hauts taux d'éléments à basses pressions de vapeur saturante (ici Mo et W). Cette différence d'évolution est détaillée dans l'Annexe 2, et est due aux hautes énergies de vaporisation des métaux. Même pour de hauts taux de métaux réfractaires W et Mo (ici ~70-90% en masse) la température T_B^* du mélange n'augmente pas significativement, du fait de la vaporisation préférentielle des éléments à haute pression de vapeur saturante (ici Cu, Ni, et Cr). Le passage de la fabrication à ces taux intermédiaires (ici ~70-90% en masse) peut s'avérer critique du fait d'une forte augmentation de la température T_L^* combinée à une faible augmentation de la température T_B^* . En effet, l'écart entre T_B^* et T_L^* est alors susceptible de diminuer fortement, comme on peut le constater avec la Figure 104, augmentant alors le risque de vaporisation à la surface du bain. Ce point sera abordé plus en détail par la suite, à l'aide de simulations des bains de fusion.

5.3 Analyses couche par couche

L'étude de la physique des bains de fusion formés couche par couche est d'intérêt pour la compréhension des phénomènes en jeu lors d'une telle fabrication multi-matériaux, l'interprétation de l'analyse post-fabrication, et pour finalement progresser vers la maîtrise générale de la fabrication additive multi-matériaux. Nous présentons dans cette section différents calculs expérimentaux et théoriques réalisés pour chaque couche, qui seront utilisés par la suite pour discuter de l'importance et de l'évolution des différents phénomènes durant la fabrication.

Des estimations (à partir des différences de contrastes) des largeurs des cordons et hauteurs des couches sont réalisées par mesure sur des clichés BSE des derniers cordons de chaque couche (Figure 107), qui n'ont délibérément pas été recouverts par une couche supérieure. Les Figure 105 et Figure 106 sont deux exemples de ces clichés, montrant le dernier cordon des couches des dépôts Mo 1 et W 1.



Figure 105 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale à la direction de balayage) du dernier cordon du dépôt Mo 1, avec indication des mesures des dimensions du dernier cordon



Figure 106 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dernier cordon du dépôt W 1, avec indication des mesures des dimensions du dernier cordon

La Figure 107 présente les largeurs et hauteurs moyennes de chaque dépôt, avec les intervalles correspondant aux valeurs minimales et maximales mesurées. Les résultats de simulation numérique seront commentés plus loin.



Figure 107 : hauteur moyenne de couche et largeur moyenne de cordon des dépôts, mesurées et simulées

Les hauteurs des couches formées sont de l'ordre de 200 μ m, et les largeurs des cordons de l'ordre de 1 mm (proche de la largeur du spot laser, égale à 1.2 mm) (Figure 107). Les cordons des dépôts de W sont les moins larges, avec des valeurs inférieures à 1 mm.

À partir des largeurs mesurées sont déterminés les taux de recouvrement des cordons entre eux, c'est-à-dire la fraction de la largeur du cordon déposé qui recouvre le cordon précédent (espacée latéralement de la longueur HD), et qui est calculée avec l'Équation 93.

Équation 93 :

 $Recouvrement = \frac{Largeur \ cordon - Hatching \ Distance}{Largeur \ cordon}$

À partir des hauteurs sont calculés les débits de fabrication et les rendements matière par dépôt (voir équations en section 4.2). Pour chaque dépôt, des estimations des fractions moyennes de l'élément injecté (formant la couche) sont obtenues par moyenne des mesures EDS dans chaque couche (Figure 101). Les taux de dilution de chaque couche avec la sous-couche sont estimés à partir des fractions volumiques moyennes, avec l'Équation 94.

Équation 94 :

 $Dilution = 1 - \frac{\%_{vol} \ mat{\'e}riau \ d'apport_{couche} - \%_{vol} \ mat{\'e}riau \ d'apport_{sous-couche}}{1 - \%_{vol} \ mat{\'e}riau \ d'apport_{sous-couche}}$

Le Tableau 21 présente ces caractéristiques couche par couche, qui seront utilisées dans la prochaine section pour discuter de l'évolution des phénomènes durant la fabrication.

Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale

| Couche | Recouvrement (%) | Rendement (%) | % masse matériau d'apport | Dilution (%) |
|--------|------------------|---------------|---------------------------|--------------|
| D22 | 53 ± 7 | 59 ± 5 | 80 ± 3 | 17 ± 3 |
| Cr 1 | 62 ± 4 | 24 ± 3 | 43 ± 3 | 52 ± 3 |
| Cr 2 | 67 ± 3 | 31 ± 3 | 62 ± 3 | 63 ± 3 |
| Mo 1 | 62 ± 6 | 28 ± 5 | 50 ± 3 | 57 ± 3 |
| Mo 2 | 61 ± 4 | 47 ± 10 | 71 ± 3 | 59 ± 3 |
| W 1 | 48 ± 6 | 35 ± 10 | 64 ± 3 | 54 ± 3 |
| W 2 | 37 ± 6 | 72 ± 10 | 88 ± 3 | 40 ± 3 |

Tableau 21 : caractéristiques des dépôts

Les recouvrements entre les cordons sont de l'ordre de 50%, qui ont permis l'obtention de couches continues entre elles (sans manque de fusion entre les cordons). Les dilutions obtenues sont de l'ordre de 50% pour les dépôts de poudres plus réfractaires que la sous-couche. Cela a permis l'augmentation progressive des taux de matériaux réfractaires, et d'éviter des instabilités du bain à l'interface avec le substrat, qui peuvent générer des porosités (comme observées durant les études des dépôts de Mo et Cr, en sections 4.2 et 4.3).

À partir des compositions moyennes, les estimations T_L^* et T_B^* sont calculées pour chaque dépôt. La Figure 108 présente leur évolution, accompagnée des températures de fusion des poudres utilisées pour chaque dépôt (T_f poudre) ainsi que d'une estimation de la température maximale du bain de fusion. Le calcul de cette estimation (T_{max} simulation) est détaillé dans la prochaine section.



Figure 108 : températures maximales des bains simulés couche par couche, températures de fusion des poudres, et estimations des températures T_L^* et T_B^* moyennes pour chaque couche

On remarque que l'écart entre T_L^* et T_B^* diminue progressivement pour chaque nouvelle couche, devenant presque nul pour la dernière couche. De la vaporisation à la surface du bain de fusion a donc probablement été induit lors de ces dépôts, phénomène qui peut profondément altérer le bain de fusion et générer des porosités [260], [289], [362] (1.2.2.4). Les faibles écarts entre T_L^* et T_B^* pour les dernières couches sont à imputer à l'évolution quasi-linéaire de T_L^* avec la composition, alors que T_B^* n'augmente significativement que pour de très hauts taux d'éléments réfractaires du fait de la vaporisation préférentielle des éléments à hautes pressions de vapeur saturante (Annexe 2). On peut également constater que pour les dépôts de poudre réfractaire (Cr, Mo, W), la température de fusion de la poudre injectée est plus élevée que le liquidus du mélange liquide estimé (Figure 108). Dans ce cas la fusion de l'ensemble des particules dans le bain de fusion n'est pas garantie, et seule la dissolution des particules infondues pourra permettre un certain mélange des atomes des particules dans le liquide. Si la dissolution n'est pas complète lors de la solidification du liquide, des particules résiduelles seront présentes dans la couche.

Pour estimer les valeurs de caractéristiques clés des dépôts, le modèle numérique du bain de fusion a été utilisé pour reproduire les dépôts, à partir des paramètres expérimentaux (Tableau 20) (notamment puissance, vitesse de balayage, et *Hatching Distance* HD). La température du substrat est fixée à 800°C. La vaporisation à la surface du bain est prise en compte, en approximant les mélanges liquides par des mélanges idéaux (section 2.3.3.3). Pour reproduire au mieux le dépôt de chaque couche, les débits volumiques utilisés pour chaque simulation sont ajustés pour que la composition moyenne de la couche simulée soit égale à la valeur mesurée expérimentalement (voir Tableau 21).

Les largeurs des cordons simulés sont obtenues par calcul de la largeur de l'isotherme du liquidus du bain. La Figure 107 présentée précédemment permet de comparer les largeurs et hauteurs calculées et mesurées expérimentalement. On peut constater que les simulations permettent de reproduire les tendances générales. L'erreur relative maximale est de 24%, ce qui est de l'ordre de grandeur des erreurs de simulations de modèles similaires au nôtre [181], [232], [258]. L'utilisation des dilutions mesurées expérimentalement comme paramètres d'entrée apparaît être un bon moyen de reproduction de ces fabrications multi-matériaux complexes. Il est à noter que les nombreuses approximations réalisées dans ce modèle ne lui permettent pas de pouvoir prédire la réalisation de telles fabrications complexes.

Les simulations sont par la suite utilisées pour fournir des estimations de caractéristiques qui n'ont pas pu être mesurées expérimentalement, notamment les températures maximales T_{max} des bains (Figure 108).

Également, pour mieux comprendre la dissolution et le mélange des particules dans le bain, nous utilisons les formules présentées dans la partie 2.4.2. Pour rappel $f_{P_L}^{max}$ (Équation 95) est l'estimation de la fraction atomique résiduelle maximal d'élément injecté dans le bain, après mélange et solidification d'une gouttelette de particule fondue de taille \emptyset_{P_0} . Cette estimation de la fraction résiduelle maximale de poudre mixée dans le liquide est ici utilisée comme indicateur de l'hétérogénéité du mélange.

Avec t_L le temps caractéristique du passage en phase liquide, et γ_{def} le taux de cisaillement caractéristique dans le bain (calculé ici avec la vitesse moyenne à la surface et l'épaisseur de liquide), également utilisé comme indicateur de la recirculation du fluide dans le bain. Le coefficient de diffusion massique D_{m_L} caractéristique est déterminé par la moyenne de la diffusion intrinsèque dans le bain simulé.

L'évolution des indicateurs en fonction de la couche déposée est donnée en Figure 109.



Figure 109 : indicateurs de recirculation, de durée de mélange, et d'hétérogénéité couche par couche

On constate que les indicateurs de durée de mélange (en phase liquide) sont particulièrement élevés pour les bains de Cr et Mo, principalement due à l'utilisation de vitesses assez faibles pour ces dépôts (Tableau 20). Pour les dépôts de W, on peut noter les faibles valeurs des indicateurs de la durée de mélange et de la recirculation liquide, qui induisent des indicateurs de fraction résiduelle maximale plus élevés.

Une estimation du taux de fusion $g_{P fusion}$ des particules injectées à la surface du bain est calculée à partir de la simulation numérique du bain de fusion, avec l'Équation 96. Ce calcul est détaillé dans la section 2.4.1. Ce taux $g_{P fusion}$ correspond à la fraction volumique de poudre injectée dans le bain qui a été fondue par le liquide. Une valeur de 1 indiquera que toutes les particules injectées à la surface ont été fondues.

Équation 96 :

$$g_{P\,fusion} = 1 - g_{P\,res\,fusion} = 1 - \frac{Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T < T_{f_P})}}{Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T < T_{f_P})} + Q_P^{V(T \ge T_L)\&(T \ge T_{f_P})}}$$

Une estimation du taux de dissolution $g_{P \ disso}$ de particules dans le bain est calculée avec l'Équation 97, en utilisant le modèle de diffusion 1D présentée dans la partie 2.4.1. Ce taux $g_{P \ disso}$ correspond à la fraction volumique de poudre infondue dans le bain qui aura été dissoute par le liquide. Une valeur de 1 indiquera que toutes les particules solides ont pu être dissoutes avant solidification du bain.

Équation 97 :

$$g_{P \ disso} = 1 - g_{P \ res \ disso} = 1 - \left(\frac{\emptyset_{P \ disso}}{\emptyset_{P_0}}\right)^3$$

L'évolution de ces deux indicateurs $g_{P fusion}$ et $g_{P disso}$ en fonction de la couche déposée est donnée en Figure 110.





Figure 110 : estimations des taux de fusion et taux de dissolution dans chaque dépôt

Les taux de fusion théoriques sont systématiquement plus élevés pour les seconds dépôts de poudre réfractaire. Les taux de dissolution théoriques apparaissent plus élevés pour les premiers dépôts de poudre réfractaire. Également les taux de dissolution théoriques sont particulièrement élevés pour les dépôts de Mo et Cr, sans doute du fait d'une durée de mélange plus élevé pour ces bains (Figure 109).

Enfin, une estimation de la fraction volumique de particules résiduelles (non fondues et non dissoutes entièrement) dans la couche est réalisée avec l'Équation 98. Cette équation est tirée de la section 2.4.1.

$$g_{P\ res}^{couche} = \left(\frac{g_{P\ res\ disso}}{1 - g^{ref\ cordon}g_{P\ res\ disso}}\right) \left(g^{ajout}g_{P\ res\ fusion} + g^{ref\ couche}g_{P\ res}^{ref\ couche}\right)$$

La Figure 111 permet de comparer les évolutions des estimations des taux de particules résiduelles théoriques et expérimentales en fonction de la couche déposée. Les valeurs expérimentales des fractions volumiques de particules résiduelles ont été estimées en utilisant le module d'analyse de particules du logiciel ImageJ (identification des particules par contraste), pour chaque couche (avec les clichés BSE).

Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale



Figure 111 : estimations des taux de particules résiduelles théoriques et expérimentales dans chaque dépôt ; les parties rouges représentent la fraction de particules ayant été fondues, et les parties bleues représentent la fraction de particules (infondues) qui ont ensuite été dissoutes

Les nombreuses approximations effectuées pour les simulations et calculs théoriques ne permettent pas de reproduire les fractions exactes de particules résiduelles, mais on peut constater que ces outils permettent de décrire les tendances générales. Des taux plus élevés sont notamment détectés pour les dépôts de W.

Des figures tirées des simulations sont présentées par la suite pour illustrer les simulations réalisées. Les vues 3D (Figure 112, Figure 113) permettent d'observer les isothermes caractéristiques à la surface du bain, la circulation du fluide, ainsi que le mélange progressif de l'apport de matière dans le liquide, ici pour les dépôts D22 et W 2.



Figure 112 : vue 3D du bain du dépôt D22, avec distribution de la fraction massique de D22, les flèches de vecteurs vitesse à la surface (amplitude moyenne de 0.37 m/s), et deux isothermes caractéristiques (T_L noir, T_f^{poudre} magenta)

On peut noter pour cette simulation (Figure 112) que l'isotherme de fusion de la poudre de D22 (contour magenta) coïncide presque avec l'isotherme du liquidus du bain (contour noir). Cela est la raison du haut taux

de fusion de poudre pour ce dépôt (Figure 110), et est due au fait que la température de fusion du D22 (d'environ 1433 K) n'est pas beaucoup plus élevée que la température de fusion du substrat en Cu (d'environ 1358 K).



Figure 113 : vue 3D du bain du dépôt W 2, avec distribution de la fraction massique de W, les flèches de vecteurs vitesse (amplitude moyenne de 0.10 m/s), et trois isothermes caractéristiques (T_L noir, T_f^{poudre} magenta, T_{eb} bleu)

Comparée au dépôt de D22 sur Cu, la surface du bain simulé du dépôt de W 2 sur W 1 est creusée. Dans cette simulation la pression de vapeur saturante du liquide au centre du bain a dépassé la pression ambiante (ici égale à 1 bar), et une pression de recul est donc appliquée (voir section 2.3.3.3 pour son expression).

Les coupes *xy* des bains de fusion (Figure 114, Figure 115) des dépôts de Mo 1 et de W 1 permettent l'analyse de la température dans le bain et de la circulation du fluide dans le bain.



Figure 114 : coupe xz du bain du dépôt Mo 1, avec distribution de température, les flèches de vecteurs vitesse (amplitude moyenne de 0.13 m/s), et trois isothermes caractéristiques (T_L noir, $T_L^{sous-couche}$ gris, T_f^{poudre} magenta)

La circulation du fluide à la surface du bain de Mo 1 sur Cr 2 (Figure 114) est du centre vers les périphéries du fait du gradient de température présent.

Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale



Figure 115 : coupe xz du bain du dépôt W 1, avec distribution de température, les flèches de vecteurs vitesse (amplitude moyenne de 0.07 m/s), et deux isothermes caractéristiques (T_L noir, $T_L^{sous-couche}$ gris)

Il apparaît pour cette simulation du dépôt de W 1 (Figure 115) que la température maximale du bain n'a pas dépassé la température de fusion de la poudre injectée (ici du W pur).

Pour ces simulations du dépôt de la couche Mo 1 et de la couche W 1, la pression de vapeur saturante maximale à la surface a dépassé la pression ambiante, ce qui a engendré une pression de recul ayant creusé la surface liquide (Figure 114 et Figure 115) et finalement augmenté la pénétration du bain dans la sous-couche.

Avec les coupes yz des dépôts simulés (par exemple Figure 116 et Figure 117) on peut évaluer les dimensions de la zone fondue par le bain, ainsi que la distribution de la fraction massique du matériau injecté dans les cordons déposés. Le contour blanc indique l'isotherme correspondant à $T_L^{moyenne \ couche}$ la température de liquidus à la composition moyenne de la couche (indiquée dans le Tableau 21).



Chapitre 5 : Analyse de la fabrication W-Cu finale

Figure 116 : coupe yz de l'arrière du bain du dépôt Mo 1, avec distribution de la fraction massique de Mo, et trois isothermes caractéristiques (T_L noir, $T_L^{moyenne\ couche}$ blanc, $T_L^{sous-couche}$ gris)



Figure 117 : coupe yz de l'arrière du bain du dépôt de W 1, avec distribution de la fraction massique de W, et trois isothermes caractéristiques (T_L noir, $T_L^{moyenne\ couche}$ blanc, $T_L^{sous-couche}$ gris)

Pour ces deux simulations on peut noter la présence d'une interface large et irrégulière entre le bain de fusion et la sous-couche (Figure 114 à Figure 117). L'isotherme du liquidus local T_L en noir est irrégulière à l'interface avec la sous-couche (Figure 116, Figure 117), variant entre l'isotherme du liquidus de la composition moyenne du bain (en blanc) et l'isotherme du liquidus de la sous-couche (en gris). Cela est dû au fait que pour ces dépôts, la composition moyenne du bain ait une température de liquidus plus élevée que celle de la sous-couche (Figure 108). Ainsi une large interface, instable, apparait entre le bain et la sous-couche moins réfractaire.

En comparant ces résultats de simulation du dépôt de Mo 1 (Figure 116) et de W 1 aux coupes des dépôts réels (Figure 105 et Figure 106), on peut noter que pour les dépôts réels la surface du dernier cordon apparaît être creusée, ce qui n'est pas le cas pour les cordons simulés. Nous attribuons cette différence principalement à l'accumulation durant les dépôts réels de particules réfractaires résiduelles sur le bord du bain à l'interface avec la surface de la sous-couche (Figure 105 et Figure 106), où la température du liquide est la plus faible. Ces particules ne sont pas prises en compte dans la simulation, du fait de l'utilisation d'un apport de masse de type flux continu. L'accumulation de particules résiduelles sur le bord du bain aura pu augmenter la hauteur des bords du cordon formé, et aboutir finalement à l'aspect creusé de sa surface.

5.4 Interprétation et discussion

5.4.1 Variation de paramètres

En considérant les paramètres de la fabrication (Tableau 20) (qui ont fait l'objet d'une optimisation couche par couche pour permettre une fabrication saine) par rapport aux caractéristiques des bains de fusion, nous pouvons mieux comprendre leurs évolutions au cours de la fabrication. L'élévation graduelle du liquidus des couches (Figure 108) peut notamment être corrélée à l'augmentation de la température maximale du bain (Figure 108) et de la puissance laser utilisée (Tableau 20), augmentation qui a été nécessaire pour assurer la formation de bains assez larges et éviter les manques de fusion entre les cordons et les porosités à l'interface.

La puissance relativement élevée nécessaire pour le dépôt de D22 sur substrat de Cu pur serait plutôt à attribuer à la haute conductivité thermique du Cu, comparée à la conductivité thermique des couches déposées (de valeur entre 50 et 70 W m⁻¹ K⁻¹). Une autre explication pourrait être la réflectivité élevée du Cu à la longueur d'onde du laser (~ 1 μ m) [321], [322], cependant en analysant la simulation du bain (Figure 112) nous avons pu en conclure que le laser illuminait principalement le bain riche en D22 (13% seulement d'intensité laser est envoyée sur du Cu pur à plus de 95%). Ni et Cu étant entièrement miscibles, le mélange Ni-Cu obtenu présente une absorptivité accrue par rapport à du Cu pur. Ainsi, dans notre modèle le bain riche en D22 a une absorptivité estimée à 32%, ce qui est environ le triple de l'absorptivité du Cu liquide (à la longueur d'onde de 1 μ m). L'utilisation d'un haut débit de Ni apparaît donc bien être un moyen efficace d'éviter les problèmes de réflexions laser à haute puissance qui peuvent survenir lors de la fabrication additive employant du Cu pur [321], [322].

Les variations des rendements matière (Tableau 21) entre les dépôts sont en partie dues aux différences de taille et de température des surfaces des bains de fusion formés. Pour les dépôts de poudres réfractaires (Cr, Mo, W), les rendements des 2^{èmes} couches apparaissent être systématiquement plus élevés que pour les 1^{ères} couches correspondantes (Tableau 21). Cela peut être corrélé à des taux de fusion plus faibles pour ces 1^{ères} couches (Figure 110). En effet, pour de faibles taux de fusion on peut s'attendre à la présence de particules infondues à la surface du liquide. Une présence non-négligeable de particules résiduelles proches de la surface peut notamment être observée à la surface des dépôts Mo 1 et W 1 (Figure 105 et Figure 106). Ces particules solides sont susceptibles de provoquer le rebond de particules injectées à la surface, comme cela a déjà été mis en évidence par observation par caméra rapide [176]. Cela diminuera alors le rendement, qui nous a conduit à l'augmentation des débits de poudre pour permettre des constructions suffisantes.

5.4.2 Fusion et dissolution partielles des poudres

Bien que les températures de fusion des poudres injectées soient plus élevées que les températures de liquidus estimées des couches avec Cr, Mo, et W (Figure 108), la dilution des particules dans le liquide reste possible par dissolution progressive ou fusion dans la zone chaude du bain. La comparaison des températures maximales théoriques T_{max} avec les températures de fusion des poudres et des couches (Figure 108) indique que la majorité des bains formés ont effectivement pu être assez chauds pour faire fondre une partie des particules injectées à la surface. Cela n'est pas le cas pour la 1^{ère} couche de W, pour laquelle on observe effectivement un nombre particulièrement élevé de particules résiduelles (Figure 100).

En analysant la Figure 110, nous avons noté que pour les dépôts de poudre réfractaire (Cr, Mo, W) les taux de fusion de poudre des 2^{èmes} couches apparaissent être systématiquement plus élevés que les taux de fusion des 1^{ères} couches. Cela peut être expliqué par le fait que pour les seconds dépôts de ces poudres, le bain de fusion formé est plus riche en élément réfractaire, augmentant la température de liquidus du bain simulé (Figure 108). De plus, la puissance a été augmentée pour chacun de ces seconds dépôts, dans le but d'obtenir des bains de fusion suffisamment larges pour éviter les manques de fusion. Ainsi les températures minimales et maximales

des bains sont globalement augmentées lors des passages aux 2^{èmes} couches de matériau réfractaire, ce qui explique l'accroissement de la proportion de surface permettant la fusion directe des particules.

On peut également constater que les taux de fusion des dépôts de W sont particulièrement faibles, bien que les différences entre la température de fusion de la poudre et le liquidus de la couche soient du même ordre que pour les autres dépôts réfractaires (~600 K pour les 1^{ères} couches et ~300 K pour les 2^{èmes} couches). Cela s'explique par des degrés de surchauffe liquide plus bas pour les bains des dépôts de W, liés à des cordons et bains de plus faibles tailles.

La fraction de poudre n'ayant pas été fondue à la surface du bain est progressivement dissoute dans le liquide, jusqu'à ce que ce dernier arrive à saturation ou bien se solidifie. Les calculs théoriques (Figure 110) indiquent des taux de dissolution plus élevés pour les 1^{ers} dépôts de poudre réfractaire (Cr, Mo et W) comparés aux dépôts des 2^{èmes} couches. Cela pourrait être expliqué par des taux de poudre réfractaire plus faibles dans les bains des 1^{ères} couches, du fait de la dilution avec la sous-couche, ce qui engendre un liquide éloigné de la saturation et donc une dissolution plus sévère. Également, les dépôts de Cr et Mo ont des taux de dissolution théoriques très élevés, principalement du fait de bains de fusion particulièrement larges et lents, augmentant la durée de passage en phase liquide.

La combinaison de la fusion partielle et de la dissolution partielle, avec prise en compte de la refusion avec la couche et cordon précédents, permet d'estimer les fraction volumique de particules résiduelles dans les couches, qu'on peut comparer (Figure 111) avec les fractions mesurées sur les clichés MEB en mode BSE. Le modèle indique notamment des taux élevés de particules résiduelles dans les dépôts de W, qu'on peut imputer principalement aux plus faibles surchauffes du liquide des bains ainsi qu'aux vitesses de balayage élevées. La fraction de particules résiduelles dans le dépôt W 2 apparaît surestimée. Il est probable que cela soit dû à une sous-estimation du taux de particules fondues. L'obtention des températures exactes de la surface du liquide, par exemple par caméra thermique, serait nécessaire pour à terme arriver à réellement prédire le taux de particules fondues. Également, notre calcul ne prend en compte que la fusion instantanée de l'entrée de poudre à la surface, et il est en réalité possible que des particules infondues à la surface ou dans le cœur du bain se fassent transporter par le fluide vers une zone assez chaude pour les faire fondre [268].

À travers ces analyses, on peut notamment souligner la grande importance du taux de poudre réfractaire alliée au bain. Les calculs suggèrent qu'à bas taux d'éléments de poudre mélangé au liquide, la dissolution est particulièrement forte et permet donc le mélange efficace des éléments dans le liquide, surtout pour des bains lents et larges. À haut taux d'élément de poudre mélangé au liquide, ce dernier sera plus proche de la saturation et la vitesse de dissolution aura donc tendance à diminuer, mais l'augmentation du liquidus du mélange pourra aboutir à de plus hautes températures dans le bain et donc de plus hauts taux de fusion des particules, surtout si la puissance est augmentée (dans le but de conserver une taille de bain suffisamment grande).

5.4.3 Homogénéité des mélanges

Outre la présence de particules réfractaires résiduelles, les outils d'analyse théorique permettent de mieux comprendre le mélange des éléments par la dynamique du liquide.

La simulation permet notamment de mieux comprendre la présence d'hétérogénéités spécifiques aux interfaces. Lorsque la température de fusion de la couche précédente est inférieure à celle de la couche déposée, une large zone de solidification se forme entre les températures de solidification du cœur du bain et de la sous-couche [11], [281], [283]. À cette interface dite instable, du liquide riche en élément réfractaire du bain est susceptible de pénétrer la sous-couche encore liquide et commencer à se solidifier tout en s'y mélangeant partiellement.

Cela pourra laisser des hétérogénéités macroscopiques après solidification complète de l'interface [11], [281], [283], y compris des particules résiduelles piégées, comme visible dans les Figure 105 et Figure 106. La simulation du bain de fusion permet d'obtenir une idée de l'épaisseur de cette interface hétérogène couche – sous-couche (entre les contours noir et gris des Figure 116 des Figure 117). Pour diminuer l'ampleur de ces manques de mélange, il pourrait être utile de réaliser de longs gradients de composition, sur plusieurs couches, dans le but de réduire les différences entre les températures de solidification du bain et de la sous-couche.

En analysant globalement les résultats expérimentaux et théoriques, il semble que les dépôts de W soient plus hétérogènes que les autres (Figure 100, Figure 101). Cela peut d'abord être attribué à la présence de nombreuses particules résiduelles, mais également à la plus faible recirculation du fluide et durée de mélange dans le bain (Figure 109). En effet, les indicateurs d'hétérogénéité $f_{P_L}^{max}$ sont par conséquent plus élevés pour ces dépôts de W. Ce faible mélange est dû aux vitesses de balayage élevées utilisées pour ces dépôts, ainsi qu'aux faibles tailles et faibles vitesses du fluide des bains (Figure 115). Également, les dépôts de Cr et Mo présentent des taux de recouvrement plus élevés que pour les dépôts de W (Tableau 21), ce qui se traduit par de plus hauts taux de refusion du cordon précédent et finalement de meilleurs mélanges.

On peut finalement noter que dans la couche W 2 (Figure 100), les particules apparaissent avoir été préférentiellement fondues dans la partie haute. Cela peut être corrélé dans la simulation aux hautes fractions de W à la surface du bain (Figure 113, isotherme T_f^{poudre} en magenta), préférentiellement dans la partie arrière, qui engendrent une réduction des pertes de chaleur par vaporisation et donc une augmentation de la température.

Une augmentation des puissances utilisées pour les dépôts de W pourrait en théorie aboutir à de meilleurs mélanges (comme obtenus pour les dépôts de Mo), cependant durant les essais préliminaires l'utilisation de puissances plus élevées a provoqué de la vaporisation excessive du bain, empêchant l'obtention de dépôts sains, et présentant un danger pour les parties optiques de la machine.

5.4.4 Vaporisation préférentielle

L'occurrence de vaporisation sévère durant la fabrication par projection laser n'est pas systématique, du fait de l'utilisation de larges spot laser [46], associée à des densités d'énergie plus modérées que pour la fabrication additive type SLM par exemple. Ici, la présence des éléments Cu, Ni et Cr a apparemment limité l'augmentation de la température d'ébullition dans les dépôts riches en Mo et W, provoquant alors de la vaporisation préférentielle durant ces dépôts à hautes puissances et hautes températures. Il a effectivement été détecté durant ces dépôts (poudres Mo et W) l'apparition de fumées et d'éjectas. Un autre indice de l'activation de la vaporisation est la haute profondeur de zone fondue de certains dépôts, notamment ceux de Mo (Figure 100, Figure 105), qui peut être due à un creusement de la surface du bain par la pression de recul d'un jet de vapeur sortant [191].

En analysant la Figure 108, on constate qu'à partir du dépôt de la couche Cr 2, la température maximale des bains simulés dépasse la température T_B^* du dépôt. Pour ces dépôts, les données tirées des simulations indiquent que la pression de vapeur maximale à la surface des dépôts réfractaires a effectivement dépassé la pression ambiante (de 1 bar ici), provoquant la déflexion de la surface du bain et un creusement non-négligeable des bains de fusion des dépôts de Mo (Figure 114).

La valeur de la température T_B^* dépendant fortement de la température et de la composition, il est crucial de prendre en compte le mélange de la chaleur et des éléments dans le bain de fusion.

La vaporisation d'éléments à bas point d'ébullition pourrait être une des raisons de la présence des porosités rondes dans les dépôts de Mo (Figure 100), du fait d'instabilités de la dynamique des bains comme cela a pu être décris dans la littérature [260], [289]. Ces porosités pourraient aussi avoir été générées par la pénétration

de gaz d'argon dans le bain [215], par la présence de porosités dans les poudres utilisées [214], ou encore par l'agglomération de microporosités de retrait et d'impuretés gazeuses [216].

Il est aussi à noter que durant la recherche paramétrique de la fabrication W-Cu, des cratères ont été formés lors de l'utilisation de puissances plus élevées (par rapport à celles optimisées présentées ici) ou de couches de matériaux intermédiaires plus fines. Notre hypothèse est que dans ces cas, le creusement de la surface induit par la vaporisation, a pu par moment (lors d'instabilités du bain) devenir assez important pour passer en mode « *keyhole* », c'est-à-dire formant une cavité creusant dans les couches sous-jacentes (à plus bas point d'ébullition), et qui n'aurait pas ensuite été rebouchée par le liquide [260], [289]. Une autre explication serait la fissuration de couches moins réfractaires (et moins résistantes à la déformation) du fait des hautes températures de préchauffage et des hautes puissances de dépôt. Il apparaît que l'utilisation de Mo comme élément d'alliage au Cr, ainsi que la formation de couches intermédiaires épaisses et homogènes, a ici bien permis d'aboutir à des dépôts de W à hautes puissances avec fusion des particules de W et sans défaut macroscopique lié à de la vaporisation excessive ou de la fissuration de couches moins réfractaires.

En conclusion, une analyse détaillée de la fabrication finale W-Cu a été réalisée, utilisant le modèle de simulation pour l'analyse théorique des bains de fusion de chaque couche. Des gradients de composition sont générés par le mélange couche par couche de la poudre avec une partie refondue de la sous-couche (dilution). La variation des paramètres optimisés est corrélée aux variations de propriétés des bains générés, et en particulier de leur température de fusion. La fusion et la dissolution des particules varient couche par couche, en fonction notamment des températures de fusion et des températures du bain, de la composition du liquide, et de la durée du mélange en phase liquide. On peut conclure que des bains larges et lents, obtenus par l'utilisation de hautes puissances et de basses vitesses de balayage, tendent à produire les dépôts les plus homogènes. Comme l'indiquent les calculs théoriques cela serait dû aux hautes températures générées dans le bain, susceptibles de faire fondre les particules réfractaires, ainsi qu'à la durée élevée de passage en phase liquide qui favorise la dissolution des particules et le mélange. Des températures élevées peuvent cependant provoquer la vaporisation d'éléments peu réfractaires à la surface, creusant le bain, et pouvant aboutir à des défauts.

Conclusion générale

Synthèse

Cette thèse, réalisée dans le cadre du projet PTC CREATE au CEA Saclay, a porté sur la fabrication additive par projection laser de revêtements combinant des métaux fortement dissimilaires, avec insertion de métaux intermédiaires permettant la liaison. Du fait des nombreux paramètres et phénomènes associés au procédé, des outils théoriques ont été développés pour guider le choix des paramètres et l'interprétation des résultats. Le système étudié a été le dépôt de W sur Cu, d'intérêt pour la réalisation de dissipateurs thermiques face au plasma dans des réacteurs à fusion nucléaire, du fait de la résistance mécanique du W à hautes températures couplée à la conductivité très élevée du Cu. La fabrication de cette pièce multi-matériaux est rendue complexe par les grandes différences de propriétés entre les deux, avec en particulier la température de fusion du W dépassant la température d'ébullition du Cu.

L'étude bibliographique a permis d'identifier les différentes incompatibilités pouvant survenir lors de la combinaison de deux métaux dissimilaires par projection laser, apparaissant en phase liquide (dans le bain de fusion) ou en phase solide. Le mélange dans le bain de fusion est notamment rendu complexe lorsque les métaux possèdent des températures de changement d'état très éloignées, avec risques de manques de fusion de l'élément le plus réfractaire (particules infondues, manques de liaison à l'interface) ou de vaporisation préférentielle des éléments moins réfractaires. Lorsque le métal le plus réfractaire des deux reste à l'état solide, la diffusion vers le liquide peut devenir le mécanisme principal permettant le mélange et la liaison métallurgique. Lors de la solidification du mélange liquide, des phases intermétalliques fragiles indésirables sont susceptibles d'apparaître pour certains mélanges de métaux, et mènent souvent à de la fissuration lors du refroidissement de la pièce. Pour contourner ces incompatibilités, des couches de métaux intermédiaires peuvent être introduites, choisis en premier lieu à partir des diagrammes de phases à l'équilibre. La création de gradients de composition entre deux alliages dissimilaires semble également être une méthode efficace pour permettre une liaison saine, grâce à la réduction des différences de propriétés entre chaque couche déposée. L'insertion de métaux intermédiaires et de gradients de composition ajoute néanmoins de la complexité à la fabrication. La projection laser est particulièrement adaptée à la fabrication de telles structures multi-matériaux complexes, du fait de la possibilité de modifier localement les matériaux injectés et les paramètres utilisés. Les phénomènes physiques et défauts associés à la projection laser multi-matériaux restent cependant à clarifier et à maîtriser, pour à terme construire une méthodologie générale de combinaison de matériaux incompatibles par fabrication additive. Dans cet optique, la simulation du procédé apparaît être un outil précieux, pour guider la conception de la pièce multimatériaux, sa fabrication, et l'interprétation des résultats.

Des métaux purs ont par la suite été sélectionnés dans le but de permettre le dépôt de W sur substrat de Cu par projection laser avec couches intermédiaires, en premier lieu en utilisant les diagrammes de phases binaires. Deux principaux critères ont été utilisés pour le choix de la transition de métaux de Cu à W : éviter la présence de phase intermétallique et de lacune de miscibilité en phase liquide, et éviter le cas où la température de fusion du métal déposé dépasse la température d'ébullition du métal de la couche précédente. En deuxième critère de sélection nous avons cherché à maximiser la miscibilité en phase solide. La séquence de métaux purs retenue a été W sur Mo sur Cr sur Ni sur Cu, qui permet une transition graduelle de la température de fusion. Différentes poudres ont par la suite été approvisionnées et caractérisées.

En parallèle de la préparation de la fabrication W-Cu par projection laser, un modèle de simulation du procédé à l'échelle du bain de fusion a été construit à l'aide d'un logiciel commercial de calcul par éléments finis Comsol.

Les principaux phénomènes physiques ont été pris en compte, identifiés aux préalables dans l'étude bibliographique, notamment la dynamique du fluide, la déformation de la surface du bain, et la vaporisation à la surface. Des calculs de la dissolution de poudre dans le bain de fusion et du mélange en phase liquide ont également été présentés.

Une première étude de cas de fabrication dissimilaire « modèle » a été effectuée pour confronter les résultats du modèle du bain de fusion à des fabrications réelles. Une couche de Cr sur substrat 316L a été réalisée par projection laser, et le bain de fusion du dépôt du dernier cordon de la couche a été reproduite avec le modèle numérique, avec prise en compte de l'effet macroscopique de la turbulence du fluide au moyen d'un modèle de type *low-Re* RANS v^2 -f. En comparant les résultats à ceux d'une simulation sans prise en compte de la turbulence, il apparaît que l'augmentation de la diffusion effective du fait de la turbulence dans le fluide mène à une diminution non-négligeable de la température et de la vitesse maximale à la surface, ainsi qu'à une augmentation de l'intensité de la turbulence avec l'augmentation de la turbulence is résultats de simulations du dépôt du 1^{er} et du dernier cordon de la couche de Cr ont ensuite été comparés à des caractéristiques de la fabrication réelle, ce qui a permis de confirmer que le modèle était capable de reproduire les dimensions de cordons réels, et a également mis en évidence la forte influence de l'effet Marangoni sur ces dimensions.

À travers différentes études paramétriques réalisées dans l'objectif de construire le multi-matériaux W-Mo-Cr-Ni-Cu, nous avons pu mettre en évidence plusieurs aspects critiques de la fabrication par projection laser de métaux dissimilaires.

Le dépôt de poudre à la surface d'un substrat pur moins réfractaire apparaît notamment mener à l'apparition de porosités sphériques préférentiellement à l'interface (couche – substrat). Ce phénomène pourrait être lié à la zone de solidification large et instable générée entre le bain de fusion et le substrat pur moins réfractaire, susceptible de piéger préférentiellement des porosités lors du refroidissement rapide du bain par le substrat de métal pur (hautement conducteur). Pour le dépôt de couches riches en Ni sur substrat de Cu, l'utilisation d'un alliage de Ni comportant du Si et B a permis de faire disparaître ces porosités macroscopiques à l'interface avec le substrat, sans doute du fait de l'augmentation de la fluidifié et de la diminution de l'écart entre les températures de fusion du bain et du substrat.

Les dépôts de couches réfractaires (notamment Cr et Mo) sur sous-couches moins réfractaires ont nécessité la gestion de l'apparition de manques de fusion (bains instables avec poudres résiduelles, porosités à l'interface avec la sous-couche). Ces défauts semblent être dus à des taux de dilutions trop faibles, augmentant le risque de manque de pénétration dans la sous-couche, couplée à la génération de bains très réfractaires par rapport à la sous-couche (induisant une interface irrégulière). Nous avons également pu mettre en évidence que l'utilisation de trop hautes puissances pour le dépôt de couches réfractaires (notamment de Mo) sur sous-couches moins réfractaires pouvait mener à l'apparition de cratères, du fait de la vaporisation des éléments peu réfractaires présents en sous-couche (Cu, Ni, Cr).

L'utilisation de gradients de composition a été mise en place comme moyen efficace pour pallier à ces problématiques de bain réfractaire instable et de dégradation de la sous-couche moins réfractaire. Les dépôts des poudres réfractaires Cr, Mo, et W ont ainsi pu été réalisés avec plusieurs couches et des taux de dilution de l'ordre de 50%, permettant des transitions graduelles des propriétés et l'absence de porosité macroscopique. Les paramètres utilisés ont dû être adaptés couche par couche du fait de la variation des propriétés des couches déposées. La nature des matériaux en sous-couche semble également avoir une grande influence, le dépôt de W sur W pur nécessitant par exemple de très hautes puissances comparé au dépôt de W sur Mo-Cr-Ni-Cu, du fait de la haute conductivité du W pur.

Une fabrication finale de W-Mo-Cr-Ni-Cu à gradients de composition a finalement été analysée plus en détail, en employant notamment le modèle numérique pour reproduire les bains de fusion des dépôts couche par couche et étudier l'évolution des phénomènes durant cette fabrication complexe. L'augmentation progressive de la puissance utilisée pour déposer les couches W-Mo-Cr est à imputer à l'augmentation des températures de fusion couche par couche, et s'est traduit ici en une augmentation graduelle des températures des bains de fusion simulés. Ces calculs de températures ont pu être utilisés pour évaluer couche par couche la quantité de particules réfractaires fondues. La présence d'une zone homogène à la surface de la dernière couche de W suggère la fusion de particules de W dans le bain, ce qui est corroboré par la simulation, et qui est à attribuer aux hautes puissances utilisées ainsi qu'aux haut taux de W dans cette dernière couche. Les dépôts de W apparaissent par ailleurs plus hétérogènes que les autres, ce qui a pu être expliqué avec les outils théoriques comme une conséquence des vitesses de balayage plus élevées utilisés et des bains de fusion plus petits obtenus, limitant notamment la dissolution des particules et le mélange en phase liquide. Également, la présence d'une large zone de solidification à l'interface entre le bain réfractaire et la sous-couche (moins réfractaire) semble contribuer à l'hétérogénéité des dépôts.

Durant les dépôts à hautes températures de Mo et de W, de la vaporisation apparaît avoir eu lieu, comme l'indique les simulations et l'observation de ces fabrications (apparition de fumées, zones fondues profondes). Les calculs indiquent que cela serait due à la vaporisation préférentielle des éléments à haute pression de vapeur saturante (Cr, Ni et Cu) encore présents dans le liquide. Cette vaporisation provoque le creusement de la surface des bains ainsi que des pertes non-négligeables de chaleur. Pour autant, la génération de défauts macroscopiques (cratères) due à de la vaporisation trop sévère a pu être évitée pour cette fabrication finale, sans doute grâce à l'ajout du Mo avant le passage au W, et à l'utilisation de hauts taux de refusion permettant des transitions graduelles des propriétés et des puissances utilisées, et *in fine* des bains stables.

Conclusion et remarques générales

Les travaux menés durant cette thèse ont pu montrer la possibilité de réaliser par projection laser des fabrications combinant des métaux incompatibles (ici W et Cu) au moyen de couches de matériaux intermédiaires et de gradients de composition générés par les refusions couche par couche. Les analyses ont permis de souligner que le choix des compositions et des épaisseurs des couches intermédiaires, ainsi que des paramètres associés, s'avère critique pour contrôler les problèmes de fabrication tels que les manques de fusion (poudre infondue, porosités), les hétérogénéités chimiques, et la vaporisation excessive d'éléments peu réfractaires.

La fabrication W-Cu réalisée ouvre la voie à de nouvelles opportunités pour la réalisation de dissipateurs thermiques de haute performance par fabrication additive multi-matériaux. Les outils théoriques développés ont été appliqués pour analyser couche par couche la fabrication multi-matériaux, et ont permis de mieux comprendre l'impact des paramètres et l'évolution de phénomènes clés comme la fusion des particules, le mélange dans le liquide, et la vaporisation d'éléments peu réfractaires. Il apparaît à travers les différentes analyses que des puissances laser élevées tendent à générer de meilleures mélanges des éléments, du fait de bains plus larges et plus chauds (favorisant la fusion et la dissolution des poudres réfractaires), mais peuvent également augmenter le risque d'apparition de défauts liés à de la vaporisation pour assurer un bon mélange des éléments tout en évitant d'augmenter la vaporisation d'éléments peu réfractaires. Des conclusions similaires peuvent être trouvées dans la littérature sur la fabrication SLM multi-matériaux [123]–[125], [299]. Une diminution de la vitesse balayage entrainera par contre une augmentation de la durée de fabrication de la couche, mais ces basses vitesses pourraient n'être utilisées que pour un nombre limité de couches, correspondant à la transition entre deux matériaux d'une pièce multi-matériaux.

Les méthodes et outils utilisés ainsi que les analyses effectuées contribuent à la construction d'une méthodologie générale pour la combinaison de matériaux hautement dissimilaires par projection laser. Une telle méthodologie devra intégrer une méthode globale de sélection de matériaux intermédiaires, reposant en premier lieu sur l'analyse des phases apparaissant lors du mélange des matériaux de la couche et de la sous-couche. La sélection des matériaux liants devra entre autres assurer une miscibilité suffisante des éléments (à minima en phase liquide), éviter l'apparition de phases fragiles durant la solidification, et prévenir la vaporisation d'éléments peu réfractaires durant le dépôt. Des gradients de composition peuvent être introduits pour lisser les différences de propriétés et assurer une fabrication saine, notamment lors du dépôt d'une couche plus réfractaire que la sous-couche. Des simulations du procédé à l'échelle du bain de fusion, comme celles mises en place dans ce travail, pourront permettre de guider le choix des matériaux et des géométries, pour permettre d'éviter l'apparition de défauts comme des matériaux et des géométries, pour permettre d'éviter l'apparition de défauts comme des manques de fusion à l'interface ou encore la vaporisation excessive du bain.

Au-delà de la compatibilité de la couche déposée avec la couche précédente, les différences de propriétés thermomécaniques entre les matériaux sont susceptibles d'entrainer des dégradations dans toute la fabrication, en particulier la fissuration de matériaux fragiles. L'insertion de gradients de composition ainsi que la gestion de la température de la fabrication (par exemple par chauffage par induction) peuvent permettre de palier à cette problématique. L'utilisation de simulations thermiques et mécaniques de la fabrication pourraient guider le choix des matériaux et des géométries, pour minimiser les risques de telles dégradations.

Les outils de simulation du procédé à l'échelle du bain et de la pièce pourront par la suite être utilisés pour guider le choix des paramètres couche par couche, et pour encore progresser dans la compréhension des différents phénomènes observés. On peut imaginer qu'à terme ces outils permettront d'éviter la formation de défauts, et contrôler le mélange des éléments ainsi que les microstructures formées.

Outre la faisabilité de la fabrication, la conception d'une transition multi-matériaux entre deux matériaux dissimilaires devra également prendre en compte l'application visée. Les propriétés d'une telle transition devront en effet être compatibles avec les sollicitations imposées en service, et les matériaux et géométries utilisées devront donc être optimisés en conséquence.

Perspectives

Les perspectives de ce travail seraient en premier lieu le dépôt de couches supplémentaires de W sur la fabrication finale W-Cu (analysée en chapitre 5) afin d'obtenir une couche protectrice suffisamment épaisse, de l'ordre de 5 mm pour les composants face au plasma du divertor d'ITER (voir section 1.1.1). L'augmentation de la teneur en Mo dans le gradient entre Cr et W pourrait également être utilisée pour diminuer encore la vaporisation lors des dépôts des couches les plus réfractaires. Des fabrications supplémentaires pourraient aussi être réalisées pour minimiser les défauts, et chercher à maximiser la conductivité thermique de la transition W-Cu (par exemple en réduisant les épaisseurs des couches d'alliages en solution solide). Cela passera par exemple par de nouvelles campagnes d'optimisation de paramètres, la modification de matériaux intermédiaires, ou encore l'inversion du sens de fabrication (devenant du W vers le Cu).

Des caractérisations microstructurales plus poussées de la fabrication W-Cu seraient ensuite nécessaires (par exemple par EBSD) pour notamment identifier les phases formées, et ainsi évaluer la présence ou absence de phases intermétalliques fragiles. L'analyse des microstructures obtenues pourra ensuite être utilisée pour l'interprétation de mesures de propriétés thermiques et mécaniques à effectuer sur des échantillons prototypes. Des premières mesures de la dureté de chaque couche de la fabrication finale W-Cu ont notamment pu être réalisées (Figure 118), et les hautes valeurs obtenues pour les couches Mo 1 et Mo 2 pourraient être attribuées à la présence de phases intermétalliques de type Mo-Cr-Ni.


Figure 118 : dureté moyenne (de 5 mesures) de chaque couche de la fabrication finale W-Cu, avec barres indiquant les duretés maximales et minimales associées

Par la suite des essais de tenue sous flux thermique, représentatifs des conditions dans un réacteur à fusion, pourront également être entrepris sur de nouveaux échantillons. Des simulations de ces essais pourraient être effectuées pour chercher à prédire et optimiser les propriétés thermomécaniques de la transition W-Cu. L'impact de la présence des gradients de composition et des particules résiduelles serait notamment à évaluer.

Des outils théoriques plus sophistiqués seraient également nécessaires pour pousser plus loin l'analyse des fabrications multi-matériaux par projection laser. L'apport de matière devrait notamment être modélisé de manière plus réaliste, en représentant explicitement chaque particule et en prenant en compte leur interaction avec le laser et avec le bain, pour finalement pouvoir simuler leur chauffe, leur incorporation à la surface, et leur dissolution. Il serait également nécessaire d'utiliser des propriétés matériaux exactes, dépendantes de la température et des phases en présence, et obtenues éventuellement par des mesures directes ou par des logiciels dédiés. L'absorptivité réelle d'énergie à la surface du bain devrait également être mieux modélisée, notamment en prenant en compte la possibilité de particules solides flottantes à la surface, et en calculant de manière plus réaliste la possible réflexion du laser dans la cavité de vapeur. Des observations *in situ* de la dynamique et de la thermique des bains de fusion seraient très utiles pour approfondir la compréhension des phénomènes et pour la comparaison aux simulations. Les calculs de la thermique du bain pourraient être finalement couplés à des simulations thermomécaniques pour mieux comprendre l'apparition de fissures dans les dépôts et les souscouches, et étudier l'influence des paramètres du procédé et de la composition des couches intermédiaires.

Enfin, d'autres couples de matériaux incompatibles pourraient être étudiés, en appliquant les méthodes et outils présentés dans ce travail. D'autres procédés de fabrication additive seraient également d'intérêt à utiliser, notamment la fusion laser sur lit de poudre, qui permet la réalisation de géométries plus fines et complexes.

Annexes

- <u>Annexe 1 : glossaire</u>

| C | Capacité thermique massique | t | Durée pour mélange liquide homogène |
|-----------------------------------|--|------------------------------|---|
| C _{AB} | Coefficient de Nordheim de résistivité thermique en phase solide | T | Température |
| dz | Déformation du domaine | Teh | Température d'ébullition |
| D_m | Coefficient de diffusion massique | T_L, T_S | Liquidus, solidus |
| $\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3$ | Vecteurs unitaires | ū | Vecteur vitesse |
| ep _L | Épaisseur maximale du bain liquide | U | Amplitude de la vitesse |
| f_i | Fraction atomique de l'élément i | Us | Vitesse de balayage (linéaire) |
| \vec{g} | Vecteur accélération de la pesanteur | x, y, z | Coordonnées cartésiennes |
| g _i | Fraction volumique de <i>i</i> | X_g, Y_g, Z_g | Coordonnées cartésiennes dans le repère de la géométrie non-déformée |
| HD | Hatching distance | Z _{def} | Élévation de la surface déformée |
| Ĵi | Flux (élémentaire) de masse de <i>i</i> transférée (par seconde) | α | fonction de mélange elliptique |
| \vec{J}_P^V | Flux (élémentaire) de volume de poudre injectée à la surface (par seconde) | α_l | Absorptivité liquide (à 1070 nm) |
| k | Conductivité thermique | γ | Tension de surface liquide-gaz |
| k _B | Constante de Boltzmann | γ_i^c | Coefficient d'activité chimique de i |
| k _{turb} | Énergie cinétique turbulente | Ydef | Taux de déformation par cisaillement |
| $l_{B_{moy}}$ | Longueur moyenne du bain | 3 | taux de dissipation de la turbulence |
| L_f | Enthalpie massique de fusion | ζ | Fluctuation relative de la vitesse normale aux lignes de courant |
| L_{vap} | Enthalpie massique de vaporisation | θ^{c} | Demi-angle d'ouverture caractéristique de la cavité |
| M _i | Masse molaire de <i>i</i> | λ_l | Longueur d'onde du laser |
| \vec{n} , \vec{t} | Vecteur normal, tangentiel | μ, ν | Viscosité dynamique, cinématique |
| p | Pression (relative à 1 atm) | ρ | Masse volumique |
| p_{recul} | Pression de recul à la surface vaporisée | $ ho_P$ | Masse volumique de la poudre |
| p_{sat} | Pression de vapeur saturante | $ ho_{el}$ | Résistivité électrique |
| p_{atm} | Pression atmosphérique (1 atm) | $\vec{\sigma}_t$ | Vecteur de contrainte tangentielle |
| P ₀ | Puissance laser totale | ω_i | Fraction massique de <i>i</i> |
| \vec{q} | Flux (élémentaire) de chaleur transférée (par seconde) | ϕ | Coefficient de vaporisation |
| \vec{q}_l | Flux (élémentaire) de chaleur apportée par le laser à la surface (par seconde) | Ø _{JP} | Diamètre D4 σ de la distribution du jet de poudre à la surface |
| q_{vap} | Perte de chaleur par vaporisation | Øl | Diamètre D4 σ de la distribution du laser à la surface |
| Q_P^V | Débit volumique totale de poudre | Ø _P | Diamètre de particule |
| r _{ion} | Rayon effectif sous forme ionique | $\vec{\nabla}$ | Opérateur gradient |
| R _m | Constante universelle des gaz parfaits | $\overrightarrow{ abla}_{g}$ | Opérateur gradient dans la géométrie déformée |
| t _{disso} | Durée pour dissolution complète | $\vec{\nabla}_t$ | Opérateur gradient tangentiel |
| t_L | Durée de passage caractéristique en phase liquide | | |

Tableau 22 : notations utilisées pour le modèle numérique

- Annexe 2 : diagramme de phase théorique, pour des mélanges idéaux

Dans le but d'estimer les températures de changement d'état d'un alliage de type solution solide, nous considérons en l^{ère} approximation des mélanges idéaux (interactions équivalentes entre tous les atomes, coefficients d'interaction chimique égaux à 1), se faisant il est possible de calculer les températures de changement d'état (solide-liquide, liquide-vapeur) des mélanges [363] en fonction uniquement des propriétés des éléments purs. Les potentiels chimiques μ_i^c des phases solides (S) et liquides (L) de chaque composant pur *i* peuvent alors être exprimés comme suit, ici pour l'équilibre solide-liquide [363] :

$$\mu_{i_{S}}^{c} = \mu_{i_{pur_{S}}}^{c} + R_{m} \cdot T \cdot ln(f_{i_{S}})$$
$$\mu_{i_{L}}^{c} = \mu_{i_{pur_{L}}}^{c} + R_{m} \cdot T \cdot ln(f_{i_{L}})$$

Avec f_i la fraction atomique de l'élément *i* dans le mélange, $\mu_{i pur}^c$ le potentiel chimique de l'élément *i* sous forme pure, *T* la température et R_m la constante des gaz parfaits.

Par égalité des potentiels chimiques à l'équilibre solide-liquide on a pour chaque composant [363] :

$$\mu_{i_S}^c = \mu_{i_L}^c$$

D'où la relation suivante :

$$\mu_{i pur_{L}}^{c} - \mu_{i pur_{S}}^{c} = R_{m} \cdot T \cdot ln \left(\frac{f_{i_{S}}}{f_{i_{L}}}\right)$$

À partir de la relation de Gibbs-Helmholtz, et en considérant constantes la capacité thermique de la phase solide et la capacité thermique de la phase liquide, la variation de potentiel chimique lors du changement d'état liquide-solide d'un élément *i* pur peut être exprimée par la relation suivante [363] :

$$\mu_{i pur_L}^c - \mu_{i pur_S}^c = L_{f_i} \cdot M_i \frac{\left(T_{f_i} - T\right)}{T_{f_i}}$$

Avec L_{f_i} l'énergie de changement d'état de l'élément *i* sous forme pure (ici entre la phase solide et la phase liquide), T_{f_i} sa température de changement d'état, et M_i sa masse molaire.

On a alors la relation suivante [363] :

$$ln\left(\frac{f_{is}}{f_{iL}}\right) = \frac{L_{f_i} \cdot M_i}{R_m \cdot T} \frac{\left(T_{f_i} - T\right)}{T_{f_i}}$$

En tout point de l'équilibre solide-liquide sont satisfaites les relations suivantes :

$$\sum_{i} f_{i_{L}} = 1$$
$$\sum_{i} f_{i_{S}} = 1$$

La température de solidus T_s^* d'un liquide de composition connue (f_i) peut finalement être obtenue par résolution de l'équation suivante :

$$\sum_{i} f_{i_{S}} = 1$$

138

Qui peut être exprimée comme suit :

$$\sum_{i} f_{i} \exp\left(\frac{L_{f_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{f_{i}}} \left(1 - \frac{T_{f_{i}}}{T_{s}^{*}}\right)\right) = 1$$

De manière similaire on peut déterminer la température de liquidus T_L^* d'un solide de composition connue (f_i) avec la relation suivante :

$$\sum_{i} f_{i_L} = 1$$

Qui devient :

$$\sum_{i} f_{i} \exp\left(-\frac{L_{f_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{f_{i}}} \left(1 - \frac{T_{f_{i}}}{T_{L}^{*}}\right)\right) = 1$$

Cette méthodologie est également appliquée pour le changement d'état liquide-vapeur d'un mélange de composition connue.

Les températures théoriques de solidus T_S^* , de liquidus T_L^* , de point de bulle T_B^* , et du point de rosée T_R^* , peuvent ainsi être obtenues par résolution numérique des équations suivantes :

$$T_{S}^{*} \text{ telle que } \sum_{i} f_{i} \exp\left(\frac{L_{f_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{f_{i}}} \left(1 - \frac{T_{f_{i}}}{T_{S}^{*}}\right)\right) = 1$$

$$T_{L}^{*} \text{ telle que } \sum_{i} f_{i} \exp\left(-\frac{L_{f_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{f_{i}}} \left(1 - \frac{T_{f_{i}}}{T_{L}^{*}}\right)\right) = 1$$

$$T_{B}^{*} \text{ telle que } \sum_{i} f_{i} \exp\left(\frac{L_{vap_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{eb_{i}}} \left(1 - \frac{T_{eb_{i}}}{T_{R}^{*}}\right)\right) = 1$$

$$T_{R}^{*} \text{ telle que } \sum_{i} f_{i} \exp\left(-\frac{L_{vap_{i}} \cdot M_{i}}{R_{m} \cdot T_{eb_{i}}} \left(1 - \frac{T_{eb_{i}}}{T_{R}^{*}}\right)\right) = 1$$

Avec L_{vap_i} l'énergie de passage en phase vapeur et T_{eb_i} la température d'ébullition de l'élément *i* sous forme pure.

Avec ces températures on peut tracer des diagrammes de phase à l'équilibre théoriques (pour des mélanges supposés idéaux). Pour illustrer le propos, nous nous intéressons ici au système binaire Cr-Mo, deux métaux aux températures de fusion et d'ébullition éloignées, et miscibles à hautes températures.



Figure 119 : diagramme de phase théorique de l'alliage binaire Cr-Mo (mélanges supposés idéaux)

Par rapport au diagramme de phase solide-liquide Cr-Mo expérimental [312], l'erreur relative maximale sur le liquidus et solidus est de 7.2%. Nous n'avons pas trouvé de diagramme de phase liquide-vapeur Cr-Mo dans la littérature.

On constate que l'évolution des températures T_S^* et T_L^* est quasiment linéaire avec la composition, contrairement aux températures T_B^* et T_B^* . Cette différence de comportement se situe à travers les équations principalement au niveau des différences d'énergie de changement d'état, les énergies de vaporisation L_{vap} étant beaucoup plus élevées que les énergies de fusion L_f . Il s'avère que des valeurs élevées d'énergie de changement d'état tendent à produire des fuseaux très larges, avec donc des températures de changement d'état variant très nonlinéairement avec la composition.

Ainsi lors de l'augmentation de la fraction de Mo, le liquidus T_L^* augmente de manière quasi-linaire, alors que l'accroissement de la température T_B^* est limitée par la vaporisation préférentielle de Cr, et ne devient proche de T_{ebMo} que pour de très hautes fractions de l'élément réfractaire Mo (ici >90%).

- Annexe 3 : modèle simplifié de la dynamique du bain de fusion

Dans le but d'aboutir à un modèle assez rapide pour permettre une utilisation réellement couplée aux fabrications, nous avons étudié l'utilisation de simplifications permettant d'accélérer la résolution, mais fournissant toujours de bonnes estimations des caractéristiques de la couche déposée. Chakraborty *et al.* ont proposé en 2007 une analyse d'échelle de la thermofluidique des bains de fusion turbulents, et nous nous sommes basé sur leurs estimations des caractéristiques de la turbulence dans le bain pour aboutir à une estimation de la viscosité cinématique turbulente v_T moyenne dans le bain (toujours dans le cadre de l'approximation de l'hypothèse de Boussinesq), qui puisse être utilisée à la place du modèle de turbulence *k*- ε - v^2 -*f*. Leur analyse repose sur l'hypothèse que l'état d'équilibre est atteint dans le bain de fusion, et prend en compte uniquement la mise en mouvement du fluide par l'effet Marangoni thermique. Le détail des démonstrations et des autres hypothèses sont disponibles dans la publication de Chakraborty *et al.* [157].

Les Équation 99 et Équation 100 fournissent des relations de proportionnalités sur l'énergie cinétique turbulente k_{turb} et le taux de dissipation de la turbulence ε caractéristiques dans le bain, en fonction de U_{turb} la variation turbulente de la vitesse dans le bain et δ l'épaisseur de la couche limite caractéristique (en-dessous de la surface libre du bain) [157], [166].

$$\begin{aligned} & \acute{E}quation \ 99: \\ & k_{turb} \propto (U_{turb})^2 \\ & \acute{E}quation \ 100: \\ & \varepsilon \propto \frac{U_{turb}}{\delta} \end{aligned}$$

En réalisant le bilan des contributions à l'énergie cinétique turbulente dans la couche limite du fluide (attachée à la surface libre), Chakraborty *et al.* [157] proposent la relation de l'Équation 101.

$$U_{turb} \propto U_{surface}$$

À partir de l'équilibre entre les forces de friction et d'inertie [364], on peut en déduire la relation suivante :

Équation 102 :
$$\delta \propto \sqrt{\frac{(\nu + \nu_T) \cdot x_{ref}}{U_{surface}}}$$

Avec $U_{surface}$ la vitesse caractéristique du fluide à la surface du bain, et x_{ref} la taille caractéristique de la surface.

En utilisant l'expression de la viscosité turbulente v_T en fonction de k et ε (Équation 103) [157], [166], on peut finalement écrire la relation de proportionnalité de l'Équation 104.

Equation 103 :

$$v_T = 0.09 \frac{k^2}{\varepsilon}$$
Équation 104 :

$$v_T \propto \sqrt{U_{surface} \cdot (v + v_T) \cdot x_{ref}}$$

Nous nous sommes ensuite attachés à obtenir la valeur du coefficient de proportionnalité de la relation de l'Équation 104 par calibration avec nos simulations avec modèle de turbulence k- ε - v^2 -f. Nous avons choisi d'utiliser la moyenne de la vitesse à la surface $\overline{U}_{surface}$ comme vitesse caractéristique du fluide à la surface, et la longueur du bain $l_{surface}$ comme longueur caractéristique. Comme viscosités caractéristiques nous utilisons la moyenne dans le liquide du bain \overline{v}_{bain} . Ces quantités sont calculées à partir de la simulation du bain (avec le modèle k- ε - v^2 -f). Pour réaliser cette calibration de l'Équation 104, nous nous basons sur les viscosités turbulentes moyennes du bain $\overline{v}_{T bain}$ tirées des simulations avec modèle k- ε - v^2 -f du dépôt de Cr sur 316L avec différentes tailles de bain de fusion, présentées dans la section 3.2 et la Figure 67. Pour chacune des simulations nous avons calculé ensuite la quantité suivante (tirée de l'Équation 104) :

Équation 105 :

$$\nu_T^{Base} = \sqrt{\overline{U}_{surface} \cdot (\overline{\nu}_{bain} + \overline{\nu}_{T \ bain}) \cdot l_{surface}}$$

La Figure 120 permet de montrer l'évolution de cette quantité ν_T^{Base} (Équation 105) par rapport à la viscosité turbulente moyenne $\bar{\nu}_T_{bain}$ des bains simulés avec le modèle de turbulence *k*- ε - ν^2 -*f*.



Figure 120 : évolution de la quantité v_T^{Base} par rapport à la viscosité turbulente moyenne des bains simulés, et droite tirée de la régression linéaire associée

Une régression linéaire est effectuée à partir de ce graphique, pour obtenir le coefficient de proportionnalité reproduisant au mieux la viscosité turbulente moyenne $\bar{v}_{T \ bain}$ à partir de la quantité v_T^{Base} . Il est à noter que le changement de matériaux, et donc de propriété, ne produira pas forcément un coefficient de proportionnalité exactement égal à celui déterminé ici pour la simulation de Cr sur 316L. L'utilisation de vitesses de balayage différentes (ici restée égale à 10 mm/s) serait également susceptible de modifier ce coefficient.

À partir de la relation obtenue par régression linéaire, nous en avons déduit l'Équation 106, qui permet une estimation de la viscosité cinématique turbulente moyenne $\bar{v}_{T \ bain}$ sans modèle de turbulence complet.

$$\begin{split} & \acute{Equation 106}: \\ \bar{v}_{T \ bain} = 4 \cdot 10^{-4} \cdot \overline{U}_{surface} \cdot l_{surface} \left(1 + \sqrt{1 + 2 \frac{\overline{v}_{bain}}{4 \cdot 10^{-4} \cdot \overline{U}_{surface} \cdot l_{surface}}}\right) \end{split}$$

Également dans l'optique d'accélérer le calcul de la dynamique du fluide, Morville a utilisé durant ses travaux sur la simulation de la projection laser [258] une augmentation artificielle de propriétés du fluide, et notamment de la viscosité, pour diminuer les temps de calculs sans trop modifier la taille du bain et la température maximale calculées. Partant de ce constat, nous avons étudié l'impact d'une augmentation artificielle de la viscosité intrinsèque du liquide sur le temps de calcul et les caractéristiques de la solution, comparé à la simulation de référence (sans viscosité liquide artificielle et avec le modèle de turbulence $k-\varepsilon-v^2-f$). Nous avons retenu une augmentation artificielle de la viscosité intrinsèque égale à $5 \cdot 10^{-6}$ m²/s (Équation 107), qui correspond environ à une multiplication par 10 de ν_0 (viscosité intrinsèque initiale).

$$\begin{aligned} & \acute{E}quation \ 107: \\ & \nu = \nu_0 + 5 \cdot 10^{-6} \end{aligned}$$

v étant la nouvelle viscosité cinématique du liquide et v_0 la viscosité intrinsèque initiale (réelle) du liquide.

À partir des travaux de Chakraborty *et al.* [157] nous avons identifié la relation de l'Équation 108 permettant de calculer $\overline{U}_{surface}^{\nu_0}^{*}$ une estimation de la vitesse moyenne à la surface du bain pour un calcul avec viscosité intrinsèque inchangée ν_0 , à partir de la vitesse moyenne $\overline{U}_{surface}$ du calcul avec viscosité intrinsèque augmentée (ici de $5 \cdot 10^{-6} m^2/s$).

$$\overline{U}_{surface}^{\nu_0}^* = \overline{U}_{surface} \left(1 + \frac{5 \cdot 10^{-6}}{\overline{\nu}_{0 \ bain} + \ \overline{\nu}_{T \ bain}} \right)^{1/3}$$

Nous utilisons cette formule pour approximer la vitesse moyenne qui serait obtenue en utilisant le modèle de référence (sans augmentation de la viscosité intrinsèque, et avec le modèle de turbulence k- ε - v^2 -f).

L'Équation 109, déduite de l'Équation 105 et de la relation de proportionnalité de la Figure 120, est finalement implémentée et résolue (également dans le logiciel Comsol) pour calculer l'estimation $\bar{v}_{T \ bain}^*$ de la viscosité turbulente moyenne dans le bain.

$$\bar{v}_{T \ bain}^{*} = 0.0283 \sqrt{\bar{U}_{surface}} \left(1 + \frac{5 \cdot 10^{-6}}{\bar{v}_{0 \ bain} + \bar{v}_{T \ bain}^{*}} \right)^{1/3} \cdot (\bar{v}_{0 \ bain} + \bar{v}_{T \ bain}^{*}) \cdot l_{surface}$$

Nous utilisons par la suite cette estimation $\bar{\nu}_{T bain}^*$ comme viscosité turbulente ν_T uniforme dans tout le domaine liquide ($T > T_l$). Les coefficients turbulents de conductivité et de diffusion chimique sont calculés à partir de cette viscosité turbulente uniforme, en utilisant un nombre de Prandtl turbulent Pr_T égal à 1.5 et un nombre de Schmidt turbulent Sc_T égal à 0.85, valeurs caractéristiques tirées des simulations du bain avec le modèle k- ε - ν^2 -f.

L'augmentation de la viscosité réduisant les gradients de vitesse, il est possible de diminuer le nombre de mailles utilisées pour le modèle simplifié. Après une étude de convergence du maillage, le nombre d'éléments sélectionné pour le modèle simplifié est de 102097 éléments. Le calcul est finalisé en environ 15 min pour la simulation du dépôt de Cr sur 316L, ce qui est 28 fois plus courts que pour le modèle complet de référence.

Le Tableau 23 permet d'analyser les erreurs relatives de caractéristiques obtenues avec la simulation simplifiée (viscosité intrinsèque augmentée, viscosité turbulente uniforme, nombre d'éléments réduit) par rapport à la simulation de référence.

T maximaleLargeur du bainFraction de Cr
dans le cordon $\overline{U}_{surface}^{\nu_0}^*$ $\overline{\nu}_{T bain}^*$ -2.3%-5.2%-4.3%-4.8%8.1%

Tableau 23 : erreurs relatives du modèle simplifié par rapport au modèle de référence, pour des caractéristiques du bain

À la vue des erreurs raisonnables sur les principales caractéristiques du bain de fusion (inférieures à 10%), le modèle simplifié permet bien de fournir rapidement des estimations de caractéristiques du bain en projection laser.

- Annexe 4 : propriétés des matériaux utilisées pour la simulation de la fabrication finale

Le Tableau 24 présente les propriétés des matériaux utilisées pour la simulation de la fabrication finale (W sur Cu, en section 5.3), tirées de la base de données Comsol et du livre Smithells de référence de propriétés de métaux (7^{ème} édition) [315].

Du fait de l'absence de données sur la plupart des propriétés de l'alliage D22, nous avons utilisé à la place les propriétés du Ni pur, excepté pour la température de liquidus et la masse volumique à température ambiante (valeurs obtenues auprès du groupe Deloro).

| Symbol | Unit | Cu | D22 | Cr | Мо | W |
|---------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| c_L | $J kg^{-1} K^{-1}$ | 516.2 | 715.5 | 756.4 | 420.6 | 193.5 |
| C _S | $J kg^{-1} K^{-1}$ | 520.8 | 654.6 | 1062.6 | 571.4 | 299.6 |
| k_{th_L} | $W m^{-1} K^{-1}$ | 166 | 54.6 | 35.0 | 73.1 | 70.9 |
| k_{th_S} | $W m^{-1} K^{-1}$ | 338 | 87.5 | 40.2 | 82.9 | 87.7 |
| L_f | $J kg^{-1}$ | $2.06 \cdot 10^5$ | 2.98·10 ⁵ | $4.02 \cdot 10^5$ | $2.75 \cdot 10^5$ | 1.93·10 ⁵ |
| L_{vap} | J kg ⁻¹ | 47.3·10 ⁵ | 64.6·10 ⁵ | $66.2 \cdot 10^5$ | 62.3·10 ⁵ | 44.8·10 ⁵ |
| М | kg mol ⁻¹ | $63.5 \cdot 10^{-3}$ | $58.7 \cdot 10^{-3}$ | $52.0 \cdot 10^{-3}$ | 96.0·10 ⁻³ | $184 \cdot 10^{-3}$ |
| T_L | K | 1358 | 1433 | 2131 | 2896 | 3666 |
| T _{eb} | K | 2835 | 3003 | 2945 | 4912 | 5828 |
| γ_0 | $N m^{-1}$ | 1.46 | 2.27 | 2.39 | 3.04 | 3.61 |
| dγ/dT | $N m^{-1} K^{-1}$ | $-1.30 \cdot 10^{-4}$ | $-2.85 \cdot 10^{-4}$ | $-3.2 \cdot 10^{-4}$ | $-2.60 \cdot 10^{-4}$ | $-3.10 \cdot 10^{-4}$ |
| μ | Pa s | $4.2 \cdot 10^{-3}$ | $4.7 \cdot 10^{-3}$ | $5.8 \cdot 10^{-3}$ | $5.0 \cdot 10^{-3}$ | $7.4 \cdot 10^{-3}$ |
| $ ho_{20^{\circ}C}$ | $kg m^{-3}$ | 8937 | 8500 | 7150 | 10220 | 19300 |
| $ ho_L$ | $kg m^{-3}$ | 6280 | 7850 | 6170 | 9100 | 17980 |
| $ ho_S$ | $kg m^{-3}$ | 6700 | 8173 | 6575 | 9500 | 16480 |
| $ ho_{el_0}$ | Ωm | $7.51 \cdot 10^{-8}$ | $6.67 \cdot 10^{-7}$ | $1.72 \cdot 10^{-7}$ | $8.48 \cdot 10^{-7}$ | $7.50 \cdot 10^{-7}$ |
| $d\rho_{el}/dT$ | $\Omega m K^{-1}$ | $9.94 \cdot 10^{-11}$ | $10.4 \cdot 10^{-11}$ | $50.3 \cdot 10^{-11}$ | $4.84 \cdot 10^{-11}$ | $15.0 \cdot 10^{-11}$ |
| r _{ion} | m | $7.7 \cdot 10^{-11}$ | $6.9 \cdot 10^{-11}$ | $7.3 \cdot 10^{-11}$ | $6.9 \cdot 10^{-11}$ | $6.6 \cdot 10^{-11}$ |

En Tableau 25 sont présentés les coefficients C_{AB} de Nordheim de résistivité thermique en phase solide, utilisés dans l'Équation 56 (section 2.3.4), pour la simulation de la fabrication finale. Ces coefficients ont été estimés à partir de données de la littérature de la conductivité thermique d'alliages binaires. Pour chaque couple, à partir de la formule polynomiale de la conductivité thermique de l'alliage en fonction de la composition (Équation 56 de la section 2.3.4) nous ajustons le coefficient C_{AB} pour reproduire au mieux les données disponibles (régression par la méthode des moindres carrés).

N'ayant pas trouvé de donnée sur la conductivité d'alliages D22-Cu et Cr-D22, nous avons utilisés à la place les données sur les alliages Ni-Cu et Cr-Ni.

Également, nous n'avons pas trouvé de donnée sur la conductivité thermique des alliages Mo-Cr et W-Mo. Des données étant disponibles sur les conductivités électriques d'alliages de Mo-Cr et de W-Mo, nous les avons utilisé pour estimer la conductivité thermique des alliages et en déduire des approximations des coefficients C_{AB} . Pour cela nous avons appliqué la loi de Wiedemann-Franz [365] (Équation 110) fournissant une approximation de la conductivité thermique des métaux à partir de la conductivité électrique.

Équation 110 :

$$k_S = 2.44 \cdot 10^{-8} \frac{T}{\rho_{el_S}}$$

Tableau 25 : coefficient de Nordheim de résistivité thermique en phase solide des couples des métaux utilisésla simulation de la fabrication finale

| Couple | $C_{AB} (K m W^{-1})$ | Source utilisée pour l'estimation de C_{AB} |
|--------|-----------------------|---|
| D22-Cu | 4.81.10 ⁻² | [340] |
| | | (conductivité thermique d'alliages Ni-Cu) |
| Cr-D22 | $4.57 \cdot 10^{-2}$ | [366] |
| | | (conductivité thermique d'alliages Cr-Ni) |
| Mo-Cr | $1.27 \cdot 10^{-2}$ | [367] |
| | | (conductivité électrique d'alliages Mo-Cr) |
| W-Mo | 2.35.10-2 | [368] |
| | | (conductivité électrique d'alliages W-Mo) |

Liste des figures

| Figure 1 : exigences et défaillances potentielles du divertor [72] | 5 |
|--|---------------|
| Figure 2 : schémas d'un réacteur à fusion de type tokamak [75], d'une des 54 cassettes du divertor [76], et d'une port | tion |
| de la paroi verticale d'une cassette montrant les composants face au plasma [76] | 6 |
| Figure 3 : diagramme de phase à l'équilibre calculé pour le système W-Cu [93] | 8 |
| Figure 4 : image par microscope optique d'une coupe d'une interface W-Cu avec aradient de composition particulaire | 2. |
| fabriquée par infiltration de Cu liquide dans une structure W poreuse, après sollicitations thermiques jusqu'à 20 MW/ [99] | , /m² 9 |
| Figure 5 · (aguche) profil de composition par EDX de l'interdiffusion du W et Cu à l'interface d'un assemblage par | |
| soudage nar diffusion : (droite) image nar HRTEM de l'interface [101] | 10 |
| Figure 6 : photographie du monobloc W-Cu pour divertor : (droite) image par microscope ontique d'une coupe d'une | 10 |
| interface W-Cu avec aradient de composition particulaire, fabriqué par maje par interestion thermique de mélanges de poudres | ç |
| Interface w ea avec gradient de composition particulaire, jabrique par projection thermique de melanges de poudres I611 | , 11 |
| [0]. Figure 7 : (a) image par MEB d'une coune d'une interface W/Cu réalisée par fusion laser d'un lit de poudre de W étale | 11 6 |
| sur un substrat de Cu : /b) schéma du mécanisme de fusion et mélange des matériaux durant le procédé [121] | - 17 |
| Eigure 8 : (agusha) schéma du dénôt par projection laser d'un cordon W. Cu : (droite) image par microscope entique | 12 |
| d'une source langitudingle [120] | 17 |
| a une coupe longitualmale [139] | 13 |
| Figure 9 : performances de cyclage thermique jusqu'à rupture de divertors, pour différents designs et procedes de | |
| fabrication, datant de 2006 [140] | 14 |
| Figure 10 : (gauche) comparaison de distributions Gaussiennes théoriques avec la distribution réelle, (droite) | |
| reproduction de la distribution d'intensité mesurée [143] | 16 |
| Figure 11 : observations latérales par caméra du jet de poudre en sortie de buse [145] ; l'encadré blanc en bas à droit | :e |
| indique une zone où la largeur de la distribution est la plus faible (donc proche du plan de focalisation) | 16 |
| Figure 12 : distributions de températures à la surface solide de la fabrication pour la couche 1 (a), 5 (b), 10 (c), et le la | ong |
| de la ligne parallèle (d) et perpendiculaire (e) à la direction de projection et passant par le milieu de la surface [150] | 17 |
| Figure 13 : (gauche) image par caméra rapide de la surface d'un bain de fusion avec particules solides ; (centre) vecte | eurs |
| vitesse correspondant ; (droite) surface du bain simulé avec les vecteurs vitesse [153] | 19 |
| Figure 14 : (gauche) coupe d'un cordon fabriqué (normale à la direction de balayage), (droite) coupe transversale du | |
| bain simulé ; pour une fraction de soufre dans le liquide faible (a) et haute (b) [163] | 19 |
| Figure 15 : coupe longitudinale du dépôt d'un cordon simulé, avec isothermes de fusion à droite, distribution en coule | ?ur |
| de la fraction massique du soufre du substrat, et vecteurs vitesse du liquide en noir [163] | 20 |
| Figure 16 : cliché optique d'une coupe normale à la direction de dépôt, d'une fabrication avec trois couches de cordor | ns |
| parallèles, avec un nombre de cordon décroissant par couche. Le tracé rouge est un résultat de simulation de la | |
| fabrication [174] | 21 |
| Figure 17 : macrographie de la zone fondue (gauche) et distribution de température donnée par la simulation (droite, |) |
| [191] | 22 |
| Figure 18 : cliché EBSD d'un dépôt d'alliage Al-11.28Si sur substrat d'alliage Al 7475, illustrant la croissance de grains | 5 |
| colonnaires [120], [202] | 23 |
| Figure 19 : cliché par rayons X de la vue de côté d'un bain de fusion (tracé rouge) avec formation d'un keyhole (tracé | |
| bleu) aénérant des bulles dans le liauide (cercles blancs) [211] | 24 |
| Fiaure 20 : (aauche) comparaison de la zone fondue simulée avec et sans dynamiaue du fluide. (droite) comparaison | des |
| températures maximales mesurées et simulées avec et sans dynamiaue du fluide [159] | |
| Figure 21 : (aquebe) coupe transversale des cordons multi-couches simulés, avec distribution en couleur de la fraction | ייייי י |
| massiaue de Ni · (droite) comparaison des profils verticaux de fractions massiaues expérimentales et simulées [182] | 27 |
| Figure 22 : cliché ontique de coupes verticales de fabrications nar fusion laser d'un mélange de 75% d'une poudre | |
| d'alligge de Ni que une noudre d'alligge de Cu, nour une énergie volumique de 208 l/mm ³ (agueba) et de 214 l/mm ³ | } |
| a annage ac in avec ane pourie a annage ac cu, pour ane energie volunnique de 206 J/IIIII (guache) et de 314 J/IIIII (droito) [271] | 20 |
| (UIUIC) [2/1] | 29 |
| rigure 23 . chemes ivied (normales aux coracits) au aepot main-coaches de w sur Acier, et mesures par EDS des | 20 |
| Eigure 24 : clichés MED et cartes par EDV des éléments (intensités relatives) pour les différentes souches d'un aradien | 30 nt |
| rigure 24 : chones ivieb et curres pur EDA des elements (intensites relatives) pour les alfferentes couches à un gradient | 1L 24 |
| ue composition w-cr sur Acter cree pur projection luser [53] | 31 |

| Figure 25 : schéma de la dissolution d'une particule solide sphérique, à l'état stationnaire, adapté de [279] | 2 |
|--|--------------|
| Figure 26 : (guuche) schema a un phenomene de macrosegregation durant la sonalfication à l'interface bain-substrat | |
| riche en Ni cur cubstrat de Cu [201] | 2 |
| Figure 27 : image par MEB d'une coune (normale aux cordons) d'un dénôt de Mn sur Al [284] | 5 Л |
| Figure 28 : cliché nar microsconie ontique (aquebe) et microsconie confocale (droite) de la surface de cordons de poudre | , |
| de Cu-107n fondues nar laser | 5 |
| Figure 29 · coefficients de dilatation thermique de différents métaux [298] | с 6 |
| Figure 30 : résultat de simulation, coupe verticale le long d'un cordon en gradient de composition horizontal mélangean | t |
| une noudre d'alliage de Ni gvec une noudre d'alliage de Cu, nour une nuissance constante ontimisée nour l'alliage de Ni | ć |
| (a) et nour une puissance optimisée en fonction des compositions (h) [260] | 7 |
| (u), et pour une puissance optimisée en jonction des compositions (b) [209] | <i>′</i> |
| associés | 8 |
| Figure 32 · tableau récanitulatif de la compatibilité entre alligaes lors de leur ligison par fusion. Les numéros des | 5 |
| références sont à retrouver dans l'article original [29] | 8 |
| Figure 33 · (aguche) image nar microsconie ontique et (droite) image MFB avec profil FDX d'une coupe d'un dénôt de | 5 |
| TC4 sur Acier liés nar V et Cu [296] | 9 |
| Figure 34 · (aguche) profil de composition vertical et (droite) dureté et coefficient de dilatation thermique le long d'un | |
| aradient de composition de 3041 au Invar 36 produit par proiection laser [22] | n |
| Figure 35 : résumé graphique du travail de [24] sur la conception et fabrication d'un gradient de composition | 0 |
| 316I +Ni+Cr pour ioindre le 316I et le Cr en limitant la formation de phase siama | 1 |
| Figure 36 : cliché MFB et cartoaraphie FDS qualitative de la fraction en élément à la surface d'un cordon d'un mélange | |
| de poudres réfractaires, après première passe dite de dépôt (a), puis deuxième passe dite de refusion (b) [132] | 2 |
| Figure 37 : températures de fusion et d'ébullition des métaux envisagés pour la transition W-Cu | - |
| Figure 38 : succession des diagrammes de phase [312] du multi-couches sélectionné, avec températures de changement | |
| d'état en rouge et structure cristalline en haut (FCC : Face Centered Cubic & BCC : Body Centered Cubic) | 5 |
| Figure 39 : évolution de la conductivité thermique et du coefficient de dilatation thermique, à température ambiante, de | 2 |
| la séquence multi-matériaux choisie | 6 |
| Figure 40 : (gauche) enceinte de fabrication de la machine de projection laser ; (droite) unité d'apport de poudre avec | |
| guatre différents réservoirs de poudre | 7 |
| Figure 41 : schéma simplifié de la tête de projection laser, pas à l'échelle, et pour une surface de travail en-dessous du | |
| plan focal du jet de poudre et du faisceau laser | 8 |
| Figure 42 : photographies de l'intérieur de l'enceinte de fabrication, pour la fabrication d'un bloc massif de 316L | |
| (gauche), et le revêtement d'un substrat de Cu préchauffé (droite)4. | 9 |
| Figure 43 : micrographies de poudres par MEB, et par microscope optique pour la poudre Ni Sandvik | 1 |
| Figure 44 : ratio du débit volumique total sur débit machine pour différentes poudres | 2 |
| Figure 45 : (gauche) géométrie totale (avec maillage), (droite) zoom sur le domaine fluide (avec maillage) | 4 |
| Figure 46 : coefficient de Darcy et de la viscosité artificielle solide, en fonction de la fraction atomique de liquide 5 | 6 |
| Figure 47 : résultats de Stokes et al. [199] de la simulation de la vaporisation d'un bain de 316L à 3500 K, dans une | |
| atmosphère d'argon à 1 bar : (a) distribution du nombre de Mach du gaz ; (b) distribution de la température du gaz et | |
| de la fraction atomique de vapeur de métal5 | 8 |
| Figure 48 : résultats de Mayi et al. [191] de la simulation de la vaporisation d'un bain d'Inconel® 625 dans une | |
| atmosphère à 1 bar : (gauche) distribution de la pression relative ; (droite) distribution de la vitesse du gaz et | |
| isocontours de la fraction atomique de vapeur de métal5 | 9 |
| Figure 49 : coefficient de vaporisation en fonction du rapport de la pression de vapeur saturante sur la pression | |
| atmosphérique, depuis le modèle d'Ytrehus et depuis le calcul avec formule approximativea6 | 0 |
| Figure 50 : résultat d'une simulation montrant la surface créée au-dessus de la surface par le cordon déposé (en vert) et | |
| par les cordons précédents (rouge)6 | 4 |
| Figure 51 : schéma d'une cavité (assimilée à un cône) formée par vaporisation par chauffe laser, depuis une surface | |
| déformée | 5 |
| Figure 52 : évolution de la conductivité thermique d'alliages CuNi en fonction de la fraction massique de Ni, pour | |
| différentes températures [340] | 7 |

| Figure 53 : vue de perspective du domaine fluide d'une simulation exemple, avec la distribution de Mo, les isothermes |
|---|
| Figure 54 : exemple de simulation finalisée, coupe verticale de la couche (normale à la direction de fabrication), avec |
| Figure 55 : exemple de simulation finalisée, coupe verticale de la couche (normale à la direction de fabrication), avec |
| Figure 56 : (gauche) cliché optique de la section du 1 ^{er} cordon, (droite) cliché optique de la section du dernier cordon ; les traits en pointillé indiguent les contours détectés de la surface des cordons |
| Figure 57 : évolution de la largeur du bain, taux (volumique) de poudre dans le bain, et température maximale du bain, |
| avec le nombre à elements |
| Figure 58 : evolution au maximum de la vitesse au fluide et de la viscosite turbulente, avec le nombre a elements |
| Figure 59 : isovaleurs de la viscosite turbulente à la surface du bain de fusion (simulation avec turbulence), vecteurs |
| messes (uniplitude maximule de 2.2 m/s), et valear de la vitesse da juide da point da la viscosite tarbaiente est |
| muximale (encade gris) |
| Figure 60 : vue de perspective de la simulation du depot du dernier cordon, avec distribution de la fraction massique de |
| Cr, et à la surface les fleches des vecteurs vitesse (amplitude maximale de 2.2 m/s), les isothermes liquidus et solidus, et les arêtes du maillage sur les faces latérales |
| Figure 61 : coupe verticale du bain (plan xz à y=0) des simulations avec (gauche) et sans turbulence (droite), avec la distribution de la fraction massique de Cr, les isothermes liquidus (en blanc) et solidus (en noire), et des lignes de courant |
| de l'ecoulement |
| Figure 62 : coupe verticale (plan yz apres solidification du bain) des simulations avec (gauche) et sans turbulence (droite), avec distribution de la fraction massique de Cr, et les contours des zones chauffées au-delà du liquidus (en |
| blanc) et du point de fusion du Cr pur (en magenta)81 |
| Figure 63 : évolution de la fraction massique de Cr le long des flèches verticales en pointillé sur la Figure 62, et |
| comparaison avec la distribution du profil EDS effectuée le long de la flèche verticale en pointillé sur la Figure 66 |
| Figure 64 : coupe verticale du bain (plan xz à y=0) de la simulation avec turbulence, avec la distribution du ratio de la |
| viscosité turbulente sur la viscosité cinématique intrinsèque, et avec les isothermes de solidification |
| Figure 65 : évolution de ζ la fluctuation relative de la vitesse normale aux lignes de courant, et de α la fonction de |
| mélange elliptique, le long de la flèche verticale en pointillés sur la Figure 64 |
| Figure 66 : cliché optique de la section du dernier cordon, avec les contours bleus délimitant approximativement les zones fondues expérimentales, et les contours blanc et magenta délimitant les zones fondues dans la simulation avec |
| turbulence |
| Figure 67 : évolution du ratio vTmax/v max à la surface des bains de fusion, en fonction du nombre de Reynolds Re* ; les nombres présents au-dessus de chaque point indiquent la taille (en mm) du spot laser correspondant au bain simulé |
| |
| Figure 68 : coupe du cordon simulé pour le dépôt du 1 ^{er} cordon, avec distribution de la fraction massique de Cr. Avec (droite) et sans (gauche) prise en compte des éléments tensio-actifs ; les flèches ont été ajoutées pour indiquer de |
| manière schématique le sens de circulation du fluide dans le bain |
| Figure 69 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de la vitesse de balayage, avec indication de la |
| présence ou absence de défaut dans les dépôts |
| Figure 70 : clichés optiques de coupes (normales au sens de balayage) de dépôts de 1 couche de Ni sur Cu |
| Figure 71 : cartographie de la fraction massique de Ni réalisée à l'interface du dépôt n°2 |
| Figure 72 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Ni sur Cu |
| Figure 73 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de Ni sur Cu, avec un très faible débit de Ni |
| Figure 74 : clichés optiques de coupes (normales au sens de balavage) de dénôts de 1 couche de D22 sur Cu 92 |
| Figure 75 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balavage) de la fin du dénôt n°1 de 1 couche de D22 sur Cu 92 |
| Figure 76 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur, avec indication de la |
| présence ou absence de défaut dans les dénôts |
| Figure 77 : clichés ontiques de coupes (normales au sens de halavage) de dénôts de 1 couche de Cr sur Ni-Cu 95 |
| Figure 78 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balavage) du dénôt de 2 couches de Cr sur D22-Cu 96 |
| Figure 79 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de Cr sur feuille de Ni 97 |

Figure 80 : cliché optique d'une coupe verticale et normale au sens de balayage d'un dépôt de 4 couches de Ni sur un Figure 81 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) de dépôt de 1 couche de Cr sur substrat de Ni 98 Figure 83 : cliché BSE d'une particule de poudre Mo de marque Hoganas......100 Figure 84 : répartition des essais en fonction de la puissance laser et de l'indicateur de hauteur, avec indication de la présence ou absence de défaut dans les dépôts101 Figure 85 : distribution des fractions massiques moyennes de Mo dans les dépôts en fonction de l'indicateur de hauteur Figure 87 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu...... 103 Figure 88 : clichés BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu 104 Figure 89 : cliché de la surface d'un dépôt de 3 cordons de W sur substrat de W, avec une puissance laser de 1250 W 106 Figure 90 : cliché de la surface d'un dépôt de 3 cordons de W sur substrat de W, avec une puissance laser de 2050 W 106 Figure 91 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur substrat de W Figure 92 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo......107 Figure 93 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo 107 Figure 94 : cliché optique d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo......108 Figure 95 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 1 couche de W sur Mo 108 Figure 97 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) d'un dépôt de 2 couches de W sur Mo...... 108 Figure 98 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu 110 Figure 99 : cliché BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dernier cordon de la 2^{ème} couche de W, du dépôt de Figure 100 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) de la fabrication W sur Cu avec matériaux Figure 101 : évolution des fractions massigues des principaux éléments le long de la flèche bleue de la Figure 100..... 115 Figure 102 : clichés MEB BSE des interfaces de la fabrication W-Cu116 Figure 103 : cliché MEB BSE (d'une coupe de la couche W 1) d'un zoom à l'interface entre une particule résiduelle de W Figure 104 : évolution des estimations TL * et TB * le long de la flèche bleue de la Figure 100 117 Figure 105 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale à la direction de balayage) du dernier cordon du dépôt Mo 1, avec indication des mesures des dimensions du dernier cordon......118 Figure 106 : cliché MEB BSE d'une coupe (normale au sens de balayage) du dernier cordon du dépôt W 1, avec indication Figure 107 : hauteur moyenne de couche et largeur moyenne de cordon des dépôts, mesurées et simulées119 Figure 108 : températures maximales des bains simulés couche par couche, températures de fusion des poudres, et Figure 111 : estimations des taux de particules résiduelles théoriques et expérimentales dans chaque dépôt ; les parties rouges représentent la fraction de particules ayant été fondues, et les parties bleues représentent la fraction de Figure 112 : vue 3D du bain du dépôt D22, avec distribution de la fraction massique de D22, les flèches de vecteurs vitesse à la surface (amplitude moyenne de 0.37 m/s), et deux isothermes caractéristiques (TL noir, Tf poudre Figure 113 : vue 3D du bain du dépôt W 2, avec distribution de la fraction massique de W, les flèches de vecteurs vitesse (amplitude moyenne de 0.10 m/s), et trois isothermes caractéristiques (TL noir, Tf poudre magenta, Teb bleu) 125 Figure 114 : coupe xz du bain du dépôt Mo 1, avec distribution de température, les flèches de vecteurs vitesse (amplitude moyenne de 0.13 m/s), et trois isothermes caractéristiques (TL noir, TLsous – couche gris, Tf poudre

| Figure 115 : coupe xz du bain du dépôt W 1, avec distribution de température, les flèches de vecteurs vitesse (amplitu | ude |
|--|-----|
| moyenne de 0.07 m/s), et deux isothermes caractéristiques (TL noir, TLsous – couche gris) | 126 |
| Figure 116 : coupe yz de l'arrière du bain du dépôt Mo 1, avec distribution de la fraction massique de Mo, et trois | |
| isothermes caractéristiques (TL noir, TLmoyenne couche blanc, TLsous – couche gris) | 127 |
| Figure 117 : coupe yz de l'arrière du bain du dépôt de W 1, avec distribution de la fraction massique de W, et trois | |
| isothermes caractéristiques (TL noir, TLmoyenne couche blanc, TLsous – couche gris) | 127 |
| Figure 118 : dureté moyenne (de 5 mesures) de chaque couche de la fabrication finale W-Cu, avec barres indiquant le | 25 |
| duretés maximales et minimales associées | 136 |
| Figure 119 : diagramme de phase théorique de l'alliage binaire Cr-Mo (mélanges supposés idéaux) | 140 |
| Figure 120 : évolution de la quantité v $TBase$ par rapport à la viscosité turbulente moyenne des bains simulés, et droi | te |
| tirée de la régression linéaire associée | 142 |

Liste des tableaux

| Tableau 1 : propriétés thermiques et mécaniques du W et CuCrZr [47] | 6 |
|---|--------|
| Tableau 2 : fractions massiques des métaux utilisés | 50 |
| Tableau 3 : statistiques des dimensions des poudres, pondérées en volume | 51 |
| Tableau 4 : application du modèle d'Ytrehus [251] à l'étude de Stokes (vaporisation de 316L dans une atmosphère | |
| d'argon) et al. [199] et comparaison aux résultats de leur modèle complet | 59 |
| Tableau 5 : maximum de la température et de la vitesse du fluide à la surface, et nombre de Reynolds calculé, pour | les |
| simulations des modèles avec et sans turbulence | 80 |
| Tableau 6 : maximum des diffusivités turbulentes et des ratios de la diffusivité turbulente sur diffusivité intrinsèque, | , pour |
| la simulation avec turbulence | 80 |
| Tableau 7 : comparaison des dimensions mesurées sur le 1 ^{er} cordon fabriqué par rapport aux cordons obtenues par | |
| simulation | 87 |
| Tableau 8 : paramètres de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Ni sur Cu | 89 |
| Tableau 9 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Ni sur Cu | 91 |
| Tableau 10 : paramètres de fabrication de 2 dépôts caractéristiques de D22 sur Cu | 92 |
| Tableau 11 : paramètres de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Cr sur Ni-Cu | 94 |
| Tableau 12 : paramètres de fabrication retenus pour le dépôt de Cr sur D22-Cu | 95 |
| Tableau 13 : paramètre de fabrication de 4 dépôts caractéristiques de Mo sur Cr-Ni | 98 |
| Tableau 14 : paramètres de fabrication de 2 dépôts de 1 couche de Mo sur Cr-D22-Cu | 101 |
| Tableau 15 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu (n°3) | 103 |
| Tableau 16 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de Mo sur Cr-D22-Cu (n°4) | 103 |
| Tableau 17 : paramètres de fabrication de 2 dépôts de 1 couche de W sur Mo | 107 |
| Tableau 18 : paramètres de fabrication d'un dépôt de 2 couches de W sur Mo | 108 |
| Tableau 19 : paramètres de fabrication du dépôt de 2 couches de W sur Mo-Cr-D22-Cu | 110 |
| Tableau 20 : paramètres de la fabrication W-Cu couche par couche | 113 |
| Tableau 21 : caractéristiques des dépôts | 120 |
| Tableau 22 : notations utilisées pour le modèle numérique | 137 |
| Tableau 23 : erreurs relatives du modèle simplifié par rapport au modèle de référence, pour des caractéristiques du | bain |
| | 143 |
| Tableau 24 : propriétés des métaux utilisés la simulation de la fabrication finale | 144 |
| Tableau 25 : coefficient de Nordheim de résistivité thermique en phase solide des couples des métaux utilisés la | |
| simulation de la fabrication finale | 145 |

Bibliographie

- E. Toyserkani, A. Khajepour, and S. F. Corbin, *Laser Cladding*, 0 ed. CRC Press, 2004. Accessed: Apr. 18, 2022.
 [Online]. Available: https://www.taylorfrancis.com/books/9781420039177
- [2] M. Izadi, A. Farzaneh, M. Mohammed, I. Gibson, and B. Rolfe, "A review of laser engineered net shaping (LENS) build and process parameters of metallic parts," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 26, no. 6, pp. 1059–1078, Apr. 2020, doi: 10.1108/RPJ-04-2018-0088.
- [3] D. R. Feenstra, R. Banerjee, H. L. Fraser, A. Huang, A. Molotnikov, and N. Birbilis, "Critical review of the state of the art in multi-material fabrication via directed energy deposition," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, vol. 25, no. 4, p. 100924, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.cossms.2021.100924.
- [4] L. Li, W. U. H. Syed, and A. J. Pinkerton, "Rapid additive manufacturing of functionally graded structures using simultaneous wire and powder laser deposition," *Virtual Phys. Prototyp.*, vol. 1, no. 4, pp. 217–225, Dec. 2006, doi: 10.1080/17452750601141523.
- [5] M. K. Imran, S. H. Masood, M. Brandt, S. Bhattacharya, and J. Mazumder, "Direct metal deposition (DMD) of H13 tool steel on copper alloy substrate: Evaluation of mechanical properties," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 9, pp. 3342–3349, Apr. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.12.099.
- [6] W. Li, F. Liou, J. Newkirk, K. M. B. Taminger, and W. J. Seufzer, "Investigation on Ti6Al4V-V-Cr-Fe-SS316 Multilayers Metallic Structure Fabricated by Laser 3D Printing," *Sci. Rep.*, vol. 7, no. 1, Dec. 2017, Accessed: Dec. 17, 2020. [Online]. Available: http://www.nature.com/articles/s41598-017-08580-z
- [7] A. Bandyopadhyay and B. Heer, "Additive manufacturing of multi-material structures," *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, vol. 129, pp. 1–16, Jul. 2018, doi: 10.1016/j.mser.2018.04.001.
- [8] F. Brueckner *et al.*, "Enhanced manufacturing possibilities using multi-materials in laser metal deposition," J. Laser Appl., vol. 30, no. 3, p. 032308, Aug. 2018, doi: 10.2351/1.5040639.
- [9] C. Wei, L. Li, X. Zhang, and Y.-H. Chueh, "3D printing of multiple metallic materials via modified selective laser melting," *CIRP Ann.*, vol. 67, no. 1, pp. 245–248, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.cirp.2018.04.096.
- [10] G. Marinelli, F. Martina, H. Lewtas, D. Hancock, S. Ganguly, and S. Williams, "Functionally graded structures of refractory metals by wire arc additive manufacturing," *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 24, no. 5, pp. 495–503, Jul. 2019, doi: 10.1080/13621718.2019.1586162.
- [11] N. Chen *et al.*, "Microstructural characteristics and crack formation in additively manufactured bimetal material of 316L stainless steel and Inconel 625," *Addit. Manuf.*, vol. 32, p. 101037, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101037.
- [12] D. Cui, B. Lanfant, M. Leparoux, and S. Favre, "Additive Manufacturing of Ti-Nb Dissimilar Metals by Laser Metal Deposition," in *Industrializing Additive Manufacturing*, Springer, Cham, 2020, pp. 96–111. doi: 10.1007/978-3-030-54334-1_8.
- [13] S. Ji, Z. Sun, W. Zhang, X. Chen, G. Xie, and H. Chang, "Microstructural evolution and high temperature resistance of functionally graded material Ti-6Al-4V/Inconel 718 coated by directed energy deposition-laser," J. Alloys Compd., vol. 848, p. 156255, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156255.
- [14] Z. Sun, Y.-H. Chueh, and L. Li, "Multiphase mesoscopic simulation of multiple and functionally gradient materials laser powder bed fusion additive manufacturing processes," *Addit. Manuf.*, vol. 35, p. 101448, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101448.
- [15] J. L. Bennett, H. Liao, T. Buergel, G. Hyatt, K. Ehmann, and J. Cao, "Towards bi-metallic injection molds by directed energy deposition," *Manuf. Lett.*, vol. 27, pp. 78–81, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.mfglet.2021.01.001.
- [16] W. Guan *et al.*, "Laser cladding of layered Zr/Cu composite cathode with excellent arc discharge homogeneity," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 421, p. 127454, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.127454.
- [17] T. Hauser, P. P. Breese, T. Kamps, C. Heinze, J. Volpp, and A. F. H. Kaplan, "Material transitions within multimaterial laser deposited intermetallic iron aluminides," *Addit. Manuf.*, vol. 34, p. 101242, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101242.
- [18] B. Rankouhi, S. Jahani, F. E. Pfefferkorn, and D. J. Thoma, "Compositional grading of a 316L-Cu multi-material part using machine learning for the determination of selective laser melting process parameters," *Addit. Manuf.*, vol. 38, p. 101836, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101836.

- [19] K. I. Schwendner, R. Banerjee, P. C. Collins, C. A. Brice, and H. L. Fraser, "Direct laser deposition of alloys from elemental powder blends," *Scr. Mater.*, vol. 45, no. 10, pp. 1123–1129, Nov. 2001, doi: 10.1016/S1359-6462(01)01107-1.
- [20] P. C. Collins, R. Banerjee, S. Banerjee, and H. L. Fraser, "Laser deposition of compositionally graded titaniumvanadium and titanium-molybdenum alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 352, no. 1–2, pp. 118–128, Jul. 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00909-7.
- [21] D. C. Hofmann *et al.*, "Compositionally graded metals: A new frontier of additive manufacturing," J. Mater. Res., vol. 29, no. 17, pp. 1899–1910, Sep. 2014, doi: 10.1557/jmr.2014.208.
- [22] D. C. Hofmann *et al.*, "Developing Gradient Metal Alloys through Radial Deposition Additive Manufacturing," *Sci. Rep.*, vol. 4, no. 1, May 2015, doi: 10.1038/srep05357.
- [23] C. Schneider-Maunoury, L. Weiss, P. Acquier, D. Boisselier, and P. Laheurte, "Functionally graded Ti6Al4V-Mo alloy manufactured with DED-CLAD® process," *Addit. Manuf.*, vol. 17, pp. 55–66, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.07.008.
- [24] O. V. Eliseeva *et al.*, "Functionally Graded Materials through robotics-inspired path planning," *Mater. Des.*, vol. 182, p. 107975, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.107975.
- [25] C. Schneider-Maunoury, L. Weiss, O. Perroud, D. Joguet, D. Boisselier, and P. Laheurte, "An application of differential injection to fabricate functionally graded Ti-Nb alloys using DED-CLAD® process," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 268, pp. 171–180, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.01.018.
- [26] R. Ma, Z. Liu, W. Wang, G. Xu, and W. Wang, "Laser deposition melting of TC4/TiAl functionally graded material," *Vacuum*, vol. 177, p. 109349, Jul. 2020, doi: 10.1016/j.vacuum.2020.109349.
- [27] J. P. Kelly, J. W. Elmer, F. J. Ryerson, J. R. I. Lee, and J. J. Haslam, "Directed Energy Deposition Additive Manufacturing of Functionally Graded Al-W Composites," *Addit. Manuf.*, p. 101845, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101845.
- [28] Y. Lu et al., "Controllable additive manufacturing of gradient bulk metallic glass composite with high strength and tensile ductility," Acta Mater., vol. 206, p. 116632, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2021.116632.
- [29] A. Reichardt *et al.*, "Advances in additive manufacturing of metal-based functionally graded materials," *Int. Mater. Rev.*, vol. 66, no. 1, pp. 1–29, Jan. 2021, doi: 10.1080/09506608.2019.1709354.
- [30] L. Yan, Y. Chen, and F. Liou, "Additive manufacturing of functionally graded metallic materials using laser metal deposition," *Addit. Manuf.*, vol. 31, p. 100901, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.100901.
- [31] H. Sahasrabudhe, R. Harrison, C. Carpenter, and A. Bandyopadhyay, "Stainless steel to titanium bimetallic structure using LENSTM," *Addit. Manuf.*, vol. 5, pp. 1–8, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.addma.2014.10.002.
- [32] G. Pintsuk, S. E. Brünings, J.-E. Döring, J. Linke, I. Smid, and L. Xue, "Development of W/Cu—functionally graded materials," *Fusion Eng. Des.*, vol. 66–68, pp. 237–240, Sep. 2003, doi: 10.1016/S0920-3796(03)00220-5.
- [33] B. D. Wu *et al.*, "Tungsten-chromium coatings on reduced activation ferritic/martensitic steels prepared by laser melting deposition process," *J. Nucl. Mater.*, vol. 543, p. 152573, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.jnucmat.2020.152573.
- [34] Y. Li, Y. Shen, C.-H. Hung, M. C. Leu, and H.-L. Tsai, "Additive manufacturing of Zr-based metallic glass structures on 304 stainless steel substrates via V/Ti/Zr intermediate layers," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 729, pp. 185–195, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.05.052.
- [35] C. Shang, C. Wang, G. Xu, C. Li, and J. You, "Laser additive manufacturing of TA15 Inconel 718 bimetallic structure via Nb/Cu multi-interlayer," *Vacuum*, vol. 169, p. 108888, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.vacuum.2019.108888.
- [36] C. Shang, G. Xu, C. Wang, G. Yang, and J. You, "Laser deposition manufacturing of bimetallic structure from TA15 to inconel 718 via copper interlayer," *Mater. Lett.*, vol. 252, pp. 342–344, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2019.06.030.
- [37] A. Thiriet, C. Schneider-Maunoury, P. Laheurte, D. Boisselier, and L. Weiss, "Multiscale study of different types of interface of a buffer material in powder-based directed energy deposition: Example of Ti6Al4V/Ti6Al4V Mo/Mo Inconel 718," *Addit. Manuf.*, vol. 27, pp. 118–130, May 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.02.007.
- [38] W. Jiang, Z. Xia, J. Xu, D. Zhao, S. Xia, and L. Wang, "Optimization mechanism of bonding strength of laser melting deposited tungsten/reduced activation steel heterogeneous interface via addition of Y2O3 by magnetron sputtering," *Fusion Eng. Des.*, vol. 157, p. 111646, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.fusengdes.2020.111646.

- [39] C. F. Tey, X. Tan, S. L. Sing, and W. Y. Yeong, "Additive manufacturing of multiple materials by selective laser melting: Ti-alloy to stainless steel via a Cu-alloy interlayer," *Addit. Manuf.*, vol. 31, p. 100970, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.100970.
- [40] M. O. Gushchina, O. G. Klimova-Korsmik, P. A. Khorkov, and G. A. Turichin, "Direct laser deposition of Cu-Mo functionally graded layers for dissimilar joining titanium alloys and steels," *Mater. Lett.*, p. 131042, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.matlet.2021.131042.
- [41] X. Zhang, T. Pan, Y. Chen, L. Li, Y. Zhang, and F. Liou, "Additive manufacturing of copper-stainless steel hybrid components using laser-aided directed energy deposition," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 80, pp. 100–116, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.jmst.2020.11.048.
- [42] A. Reichardt *et al.*, "Development and characterization of Ti-6Al-4V to 304L stainless steel gradient components fabricated with laser deposition additive manufacturing," *Mater. Des.*, vol. 104, pp. 404–413, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.05.016.
- [43] W. Li et al., "Fabrication and characterization of a functionally graded material from Ti-6Al-4V to SS316 by laser metal deposition," Addit. Manuf., vol. 14, pp. 95–104, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.addma.2016.12.006.
- [44] A. Reichardt, "Additive Manufacturing of Metal-based Functionally Graded Materials," UC Berkeley, 2017. Accessed: Jan. 28, 2022. [Online]. Available: https://escholarship.org/uc/item/32h5c2vp
- [45] J. S. Zuback, G. L. Knapp, T. A. Palmer, and T. DebRoy, "Deposit geometry and oxygen concentration spatial variations due to composition change in printed functionally graded components," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 164, p. 120526, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.120526.
- [46] H. L. Wei *et al.*, "Mechanistic models for additive manufacturing of metallic components," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 116, p. 100703, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100703.
- [47] I. Smid, M. Akiba, G. Vieider, and L. Plöchl, "Development of tungsten armor and bonding to copper for plasmainteractive components," J. Nucl. Mater., vol. 258–263, pp. 160–172, Oct. 1998, doi: 10.1016/S0022-3115(98)00358-4.
- [48] V. Barabash et al., "Armor and heat sink materials joining technologies development for ITER plasma facing components," J. Nucl. Mater., vol. 283–287, pp. 1248–1252, Dec. 2000, doi: 10.1016/S0022-3115(00)00120-3.
- [49] International Atomic Energy Agency. Vienna, Ed., ITER Technical Basis. Vienna: IAEA, 2002.
- [50] G. Pintsuk *et al.*, "Characterization of ITER tungsten qualification mock-ups exposed to high cyclic thermal loads," *Fusion Eng. Des.*, vol. 98–99, pp. 1384–1388, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.fusengdes.2015.01.037.
- [51] M. Li, F. Gallay, M. Richou, and J.-H. You, "Fracture mechanical analysis of a tungsten monoblock-type plasmafacing component without macroscopic interlayer for high-heat-flux divertor target," *Fusion Eng. Des.*, vol. 122, pp. 124–130, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.fusengdes.2017.09.002.
- [52] Z. Pan, S. Huang, and M. Jiang, "In-situ measurements of deformation to fatigue failure on a flat-type divertor mockup under high heat flux loads by 3D digital image correlation," *Nucl. Fusion*, Nov. 2020, doi: 10.1088/1741-4326/abcc18.
- [53] E. Autissier, M. Richou, F. Bernard, and M. Missirlian, "Design optimization of plasma facing component with functional gradient material Cu/W interlayer," *Fusion Eng. Des.*, vol. 88, no. 9–10, pp. 1714–1717, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.fusengdes.2013.04.042.
- [54] E. Autissier, M. Richou, L. Minier, J.-L. Gardarein, and F. Bernard, "Elaboration and thermomechanical characterization of W/Cu functionally graded materials produced by Spark Plasma Sintering for plasma facing components," *Fusion Eng. Des.*, vol. 98–99, pp. 1929–1932, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.fusengdes.2015.05.066.
- [55] J. H. You *et al.*, "European DEMO divertor target: Operational requirements and material-design interface," *Nucl. Mater. Energy*, vol. 9, pp. 171–176, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.nme.2016.02.005.
- [56] C. Linsmeier *et al.*, "Development of advanced high heat flux and plasma-facing materials," *Nucl. Fusion*, vol. 57, no. 9, p. 092007, Jun. 2017, doi: 10.1088/1741-4326/aa6f71.
- [57] M. Richou *et al.*, "Realization of high heat flux tungsten monoblock type target with graded interlayer for application to DEMO divertor," *Phys. Scr.*, vol. T170, p. 014022, Dec. 2017, doi: 10.1088/1402-4896/aa8b02.
- [58] M. Richou *et al.*, "Status on the W monoblock type high heat flux target with graded interlayer for application to DEMO divertor," *Fusion Eng. Des.*, vol. 124, pp. 338–343, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.fusengdes.2017.03.087.

- [59] J. H. You *et al.*, "European divertor target concepts for DEMO: Design rationales and high heat flux performance," *Nucl. Mater. Energy*, vol. 16, pp. 1–11, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.nme.2018.05.012.
- [60] S. V. den Kerkhof, M. Blommaert, J. W. Coenen, S. Heuer, and M. Baelmans, "Investigating the potential of FGMs through numerical minimization of thermal stresses," *Phys. Scr.*, vol. T171, p. 014001, Jan. 2020, doi: 10.1088/1402-4896/ab35b3.
- [61] M. Richou *et al.*, "Performance assessment of thick W/Cu graded interlayer for DEMO divertor target," *Fusion Eng. Des.*, vol. 157, p. 111610, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.fusengdes.2020.111610.
- [62] Y. Itoh, M. Takahashi, and H. Takano, "Design of tungsten/copper graded composite for high heat flux components," *Fusion Eng. Des.*, vol. 31, no. 4, pp. 279–289, Aug. 1996, doi: 10.1016/0920-3796(95)00432-7.
- [63] D. Hancock, D. Homfray, M. Porton, I. Todd, and B. Wynne, "Exploring complex high heat flux geometries for fusion applications enabled by additive manufacturing," *Fusion Eng. Des.*, vol. 136, pp. 454–460, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.fusengdes.2018.02.097.
- [64] D. Hancock, D. Homfray, M. Porton, I. Todd, and B. Wynne, "Refractory metals as structural materials for fusion high heat flux components," J. Nucl. Mater., vol. 512, pp. 169–183, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.09.052.
- [65] B. Curzadd, A. von Müller, R. Neu, and U. von Toussaint, "Topology optimization of tungsten/copper structures for plasma-facing component applications," *Nucl. Fusion*, vol. 59, no. 8, p. 086003, Aug. 2019, doi: 10.1088/1741-4326/ab1ff5.
- [66] A. v. Müller *et al.*, "Additive manufacturing of pure tungsten by means of selective laser beam melting with substrate preheating temperatures up to 1000 °C," *Nucl. Mater. Energy*, vol. 19, pp. 184–188, May 2019, doi: 10.1016/j.nme.2019.02.034.
- [67] P. Rindt *et al.*, "Using 3D-printed tungsten to optimize liquid metal divertor targets for flow and thermal stresses," *Nucl. Fusion*, vol. 59, no. 5, p. 054001, May 2019, doi: 10.1088/1741-4326/ab0a76.
- [68] M. F. Ashby and Y. J. M. Bréchet, "Designing hybrid materials," Acta Mater., vol. 51, no. 19, pp. 5801–5821, Nov. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00441-5.
- [69] M. F. Ashby, Materials selection in mechanical design, 4th ed. Burlington, MA: Butterworth-Heinemann, 2011.
- [70] M. Kikuchi, K. Lackner, and M. Q. Tran, "Fusion Physics," 2012, Accessed: May 15, 2021. [Online]. Available: http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:43116796
- [71] M. Richou, E. Tsitronet, M. Missirlian, and P. Magaud, "Matériaux et composants face au plasma pour la fusion thermonucléaire," *Tech. Ing. Génie Nucl.*, Dec. 2020.
- J. Linke *et al.*, "Challenges for plasma-facing components in nuclear fusion," *Matter Radiat. Extrem.*, vol. 4, no. 5, p. 056201, Aug. 2019, doi: 10.1063/1.5090100.
- [73] E. Autissier, "Elaboration de matériaux à gradient de propriétés fonctionnelles pour les composants face au plasma des machines de fusion thermonucléaires," Université de Bourgogne, 2014.
- [74] T. Hirai *et al.*, "ITER divertor materials and manufacturing challenges," *Fusion Eng. Des.*, vol. 125, pp. 250–255, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.fusengdes.2017.07.009.
- [75] "Espace Presse WEST : à la conquête de la fusion nucléaire !" https://www.cea.fr/presse/Pages/dossiers/2017/westtokamak-fusion-nucleaire.aspx (accessed Apr. 26, 2022).
- [76] R. A. Pitts et al., "Physics conclusions in support of ITER W divertor monoblock shaping," Nucl. Mater. Energy, vol. 12, pp. 60–74, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.nme.2017.03.005.
- [77] C. Li et al., "Characterization on the melting failure of CuCrZr cooling tube of W/Cu monoblocks during plasma operations in EAST," *Nucl. Mater. Energy*, vol. 25, p. 100847, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.nme.2020.100847.
- [78] T. Hirai *et al.*, "Design optimization of the ITER tungsten divertor vertical targets," *Fusion Eng. Des.*, vol. 127, pp. 66–72, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.fusengdes.2017.12.007.
- [79] R. A. Pitts *et al.*, "A full tungsten divertor for ITER: Physics issues and design status," *J. Nucl. Mater.*, vol. 438, pp. S48–S56, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.jnucmat.2013.01.008.
- [80] T. Hirai *et al.*, "Use of tungsten material for the ITER divertor," *Nucl. Mater. Energy*, vol. 9, pp. 616–622, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.nme.2016.07.003.
- [81] M. Fukuda, Y. Seki, K. Ezato, K. Yokoyama, H. Nishi, and S. Suzuki, "Effect of cyclic heat loading on pure tungsten for the ITER divertor," J. Nucl. Mater., vol. 542, p. 152509, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.jnucmat.2020.152509.

- [82] S. Wang *et al.*, "Thermal damage of tungsten-armored plasma-facing components under high heat flux loads," *Sci. Rep.*, vol. 10, no. 1, pp. 1–10, Jan. 2020, doi: 10.1038/s41598-020-57852-8.
- [83] J. Linke, P. Lorenzetto, P. Majerus, M. Merola, D. Pitzer, and M. Rödig, "EU Development of High Heat Flux Components," *Fusion Sci. Technol.*, vol. 47, no. 3, pp. 678–685, Apr. 2005, doi: 10.13182/FST05-A764.
- [84] T. R. Barrett *et al.*, "Enhancing the DEMO divertor target by interlayer engineering," *Fusion Eng. Des.*, vol. 98–99, pp. 1216–1220, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.fusengdes.2015.03.031.
- [85] M. Fursdon, J.-H. You, and M. Li, "Towards reliable design-by-analysis for divertor plasma facing components Guidelines for inelastic assessment (part 1: Unirradiated)," *Fusion Eng. Des.*, vol. 147, p. 111234, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.fusengdes.2019.06.007.
- [86] K. S. Ravichandran, "Thermal residual stresses in a functionally graded material system," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 201, no. 1–2, pp. 269–276, Oct. 1995, doi: 10.1016/0921-5093(95)09773-2.
- [87] S. Saito, K. Fukaya, S. Ishiyama, and K. Sato, "Mechanical properties of HIP bonded W and Cu-alloys joint for plasma facing components," J. Nucl. Mater., vol. 307–311, pp. 1542–1546, Dec. 2002, doi: 10.1016/S0022-3115(02)01169-8.
- [88] S. Heuer *et al.*, "Atmospheric plasma spraying of functionally graded steel/tungsten layers for the first wall of future fusion reactors," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 366, pp. 170–178, May 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.03.017.
- [89] A. Yusefi, N. Parvin, and H. Mohammadi, "W Cu functionally graded material: Low temperature fabrication and mechanical characterization," J. Phys. Chem. Solids, vol. 115, pp. 26–35, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.jpcs.2017.11.029.
- [90] A. Yusefi and N. Parvin, "Fabrication of three layered W-Cu functionally graded composite via spark plasma sintering," *Fusion Eng. Des.*, vol. 114, pp. 196–202, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.fusengdes.2016.11.013.
- [91] Y. Lian, X. Liu, Z. Xu, J. Song, and Y. Yu, "Preparation and properties of CVD-W coated W/Cu FGM mock-ups," *Fusion Eng. Des.*, vol. 88, no. 9–10, pp. 1694–1698, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.fusengdes.2013.02.155.
- [92] L. K. Pillari, S. R. Bakshi, P. Chaudhuri, and B. S. Murty, "Fabrication of W-Cu functionally graded composites using high energy ball milling and spark plasma sintering for plasma facing components," *Adv. Powder Technol.*, vol. 31, no. 8, pp. 3657–3666, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.apt.2020.07.015.
- [93] S. V. Nagender Naidu and P. Rama Rao, "Phase Diagrams of Binary Tungsten Alloys," Int. J. Mater. Res., vol. 83, no. 12, pp. 865–865, Dec. 1992, doi: 10.1515/ijmr-1992-831209.
- [94] F. Escourbiac *et al.*, "Experimental activity on the definition of acceptance criteria for the ITER divertor plasma facing components," *Fusion Eng. Des.*, vol. 84, no. 2–6, pp. 747–751, Jun. 2009, doi: 10.1016/j.fusengdes.2009.01.072.
- [95] S. X. Zhao et al., "Influence of Interfacial Oxidation on the High-Heat-Flux Performance of HIP-Manufactured Flat-Type W/Cu Plasma-Facing Components for EAST," Fusion Sci. Technol., vol. 67, no. 4, pp. 784–791, May 2015, doi: 10.13182/FST14-835.
- [96] A. v. Muller *et al.*, "Melt infiltrated tungsten-copper composites as advanced heat sink materials for plasma facing components of future nuclear fusion devices," *Fusion Eng. Des.*, vol. 124, pp. 455–459, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.fusengdes.2017.01.042.
- [97] A. v Müller *et al.*, "Application of tungsten–copper composite heat sink materials to plasma-facing component mockups," *Phys. Scr.*, vol. T171, p. 014015, Jan. 2020, doi: 10.1088/1402-4896/ab4142.
- [98] J.-H. You, A. Brendel, S. Nawka, T. Schubert, and B. Kieback, "Thermal and mechanical properties of infiltrated W/CuCrZr composite materials for functionally graded heat sink application," J. Nucl. Mater., vol. 438, no. 1–3, pp. 1–6, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.jnucmat.2013.03.005.
- [99] H. Greuner, A. Zivelonghi, B. Böswirth, and J.-H. You, "Results of high heat flux testing of W/CuCrZr multilayer composites with percolating microstructure for plasma-facing components," *Fusion Eng. Des.*, vol. 98–99, pp. 1310– 1313, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.fusengdes.2015.02.011.
- [100] L. Xiu and J. F. Wu, "Atomic Diffusion Behavior in W/Cu Diffusion Bonding Process," J. Fusion Energy, vol. 34, no. 4, pp. 769–773, Aug. 2015, doi: 10.1007/s10894-015-9884-9.
- [101] J. Zhang, Y. Huang, Y. Liu, and Z. Wang, "Direct diffusion bonding of immiscible tungsten and copper at temperature close to Copper's melting point," *Mater. Des.*, vol. 137, pp. 473–480, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2017.10.052.

- [102] J. de Prado, M. Sánchez, D. Swan, and A. Ureña, "Microstructural and Mechanical Characterization of W-CuCrZr Joints Brazed with Cu-Ti Filler Alloy," *Metals*, vol. 11, no. 2, p. 202, Jan. 2021, doi: 10.3390/met11020202.
- [103] D. Easton, Y. Zhang, J. Wood, A. Galloway, M. O. Robbie, and C. Hardie, "Brazing development and interfacial metallurgy study of tungsten and copper joints with eutectic gold copper brazing alloy," *Fusion Eng. Des.*, vol. 98– 99, pp. 1956–1959, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.fusengdes.2015.05.033.
- [104] E. Bang, H. Choi, H. C. Kim, K. Kim, and S.-H. Hong, "Manufacturing and testing of flat type W/Cu/CuCrZr mockups by HIP process with PVD coating," *Fusion Eng. Des.*, vol. 146, pp. 603–608, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.fusengdes.2019.01.034.
- [105] R. Liu *et al.*, "Microwave sintering of W/Cu functionally graded materials," J. Nucl. Mater., vol. 431, no. 1–3, pp. 196–201, Dec. 2012, doi: 10.1016/j.jnucmat.2011.11.013.
- [106] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, *Thermal Spray Fundamentals*. Boston, MA: Springer US, 2014. Accessed: Jan. 29, 2021. [Online]. Available: http://link.springer.com/10.1007/978-0-387-68991-3
- [107] D. Tejero-Martin, M. Rezvani Rad, A. McDonald, and T. Hussain, "Beyond Traditional Coatings: A Review on Thermal-Sprayed Functional and Smart Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 28, no. 4, pp. 598–644, Apr. 2019, doi: 10.1007/s11666-019-00857-1.
- [108] A. Viscusi, A. Astarita, R. D. Gatta, and F. Rubino, "A perspective review on the bonding mechanisms in cold gas dynamic spray," *Surf. Eng.*, vol. 35, no. 9, pp. 743–771, Sep. 2019, doi: 10.1080/02670844.2018.1551768.
- [109] T. W. Clyne and S. C. Gill, "Residual Stresses in Thermal Spray Coatings and Their Effect on Interfacial Adhesion: A Review of Recent Work," J. Therm. Spray Technol., vol. 5, no. 4, pp. 401–418, Dec. 1996, doi: 10.1007/BF02645271.
- [110] S.-L. Fu *et al.*, "Novel Method of Aluminum to Copper Bonding by Cold Spray," J. Therm. Spray Technol., vol. 27, no. 4, pp. 624–640, Apr. 2018, doi: 10.1007/s11666-018-0707-1.
- [111] J. Cizek, M. Vilemova, F. Lukac, M. Koller, J. Kondas, and R. Singh, "Cold Sprayed Tungsten Armor for Tokamak First Wall," *Coatings*, vol. 9, no. 12, p. 836, Dec. 2019, doi: 10.3390/coatings9120836.
- [112] C. Fali and C. Junling, "Property comparison of vacuum and air plasma sprayed tungsten coatings," J. Alloys Compd., vol. 861, p. 158422, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.158422.
- [113] Q. Li et al., "R&D issues of W/Cu divertor for EAST," Fusion Eng. Des., vol. 85, no. 7–9, pp. 1106–1112, Dec. 2010, doi: 10.1016/j.fusengdes.2010.02.017.
- [114] A. Kapustina and L. Singheiser, "Degradation and defects in plasma facing components for future fusion devices," Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2004, 2004. doi: urn:nbn:de:hbz:82-opus-9105.
- [115] G. Pintsuk, I. Smid, J.-E. Döring, W. Hohenauer, and J. Linke, "Fabrication and characterization of vacuum plasma sprayed W/Cu-composites for extreme thermal conditions," *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 1, pp. 30–39, Jan. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-1039-y.
- [116] F. L. Chong, J. L. Chen, J. G. Li, D. Y. Hu, and X. B. Zheng, "Heat load behaviors of plasma sprayed tungsten coatings on copper alloys with different compliant layers," *J. Nucl. Mater.*, vol. 375, no. 2, pp. 213–217, Apr. 2008, doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.11.008.
- [117] B. Riccardi, R. Montanari, M. Casadei, G. Costanza, G. Filacchioni, and A. Moriani, "Optimisation and characterisation of tungsten thick coatings on copper based alloy substrates," *J. Nucl. Mater.*, vol. 352, no. 1–3, pp. 29–35, Jun. 2006, doi: 10.1016/j.jnucmat.2006.02.069.
- [118] Z. Chen *et al.*, "Recent research and development of thick CVD tungsten coatings for fusion application," *Tungsten*, vol. 2, no. 1, pp. 83–93, Mar. 2020, doi: 10.1007/s42864-020-00041-x.
- [119] Y. Lv, J. Song, Y. Lian, Y. Yu, X. Liu, and Z. Zhuang, "The thermal properties of high purity and fully dense tungsten produced by chemical vapor deposition," *J. Nucl. Mater.*, vol. 457, pp. 317–323, Feb. 2015, doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.11.095.
- [120] T. DebRoy *et al.*, "Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 92, pp. 112–224, Mar. 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [121] C. Tan, K. Zhou, and T. Kuang, "Selective laser melting of tungsten-copper functionally graded material," *Mater. Lett.*, vol. 237, pp. 328–331, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2018.11.127.

- [122] W. E. Frazier, "Metal Additive Manufacturing: A Review," J. Mater. Eng. Perform., vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928, Jun. 2014, doi: 10.1007/s11665-014-0958-z.
- [123] M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, and P. Laheurte, "In situ elaboration of a binary Ti-26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 62, pp. 852– 859, May 2016, doi: 10.1016/j.msec.2016.02.033.
- [124] H. J. Hegge and J. T. M. D. Hosson, "The influence of convection on the homogeneity of laser-applied coatings," J. Mater. Sci., vol. 26, no. 3, pp. 711–714, Feb. 1991, doi: 10.1007/BF00588308.
- [125] L. Shoji Aota, P. Bajaj, Z. Sandim, H. Ricardo, and E. Aimé Jägle, "Laser Powder-Bed Fusion as an Alloy Development Tool: Parameter Selection for In-Situ Alloying Using Elemental Powders," *Materials*, vol. 13, no. 18, p. 3922, Jan. 2020, doi: 10.3390/ma13183922.
- [126] M. A. Surmeneva *et al.*, "In situ synthesis of a binary Ti-10at% Nb alloy by electron beam melting using a mixture of elemental niobium and titanium powders," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 282, p. 116646, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2020.116646.
- [127] J. C. Wang, Y. J. Liu, P. Qin, S. X. Liang, T. B. Sercombe, and L. C. Zhang, "Selective laser melting of Ti–35Nb composite from elemental powder mixture: Microstructure, mechanical behavior and corrosion behavior," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 760, pp. 214–224, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.06.001.
- [128] D. Zhang, Q. Cai, J. Liu, J. He, and R. Li, "Microstructural evolvement and formation of selective laser melting W-Ni-Cu composite powder," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 67, no. 9–12, pp. 2233–2242, Aug. 2013, doi: 10.1007/s00170-012-4644-8.
- [129] C. Wei *et al.*, "Multi-material additive-manufacturing of tungsten copper alloy bimetallic structure with a stainlesssteel interlayer and associated bonding mechanisms," *Addit. Manuf.*, vol. 50, p. 102574, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2021.102574.
- [130] A. Dass and A. Moridi, "State of the Art in Directed Energy Deposition: From Additive Manufacturing to Materials Design," *Coatings*, vol. 9, no. 7, p. 418, Jun. 2019, doi: 10.3390/coatings9070418.
- [131] Y. P. Wang et al., "Microstructure and strengthening mechanisms of 90W-7Ni-3Fe alloys prepared using laser melting deposition," J. Alloys Compd., vol. 838, p. 155545, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.155545.
- [132] H. Dobbelstein, E. L. Gurevich, E. P. George, A. Ostendorf, and G. Laplanche, "Laser metal deposition of compositionally graded TiZrNbTa refractory high-entropy alloys using elemental powder blends," *Addit. Manuf.*, vol. 25, pp. 252–262, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2018.10.042.
- [133] M. Zhong, W. Liu, Y. Zhang, and X. Zhu, "Formation of WC/Ni hard alloy coating by laser cladding of W/C/Ni pure element powder blend," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 24, no. 6, pp. 453–460, Nov. 2006, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2005.09.002.
- [134] D. Shu, Z. Li, K. Zhang, C. Yao, D. Li, and Z. Dai, "In situ synthesized high volume fraction WC reinforced Nibased coating by laser cladding," *Mater. Lett.*, vol. 195, pp. 178–181, May 2017, doi: 10.1016/j.matlet.2017.02.076.
- [135] T. Maurizi Enrici, O. Dedry, F. Boschini, J. T. Tchuindjang, and A. Mertens, "Microstructural and Thermal Characterization of 316L + WC Composite Coatings Obtained by Laser Cladding," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 22, no. 12, p. 2000291, Dec. 2020, doi: 10.1002/adem.202000291.
- [136] L. Li, X. Zhang, W. Cui, F. Liou, W. Deng, and W. Li, "Temperature and residual stress distribution of FGM parts by DED process: modeling and experimental validation," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 109, no. 1, pp. 451–462, Jul. 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05673-4.
- [137] G. Wang, Y. Qin, and S. Yang, "Characterization of laser-powder interaction and particle transport phenomena during laser direct deposition of W-Cu composite," *Addit. Manuf.*, vol. 37, p. 101722, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101722.
- [138] Z. Liu, W. Zhou, Y. Lu, H. Xu, Z. Qin, and X. Lu, "Laser 3D printing of W-Cu composite," *Mater. Lett.*, vol. 225, pp. 85–88, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2018.04.114.
- [139] S. Su and Y. Lu, "Densified W Cu composite fabricated via laser additive manufacturing," Int. J. Refract. Met. Hard Mater., vol. 87, p. 105122, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.105122.
- [140] J. Linke, "High Heat Flux Performance of Plasma Facing Materials and Components under Service Conditions in Future Fusion Reactors," *Fusion Sci. Technol.*, vol. 49, no. 2T, pp. 455–464, Feb. 2006, doi: 10.13182/FST06-A1144.

- [141] A. E. Siegman, "Defining, measuring, and optimizing laser beam quality," Feb. 1993, pp. 2–12. doi: 10.1117/12.150601.
- [142] A. F. H. Kaplan, "Analysis and modeling of a high-power Yb:fiber laser beam profile," Opt. Eng., vol. 50, no. 5, p. 054201, May 2011, doi: 10.1117/1.3580660.
- [143] J. Wu, H. Wei, F. Yuan, P. Zhao, and Y. Zhang, "Effect of beam profile on heat and mass transfer in filler powder laser welding," J. Mater. Process. Technol., vol. 258, pp. 47–57, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.03.011.
- [144] W. Jiazhu, T. Liu, H. Chen, F. Li, H. Wei, and Y. Zhang, "Simulation of laser attenuation and heat transport during direct metal deposition considering beam profile," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 270, pp. 92–105, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.02.021.
- [145] E. Ferreira *et al.*, "Experimental and Numerical Analysis of Gas/Powder Flow for Different LMD Nozzles," *Metals*, vol. 10, no. 5, p. 667, May 2020, doi: 10.3390/met10050667.
- [146] D. Eisenbarth, P. M. Borges Esteves, F. Wirth, and K. Wegener, "Spatial powder flow measurement and efficiency prediction for laser direct metal deposition," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 362, pp. 397–408, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.02.009.
- [147] O. B. Kovalev, A. V. Zaitsev, D. Novichenko, and I. Smurov, "Theoretical and Experimental Investigation of Gas Flows, Powder Transport and Heating in Coaxial Laser Direct Metal Deposition (DMD) Process," J. Therm. Spray Technol., vol. 20, no. 3, pp. 465–478, Mar. 2011, doi: 10.1007/s11666-010-9539-3.
- [148] I. Tabernero, A. Lamikiz, S. Martínez, E. Ukar, and L. N. López de Lacalle, "Modelling of energy attenuation due to powder flow-laser beam interaction during laser cladding process," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, no. 2, pp. 516–522, Feb. 2012, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2011.10.019.
- [149] F. Wirth, D. Eisenbarth, and K. Wegener, "Absorptivity Measurements and Heat Source Modeling to Simulate Laser Cladding," *Phys. Procedia*, vol. 83, pp. 1424–1434, 2016, doi: 10.1016/j.phpro.2016.08.148.
- [150] Y. Zhang, H. Jing, L. Xu, Y. Han, and L. Zhao, "Effects of different scanning patterns on nickel alloy-directed energy deposition based on thermal analysis," *Virtual Phys. Prototyp.*, vol. 16, no. sup1, pp. S98–S115, Sep. 2021, doi: 10.1080/17452759.2021.1896173.
- [151] D. Rosenthal, "Mathematical Theory of Heat Distribution during Welding and Cutting," Weld. J., vol. 20, pp. 220– 234, 1941.
- [152] M. Tang, "Inclusions, Porosity, and Fatigue of AlSi10Mg Parts Produced by Selective Laser Melting," *PhD Thesis*, 2017, Accessed: Nov. 15, 2021. [Online]. Available: https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2017PhDT......45T/abstract
- [153] F. Wirth, S. Arpagaus, and K. Wegener, "Analysis of melt pool dynamics in laser cladding and direct metal deposition by automated high-speed camera image evaluation," *Addit. Manuf.*, vol. 21, pp. 369–382, May 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.03.025.
- [154] S. Kou and Y. H. Wang, "Three-dimensional convection in laser melted pools," *Metall. Trans. A*, vol. 17, no. 12, pp. 2265–2270, Dec. 1986, doi: 10.1007/BF02645924.
- [155] T. Chande and J. Mazumder, "Mass transport in laser surface alloying: Iron-nickel system," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 41, no. 1, pp. 42–43, Jul. 1982, doi: 10.1063/1.93315.
- [156] G. Caillibotte, D. Kechemair, and L. Sabatier, "Velocity measurements in molten pools during high-power laser interaction with metals," May 1991, vol. 1412, pp. 209–211. doi: 10.1117/12.43652.
- [157] N. Chakraborty and S. Chakraborty, "Thermal Transport Regimes and Generalized Regime Diagram for High Energy Surface Melting Processes," *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 38, no. 1, pp. 143–147, Apr. 2007, doi: 10.1007/s11663-006-9000-7.
- [158] A. Kumar and S. Roy, "Effect of three-dimensional melt pool convection on process characteristics during laser cladding," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 2, pp. 495–506, Aug. 2009, doi: 10.1016/j.commatsci.2009.04.002.
- [159] J. I. Arrizubieta, A. Lamikiz, F. Klocke, S. Martínez, K. Arntz, and E. Ukar, "Evaluation of the relevance of melt pool dynamics in Laser Material Deposition process modeling," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 115, pp. 80–91, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.07.011.
- [160] C. L. Chan, J. Mazumder, and M. M. Chen, "Effect of surface tension gradient driven convection in a laser melt pool: Three-dimensional perturbation model," J. Appl. Phys., vol. 64, no. 11, pp. 6166–6174, Dec. 1988, doi: 10.1063/1.342121.

- [161] T. DebRoy and S. A. David, "Physical processes in fusion welding," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 67, no. 1, pp. 85–112, Jan. 1995, doi: 10.1103/RevModPhys.67.85.
- [162] P. Sahoo, T. Debroy, and M. J. McNallan, "Surface tension of binary metal—surface active solute systems under conditions relevant to welding metallurgy," *Metall. Trans. B*, vol. 19, no. 3, pp. 483–491, Jun. 1988, doi: 10.1007/BF02657748.
- [163] Z. Gan, G. Yu, X. He, and S. Li, "Surface-active element transport and its effect on liquid metal flow in laser-assisted additive manufacturing," *Int. Commun. Heat Mass Transf.*, vol. 86, pp. 206–214, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2017.06.007.
- [164] P. S. Wei, H. J. Liu, and C. L. Lin, "Scaling weld or melt pool shape induced by thermocapillary convection," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 55, no. 9–10, pp. 2328–2337, Apr. 2012, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2012.01.034.
- [165] F. Wirth, "Process Understanding, Modeling and Predictive Simulation of Laser Cladding," Doctoral Thesis, ETH Zurich, 2018. Accessed: Jan. 13, 2021. [Online]. Available: https://www.researchcollection.ethz.ch/handle/20.500.11850/314396
- [166] S. B. Pope, *Turbulent Flows*, 1st ed. Cambridge University Press, 2000. [Online]. Available: https://www.cambridge.org/core/product/identifier/9780511840531/type/book
- [167] N. Chakraborty and S. Chakraborty, "Distinct influences of turbulence in momentum, heat and mass transfers during melt pool convection in a typical laser surface alloying process," *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, vol. 36, no. 1, pp. 71– 89, Oct. 2006, doi: 10.1051/epjap:2006098.
- [168] N. Chakraborty and S. Chakraborty, "Modelling of turbulent molten pool convection in laser welding of a coppernickel dissimilar couple," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 50, no. 9–10, pp. 1805–1822, May 2007, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2006.10.030.
- [169] N. Chakraborty, D. Chatterjee, and S. Chakraborty, "A scaling analysis of turbulent transport in laser surface alloying process," J. Appl. Phys., vol. 96, no. 8, pp. 4569–4577, Oct. 2004, doi: 10.1063/1.1790061.
- [170] N. Chakraborty, D. Chatterjee, and S. Chakraborty, "Modeling of turbulent transport in laser surface alloying," *Numer. Heat Transf. Part Appl.*, vol. 46, no. 10, pp. 1009–1032, Dec. 2004, doi: 10.1080/10407780490517629.
- [171] N. Chakraborty, "Thermal Transport Regimes and Effects of Prandtl Number in Molten Pool Transport in Laser Surface Melting Processes," *Numer. Heat Transf. Part Appl.*, vol. 53, no. 3, pp. 273–294, Oct. 2007, doi: 10.1080/10407780701557709.
- [172] D. Chatterjee and S. Chakraborty, "Large-eddy simulation of laser-induced surface-tension-driven flow," *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 36, no. 6, pp. 743–754, Dec. 2005, doi: 10.1007/s11663-005-0078-0.
- [173] A. Kidess, S. Kenjereš, B. W. Righolt, and C. R. Kleijn, "Marangoni driven turbulence in high energy surface melting processes," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 104, pp. 412–422, Jun. 2016, doi: 10.1016/j.ijthermalsci.2016.01.015.
- [174] F. Caiazzo and V. Alfieri, "Simulation of Laser-assisted Directed Energy Deposition of Aluminum Powder: Prediction of Geometry and Temperature Evolution," *Materials*, vol. 12, no. 13, p. 2100, Jun. 2019, doi: 10.3390/ma12132100.
- [175] J. Volpp, "Behavior of powder particles on melt pool surfaces," Int. J. Adv. Manuf. Technol., vol. 102, no. 5–8, pp. 2201–2210, Jun. 2019, doi: 10.1007/s00170-018-03261-1.
- [176] H. Siva Prasad, F. Brueckner, and A. F. H. Kaplan, "Powder incorporation and spatter formation in high deposition rate blown powder directed energy deposition," *Addit. Manuf.*, vol. 35, p. 101413, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101413.
- [177] H. Siva Prasad, F. Brueckner, and A. F. H. Kaplan, "Powder catchment in laser metal deposition," J. Laser Appl., vol. 31, no. 2, p. 022308, May 2019, doi: 10.2351/1.5096130.
- [178] O. B. Kovalev and A. M. Gurin, "Simulation of the physicochemical interaction of reacting components in a molten pool during laser cladding," J. Phys. Conf. Ser., vol. 1115, p. 032017, Nov. 2018, doi: 10.1088/1742-6596/1115/3/032017.
- [179] A. F. A. Hoadley and M. Rappaz, "A thermal model of laser cladding by powder injection," *Metall. Trans. B*, vol. 23, no. 5, pp. 631–642, Oct. 1992, doi: 10.1007/BF02649723.
- [180] Z. Gan, G. Yu, X. He, and S. Li, "Numerical simulation of thermal behavior and multicomponent mass transfer in direct laser deposition of Co-base alloy on steel," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 104, pp. 28–38, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.08.049.

- [181] J. Zhao, G. Wang, X. Wang, S. Luo, L. Wang, and Y. Rong, "Multicomponent multiphase modeling of dissimilar laser cladding process with high-speed steel on medium carbon steel," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 148, p. 118990, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2019.118990.
- [182] Z. Gan, H. Liu, S. Li, X. He, and G. Yu, "Modeling of thermal behavior and mass transport in multi-layer laser additive manufacturing of Ni-based alloy on cast iron," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 111, pp. 709–722, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2017.04.055.
- [183] T. DebRoy, S. Basu, and K. Mundra, "Probing laser induced metal vaporization by gas dynamics and liquid pool transport phenomena," J. Appl. Phys., vol. 70, no. 3, pp. 1313–1319, Aug. 1991, doi: 10.1063/1.350358.
- [184] J. P. Bellot, H. Duval, M. Ritchie, A. Mitchell, and D. Ablitzer, "Evaporation of Fe and Cr from Induction-stirred Austenitic Stainless Steel. Influence of the Inert Gas Pressure.," *ISIJ Int.*, vol. 41, no. 7, pp. 696–705, 2001, doi: 10.2355/isijinternational.41.696.
- [185] X. He, T. DebRoy, and P. W. Fuerschbach, "Alloying element vaporization during laser spot welding of stainless steel," J. Phys. Appl. Phys., vol. 36, no. 23, pp. 3079–3088, Dec. 2003, doi: 10.1088/0022-3727/36/23/033.
- [186] T. E. Itina, J. Hermann, P. Delaporte, and M. Sentis, "Laser-generated plasma plume expansion: Combined continuous-microscopic modeling," *Phys. Rev. E*, vol. 66, no. 6, p. 066406, Dec. 2002, doi: 10.1103/PhysRevE.66.066406.
- [187] H. Ki, J. Mazumder, and P. S. Mohanty, "Modeling of laser keyhole welding: Part I. mathematical modeling, numerical methodology, role of recoil pressure, multiple reflections, and free surface evolution," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, no. 6, pp. 1817–1830, Jun. 2002, doi: 10.1007/s11661-002-0190-6.
- [188] K. Hirano, R. Fabbro, and M. Muller, "Experimental determination of temperature threshold for melt surface deformation during laser interaction on iron at atmospheric pressure," *J Phys. Appl. Phys.*, vol. 44, p. 435402, 2011, doi: 10.1088/0022-3727/44/43/435402.
- [189] S. Pang, X. Shao, W. Li, X. Chen, and S. Gong, "Dynamic characteristics and mechanisms of compressible metallic vapor plume behaviors in transient keyhole during deep penetration fiber laser welding," *Appl. Phys. A*, vol. 122, no. 7, pp. 1–18, Jul. 2016, doi: 10.1007/s00339-016-0230-5.
- [190] M. R. Kumar and I. Tomashchuk, "A first approximation to the modeling of vapor plume evolution in laser welding," Oct. 2020, p. 7. [Online]. Available: https://www.comsol.fr/paper/a-first-approximation-to-the-modeling-of-vaporplume-evolution-in-laser-welding-94431
- [191] Y. A. Mayi *et al.*, "Laser-induced plume investigated by finite element modelling and scaling of particle entrainment in laser powder bed fusion," *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 53, no. 7, p. 075306, Feb. 2020, doi: 10.1088/1361-6463/ab5900.
- [192] L. Huang, X. Hua, D. Wu, and F. Li, "Numerical study of keyhole instability and porosity formation mechanism in laser welding of aluminum alloy and steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 252, pp. 421–431, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.10.011.
- [193] L. Wang, "Evaporation Model for Keyhole Dynamics During Additive Manufacturing of Metal," *Phys. Rev. Appl.*, vol. 14, no. 6, 2020, doi: 10.1103/PhysRevApplied.14.064039.
- [194] I. Zhirnov, D. V. Kotoban, and A. V. Gusarov, "Evaporation-induced gas-phase flows at selective laser melting," *Appl. Phys. A*, vol. 124, no. 2, Feb. 2018, doi: 10.1007/s00339-017-1532-y.
- [195] S. Pang, X. Chen, X. Shao, S. Gong, and J. Xiao, "Dynamics of vapor plume in transient keyhole during laser welding of stainless steel: Local evaporation, plume swing and gas entrapment into porosity," *Opt. Lasers Eng.*, vol. 82, pp. 28–40, Jul. 2016, doi: 10.1016/j.optlaseng.2016.01.019.
- [196] P. Bidare, I. Bitharas, R. M. Ward, M. M. Attallah, and A. J. Moore, "Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion," *Acta Mater.*, vol. 142, pp. 107–120, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.09.051.
- [197] F. Garrelie, C. Champeaux, and A. Catherinot, "Study by a Monte Carlo simulation of the influence of a background gas on the expansion dynamics of a laser-induced plasma plume," *Appl. Phys. Mater. Sci. Process.*, vol. 69, no. 1, pp. 45–50, Jul. 1999, doi: 10.1007/s003390050969.
- [198] L. Achab, E. H. Amara, N. Mebani, and F. Hamadi, "Simulation of multiple injection flow in free stream of keyhole cavity during laser welding," Mar. 2005, p. 878. doi: 10.1117/12.611087.

- [199] M. A. Stokes, S. A. Khairallah, A. N. Volkov, and A. M. Rubenchik, "Fundamental physics effects of background gas species and pressure on vapor plume structure and spatter entrainment in laser melting," *Addit. Manuf.*, vol. 55, p. 102819, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102819.
- [200] L. Yan et al., "Simulation of Cooling Rate Effects on Ti-48Al-2Cr-2Nb Crack Formation in Direct Laser Deposition," JOM, vol. 69, no. 3, pp. 586-591, Mar. 2017, doi: 10.1007/s11837-016-2211-8.
- [201] B. Bocklund, L. D. Bobbio, R. A. Otis, A. M. Beese, and Z.-K. Liu, "Experimental validation of Scheil–Gulliver simulations for gradient path planning in additively manufactured functionally graded materials," *Materialia*, vol. 11, p. 100689, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100689.
- [202] G. P. Dinda, A. K. Dasgupta, and J. Mazumder, "Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy," Surf. Coat. Technol., vol. 206, no. 8–9, pp. 2152–2160, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.09.051.
- [203] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, Additive Manufacturing Technologies. New York, NY: Springer New York, 2015. [Online]. Available: http://link.springer.com/10.1007/978-1-4939-2113-3
- [204] T. Mukherjee and T. DebRoy, "Printability of 316 stainless steel," Sci. Technol. Weld. Join., vol. 24, no. 5, pp. 412–419, Jul. 2019, doi: 10.1080/13621718.2019.1607061.
- [205] P. Kiani, A. D. Dupuy, K. Ma, and J. M. Schoenung, "Directed energy deposition of AlSi10Mg: Single track nonscalability and bulk properties," *Mater. Des.*, vol. 194, p. 108847, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108847.
- [206] H.-G. Kim, I.-H. Kim, Y.-I. Jung, D.-J. Park, J.-Y. Park, and Y.-H. Koo, "Adhesion property and high-temperature oxidation behavior of Cr-coated Zircaloy-4 cladding tube prepared by 3D laser coating," *J. Nucl. Mater.*, vol. 465, pp. 531–539, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.06.030.
- [207] A. Harooni, A. M. Nasiri, A. P. Gerlich, A. Khajepour, A. Khalifa, and J. M. King, "Processing window development for laser cladding of zirconium on zirconium alloy," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 230, pp. 263–271, Apr. 2016, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.11.028.
- [208] F. Mazzucato, A. Aversa, R. Doglione, S. Biamino, A. Valente, and M. Lombardi, "Influence of Process Parameters and Deposition Strategy on Laser Metal Deposition of 316L Powder," *Metals*, vol. 9, no. 11, p. 1160, Nov. 2019, doi: 10.3390/met9111160.
- [209] D. Nursyifaulkhair, N. Park, E. R. Baek, and J. Lee, "Effect of Process Parameters on the Formation of Lack of Fusion in Directed Energy Deposition of Ti-6Al-4V Alloy," J. Weld. Join., vol. 37, no. 6, pp. 579–584, Dec. 2019, doi: 10.5781/JWJ.2019.37.6.7.
- [210] H. L. Wei, F. Q. Liu, W. H. Liao, and T. T. Liu, "Prediction of spatiotemporal variations of deposit profiles and inter-track voids during laser directed energy deposition," *Addit. Manuf.*, vol. 34, p. 101219, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101219.
- [211] S. J. Wolff et al., "In-situ high-speed X-ray imaging of piezo-driven directed energy deposition additive manufacturing," Sci. Rep., vol. 9, no. 1, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41598-018-36678-5.
- [212] J. Shao, G. Yu, X. He, S. Li, Z. Li, and X. Wang, "Process maps and optimal processing windows based on threedimensional morphological characteristics in laser directed energy deposition of Ni-based alloy," *Opt. Laser Technol.*, vol. 142, p. 107162, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.optlastec.2021.107162.
- [213] A. Saboori *et al.*, "How the nozzle position affects the geometry of the melt pool in directed energy deposition process," *Powder Metall.*, vol. 62, no. 4, pp. 213–217, août 2019, doi: 10.1080/00325899.2019.1627490.
- [214] G. K. L. Ng, A. E. W. Jarfors, G. Bi, and H. Y. Zheng, "Porosity formation and gas bubble retention in laser metal deposition," *Appl. Phys. A*, vol. 97, no. 3, pp. 641–649, Nov. 2009, doi: 10.1007/s00339-009-5266-3.
- [215] Y. Chen et al., "In situ and Operando X-ray Imaging of Directed Energy Deposition Additive Manufacturing," undefined, 2020, Accessed: Jul. 04, 2021. [Online]. Available: https://www.semanticscholar.org/paper/In-situ-and-Operando-X-ray-Imaging-of-Directed-Chen-Clark/f3e3a6c7d2cc5de2366895231cfd67b7bd0561c0
- [216] H. Dobbelstein, E. P. George, E. L. Gurevich, A. Kostka, A. Ostendorf, and G. Laplanche, "Laser metal deposition of refractory high-entropy alloys for high-throughput synthesis and structure-property characterization," *Int. J. Extreme Manuf.*, vol. 3, no. 1, p. 015201, Jan. 2021, doi: 10.1088/2631-7990/abcca8.
- [217] H. T. Tran, X. Liang, and A. C. To, "Efficient prediction of cracking at solid-lattice support interface during laser powder bed fusion via global-local J-integral analysis based on modified inherent strain method and lattice support homogenization," *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101590, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101590.

- [218] B. Vrancken, R. K. Ganeriwala, and M. J. Matthews, "Analysis of laser-induced microcracking in tungsten under additive manufacturing conditions: Experiment and simulation," *Acta Mater.*, vol. 194, pp. 464–472, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.04.060.
- [219] M. Thomas, T. Malot, and P. Aubry, "Laser Metal Deposition of the Intermetallic TiAl Alloy," *Metall. Mater. Trans.* A, vol. 48, no. 6, pp. 3143–3158, Jun. 2017, doi: 10.1007/s11661-017-4042-9.
- [220] G. Marinelli, F. Martina, S. Ganguly, and S. Williams, "Development of Wire + Arc additive manufacture for the production of large-scale unalloyed tungsten components," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 82, pp. 329–335, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.05.009.
- [221] D. V. Kotoban, A. P. Nazarov, and I. V. Shishkovsky, "Comparative Study of Selective Laser Melting and Direct Laser Metal Deposition of Ni<sub>3</sub>Al Intermetallic Alloy," *Mater. Sci. Forum*, vol. 834, pp. 103–111, Nov. 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.834.103.
- [222] Y. Chen, K. Zhang, J. Huang, S. R. E. Hosseini, and Z. Li, "Characterization of heat affected zone liquation cracking in laser additive manufacturing of Inconel 718," *Mater. Des.*, vol. 90, pp. 586–594, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2015.10.155.
- [223] S. Chandra, X. Tan, R. L. Narayan, C. Wang, S. B. Tor, and G. Seet, "A generalised hot cracking criterion for nickelbased superalloys additively manufactured by electron beam melting," *Addit. Manuf.*, vol. 37, p. 101633, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101633.
- [224] A. Sonawane, G. Roux, J.-J. Blandin, A. Despres, and G. Martin, "Cracking mechanism and its sensitivity to processing conditions during laser powder bed fusion of a structural aluminum alloy," *Materialia*, vol. 15, p. 100976, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100976.
- [225] B. Zheng, Y. Zhou, J. E. Smugeresky, J. M. Schoenung, and E. J. Lavernia, "Thermal Behavior and Microstructural Evolution during Laser Deposition with Laser-Engineered Net Shaping: Part I. Numerical Calculations," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39, no. 9, pp. 2228–2236, Sep. 2008, doi: 10.1007/s11661-008-9557-7.
- [226] Y. Feng, M. Wu, Q. Gao, Z. Gao, and X. Zhan, "Numerical simulation to study the effects of different laser cladding sequences on residual stress and deformation of Ti-6Al-4V/WC," J. Mater. Res., vol. 36, no. 16, pp. 3214–3225, Aug. 2021, doi: 10.1557/s43578-021-00372-6.
- [227] D. Weisz-Patrault, "Fast macroscopic thermal analysis for laser metal deposition. Application to multiphase steels," Pavia, Italy, Sep. 2019. [Online]. Available: https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02372751
- [228] M. Picasso and A. F. A. Hoadley, "Finite element simulation of laser surface treatments including convection in the melt pool," *Int. J. Numer. Methods Heat Fluid Flow*, vol. 4, no. 1, pp. 61–83, Jan. 1994, doi: 10.1108/EUM000000004031.
- [229] S. Kou and D. K. Sun, "Fluid flow and weld penetration in stationary arc welds," *Metall. Trans. A*, vol. 16, no. 1, pp. 203–213, Jan. 1985, doi: 10.1007/BF02815302.
- [230] S. Asai and I. Muchi, "Theoretical Analysis and Model Experiments on the Formation Mechanism of Channel-type Segregation," *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, vol. 18, no. 2, pp. 90–98, Feb. 1978, doi: 10.2355/isijinternational1966.18.90.
- [231] S. Morville *et al.*, "2D longitudinal modeling of heat transfer and fluid flow during multilayered direct laser metal deposition process," *J. Laser Appl.*, vol. 24, no. 3, p. 032008, juin 2012, doi: 10.2351/1.4726445.
- [232] H. Qi, H. Ki, and J. Mazumder, "Numerical simulation of multi-material laser cladding by coaxial powder injection," *Int. Congr. Appl. Lasers Electro-Opt.*, vol. 2004, no. 1, p. 607, Oct. 2004, doi: 10.2351/1.5060286.
- [233] D.-R. Liu, S. Wang, and W. Yan, "Grain structure evolution in transition-mode melting in direct energy deposition," *Mater. Des.*, vol. 194, p. 108919, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108919.
- [234] J. Ibarra-Medina, M. Vogel, and A. J. Pinkerton, "A CFD model of laser cladding: From deposition head to melt pool dynamics," *Int. Congr. Appl. Lasers Electro-Opt.*, vol. 2011, no. 1, pp. 378–386, Oct. 2011, doi: 10.2351/1.5062261.
- [235] M. Bayat *et al.*, "On the role of the powder stream on the heat and fluid flow conditions during Directed Energy Deposition of maraging steel—Multiphysics modeling and experimental validation," *Addit. Manuf.*, vol. 43, p. 102021, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102021.
- [236] B. Song *et al.*, "Development of the molten pool and solidification characterization in single bead multilayer direct energy deposition," *Addit. Manuf.*, vol. 49, p. 102479, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2021.102479.

- [237] C. Li, Z. Yu, J. Gao, J. Zhao, and X. Han, "Numerical simulation and experimental study of cladding Fe60 on an ASTM 1045 substrate by laser cladding," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 357, pp. 965–977, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.10.099.
- [238] S. Liu, K.-M. Hong, C. Katinas, and Y. C. Shin, "Multiphysics modeling of phase transformation and microhardness evolution in laser direct deposited Ti6Al4V," J. Manuf. Process., vol. 45, pp. 579–587, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.07.027.
- [239] C. Katinas, S. Liu, and Y. C. Shin, "Self-Sufficient Modeling of Single Track Deposition of Ti–6Al–4V With the Prediction of Capture Efficiency," J. Manuf. Sci. Eng., vol. 141, no. 1, Jan. 2019, doi: 10.1115/1.4041423.
- [240] A. Ebrahimi, C. R. Kleijn, and I. M. Richardson, "Numerical study of molten metal melt pool behaviour during conduction-mode laser spot melting," *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 54, no. 10, p. 105304, Dec. 2020, doi: 10.1088/1361-6463/abca62.
- [241] G. L. Knapp *et al.*, "Building blocks for a digital twin of additive manufacturing," *Acta Mater.*, vol. 135, pp. 390–399, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.actamat.2017.06.039.
- [242] G. C. Nzebuka, M. A. Waheed, S. I. Kuye, and B. I. Olajuwon, "Accounting for Melt Flow Pattern and Solid Fraction Evolution in DC Casting of Al-Cu Alloy Using v² - f Turbulence Model," *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 50, no. 2, pp. 866–880, Apr. 2019, doi: 10.1007/s11663-018-01502-y.
- [243] P. A. Durbin, "Near-wall turbulence closure modeling without 'damping functions," Theor. Comput. Fluid Dyn., vol. 3, no. 1, pp. 1–13, Sep. 1991, doi: 10.1007/BF00271513.
- [244] "How to Use the v2-f Turbulence Model in the CFD Module," *COMSOL*. https://www.comsol.com/blogs/how-to-use-the-v2-f-turbulence-model-in-the-cfd-module/ (accessed Feb. 08, 2022).
- [245] J. Liu and P. Wen, "Metal vaporization and its influence during laser powder bed fusion process," *Mater. Des.*, vol. 215, p. 110505, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.110505.
- [246] S. I. Anisimov, "Vaporization of metal absorbing laser radiation," in *World Scientific Series in 20th Century Physics*, vol. 11, WORLD SCIENTIFIC, 1996, pp. 14–15. Accessed: Mar. 07, 2022. [Online]. Available: http://www.worldscientific.com/doi/abs/10.1142/9789814317344_0002
- [247] C. J. Knight, "Theoretical Modeling of Rapid Surface Vaporization with Back Pressure," AIAA J., vol. 17, no. 5, pp. 519–523, May 1979, doi: 10.2514/3.61164.
- [248] M. Jiang, X. Chen, Y. Chen, and W. Tao, "Increasing keyhole stability of fiber laser welding under reduced ambient pressure," J. Mater. Process. Technol., vol. 268, pp. 213–222, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.01.026.
- [249] American Welding Society et al., "Enhanced Penetration Depth during Reduced Pressure Keyhole-Mode Laser Welding," Weld. J., vol. 99, no. 4, pp. 110s–123s, Apr. 2020, doi: 10.29391/2020.99.011.
- [250] L. Blacha and J. Łabaj, "Factors determining the rate of the process of metal bath components evaporation," *Metalurgija*, vol. 51, no. 4, pp. 529-529–533, Oct. 2012, Accessed: Mar. 14, 2022. [Online]. Available: https://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=asx&AN=82284375&site=eds-live
- [251] T. Ytrehus and S. Østmo, "Kinetic theory approach to interphase processes," Int. J. Multiph. Flow, vol. 22, no. 1, pp. 133–155, Feb. 1996, doi: 10.1016/0301-9322(95)00056-9.
- [252] T. Ytrehus, "Kinetic Theory description and experimental results for vapor motion in arbitrary strong evaporation," *VKI Train. Cent. Exp. Aerodyn. Tech. Note 112*, 1975, Accessed: Mar. 23, 2022. [Online]. Available: https://repository.tudelft.nl/islandora/object/uuid%3A8421d890-9fd9-4736-93f3-eb2aa108e96c
- [253] "Condensation and Evaporation: Theory and Experiments on Gas Kinetics in Evaporation," in *Rarefied Gas Dynamics, Parts I and II*, 0 vols., American Institute of Aeronautics and Astronautics, 1977, pp. 1197–1212. [Online]. Available: https://arc.aiaa.org/doi/10.2514/5.9781600865251.1197.1212
- [254] G. A. Bird, "Direct Simulation and the Boltzmann Equation," *Phys. Fluids*, vol. 13, no. 11, pp. 2676–2681, Nov. 1970, doi: 10.1063/1.1692849.
- [255] F. Wirth and K. Wegener, "A physical modeling and predictive simulation of the laser cladding process," Addit. Manuf., vol. 22, pp. 307–319, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.05.017.
- [256] Z. Sun, W. Guo, and L. Li, "Numerical modelling of heat transfer, mass transport and microstructure formation in a high deposition rate laser directed energy deposition process," *Addit. Manuf.*, vol. 33, p. 101175, May 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101175.

- [257] V. Manvatkar, A. De, and T. DebRoy, "Heat transfer and material flow during laser assisted multi-layer additive manufacturing," J. Appl. Phys., vol. 116, no. 12, p. 124905, Sep. 2014, doi: 10.1063/1.4896751.
- [258] S. Morville, "Modélisation multiphysique du procédé de Fabrication Rapide par Projection Laser en vue d'améliorer l'état de surface final," phdthesis, Université de Bretagne Sud, 2012. Accessed: May 10, 2021. [Online]. Available: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00806691
- [259] G. Zhang et al., "Element Vaporization of Ti-6Al-4V Alloy during Selective Laser Melting," Metals, vol. 10, no. 4, p. 435, Mar. 2020, doi: 10.3390/met10040435.
- [260] M. Bayat *et al.*, "Keyhole-induced porosities in Laser-based Powder Bed Fusion (L-PBF) of Ti6Al4V: High-fidelity modelling and experimental validation," *Addit. Manuf.*, vol. 30, p. 100835, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100835.
- [261] P. Laakso et al., "Optimization and Simulation of SLM Process for High Density H13 Tool Steel Parts," Phys. Procedia, vol. 83, pp. 26–35, 2016, doi: 10.1016/j.phpro.2016.08.004.
- [262] J. I. Arrizubieta, A. Lamikiz, M. Cortina, E. Ukar, and A. Alberdi, "Hardness, grainsize and porosity formation prediction on the Laser Metal Deposition of AISI 304 stainless steel," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 135, pp. 53– 64, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2018.08.004.
- [263] S. J. Wolff *et al.*, "Experimentally validated predictions of thermal history and microhardness in laser-deposited Inconel 718 on carbon steel," *Addit. Manuf.*, vol. 27, pp. 540–551, May 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.03.019.
- [264] S. Zhou, T. Zhang, Z. Xiong, X. Dai, C. Wu, and Z. Shao, "Investigation of Cu–Fe-based coating produced on copper alloy substrate by laser induction hybrid rapid cladding," *Opt. Laser Technol.*, vol. 59, pp. 131–136, Jul. 2014, doi: 10.1016/j.optlastec.2013.12.013.
- [265] X. Dai *et al.*, "Effect of substrate types on the microstructure and properties of Cu65Fe35 composite coatings by laser induction hybrid cladding," *J. Alloys Compd.*, vol. 722, pp. 173–182, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.06.064.
- [266] K. S. Osipovich *et al.*, "Gradient transition zone structure in 'steel-copper' sample produced by double wire-feed electron beam additive manufacturing," *J. Mater. Sci.*, vol. 55, no. 22, pp. 9258–9272, Aug. 2020, doi: 10.1007/s10853-020-04549-y.
- [267] S. Zanzarin, S. Bengtsson, and A. Molinari, "Study of carbide dissolution into the matrix during laser cladding of carbon steel plate with tungsten carbides-stellite powders," *J. Laser Appl.*, vol. 27, no. S2, p. S29209, Feb. 2015, doi: 10.2351/1.4906480.
- [268] P. Mohan Raj, S. Sarkar, S. Chakraborty, G. Phanikumar, P. Dutta, and K. Chattopadhyay, "Modelling of transport phenomena in laser surface alloying with distributed species mass source," *Int. J. Heat Fluid Flow*, vol. 23, no. 3, pp. 298–307, Jun. 2002, doi: 10.1016/S0142-727X(02)00177-7.
- [269] H. Gu et al., "Numerical and experimental study of molten pool behaviour and defect formation in multi-material and functionally graded materials laser powder bed fusion," Adv. Powder Technol., vol. 32, no. 11, pp. 4303–4321, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.apt.2021.09.036.
- [270] V. E. Küng, R. Scherr, M. Markl, and C. Körner, "Multi-material model for the simulation of powder bed fusion additive manufacturing," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 194, p. 110415, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.commatsci.2021.110415.
- [271] C. Wei *et al.*, "Understanding of process and material behaviours in additive manufacturing of Invar36/Cu10Sn multiple material components via laser-based powder bed fusion," *Addit. Manuf.*, vol. 37, p. 101683, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101683.
- [272] J. Xie, H. Lu, J. Lu, X. Song, S. Wu, and J. Lei, "Additive manufacturing of tungsten using directed energy deposition for potential nuclear fusion application," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 409, p. 126884, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126884.
- [273] S. S. Babu, S. A. David, R. P. Martukanitz, and K. D. Parks, "Toward prediction of microstructural evolution during laser surface alloying," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, no. 4, pp. 1189–1200, Apr. 2002, doi: 10.1007/s11661-002-0220-4.
- [274] D. Jiang *et al.*, "Fabrication of nano-TiCp reinforced Inconel 625 composite coatings by partial dissolution of micro-TiCp through laser cladding energy input control," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 249, pp. 125–131, Jun. 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.03.057.

- [275] K. H. Lo, F. T. Cheng, C. T. Kwok, and H. C. Man, "Improvement of cavitation erosion resistance of AISI 316 stainless steel by laser surface alloying using fine WC powder," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 165, no. 3, pp. 258–267, Feb. 2003, doi: 10.1016/S0257-8972(02)00739-9.
- [276] S. Zhou, Y. Huang, X. Zeng, and Q. Hu, "Microstructure characteristics of Ni-based WC composite coatings by laser induction hybrid rapid cladding," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 480, no. 1–2, pp. 564–572, May 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.07.058.
- [277] J. R. Kennedy, "Development of a New Generation of Inoculants for Ti-Al Alloys," phdthesis, Université de Lorraine, 2018. Accessed: Feb. 03, 2021. [Online]. Available: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01886047
- [278] J.-P. Hsu and B.-T. Liu, "Dissolution of solid particles in liquids: A reaction—diffusion model," *Colloids Surf.*, vol. 69, no. 4, pp. 229–238, Jan. 1993, doi: 10.1016/0166-6622(93)80004-Y.
- [279] K. Galipeau, M. Socki, A. Socia, and P. A. Harmon, "Incomplete Loading of Sodium Lauryl Sulfate and Fasted State Simulated Intestinal Fluid Micelles Within the Diffusion Layers of Dispersed Drug Particles During Dissolution," *J. Pharm. Sci.*, vol. 107, no. 1, pp. 156–169, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.xphs.2017.06.006.
- [280] N. FROSSLING, "Uber die Verdunstung Fallernder tropfen," Gerlands Beitr Geophys, vol. 52, pp. 170–216, 1938, [Online]. Available: https://ci.nii.ac.jp/naid/20000329414/
- [281] Y. K. Yang and S. Kou, "Macrosegregation mechanisms in arc welds made with dissimilar filler metals," Sci. Technol. Weld. Join., vol. 15, no. 1, pp. 15–30, Jan. 2010, doi: 10.1179/136217109X456979.
- [282] T. Soysal, S. Kou, D. Tat, and T. Pasang, "Macrosegregation in dissimilar-metal fusion welding," Acta Mater., vol. 110, pp. 149–160, May 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.004.
- [283] M. Alizadeh-Sh, S. P. H. Marashi, E. Ranjbarnodeh, R. Shoja-Razavi, and J. P. Oliveira, "Dissimilar laser cladding of Inconel 718 powder on A-286 substrate: Microstructural evolution," *J. Laser Appl.*, vol. 32, no. 2, p. 022048, May 2020, doi: 10.2351/1.5124932.
- [284] O. Asghar, L. Li-Yan, M. Yasir, L. Chang-Jiu, and L. Cheng-Xin, "Enhanced Tribological Properties of LA43M Magnesium Alloy by Ni60 Coating via Ultra-High-Speed Laser Cladding," *Coatings*, vol. 10, no. 7, p. 638, Jun. 2020, doi: 10.3390/coatings10070638.
- [285] A. Almeida, P. Petrov, I. Nogueira, and R. Vilar, "Structure and properties of Al–Nb alloys produced by laser surface alloying," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 303, no. 1, pp. 273–280, May 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01838-4.
- [286] Y. . Waseda, K. . T. Jacob, Y. . Tsuchiya, and S. Tamaki, "Vapour Pressure of Liquid Metals and Alloys," Z. Für Naturforschung A, vol. 33, no. 8, pp. 940–945, Aug. 1978, doi: 10.1515/zna-1978-0812.
- [287] J. Y. Lee, S. H. Ko, D. F. Farson, and C. D. Yoo, "Mechanism of keyhole formation and stability in stationary laser welding," J. Phys. Appl. Phys., vol. 35, no. 13, pp. 1570–1576, Jul. 2002, doi: 10.1088/0022-3727/35/13/320.
- [288] N. Saunders and A. P. Miodownik, *CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams): A Comprehensive Guide*. Elsevier, 1998.
- [289] J. Yin et al., "Vaporization of alloying elements and explosion behavior during laser powder bed fusion of Cu-10Zn alloy," Int. J. Mach. Tools Manuf., vol. 161, p. 103686, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2020.103686.
- [290] B. D. Wu *et al.*, "Laser melting deposited self-passivating 90W-10Cr coatings on reduced activation ferritic/martensitic steel using 90W-7Ni-3Fe interlayers," *J. Nucl. Mater.*, vol. 553, p. 153029, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.jnucmat.2021.153029.
- [291] I. Shishkovsky, F. Missemer, N. Kakovkina, and I. Smurov, "Intermetallics Synthesis in the Fe–Al System via Layer by Layer 3D Laser Cladding," *Crystals*, vol. 3, no. 4, pp. 517–529, Oct. 2013, doi: 10.3390/cryst3040517.
- [292] J. Xie, H. Lu, J. Lu, X. Song, S. Wu, and J. Lei, "Additive manufacturing of tungsten using directed energy deposition for potential nuclear fusion application," *Surf. Coat. Technol.*, p. 126884, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126884.
- [293] K. Shah, I. U. Haq, S. A. Shah, F. U. Khan, M. T. Khan, and S. Khan, "Experimental Study of Direct Laser Deposition of Ti-6Al-4V and Inconel 718 by Using Pulsed Parameters," *Sci. World J.*, vol. 2014, pp. 1–6, 2014, doi: 10.1155/2014/841549.
- [294] P. Aubry, "Document technique DEN : Etude de la réalisation de revêtements Zr sur acier, Ta sur acier et Ta sur Zr par projection laser pour la résistance à la corrosion," CEA/DES, Nov. 2010.

- [295] F. Khodabakhshi, M. H. Farshidianfar, S. Bakhshivash, A. P. Gerlich, and A. Khajepour, "Dissimilar metals deposition by directed energy based on powder-fed laser additive manufacturing," *J. Manuf. Process.*, vol. 43, pp. 83–97, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.05.018.
- [296] X. Li *et al.*, "Fabrication of highly dissimilar TC4/steel joint with V/Cu composite transition layer by laser melting deposition," J. Alloys Compd., p. 158319, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.158319.
- [297] L. D. Bobbio *et al.*, "Additive manufacturing of a functionally graded material from Ti-6Al-4V to Invar: Experimental characterization and thermodynamic calculations," *Acta Mater.*, vol. 127, pp. 133–142, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.actamat.2016.12.070.
- [298] M. B. Uday, M. N. Ahmad-Fauzi, A. M. Noor, and S. Rajoo, "Current Issues and Problems in the Joining of Ceramic to Metal," in *Joining Technologies*, M. Ishak, Ed. InTech, 2016. Accessed: Jan. 21, 2021. [Online]. Available: http://www.intechopen.com/books/joining-technologies/current-issues-and-problems-in-the-joining-of-ceramic-tometal
- [299] R. Duan *et al.*, "In situ alloying based laser powder bed fusion processing of β Ti–Mo alloy to fabricate functionally graded composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 222, p. 109059, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2021.109059.
- [300] S. Huang, R. L. Narayan, J. H. K. Tan, S. L. Sing, and W. Y. Yeong, "Resolving the porosity-unmelted inclusion dilemma during in-situ alloying of Ti34Nb via laser powder bed fusion," *Acta Mater.*, vol. 204, p. 116522, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2020.116522.
- [301] A. O'Brien, Welding Handbook Vol. 4., Materials and Applications, Part 1. 2010. Accessed: May 11, 2021. [Online]. Available: https://catalogue.solent.ac.uk/openurl/44SSU_INST/44SSU_INST:VU1?u.ignore_date_coverage=true&rft.mms_id =9997112536304796
- [302] E. M. Stanciu *et al.*, "Dual Coating Laser Cladding of NiCrBSi and Inconel 718," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 31, no. 12, pp. 1556–1564, Sep. 2016, doi: 10.1080/10426914.2015.1103866.
- [303] K. Wang, H. Wang, G. Zhu, and X. Zhu, "Cr13Ni5Si2-Based Composite Coating on Copper Deposited Using Pulse Laser Induction Cladding," *Materials*, vol. 10, no. 2, p. 160, Feb. 2017, doi: 10.3390/ma10020160.
- [304] S. Lu, J. Zhou, L. Wang, and J. Liang, "Effect of V and Cr transition layers on microstructure and mechanical properties of Ni-based coating on titanium alloy fabricated by laser cladding," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 405, p. 126734, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126734.
- [305] C. Wang, C. Shang, Z. Liu, G. Xu, and X. Liu, "Laser additive manufacturing of bimetallic structure from TC4 to IN718 via Ta/Cu multi-interlayer," *Mater. Res. Express*, vol. 7, no. 12, p. 126506, Dec. 2020, doi: 10.1088/2053-1591/abce21.
- [306] K. W. Ng, H. C. Man, F. T. Cheng, and T. M. Yue, "Laser cladding of copper with molybdenum for wear resistance enhancement in electrical contacts," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 14, pp. 6236–6241, May 2007, doi: 10.1016/j.apsusc.2007.01.086.
- [307] T. Mukherjee, J. S. Zuback, W. Zhang, and T. DebRoy, "Residual stresses and distortion in additively manufactured compositionally graded and dissimilar joints," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 143, pp. 325–337, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.commatsci.2017.11.026.
- [308] U. Savitha, G. Jagan Reddy, A. Venkataramana, A. Sambasiva Rao, A. A. Gokhale, and M. Sundararaman, "Chemical analysis, structure and mechanical properties of discrete and compositionally graded SS316–IN625 dual materials," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 647, pp. 344–352, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.09.001.
- [309] W. Pacquentin, P. Aubry, and J. Varlet, "Note technique : Fabrication de revêtements durs à gradient de composition par projection laser," CEA/DES, Nov. 2018.
- [310] R. Jendrzejewski, G. Śliwiński, M. Krawczuk, and W. Ostachowicz, "Temperature and stress fields induced during laser cladding," *Comput. Struct.*, vol. 82, no. 7–8, pp. 653–658, Mar. 2004, doi: 10.1016/j.compstruc.2003.11.005.
- [311] W. Pacquentin, U. Gaumet, and J. Varlet, "Note d'essais : Fabrication et caractérisation de revêtements de Tribaloy T700 à gradient de composition par projection laser," CEA/DES, Oct. 2020.
- [312] H. Okamoto, Ed., *Desk handbook: phase diagrams for binary alloys*, 2nd ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2010.

- [313] J. Braun *et al.*, "Molybdenum and tungsten manufactured by selective laser melting: Analysis of defect structure and solidification mechanisms," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 84, p. 104999, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.104999.
- [314] J. L. Johnson and T. Palmer, "Directed energy deposition of molybdenum," Int. J. Refract. Met. Hard Mater., vol. 84, p. 105029, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.105029.
- [315] E. A. Brandes, G. B. Brook, and C. J. Smithells, Eds., *Smithells metals reference book*, 7th ed / edited by E.A. Brandes and G.B. Brook. Oxford; Boston: Butterworth-Heinemann, 1998.
- [316] E. M. Savitskii and G. S. Burkhanov, "The Problem of the Cold Brittleness of Refractory Metals and Alloys," in *Physical Metallurgy of Refractory Metals and Alloys*, Springer, Boston, MA, 1970, pp. 119–145. doi: 10.1007/978-1-4684-1572-8_4.
- [317] A. Rambaud, W. Pacquentin, S. Chatain, and P. Zeller, "Rapport de stage : Conception par fabrication additive de revêtements métalliques assistée par modélisation thermodynamique," CEA/DES, Aug. 2019.
- [318] N. K. Tolochko et al., "Balling processes during selective laser treatment of powders," Rapid Prototyp. J., vol. 10, no. 2, pp. 78–87, Apr. 2004, doi: 10.1108/13552540410526953.
- [319] X. Zhou, X. Liu, D. Zhang, Z. Shen, and W. Liu, "Balling phenomena in selective laser melted tungsten," J. Mater. Process. Technol., vol. 222, pp. 33–42, Aug. 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.02.032.
- [320] E. Siegel, "Optical reflectivity of liquid metals at their melting temperatures," *Phys. Chem. Liq.*, vol. 5, no. 1, pp. 9–27, Jan. 1976, doi: 10.1080/00319107608084103.
- [321] T. Q. Tran et al., "3D Printing of Highly Pure Copper," Metals, vol. 9, no. 7, p. 756, Jul. 2019, doi: 10.3390/met9070756.
- [322] M. K. Imran, S. H. Masood, and M. Brandt, "Direct Metal Deposition of H13 Tool Steel on Copper Alloy Substrate: Parametric Investigation," *Lasers Manuf. Mater. Process.*, vol. 2, no. 4, pp. 242–260, Dec. 2015, doi: 10.1007/s40516-015-0018-z.
- [323] X. Zhang *et al.*, "Additive manufacturing of copper-tool steel dissimilar joining: Experimental characterization and thermal modeling," *Mater. Charact.*, vol. 170, p. 110692, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110692.
- [324] X. Zhang *et al.*, "Additive manufacturing of copper H13 tool steel bi-metallic structures via Ni-based multiinterlayer," *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101474, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101474.
- [325] S. Yadav, A. N. Jinoop, N. Sinha, C. P. Paul, and K. S. Bindra, "Parametric investigation and characterization of laser directed energy deposited copper-nickel graded layers," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 108, no. 11, pp. 3779–3791, Jun. 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05644-9.
- [326] S. Karnati, Y. Zhang, F. F. Liou, and J. W. Newkirk, "On the Feasibility of Tailoring Copper–Nickel Functionally Graded Materials Fabricated through Laser Metal Deposition," *Metals*, vol. 9, no. 3, p. 287, Mar. 2019, doi: 10.3390/met9030287.
- [327] COMSOL Multiphysics[®] v. 5.6. www.comsol.com. COMSOL AB, Stockholm, Sweden.
- [328] J.-D. Kim, E.-J. Lee, and J.-G. Whang, "Comparison of clad layer characteristics with overlapping criterion in multi pass laser cladding," J. Korean Soc. Mar. Eng., vol. 40, no. 9, pp. 768–773, Nov. 2016, doi: 10.5916/jkosme.2016.40.9.768.
- [329] F. Caiazzo and V. Alfieri, "Simulation of Laser-assisted Directed Energy Deposition of Aluminum Powder: Prediction of Geometry and Temperature Evolution," *Materials*, vol. 12, no. 13, p. 2100, Jan. 2019, doi: 10.3390/ma12132100.
- [330] P. Ramiro, M. Ortiz, A. Alberdi, and A. Lamikiz, "Strategy Development for the Manufacturing of Multilayered Structures of Variable Thickness of Ni-Based Alloy 718 by Powder-Fed Directed Energy Deposition," *Metals*, vol. 10, no. 10, p. 1280, Oct. 2020, doi: 10.3390/met10101280.
- [331] H. L. Wei, F. Q. Liu, L. Wei, T. T. Liu, and W. H. Liao, "Multiscale and multiphysics explorations of the transient deposition processes and additive characteristics during laser 3D printing," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 77, pp. 196– 208, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.jmst.2020.11.032.
- [332] K. Hanjalić, M. Popovac, and M. Hadžiabdić, "A robust near-wall elliptic-relaxation eddy-viscosity turbulence model for CFD," Int. J. Heat Fluid Flow, vol. 25, no. 6, pp. 1047–1051, Dec. 2004, doi: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2004.07.005.

- [333] "The CFD Module User's Guide, pp. 189-201. COMSOL Multiphysics® v. 5.6. COMSOL AB, Stockholm, Sweden. 2020." [Online]. Available: https://doc.comsol.com/5.3/doc/com.comsol.help.cfd/CFDModuleUsersGuide.pdf
- [334] A. Klassen, T. Scharowsky, and C. Körner, "Evaporation model for beam based additive manufacturing using free surface lattice Boltzmann methods," J. Phys. Appl. Phys., vol. 47, no. 27, p. 275303, Jul. 2014, doi: 10.1088/0022-3727/47/27/275303.
- [335] W. M. Kays, "Turbulent Prandtl Number—Where Are We?," J. Heat Transf., vol. 116, no. 2, pp. 284–295, May 1994, doi: 10.1115/1.2911398.
- [336] "The Strength of the Weak Form," *COMSOL*. https://www.comsol.com/blogs/strength-weak-form/ (accessed Feb. 10, 2022).
- [337] F. J. Kelly, "An Equation for the Local Thermal Emissivity at the Vertex of a Diffuse Conical or V-Groove Cavity," *Appl. Opt.*, vol. 5, no. 6, p. 925, Jun. 1966, doi: 10.1364/AO.5.000925.
- [338] A. Feuer, R. Weber, R. Feuer, D. Brinkmeier, and T. Graf, "High-quality percussion drilling with ultrashort laser pulses," *Appl. Phys. A*, vol. 127, no. 9, Sep. 2021, doi: 10.1007/s00339-021-04818-w.
- [339] F. Fetzer, P. Stritt, P. Berger, R. Weber, and T. Graf, "Fast numerical method to predict the depth of laser welding," *J. Laser Appl.*, vol. 29, no. 2, p. 022012, May 2017, doi: 10.2351/1.4983152.
- [340] C. Y. Ho, M. W. Ackerman, K. Y. Wu, S. G. Oh, and T. N. Havill, "Thermal conductivity of ten selected binary alloy systems," J. Phys. Chem. Ref. Data, vol. 7, no. 3, pp. 959–1178, juillet 1978, doi: 10.1063/1.555583.
- [341] L. Nordheim, "Zur Elektronentheorie der Metalle. I," Ann. Phys., vol. 401, no. 5, pp. 607–640, Jan. 1931, doi: 10.1002/andp.19314010507.
- [342] H. A. Walls and W. R. Upthegrove, "THEORY OF LIQUID DIFFUSION PHENOMENA," CONF-524-9, 4043951, Feb. 1964. Accessed: Jan. 05, 2022. [Online]. Available: http://www.osti.gov/servlets/purl/4043951/
- [343] C. H. Ma and R. A. Swalin, "A study of solute diffusion in liquid tin," Acta Metall., vol. 8, no. 6, pp. 388–395, Jun. 1960, doi: 10.1016/0001-6160(60)90008-0.
- [344] R. D. Shannon, "Revised effective ionic radii and systematic studies of interatomic distances in halides and chalcogenides," Acta Crystallogr. Sect. A, vol. 32, no. 5, pp. 751–767, Sep. 1976, doi: 10.1107/S0567739476001551.
- [345] A. Temmler, N. Pirch, J. Luo, J. H. Schleifenbaum, and C. L. Häfner, "Numerical and experimental investigation on formation of surface structures in laser remelting for additive-manufactured Inconel 718," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 403, p. 126370, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126370.
- [346] "Numerical prediction of layer composition for multi-material Directed Energy Deposition," presented at the European congress and exhibition on advanced materials and processes - euromat 2021, Sep. 14, 2021. Accessed: May 20, 2022. [Online]. Available: https://submit.asmet.org/event/53/contributions/3000/
- [347] C. Alappat *et al.*, "A Recursive Algebraic Coloring Technique for Hardware-efficient Symmetric Sparse Matrixvector Multiplication," *ACM Trans. Parallel Comput.*, vol. 7, no. 3, pp. 1–37, Aug. 2020, doi: 10.1145/3399732.
- [348] E. Villermaux, "Mixing Versus Stirring," Annu. Rev. Fluid Mech., vol. 51, no. 1, pp. 245–273, Jan. 2019, doi: 10.1146/annurev-fluid-010518-040306.
- [349] V. Jacquier *et al.*, "Melt Pool Turbulence Effects on the Interface between Dissimilar Materials Manufactured by Directed Energy Deposition with Laser and Powder," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 30, no. 12, pp. 8810–8820, Dec. 2021, doi: 10.1007/s11665-021-06279-x.
- [350] D. Di Pasquale, A. Rona, and S. Garrett, "A selective review of CFD transition models," 39th AIAA Fluid Dyn. Conf., Jan. 2009.
- [351] M. M. Rahman, K. Hasan, and H. Pan, "Capturing transition around low-Reynolds number hydrofoil with zeroequation transition model," *Phys. Fluids*, vol. 34, no. 7, p. 074115, Jul. 2022, doi: 10.1063/5.0097859.
- [352] W. Sanz, R. Pecnik, A. Tratnig, and F. Heitmeir, "Application of modern turbulence models to steady transitional flow," Proc. 7th Eur. Conf. Turbomach. Fluid Dyn. Thermodyn. ETC 2007, Jan. 2007.
- [353] G. R. Belton, "Langmuir adsorption, the Gibbs adsorption isotherm, and interfacial kinetics in liquid metal systems," *Metall. Mater. Trans. B*, vol. 7, no. 1, pp. 35–42, Mar. 1976, doi: 10.1007/BF02652817.
- [354] S. Karnati, F. F. Liou, and J. W. Newkirk, "Characterization of copper-nickel alloys fabricated using laser metal deposition and blended powder feedstocks," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 103, no. 1, pp. 239–250, Jul. 2019, doi: 10.1007/s00170-019-03553-0.

- [355] Z. Jie et al., "Effects of boron and zirconium additions on the fluidity, microstructure and mechanical properties of IN718C superalloy," J. Mater. Res., vol. 31, no. 22, pp. 3557–3566, Nov. 2016, doi: 10.1557/jmr.2016.383.
- [356] A. L. Bel'tyukov, V. I. Lad'yanov, A. I. Shishmarin, and S. G. Menshikova, "Viscosity of liquid amorphizing alloys of iron with boron and silicon," *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 401, pp. 245–249, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2014.01.048.
- [357] Y.-G. Yoo, N.-H. Kang, C.-H. Kim, J.-H. Kim, and M.-S. Kim, "Effect of Process Parameters on Laser Overlay Behavior of Fe-based Alloy Powder on Aluminum Substrate," *J. Korean Weld. Join. Soc.*, vol. 25, no. 1, pp. 30–36, Feb. 2007, doi: 10.5781/KWJS.2007.25.1.030.
- [358] G. Palumbo, S. Pinto, and L. Tricarico, "Numerical finite element investigation on laser cladding treatment of ring geometries," J. Mater. Process. Technol., vol. 155–156, pp. 1443–1450, Nov. 2004, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2004.04.360.
- [359] A. v. Müller et al., "Tailored tungsten lattice structures for plasma-facing components in magnetic confinement fusion devices," *Mater. Today*, vol. 39, pp. 146–147, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.mattod.2020.08.015.
- [360] P. Fernandez-Zelaia, K. Michael, Q. Campbell, J. Ortega Rojas, A. Marquez Rossy, and C. Ledford, "Electron Beam Powder Bed Fusion Additive Manufacturing of Refractory Metals," presented at the POWDERMET2021, United States, Jun. 2021. [Online]. Available: https://www.osti.gov/servlets/purl/1832704
- [361] B. Vrancken, R. K. Ganeriwala, A. A. Martin, and M. J. Matthews, "Microcrack mitigation during laser scanning of tungsten via preheating and alloying strategies," *Addit. Manuf.*, vol. 46, p. 102158, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102158.
- [362] M. Courtois, M. Carin, P. L. Masson, S. Gaied, and M. Balabane, "A new approach to compute multi-reflections of laser beam in a keyhole for heat transfer and fluid flow modelling in laser welding," J. Phys. Appl. Phys., vol. 46, no. 50, p. 505305, Nov. 2013, doi: 10.1088/0022-3727/46/50/505305.
- [363] Q. Jiang and Z. Wen, *Thermodynamics of Materials*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011. [Online]. Available: http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-14718-0
- [364] H. Schlichting and K. Gersten, *Boundary-Layer Theory*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2017. [Online]. Available: http://link.springer.com/10.1007/978-3-662-52919-5
- [365] R. Franz and G. Wiedemann, "Ueber die Wärme-Leitungsfähigkeit der Metalle," Ann. Phys., vol. 165, no. 8, pp. 497–531, Jan. 1853, doi: 10.1002/andp.18531650802.
- [366] Yu. V. Glagoleva *et al.*, "Thermophysical and transport properties of nickel-chromium alloys at high temperatures," *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 102, no. 1, pp. 48–54, Jul. 2006, doi: 10.1134/S0031918X06070064.
- [367] J. O. Strom-Olsen and D. F. Wilford, "Electrical resistivity and the spin density wave gap in CrMO," J. Phys. F Met. Phys., vol. 10, no. 7, pp. 1467–1473, Jul. 1980, doi: 10.1088/0305-4608/10/7/015.
- [368] P. N. Bossart, "Spectral Emissivities, Resistivity, and Thermal Expansion of Tungsten-Molybdenum Alloys," *Physics*, vol. 7, no. 2, pp. 50–54, Feb. 1936, doi: 10.1063/1.1745360.

Résumé

La fabrication additive multi-matériaux par projection laser offre de nouvelles opportunités pour la création de composants de haute performance combinant différents métaux aux propriétés complémentaires. L'existence d'incompatibilités entre certains couples de métaux, comme la précipitation de phases indésirées à partir du mélange, le manque de fusion d'éléments réfractaires et la surchauffe d'éléments volatils limite cependant son adoption. L'obtention de dépôts sans défaut est de plus rendue complexe par l'évolution de la composition et des propriétés associées, qui requiert une adaptation conjointe des paramètres de procédé au cours de la fabrication afin d'assurer le contrôle des différents phénomènes dans le bain de fusion. Dans ce travail, pour permettre le revêtement par projection laser de cuivre par un métal beaucoup plus réfractaire, le tungstène, une stratégie d'introduction d'interface de compatibilité avec multiples gradients de composition a été utilisée. La méthodologie mise en place repose sur le choix d'une succession de matériaux liants à l'aide de la thermodynamique, suivi de l'optimisation des paramètres pour chacune des différentes couches en s'appuyant sur la caractérisation des matériaux et l'analyse théorique de la phénoménologie du procédé. Pour cela un modèle de simulation numérique par éléments finis à l'échelle du bain de fusion a été élaboré et exploité, prenant en compte les phénomènes de conduction, de déformation et de dynamique du métal liquide, de vaporisation et de mélange des éléments. L'étude a révélé l'importance de la maîtrise du taux de refusion de la sous-couche par le bain de fusion, qui permet de générer des gradients de composition et d'éviter d'une part l'apparition de défauts à l'interface entre deux métaux dissimilaires et d'autre part de limiter la vaporisation sévère des éléments volatils. La succession de ces gradients de composition a permis d'atteindre l'objectif initial d'augmentation progressive de la température du bain de fusion, depuis le substrat de cuivre jusqu'aux couches riches en tungstène. Un revêtement de cuivre par une couche contenant 90% en masse de tungstène a ainsi été obtenu, avec une interface de compatibilité faite de 6 couches intermédiaires pour une épaisseur totale d'environ 1.6 mm et montrant une bonne continuité métallurgique. L'analyse théorique a mis en lumière l'importance du rôle de la dissolution des particules infondues permettant le mélange des éléments réfractaires, et du rôle de la vaporisation préférentielle des éléments volatils, sur les caractéristiques des couches formées. Ce travail contribue globalement à la construction d'une méthodologie générale pour la conception, la fabrication par projection laser et l'analyse de composants multi-matériaux combinant des métaux fortement dissimilaires.

Mots-clés : métallurgie, fabrication additive, modélisation, thermodynamique, revêtements, multi-matériaux

Abstract

Multi-material additive manufacturing by laser deposition offers new opportunities for the processing of high-performance components combining different metals with complementary properties. Incompatibilities between metals, such as precipitation of undesired phases, lack of melting of refractory elements, and overheating of volatile elements, limit its usage. Obtaining defect-free deposits is further complicated by the variation in composition and associated properties, which requires concurrent adaptation of process parameters during fabrication to ensure control of the various phenomena in the melt pool. In this work to create coatings by laser deposition of copper by a much more refractory metal, tungsten, a strategy of introducing compatibility interfaces with multiple composition gradients was used. The implemented methodology consists of the selection of a succession of binding materials using thermodynamics, followed by the optimization of parameters for each layer, supported by the material characterization and theoretical analysis of the process phenomenology. To that end, a fast numerical simulation model by finite elements at the scale of the melt was developed and applied, taking into account the phenomena of conduction, deformation and dynamics of the liquid metal, as well as vaporization and mixing of the elements. The study revealed the importance of controlling the remelting ratio of the sublayer by the melt pool, which allows for the generation of compositional gradients and prevents the appearance of defects, such as porosity at the interface between two dissimilar metals as well as severe vaporization of volatile elements. The succession of the compositional gradients allows to achieve the initial goal of a progressive increase in melt pool temperature, from the copper substrate to the tungsten-rich layers. A coating with a layer containing 90% in mass of tungsten on copper was finally obtained, with a compatibility interface made of 6 intermediate layers for a total thickness of about 1.6 mm, showing good metallurgical continuity. The theoretical analysis highlighted the important role of the dissolution of unmelted particles, leading to the mixing of the refractory elements, as well as the role of the preferential vaporization of the volatile elements, in determining the characteristics of the produced layers. This work contributes to the construction of a general methodology for the design, fabrication by laser deposition, and analysis of multi-material components combining highly dissimilar metals.

Keywords: metallurgy, additive manufacturing, modeling, thermodynamics, coatings, multi-materials