

Impact de la morphologie des poudres métalliques sur leur
performance lors de l'étalement et la fusion laser sur lit de
poudre

par

Salah Eddine BRIKA

THÈSE PAR ARTICLES PRÉSENTÉE À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION
DU DOCTORAT EN GÉNIE
Ph.D.

MONTRÉAL, LE 21 AOUT 2023

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

©Tous droits réservés

Cette licence signifie qu'il est interdit de reproduire, d'enregistrer ou de diffuser en tout ou en partie, le présent document. Le lecteur, qui désire imprimer ou conserver sur un autre média une partie importante de ce document, doit obligatoirement en demander l'autorisation à l'auteur.

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vladimir Brailovski, directeur de thèse
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme. Marie-Hélène Beauséjour, présidente du jury
Département de génie des systèmes à l'École de technologie supérieure

M. Vincent Demers, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Antoine Tahan, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Roger Pelletier, examinateur externe
Conseil national de recherches du Canada

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 8 AOUT 2023

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je tiens à remercier Prof. Vladimir Brailovski, mon directeur de recherche, merci pour votre soutien inconditionnel, votre engagement absolu, votre disponibilité indéfectible et votre patience à mon égard. Que du respect et de l'admiration pour la personne, le chercheur et le mentor. Je saluerai toujours votre passion, votre engouement, votre justesse et votre constance. Merci...

Durant les années passées au LAMSI, j'ai eu l'honneur et le privilège de côtoyer des collègues qui, au fil des jours et des expériences, se sont transformés en des amis proches... des personnes magnifiques tant sur le plan technique qu'humain. Au risque d'oublier de mentionner certains noms, je tiens à remercier Anatolie, Étienne, Morgan, Linh-Aurore, Mykhailo, Atefeh, William, Jean-René, Aurore, Erika, Floriane... Merci pour tous les bons moments, pour votre aide et pour votre soutien. Je m'estime béni d'avoir eu la chance d'évoluer entouré par de telles personnes. Merci...

Je tiens à remercier chaleureusement le personnel de l'ÉTS pour leur soutien et leur disponibilité, en particulier, Radu Romanica, Michel Drouin, Mohammad Saadati, Serge Plamondon, Joël Grignon, Éric Marcoux et Olivier Boudreau Rousseau. Votre expertise fut grandement précieuse pour la réussite des différents travaux du projet.

Je tiens à saluer le soutien indéfectible de ma famille et de mon entourage durant toutes ces années. Merci à mes parents Douadi et Sonia qui ont fait beaucoup de sacrifices pour donner à mes sœurs et moi les outils nécessaires pour réussir, et d'être des exemples de bonté, de dévouement, de générosité et de persévérance. J'espère un jour être capable de vous redonner même une fraction de ce que vous nous avez donné. Merci à mes sœurs, Mariem, Zeyneb et Abir pour votre soutien moral, d'avoir partagé ensemble tellement de bons moments, de m'avoir donné le privilège d'être un oncle pour les anges, Yasmine, Baya, Assya et Fatima; Merci à Mohamed et Thameur de m'avoir accompagné et soutenu durant toutes ses années. Merci à ma conjointe, Mariia, pour ton support, ton écoute, tes encouragements, tes sacrifices et compromis dans les moments difficiles. Merci d'être un modèle de persévérance et une source d'inspiration perpétuelle, j'espère pouvoir de te rendre fier...

Impact de la morphologie des poudres métalliques sur leur performance lors de l'étalement et la fusion laser sur lit de poudre

Salah Eddine BRIKA

RÉSUMÉ

La fusion laser sur lit de poudre (FLLP) est un procédé de fabrication additive en pleine expansion, qui se base sur la mise en forme d'une pièce par empilement de couches successives de poudre métallique. Avec le procédé FLLP, chaque couche de la pièce est consolidée en utilisant un laser à haute puissance qui fusionne d'une façon sélective les particules étalées du lit de poudre; ensuite, un racleur répand uniformément une nouvelle couche de poudre par-dessus celle préalablement fusionnée pour créer la couche suivante et ainsi de suite, jusqu'à ce que toute la pièce soit fabriquée.

Les performances du procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre, en plus des paramètres d'impression et des caractéristiques du matériau utilisé, dépendent grandement des propriétés du lit de poudre étalée, notamment, en termes de densité et d'uniformité. Les propriétés du lit de poudre résultent de l'interaction entre les propriétés intrinsèques des particules, le mécanisme de raclage et les paramètres d'étalement utilisés. Par conséquent, une évaluation précise des caractéristiques de la poudre et une profonde compréhension de son comportement mécanique au cours de son étalement deviennent importantes. Une telle évaluation implique notamment la caractérisation des propriétés d'écoulement de la poudre et de leurs impacts sur les performances du procédé FLLP.

Cette thèse présente, sous la forme de trois articles scientifiques, la réalisation d'une démarche visant : à comprendre le lien entre les caractéristiques intrinsèques de la poudre, ses propriétés d'écoulement et les performances du procédé FLLP; et à proposer une nouvelle technique de caractérisation de la poudre capable d'évaluer des métriques d'intérêt pertinentes au procédé de fabrication additive sur lit de poudre.

Dans un premier temps, une étude exhaustive fut menée sur trois lots de poudres de Ti-6Al-4V sélectionnés de façon à pouvoir étudier l'impact de la sphéricité (poudre atomisée au plasma vs poudre atomisée au gaz) et de la distribution de taille des particules (poudre avec plus de particules fines vs poudre avec moins de particules fines) sur plusieurs grandeurs d'intérêt, à savoir, les performances rhéologiques des poudres avant la fabrication vs les propriétés géométriques et mécaniques des pièces fabriquées avec ces poudres par FLLP.

Premièrement, en utilisant les indices rhéologiques mesurables à l'aide d'un rhéomètre FT4 (résistance à l'écoulement dynamique, cohésion, compressibilité, perméabilité...), une figure de mérite a été proposée pour quantifier la pertinence globale d'une poudre donnée au procédé FLLP. Ensuite, les mêmes lots de poudre ont été utilisés pour fabriquer une série

VIII

d'échantillons de tests pour étudier l'impact des caractéristiques des poudres sélectionnées sur les propriétés des pièces imprimées (densité, fini de surface, limites de fabrication, propriétés mécaniques statiques), et ce, pour deux épaisseurs de couche, deux post-traitements et deux orientations de fabrication. Pour pousser l'investigation plus loin, une étude de performance en fatigue des échantillons produits avec deux des trois lots de poudre sélectionnés plus tôt, à savoir la poudre atomisée au plasma vs la poudre atomisée au gaz, fut menée.

Somme toute, les différences relativement minimales entre les morphologies des trois lots de poudre se sont avérées très significatives au niveau de leurs performances rhéologiques (15% en moyenne), de rugosité de surface (~14%) et de précision dimensionnelle (~24%) des échantillons imprimés. Cependant, en ce qui concerne les propriétés mécaniques des échantillons imprimés, ces différences étaient faibles pour les propriétés statiques (~7% pour la limite à la rupture, ~4%, pour la limite d'élasticité et ~3%, pour l'élongation à la rupture) pour finalement s'estomper, pour les propriétés en fatigue (~450 MPa, $N=10^7$). Cette diminution de l'impact de la morphologie des poudres dans un stade avancé du procédé peut être expliquée par la robustesse de ce procédé aux faibles variations morphologiques entre les lots. Toutefois, l'analyse des défauts par microtomographie a démontré la présence de pores alignés dans les échantillons fabriqués avec une des poudres indiquant l'utilisation de paramètres d'impression sous optimaux. D'où l'importance de l'optimisation des paramètres de fabrication pour les différents lots de poudre même si la différence morphologique des particules semble minime. Cette optimisation peut être réalisée grâce à des logiciels de simulation du bain de fusion du procédé FLLP. En connaissant que les caractéristiques du bain de fusion dépendent non seulement des paramètres laser (puissance, vitesse de balayage, distance entre les passes...), mais aussi des interactions laser-matière et, par conséquent, des propriétés du lit de poudre (densité, uniformité, rugosité de surface), il est important de pouvoir quantifier ces dernières. Néanmoins, les techniques conventionnelles de caractérisation des poudres ne sont pas en adéquation avec les métriques représentatives des propriétés d'un lit de poudre étalée.

Pour pouvoir répondre aux besoins exprimés plus haut et étant donné que les propriétés d'écoulement des poudres dépendent grandement des conditions imposées par l'application, un banc d'essai reproduisant le système d'étalement d'une machine industrielle typique, est développé et présenté dans ces travaux. Ce banc d'essai permet à l'opérateur de contrôler les paramètres d'étalement, notamment les incréments des différentes plateformes, la vitesse de raclage ainsi que le mécanisme d'étalement. Le banc d'essai permet aussi d'évaluer la densité du lit de poudre étalé à l'aide des cellules de charge installées sous la plaque de déposition. D'autre part, un système d'imagerie installé au-dessus de la plateforme d'étalement permet d'évaluer le profil de surface et ainsi l'uniformité et la variation du profil de surface du lit de poudre. Les forces d'étalement sont aussi évaluées en mesurant les variations de couple au niveau de l'actuateur du mécanisme de raclage. Une étude de cas est présentée pour montrer les capacités du banc d'essai développé. L'architecture fermée des machines commerciales, les conditions extrêmes dans une chambre de fabrication, le volume conséquent de poudre requise et les coûts élevés associés aux impressions limitent grandement les études se focalisant sur les propriétés rhéologiques des poudres d'où l'intérêt d'avoir accès à un outil

instrumenté permettant de tester aisément différentes configurations d'étalement en évaluant plusieurs métriques d'intérêt dans le but d'optimiser l'opération d'étalement et diminuer le temps de sélection et de contrôle qualité de poudres destinées au procédé FLLP.

Mots clés : Fabrication additive, fusion laser sur lit de poudre, rhéologie des poudres, tests mécaniques, conception et réalisation de banc d'essai, instrumentation et mesure

Impact of metallic powder morphology on their spreadability and laser powder bed fusion performances

Salah Eddine BRIKA

ABSTRACT

Laser powder bed fusion (LPBF) is a rapidly growing additive manufacturing process that is based on shaping a part by stacking successive layers of metal powder. With LPBF, each layer of the part is recreated using a high-powered laser that selectively fuses the spread particles of the powder bed; then a scraper evenly spreads a new layer of powder on top of the previously deposited one to create the next layer and so on until the entire part is made.

The performance of the LPBF process, in addition to the printing parameters and the characteristics of the used material, is highly dependent on the properties of the spread powder bed, especially in terms of density and uniformity. The properties of the powder bed result from the interaction between the intrinsic properties of the powder particles, the recoating mechanism and the spreading parameters used. Therefore, an accurate assessment of the powder characteristics and a deep understanding of its mechanical behaviour during spreading becomes important. Such an evaluation involves in particular the characterization of the rheological properties of the powder and their impact on the performance of the LPBF process.

This thesis presents, in the form of three scientific papers, a proposed approach aiming at understanding the link between the intrinsic characteristics of the powder, its rheological properties and the performance of the LPBF process, and at presenting a new powder characterization technique able to evaluate metrics of interest relevant to powder bed based additive manufacturing processes.

First, an exhaustive study was conducted on three lots of Ti-6Al-4V powders selected in order to study the impact of particles' sphericity (plasma atomized powder vs. gas atomized powder) and particle size distribution (powder with more fine particles vs. powder with less fine particles) on several properties of interest, namely, the rheological performances of the powders before vs. the geometrical and mechanical properties of the parts fabricated with these powders by LPBF.

Using rheological indices measurable with an FT4 rheometer (dynamic flow resistance, cohesion, compressibility, permeability...), a figure of merit was proposed to quantify the overall suitability of a given powder to the LPBF process. Then, the same powder lots were used to fabricate a series of test samples to study the impact of the selected powders' characteristics on the properties of the printed parts (density, surface finish, fabrication limits, static mechanical properties), and this, for two layer thicknesses, two post-treatments

and two fabrication orientations. To further investigate this, a fatigue performance study of samples produced with two of the three powder lots previously selected, i.e. plasma atomized powder vs. gas atomized powder, was conducted.

All in all, the relatively small differences between the morphologies of the three powder lots proved to be very significant in terms of their rheological performance (15% on average), surface roughness (~14%) and dimensional accuracy (~24%) of the printed samples. However, as far as the mechanical properties of the printed samples are concerned, this difference became small for the static properties (~7% for the ultimate tensile strength, ~4%, for the yield strength and ~3%, for the elongation at break) and finally faded, for the fatigue properties (~500 MPa, N=106). This decrease in the impact of powder morphology in the advanced stage of the process can be explained by the robustness of the LPBF process to small morphological variations between powder lots. However, microtomography defect analysis demonstrated the presence of aligned pores in samples fabricated with one of the powders indicating the use of sub-optimal printing parameters. Hence the importance of optimizing the manufacturing parameters for the different powder lots even if the difference in particle morphologies seems minimal. This optimization can be done with simulation software of the LPBF process melt pool. Knowing that the melt pool characteristics depend not only on the laser parameters (power, scanning speed, hatch spacing...), but also on the laser-material interactions and, consequently, on the properties of the powder bed (density, uniformity, surface roughness), it is important to be able to quantify the latter. Nevertheless, conventional powder characterization techniques are not in line with the metrics representative of the properties of a spread powder bed.

In order to address the needs expressed above and given that the flow properties of powders depend greatly on the conditions imposed by the application, a test bench reproducing the spreading system of a typical industrial machine is developed and presented in this work. This test bench allows the operator to control the spreading parameters, including the increments of the different platforms, the spreading speed and the powder deposition mechanism. The test bench also allows to evaluate the density of the spread powder bed with the help of load cells installed under the spreading platform. On the other hand, an imaging system installed above the spreading platform allows to evaluate the surface profile and thus the uniformity and the variation of the surface profile of the powder bed. The spreading forces are also evaluated by measuring the torque variations at the actuator of the spreading mechanism. A case study is presented to show the capabilities of the developed testing apparatus. The closed architecture of commercial machines, the extreme conditions in a manufacturing chamber, the large volume of powder required and the high costs associated with printing greatly limit studies focusing on the rheological properties of powders, hence the interest in having access to an instrumented tool that can easily test different spreading configurations by evaluating several metrics of interest in order to optimize the spreading operation and decrease the selection and quality control time of powders intended for the FLLP process.

Keywords: Additive manufacturing, laser powder bed fusion, powder rheology, mechanical tests, design and realization of testing apparatus, instrumentation

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 MISE EN CONTEXTE ET REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	3
1.1 Introduction au milieu granulaire – poudre métallique.....	3
1.1.1 Techniques de production des poudres métalliques.....	4
1.1.1.1 Procédés mécaniques	5
1.1.1.2 Procédés chimiques.....	5
1.1.1.3 Procédés physiques	5
1.1.1.4 Contamination lors de la production de la poudre	9
1.1.1.5 Coûts des poudres destinées à la fabrication additive métallique.....	10
1.1.2 Propriétés intrinsèques de la poudre	11
1.1.2.1 Taille et distribution des tailles	12
1.1.2.2 Morphologie des particules.....	15
1.1.2.3 Texture de surface.....	16
1.1.2.4 Porosité et surface spécifique.....	16
1.1.2.5 Composition chimique.....	17
1.1.2.6 Microstructure.....	17
1.1.3 Propriétés extrinsèques de la poudre.....	18
1.1.3.1 Masses volumiques	18
1.1.3.2 Rhéologie des poudres	19
1.2 Fabrication additive	28
1.2.1 Fusion laser sur lit de poudre – FLLP métallique.....	30
1.2.2 Étalement de la poudre pour les procédés de fabrication additive sur lit de poudre (FA-LP).....	33
1.2.2.1 Mécanismes d'étalement de la poudre pour les procédés FA-LP	33
1.2.2.2 Dynamique de l'étalement des poudres dans les procédés FA-LP	36
1.2.2.3 Indicateurs de qualité du lit de poudre	40
1.2.2.4 Testeurs d'étalement de poudre pour les procédés FA-LP	46
1.2.2.5 Simulation numérique de l'étalement du lit de poudre	50
1.2.2.6 Impact des variables affectant l'étalement des poudres dans les procédés FA-LP.....	53
1.2.2.7 Interaction entre la source de chaleur et le lit de poudre	62
1.2.2.8 Lien entre l'étalement des poudres et les performances des pièces FA-LP	64
1.2.2.9 Densité et taux de porosité.....	65
1.2.2.10 Rugosité de surface et précision dimensionnelle	66
1.2.2.11 Propriétés mécaniques	67
1.3 Problématique et objectifs de la recherche	70

1.3.1	Problématique de recherche.....	70
1.3.2	Objectifs.....	72
CHAPITRE 2 INFLUENCE OF PARTICLE MORPHOLOGY AND SIZE DISTRIBUTION ON THE POWDER FLOWABILITY AND LASER POWDER BED FUSION MANUFACTURABILITY OF Ti-6Al-4V ALLOY.....73		
2.1	Avant-propos.....	73
2.2	Résumé.....	74
2.3	Abstract.....	74
2.4	Introduction.....	75
2.5	Methodology.....	77
2.5.1	Selection of powder lots.....	77
2.5.2	Powder lots characterization.....	79
2.5.2.1	Particle size distribution, morphology and porosity.....	79
2.5.2.2	Rheological properties.....	80
2.5.3	LPBF specimens manufacture.....	82
2.5.4	Measurements of powder bed density and characterization of printed specimens.....	85
2.5.4.1	Powder bed density.....	85
2.5.4.2	Density of printed specimens.....	86
2.5.4.3	Surface roughness.....	86
2.5.4.4	Geometric artifacts: minimum printable design features.....	86
2.5.4.5	Tensile properties.....	87
2.5.4.6	Statistical analyses.....	87
2.6	Results.....	87
2.6.1	Particle size distribution, morphology, and porosity.....	87
2.6.2	Rheological properties.....	90
2.6.3	Powder bed density.....	93
2.6.4	Densities of printed specimens.....	94
2.6.5	Surface roughness.....	95
2.6.6	Geometric attributes: minimum printable design features.....	98
2.6.7	Tensile properties.....	99
2.7	General discussion.....	103
2.8	Conclusion.....	105
2.9	Acknowledgments.....	106
2.10	Authors' contributions.....	106
2.11	Annex A: Powder bed and part densities.....	107
2.12	Annex B: Geometric properties.....	108
2.13	Annex C: Mechanical properties.....	110
CHAPITRE 3 INFLUENCE OF POWDER PARTICLE MORPHOLOGY ON THE STATIC AND FATIGUE PROPERTIES OF LASER POWDER BED-FUSED TI-6AL-4V COMPONENTS.....113		
3.1	Avant-propos.....	113

3.2	Résumé.....	114
3.3	Abstract.....	114
3.4	Introduction.....	115
3.5	Materials and methods.....	118
3.5.1	Selection of powder lots.....	118
3.5.2	Powder lot characterization.....	118
3.5.3	Manufacture of LPBF specimens.....	119
3.5.4	Characterization of printed specimens.....	120
	3.5.4.1 Processing-induced porosity.....	120
	3.5.4.2 Tensile properties.....	121
	3.5.4.3 Fatigue properties.....	121
	3.5.4.4 Failure analysis.....	122
	3.5.4.5 Microstructure analysis.....	122
3.6	Results.....	122
3.6.1	Particle size distribution and morphology.....	122
3.6.2	Characterization of printed specimens.....	124
	3.6.2.1 Internal defects.....	124
	3.6.2.2 Tensile properties.....	126
	3.6.2.3 Fatigue properties.....	127
	3.6.2.4 Fractographic Examination.....	129
	3.6.2.5 Microstructure analysis.....	130
3.7	General discussion.....	133
3.8	Conclusion.....	135
3.9	Acknowledgments.....	136
3.10	Author contributions.....	136
CHAPITRE 4	A NOVEL APPARATUS FOR THE SIMULATION OF POWDER SPREADING PROCEDURES IN POWDER-BED-BASED ADDITIVE MANUFACTURING PROCESSES: DESIGN, CALIBRATION, AND CASE STUDY.....	137
4.1	Avant-propos.....	137
4.2	Résumé.....	138
4.3	Abstract.....	138
4.4	Introduction.....	139
4.5	Design and description of the powder spreading apparatus.....	147
	4.5.1 Powder dispensing module.....	149
	4.5.2 Powder spreading module with weighing unit.....	150
	4.5.3 Powder bed uniformity evaluation module.....	152
	4.5.4 Spreading mechanism and recoating forces measurement unit.....	154
4.6	Testing procedure.....	155
4.7	Validation and calibration.....	158
	4.7.1 Weighing unit.....	158
	4.7.2 Displacements of the dispensing and spreading platforms.....	161
	4.7.3 Powder bed uniformity assessment.....	162
	4.7.4 Spreading forces measurements.....	165

4.7.5	Summary of the powder spreading apparatus characteristics	166
4.8	Case study	166
4.8.1	Powder bed density	167
4.8.2	Powder bed uniformity	169
4.8.3	Spreading forces.....	171
4.8.4	Discussion.....	173
4.9	Conclusion	176
4.10	Funding	176
4.11	Acknowledgments.....	177
4.12	Annex : Control architecture.....	177
	CONCLUSION	181
	RECOMMANDATIONS	185
	LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	189

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Coûts de différentes poudres métalliques FA-LP Tirée de T. T. Wohlers et al. (2022).....10
Tableau 1.2	Résumé des techniques de production de poudres utilisées pour la FA-LP11
Tableau 1.3	Définition des diamètres équivalents utilisés pour décrire les tailles de particules Adaptée de Gupta & Yan (2016).....13
Tableau 1.4	Définition des facteurs de formes utilisés pour décrire la morphologie des particules de poudre.....15
Tableau 1.5	Caractérisation de l'écoulement selon l'indice de Carr et le ratio d'Hausner22
Tableau 1.6	Liste des propriétés intrinsèques et extrinsèques des poudres et les techniques de caractérisation correspondantes27
Tableau 1.7	Catégories des procédés de fabrication additive définies par le standard ISO/ASTM52900.....29
Tableau 1.8	Extrait des travaux de simulation numérique de l'opération d'étalement FLLP52
Tableau 1.9	Résumé des observations dans la littérature concernant l'impact des propriétés de la poudre sur les caractéristiques des pièces fabriquées.....68
Tableau 2.1	Chemical compositions of three powder lots studied in this work (in wt. %)78
Tableau 2.2	Rheology-based criteria for the LPBF suitability of metallic powders (up ↑ and down ↓ arrow directions indicate the favorable trends for LPBF)82
Tableau 2.3	Printing parameters84
Tableau 2.4	Particle size distribution, sphericity and porosity metrics obtained using μ CT analysis89
Tableau 2.5	Summary of the rheological properties of three powder lots.....91
Tableau 2.6	AM suitability factors (AMS) of three powder lots of this study93

Tableau 2.7	Powder bed density (%) of three powder lots with two layer thicknesses107
Tableau 2.8	The densities of printed specimens obtained for the different configurations tested107
Tableau 2.9	Average surface roughness Ra (μm) of the studied powder lots108
Tableau 2.10	Difference in percentage between the printed walls and their nominal dimensions108
Tableau 2.11	Difference in percentage between the printed sinks and their nominal dimensions109
Tableau 2.12	Difference in percentage between the printed gaps and their nominal dimensions109
Tableau 2.13	Ultimate tensile strength UTS (MPa)110
Tableau 2.14	Yield strength YS (MPa)110
Tableau 2.15	Elongation at break δ (%)110
Tableau 2.16	Young modulus E (GPa).....111
Tableau 3.1	Chemical compositions of the powder lots studied in this work (in wt.%)118
Tableau 3.2	Particle size distribution and sphericity metrics obtained using μCT analysis.....124
Tableau 3.3	Static mechanical property values of specimens printed with two studied powder lots; statistically different values are in bold.....127
Tableau 3.4	Equivalent β phase grain size featured for the two powder lots (XZ and XY planes); p-values in bold indicate statistically significant differences.....132
Tableau 3.5	Summary of the results reported in Brika et al. (2020); for each property, better numbers are in bold134
Tableau 4.1	Major technical specifications of the selected powder spreadability testers reported in the literature.....146
Tableau 4.2	Powder spreading and density measurement capabilities.....166
Tableau 4.3	Spreading arm module and force measurement capabilities.....166

Tableau 4.4	Powder bed uniformity evaluation module capabilities.....	166
Tableau 4.5	Powder bed density as a function of the layer thickness and recoating speed with reference values (bulk properties and printed capsules densities)	168
Tableau 4.6	Powder bed images for different layer thicknesses and recoating speeds	170
Tableau 4.7	Spreading forces as functions of the layer thickness and the recoating speed	172
Tableau 4.8	List and description of the control panel elements	178

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Les différentes techniques de production des poudres métalliques4
Figure 1.2	Principe du procédé d'atomisation a) à l'eau, b) au gaz et c) au plasma Adaptée de (Hasdemir, 2020)7
Figure 1.3	Caractéristiques intrinsèques et propriétés extrinsèques des poudres.....12
Figure 1.4	Représentation des principes d'évaluation de a) l'angle de repos et b) l'angle d'avalanche Tirée de (Haferkamp, Liechti, Spierings, & Wegener, 2021a)21
Figure 1.5	Le dispositif « Arnold Meter ».....23
Figure 1.6	Cellules de cisaillement de a) Jenike b) rotationnelle annulaire c) rotationnel en torsion24
Figure 1.7	Tests du rhéomètre FT4 – Freeman technology Adaptée de (Clayton, 2014)26
Figure 1.8	Procédé de fusion laser sur lit de poudre a) représentation schématique simplifiée d'une machine FLLP b) les étapes principales du procédé.....30
Figure 1.9	Représentation schématique des différents mécanismes d'étalement de poudre utilisés dans les procédés FA-LP a) lame rigide, b) rouleau rotatif, c) lame flexible,d) racleur avec réservoir de poudre.....34
Figure 1.10	Vitesse de déplacement des particules a) avec une lame, b) avec un rouleau; Forces de contact au niveau des particules c) avec une lame, d) avec un rouleau Tirée de (L. Wang et al., 2020)36
Figure 1.11	Phénomènes supplémentaires influents lors de l'étalement de poudre a) effet de parois (<i>wall effect</i>) et b) arches de forces Tirée de (D. Yao et al., 2021)38
Figure 1.12	Représentation schématique du phénomène de ségrégation des particules lors de l'étalement de la poudre Tirée de (Pal et al., 2021b)....39
Figure 1.13	Représentation des différentes méthodes utilisées dans la littérature pour évaluer la densité du lit de poudre a) Tirée de (Choi et al., 2017), b) Tirée de (Jacob et al., 2018), c) Tirée de (S. Beitz et al., 2019), d) Tirée de (Muniz-Lerma et al., 2018),

	e) Tirée de (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018), f) Tirée de (Lhuissier et al., 2020), g) Tirée de (Le et al., 2021b)42
Figure 1.14	Représentation des techniques utilisées pour l'évaluation de la rugosité de surface du lit de poudre a) Tirée de (Yuasa et al., 2021), b) Tirée de (H. Chen et al., 2020a), c) Tirée de (Kalms et al., 2019)44
Figure 1.15	Estimation du taux de recouvrement du lit de poudre Tirée de (Snow, 2018)45
Figure 1.16	Méthodes simples pour évaluer l'étalement du lit de poudre a) Tirée de (S. Beitz et al., 2019), b) Tirée de (Ahmed et al., 2020a), c) Tirée de (Cordova et al., 2020a), d) Tirée de (Lefebvre et al., 2019)47
Figure 1.17	Méthodes intermédiairement avancées pour évaluer l'étalement du lit de poudre a) Tirée de (Le et al., 2021a), b) Tirée de (Hulme-Smith et al., 2021b), c) Tirée de (Yousub Lee et al., 2019), d) Tirée de (Van den Eynde et al., 2015)48
Figure 1.18	Méthodes avancées pour évaluer l'étalement du lit de poudre a) Tirée de (D. Oropeza et al., 2021), b) Tirée de (Mitterlehner et al., 2022), c) Tirée de (Yousub Lee et al., 2019), d) Tirée de (L. I. Escano et al., 2018), e) Tirée de (Lhuissier et al., 2020)49
Figure 1.19	Impact de la distribution des tailles sur la densité apparente et l'écoulement Tirée de Schade et al. (2014)56
Figure 1.20	Impact de la vitesse d'étalement sur a) la rugosité de surface et b) la densité du lit de poudre Tirée de (H. Chen et al., 2020b)58
Figure 1.21	Impact des cycles de recyclage de poudre sur a) la distribution de taille des particules et b) la densité du lit de poudre obtenu Tirée de (Austin T. Sutton et al., 2020)62
Figure 1.22	Interaction entre la source de chaleur et le lit de poudre pour différentes configurations Tirée de (Pal et al., 2021a)64
Figure 1.23	Variation de la densité du lit de poudre le long de la direction d'étalement et l'impact sur la densité et la rugosité de surface des pièces imprimées Tirée de (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018)66
Figure 2.1	Printed specimens (dimensions in mm): a) powder bed density capsule, b) V-shaped specimen, c) minimum sink artifact, d) minimum gap

	artifact, e) minimum wall artifact, f) tensile specimen machined from blanks (printed in horizontal and vertical directions); red arrows indicate the build orientation of each specimen.....	83
Figure 2.2	Example of a build plate with printed specimens for process characterization.....	84
Figure 2.3	a) SEM micrographs of Powders 1, 2 and 3b) volumetric cumulative particle size distributions; c) Frequency particle sphericity distributions; d) particle equivalent diameters (Powder 3); e) particle sphericities (Powder 3).....	88
Figure 2.4	Radar diagram comparing the rheological properties of three studied powder lots.....	92
Figure 2.5	Powder bed densities of three powder lots for two layer thicknesses.....	93
Figure 2.6	Densities of specimens printed from three powder lots with two layer thicknesses	95
Figure 2.7	Average surface roughness R_a (μm) measured on V-shaped specimens with differently oriented surfaces printed from three powder lots; highlighted cells indicates values which differ significantly in terms of their statistical analysis	96
Figure 2.8	Box plots of average surface roughness R_a (μm) measured on V-shaped specimens with differently oriented surfaces; arrows point to extreme surface roughness values corresponding to 0° and 135° build orientation angles	97
Figure 2.9	Average differences (in %) between the printed and nominal dimensions	98
Figure 2.10	Mechanical properties of three powder lots for the as-built and stress-relieved states: a) UTS (as-built), b) UTS (stress-relieved), c) YS (as-built), d) YS (stress-relieved), e) δ (as-built), f) δ (stress-relieved).....	100
Figure 2.11	Ultimate tensile strength and yield strength in respect to the elongation at break for three powder lots in the as-built and stress-relieved states: a) UTS (δ), as-built, b) UTS (δ), stress-relieved, c) YS (δ), as-built, d) YS (δ), stress-relieved; arrows indicate towards an increase in layer thickness.....	102
Figure 3.1	Printed specimens (dimensions in mm): (a) tensile and (b) fatigue specimens; all specimens were machined from the corresponding vertically printed blanks.....	120

Figure 3.2	(a,b) SEM micrographs of two powder lots; (c) cumulative particle size distributions; (d) particle sphericity distributions; panels (c,d) are obtained using μ CT analysis	123
Figure 3.3	Internal defect characteristic distributions: (a) equivalent diameter, (b) aspect ratio, and (c) mean Feret diameter	124
Figure 3.4	Processing-induced pores characterization (μ CT): (a) 2D vertical sections of the gauge regions of tensile specimens printed with two powders and (b) 2D horizontal and vertical sections of the gauge regions of fatigue specimens printed with two powders. Aligned pores could be seen in the tensile and fatigue specimens produced with the plasma-atomized powder	125
Figure 3.5	Static mechanical properties of specimens printed with two studied powder lots.....	127
Figure 3.6	S-N diagrams obtained for the two studied powder lots.....	128
Figure 3.7	Fatigue limit (stress ratio $R = 0.1$, runout 10^7 cycles,) versus ultimate tensile strength diagram: comparison of the results of this study with the literature (vertically printed specimens)	129
Figure 3.8	Fractographic examination of specimens printed from the gas-atomized (a,b) and plasma-atomized (c,d) powders: (a) gas-atomized, the arrows indicating the crack initiation site; (b) gas-atomized, zoom-in on the origin of the crack; (c) plasma-atomized, aligned pores and arrows indicating the crack initiation site, (d) plasma-atomized, zoom in on the origin of the crack; both failed under a maximum stress of 800 MPa.....	130
Figure 3.9	Diffraction patterns and phase maps of the specimens produced using the two powder lots	131
Figure 3.10	EBSD orientation maps: (a) Gas-atomized specimen. (b) Plasma-atomized specimen.....	132
Figure 4.1	Graphical abstract	139
Figure 4.2	Design of the powder spreading apparatus with the list of main components	148
Figure 4.3	Pictures of the testing apparatus	148
Figure 4.4	Schematic of the powder dispensing module.....	150
Figure 4.5	Schematic of the powder spreading module with weighing unit.....	151

Figure 4.6	Schematics of the powder bed uniformity module	153
Figure 4.7	Schematic of powder spreading arm a) blade setup, b) roller setup	155
Figure 4.8	Test sequence of the powder spreading apparatus	156
Figure 4.9	Weighing unit calibration and capabilities: a) linearity, b) variability, c) sensitivity to small mass variations, d) stability as a function of the travel distance	160
Figure 4.10	Schematic of the obtained powder bed due to the gap between the spreading and main platforms	160
Figure 4.11	Validation of vertical displacements of the platforms: a) dispensing platform set versus measured displacements b) dispensing platform displacement residuals c) spreading platform set versus measured displacements, d) spreading platform displacement residuals	162
Figure 4.12	Calibration coupons used: a) Optical microscope calibration coupon b) Surface roughness calibration coupon	163
Figure 4.13	Calibration and validation of the 3D scanner measurements: a) picture of the selected reference shims b) the obtained STL of the reference shims; c) comparison between the measured and the reference thicknesses d) correlation between the reference and measured average surface roughnesses of the coupon	164
Figure 4.14	Factory calibration of the rotary torque sensor (voltage as function of the applied load)	165
Figure 4.15	Powder bed density as a function of the layer thickness and recoating speed with the reference values from (Brika et al., 2020)	168
Figure 4.16	Powder bed height deviations for spreading speeds of 100 and 500 mm/s and a layer thickness of 100 μ m	171
Figure 4.17	Powder bed average height deviations as functions of the layer thickness and the spreading speed	171
Figure 4.18	Spreading forces as functions of the layer thickness and the recoating speed	172
Figure 4.19	PSD variations for a constant recoating speed of 300 mm/s: a) PSD on the spreading platform as functions of the layer thickness; PSD along the spreading path as functions of the layer thickness: b) 30 μ m, c) 60 μ m, d) 100 μ m	175

Figure 4.20	PSD variations on the spreading platform as functions of the recoating speed for a layer thickness of 100 μ m176
Figure 4.21	Control panel layout.....177
Figure 4.22	Simplified electronic wiring and communication schematic of the apparatus179

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AB	As built
AES	Auger electron spectroscopy
AM	Additive manufacturing
AMS	AM suitability factors
ASTM	American Society for Testing and Materials
BJ	Binder jet
BR	Build rate
BD	Build direction
CNC	Computer numerical control
DEM	Discret element method
DSC	Differential scanning calorimetry
DTA	Differential Thermal Analysis
EB-PFB	Electron beam powder bed fusion
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EDXS	Energy-dispersive X-ray spectroscopy
FA	Fabrication additive
FA-LP	Fabrication additive à lit de poudre
FLLP	Fusion laser sur lit de poudre
FT4	Freeman Technology 4
HSS	High speed steel
ICP-AES	Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy
ISO	International Organization for Standardization
LPBF	Laser powder bed fusion
NDT	Non destructive testing
NMP	Average normalized mechanical performance
ORS	Object research system
PBAM	Powder bed based additive manufacturing
PBD	Powder bed density

XXX

PID	Proportional integral derivative
PSD	Particle size distribution
p-value	Probability value
R&D	Research and developement
R	Stress ratio
SEM	Scanning electron microscope
SR	Stress relief
TEM	Transmission electron microscopy
TGA	Thermogravimetric analysis
UV	Ultra-violet
XCT	Xray computed tomography
XPS	X-Ray photoelectron spectrometry
XRD	X-ray diffraction analysis
XY	Horizontal build direction
Z	Vertical build direction
μ-CT	Micro computed tomography

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

d_v	Diamètre volumique équivalent	$[\mu m]$
d_s	Diamètre surfacique équivalent	$[\mu m]$
d_{SV}	Diamètre surface-volume équivalent	$[\mu m]$
d_d	Diamètre de trainée	$[\mu m]$
d_f	Diamètre de chute libre	$[\mu m]$
d_{St}	Diamètre de Stokes	$[\mu m]$
d_a	Diamètre d'aire projetée	$[\mu m]$
d_p	Diamètre d'aire projetée	$[\mu m]$
d_{pr}	Diamètre périmétrique	$[\mu m]$
d_t	Diamètre de tamisage	$[\mu m]$
d_F	Diamètre de Feret	$[\mu m]$
d_M	Diamètre de Martin	$[\mu m]$
V_p	Volume d'une sphère ayant le même volume que la particule	$[\mu m^3]$
S	Surface de la particule	$[\mu m^2]$
F_d	résistance à l'avancement	$[Ns/m]$
μ_f	Viscosité d'un fluide	$[Ns/m^2]$
V_p	Vitesse d'avancement d'une particule	$[m/s]$
A_p	Aire projetée d'une particule	$[\mu m^2]$
D_{10}	Diamètre auquel 10 % du volume est composé de particules plus petites	$[\mu m]$
D_{50}	Diamètre auquel 50 % du volume est composé de particules plus petites	$[\mu m]$
D_{90}	Diamètre auquel 90 % du volume est composé de particules plus petites	$[\mu m]$
ρ_s	Masse volumique réelle	$[g/cm^3]$
ρ_{app}	Masse volumique apparente	$[g/cm^3]$
$\rho_{tassée}$	Masse volumique tassée	$[g/cm^3]$
P	Puissance laser	$[W]$
v	Vitesse de balayage laser	$[mm/s]$
h	Distance entre les passes	$[mm]$
t	Épaisseur de couche	$[mm]$

<i>E</i>	Énergie par unité de volume	[<i>J/mm</i> ³]
<i>S_s</i>	Surface de la particule	[<i>μm</i> ²]
<i>S_p</i>	Surface d'une sphère équivalente	[<i>μm</i> ²]
<i>BFE</i>	Basic flow energy	[<i>mJ</i>]
<i>SE</i>	Specific energy	[<i>mJ/g</i>]
<i>ρ_c</i>	Conditioned bulk density	[<i>g/cm</i> ³]
<i>AE</i>	Aeration energy	[<i>mJ</i>]
<i>CI</i>	Compressibility index	[%]
<i>PD</i>	Pressure drop	[<i>mBar</i>]
<i>c</i>	Cohesion coefficient	[<i>kPa</i>]
<i>BR</i>	Build rate	[<i>cm</i> ³ / <i>h</i>]
<i>R_a</i>	Roughness arithmetical mean deviations	[<i>μm</i>]
<i>UTS</i>	Ultimate tensile strength	[<i>MPa</i>]
<i>YS</i>	Yield strength	[<i>MPa</i>]
<i>E</i>	Young's modulus	[<i>GPa</i>]
<i>δ</i>	Elongation at break	[%]

INTRODUCTION

La fabrication additive (FA) est définie comme « l'ensemble des procédés permettant de fabriquer couche par couche, par ajout de matière, un objet numérique » (ASTM-F42).

La FA a rapidement évolué au cours des dernières années en raison du développement des procédés de fabrication, des matériaux et d'une compréhension grandissante du potentiel de cette technique notamment en termes de design et de complexité géométrique. De nombreux secteurs dans l'industrie de pointe telle que l'industrie aérospatiale ou médicale se sont intéressés à l'exploitation commerciale de ce procédé. L'expansion rapide de cette technologie est démontrée par le rapport Wohlers, un recueil annuel des activités commerciales se rapportant à la fabrication additive. Dans le dernier numéro, le marché des services FA de 2022 aurait augmenté de 19,5 % par rapport à 2021, pour atteindre 15,244 milliards de dollars (T. T. Wohlers, Campbell, Diegel, Huff, & Kowen, 2022). Par conséquent, toutes les technologies se rapportant directement à la fabrication additive et toutes les techniques pouvant accélérer et faciliter son développement deviennent un domaine de recherche important.

Assurer la qualité et la répétabilité des pièces produites par FA est un besoin fondamental afin de répondre aux exigences strictes et aux contraintes de certification imposées par les principaux secteurs, comme les domaines médical et aérospatial; néanmoins, le manque de robustesse, de stabilité et de répétabilité des procédés ont été soulignés comme des obstacles majeurs à la percée industrielle des systèmes de fabrication additive métallique.

En effet, malgré le développement des équipements et les différents efforts de recherche, plusieurs des mêmes problèmes identifiés par les premiers chercheurs dans les années 90 (porosité, fissuration, problèmes de dissipation thermique...) persistent et les ratios de défauts sont encore trop élevés par rapport aux systèmes de fabrication conventionnels. Ceci s'explique notamment par la complexité de la technologie avec les différentes interactions thermiques, physiques et mécaniques; et le grand nombre de paramètres contrôlables et non contrôlables qui interviennent durant la fabrication des pièces.

De nombreux défis et obstacles techniques ont été identifiés par des feuilles de route élaborées (Bourell, Rosen, & Leu, 2014; Makes & Collaborative, 2017; Tian et al., 2022) par différents travaux collaboratifs de la communauté de recherche de la FA, parmi lesquels, les obstacles liés au manque de connaissances sur le rôle des propriétés de la poudre métallique (la matière première utilisée dans plusieurs procédés de FA) sur les performances du procédé et les lacunes au niveau de la standardisation des techniques de caractérisation des poudres destinées à l'application pour les procédés de FA.

Les efforts de recherche et de développement liés à ces sujets, tirés par des besoins industriels urgents, sont de plus en plus intenses et répandus, mais les résultats sont encore loin de la maturité atteinte dans les autres procédés de mise en forme.

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre projet de recherche, qui tend à établir le lien potentiel entre les propriétés rhéologiques de la poudre métallique et les performances du procédé fusion laser sur lit de poudre FLLP (*en anglais, laser powder bed fusion L-PBF*).

Pour ce, dans le premier chapitre du rapport, la mécanique du milieu granulaire sera introduite et une revue des différentes propriétés intrinsèques de la poudre et de leur impact sur la mécanique d'écoulement de la poudre sera présentée. Le procédé de fusion laser sur lit de poudre sera présenté en insistant sur le lien entre les propriétés de la poudre et les performances du procédé. Ce chapitre mettra l'accent sur la complexité du comportement dynamique de la poudre et de sa dépendance face aux propriétés intrinsèques de la poudre et aux conditions environnementales ainsi qu'aux spécificités du procédé de fabrication ce qui permettra d'introduire la problématique et les objectifs de ce projet de recherche.

Les chapitres suivants présentent les trois publications scientifiques rédigées dans le cadre de ce projet se rapportant notamment à la compréhension des relations entre les propriétés intrinsèques des poudres, les propriétés rhéologiques et les performances des pièces fabriquées par le procédé de fusion laser sur lit de poudre; et la mise en place d'un nouvel outil de caractérisation des propriétés d'étalement des poudres destiné aux procédés de fabrication additive sur lit de poudre.

CHAPITRE 1

MISE EN CONTEXTE ET REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1 Introduction au milieu granulaire – poudre métallique

Le milieu granulaire est un terme utilisé pour désigner le type de matériau constitué d'un grand nombre de particules qui présente un comportement intermédiaire entre celui des solides et celui des liquides.

En effet, quand une poudre est versée dans un contenant, celle-ci se comporte comme un liquide en prenant la forme du contenant. Mais si le contenant est légèrement incliné, la poudre ne bouge pas comme si elle était un bloc solide de matière. Cependant, si le contenant est incliné à un certain point, la poudre commencera à s'écouler, se comportant ainsi à nouveau comme un liquide. Ce changement de comportement et la transition entre le comportement des deux états, solide et liquide, est la caractéristique la plus remarquable des milieux granulaires. Mais contrairement aux solides et aux liquides, dont les propriétés et le comportement sont bien maîtrisés, la compréhension de la dynamique des milieux granulaires est encore limitée et la description de son comportement reste encore largement phénoménologique et grossièrement définie par des expressions mathématiques.

Pour bien comprendre la dynamique du milieu granulaire, il faut d'abord bien connaître les caractéristiques des particules qui le constituent, ainsi que les phénomènes d'interaction entre ces particules et comment elles se comportent en tant qu'ensemble.

Les caractéristiques des particules d'une poudre comme sa taille, sa granulométrie, sa morphologie, sa porosité... sont grandement influencées par son procédé de fabrication. Dans la section 1.1.1 de ce chapitre, les principaux procédés de fabrication de poudre métallique sont introduits en mettant l'accent sur les procédés généralement utilisés pour la production de poudres destinées à la fabrication additive.

Dans la section 1.1.2, nous introduirons les différentes caractéristiques intrinsèques de la poudre ainsi que les principales techniques de caractérisation de ses propriétés.

Dans la dernière section 1.1.3, nous discuterons de la mécanique des milieux granulaires en insistant sur le comportement rhéologique des poudres métalliques.

1.1.1 Techniques de production des poudres métalliques

La production de poudres métalliques peut être réalisée par différentes techniques de fabrication (Figure 1.1) qui peuvent être classées selon trois grandes catégories : les procédés mécaniques se basant essentiellement sur le broyage et le tamisage; les procédés chimiques et les procédés physiques se basant essentiellement sur l'atomisation.

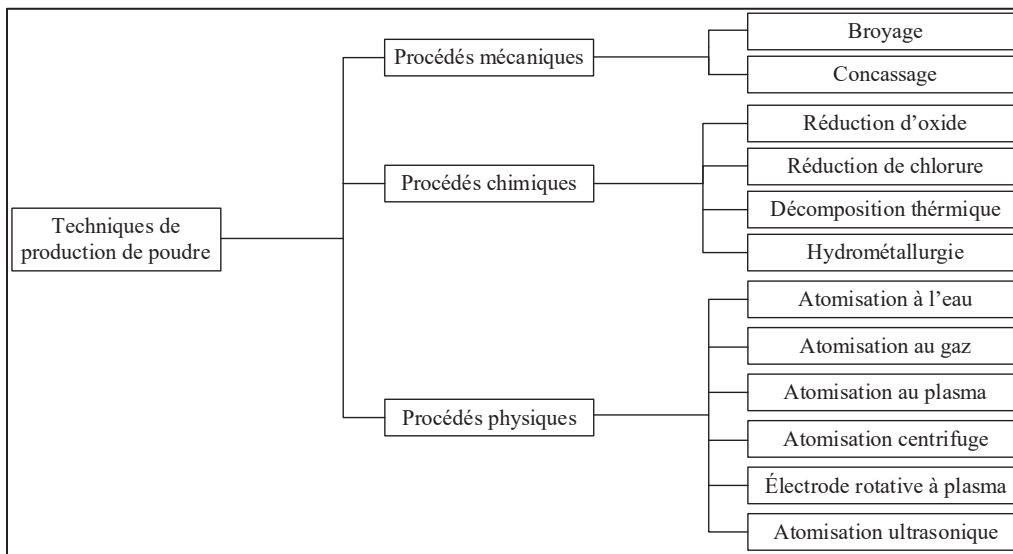


Figure 1.1 Les différentes techniques de production des poudres métalliques

Chaque technique produit des poudres avec des caractéristiques spécifiques des particules en termes de distribution de tailles, de morphologie, de pureté et de densité. La Figure 1.1 résume les principales techniques de production de poudres métalliques (Capus, 2005; Hohmann, Diemar, Ludwig, & Zenker, 1992; Mais & Mowbray, 1998; Neikov & Yefimov, 2009; Poster, 1966; Reddy & Antony, 2003; Yukimasa & Takemori, 1989). Il existe un grand nombre de techniques de production, les méthodes les plus fréquemment utilisées pour la

production de poudre métallique destinée à la fabrication additive sont présentées dans les sections suivantes.

1.1.1.1 Procédés mécaniques

Les procédés mécaniques de production de poudre impliquent le broyage ou le concassage de gros morceaux de métaux fragiles en particules de poudre qui sont ensuite tamisées pour obtenir une poudre avec une distribution de taille spécifique. Cette méthode de production est couramment utilisée pour la production de poudres d'intermétalliques et de ferroalliages (Sago, Newkirk, & Brasel, 1997). Les particules de poudre produites en utilisant les méthodes mécaniques sont typiquement très irrégulières. Les poudres broyées sont généralement utilisées comme matière première pour la méthode d'atomisation au plasma ou sont soumises à un post-traitement comme la sphéroïdisation au plasma décrite ci-après (Popovich & Sufiiarov, 2016).

1.1.1.2 Procédés chimiques

La production de poudres métalliques par procédés chimiques (réduction d'oxydes, réduction de chlorure, électrolyse, hydrométallurgie, décomposition thermique...) est une méthode qui consiste à transformer une solution chimique contenant des ions métalliques en poudre métallique par le biais d'une réaction chimique. Le principe général du procédé implique la précipitation des ions métalliques de la solution en présence d'un réactif chimique approprié, tel qu'un réducteur ou un complexant, qui conduit à la formation de particules solides. Le procédé chimique offre un contrôle précis sur la composition chimique et la taille des particules (Yukimasa & Takemori, 1989).

1.1.1.3 Procédés physiques

L'atomisation est un processus en deux étapes ; la dispersion du métal fondu suit par la solidification des gouttelettes liquides. L'énergie nécessaire pour la dispersion est fournie par des sources telles que des jets à haute vitesse d'eau, de gaz, de plasma ou par une action centrifuge. À la suite de leur dispersion, les gouttelettes fondues cherchent à minimiser leur

énergie de surface en prenant une forme sphérique avant de se solidifier. La vitesse et l'efficacité du processus dépendent de la tension de surface du métal fondu et de la température interne des gouttelettes (Baskoro & Supriadi, 2019; G. Chen et al., 2018; Lawley, 1978; Neikov & Yefimov, 2009).

Atomisation à l'eau

Dans le procédé d'atomisation à l'eau, le métal est d'abord fondu dans un four avant d'être transféré dans un répartiteur (un creuset qui régule le débit de la masse fondue dans l'atomiseur). Le filet du métal en fusion pénètre dans la chambre d'atomisation et des jets d'eau sous haute pression forcent le bris du film du métal liquide en fines gouttelettes qui se solidifient par la suite pour obtenir de la poudre qui est recueillie dans le fond de la chambre (Figure 1.2-a). Des étapes de traitement supplémentaires sont ensuite nécessaires pour sécher la poudre. La poudre de métal produite avec cette technique a typiquement une morphologie très irrégulière due à la vitesse de refroidissement élevée (Neikov & Yefimov, 2009). L'atomisation à l'eau est utilisée principalement pour la production de poudres des matériaux non réactifs tels que les aciers et le fer. Le principal avantage de l'atomisation à l'eau réside dans le fait qu'il s'agit d'un procédé moins coûteux caractérisé par une productivité élevée en comparaison avec les autres types d'atomisation.

Atomisation au gaz

Le processus d'atomisation au gaz imite l'atomisation à l'eau, le différentiateur étant l'utilisation de gaz au lieu d'eau pendant le traitement (Figure 1.2-b) (Frishberg, 2009; Neikov & Yefimov, 2009; Popovich & Sufiiarov, 2016). L'air peut être utilisé comme milieu d'atomisation, mais il est plus probable qu'un gaz inerte (azote ou argon) soit utilisé pour réduire le risque d'oxydation et de contamination du métal. En raison de la capacité calorifique inférieure du gaz (par rapport à l'eau), les gouttelettes de métal ont un temps de solidification accru, ce qui conduit à des particules de poudre plus sphériques (temps de sphéroïdisation des gouttelettes plus court que le temps de solidification). Bien qu'il ne soit pas possible d'avoir un contrôle complet sur la taille des particules de la poudre atomisée, la

distribution peut être contrôlée en variant le rapport entre le débit de gaz et le flux de métal fondu.

L'atomisation par fusion à induction par électrode (EIGA) est une variante d'atomisation de gaz où le métal est introduit dans l'atomiseur sous la forme d'une tige qui est fondue par une bobine d'induction juste avant d'entrer dans la chambre d'atomisation (Neikov & Yefimov, 2009; Popovich & Sufiiarov, 2016). Cette application est utilisée pour le traitement d'alliages réactifs, tel que Ti-6Al-4V, minimisant le risque de contamination par l'exposition du titane fondu au creuset et à l'atmosphère (Gopienko & Neikov, 2009). L'atomisation au gaz est présentement la principale méthode de production de poudres métalliques pour la fabrication additive (Popovich & Sufiiarov, 2016).

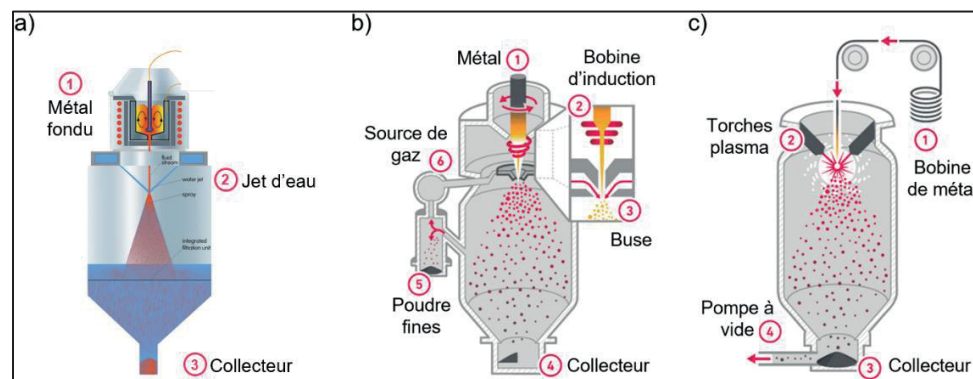


Figure 1.2 Principe du procédé d'atomisation a) à l'eau, b) au gaz et c) au plasma Adaptée de (Hasdemir, 2020)

Atomisation au plasma

L'atomisation au plasma est une méthode de production de particules hautement sphériques. Le matériau initial utilisé dans le procédé peut être soit sous forme de fil soit sous forme de poudre. La bobine de fil ou la poudre sont introduites dans la chambre d'atomisation, où elles sont simultanément fondues et atomisées par des torches à plasma coaxiales et des jets de gaz, tels que représentés sur la Figure 1.2-c (Neikov & Yefimov, 2009; Popovich & Sufiiarov, 2016).

Le processus d'électrode rotative à plasma (PREP) est une variante de l'atomisation au plasma, dans lequel une barre rotative est utilisée à la place d'une bobine de fil. Lorsque la

barre rotative entre dans la chambre d'atomisation, les torches à plasma font fondre l'extrémité de la barre, éjectant le matériau de sa surface. La masse fondue se solidifie avant de frapper les parois de la chambre (Neikov & Yefimov, 2009; Popovich & Sufiiarov, 2016). Cette méthode produit une poudre de haute qualité (sphéricité, pureté), mais elle est limitée par les coûts élevés de fabrication des électrodes métalliques (barres rotatives).

L'atomisation au plasma est une technique relativement nouvelle, développée pour la production de poudres de haute pureté pour les métaux réactifs et les alliages à haut point de fusion comme le titane, le zirconium, le tantale, etc (Naboychenko, Murashova, & Neikov, 2009a, 2009b). L'atomisation au plasma permet de produire des poudres de particules fines et sphériques avec très peu de satellites.

Atomisation par action centrifuge

Le processus d'atomisation par action centrifuge disperse le métal fondu en utilisant un disque tournant à grande vitesse dans la direction tangentielle. La taille des particules peut être contrôlée par la vitesse de rotation du disque (Neikov & Yefimov, 2009). Ce processus engendre une poudre plus sphérique, caractérisée par une porosité interne inférieure à celle obtenue par atomisation au gaz. Toutefois, il ne permet pas d'obtenir une qualité équivalente à celle obtenue par les procédés d'atomisation par plasma ou PREP. Il convient néanmoins de souligner que ce processus est plus économique que les deux méthodes d'atomisation au plasma (Popovich & Sufiiarov, 2016; Radchenko & Gogaev, 2022).

Atomisation par sonotrode ultrasonique

L'atomisation par sonotrode ultrasonique utilise une plaque générant des vibrations ultrasoniques à haute fréquence couverte par une couche de métal fondu. Les vibrations ultrasoniques générées par le sonotrode provoquent des ondes de choc qui agissent sur le métal liquide, entraînant la fragmentation en gouttelettes fines. Cette technique demande peu d'espace pour être réalisée, génère des particules sphériques, permet de produire des particules très fines requises par certains procédés et offre un contrôle élevé de la granulométrie (Cacciopoli, Clausen, Bonjour, & Pralong, 2002).

Sphéroïdisation au plasma

La sphéroïdisation au plasma n'est pas une méthode de production, mais une méthode de traitement supplémentaire de la poudre qui permet de changer la forme des particules pour obtenir une poudre hautement sphérique. La poudre broyée est alimentée du haut et traverse la chambre sous l'effet de la gravité et différentes torches plasma viennent chauffer jusqu'à la fusion les particules de poudre. Les particules de poudre individuelles sont totalement fondues et se solidifient sous une forme sphérique (Neikov & Yefimov, 2009; Popovich & Sufiiarov, 2016). Les avantages du procédé ne sont pas limités par le changement de la forme des particules ; il diminue également la porosité interne des particules et améliore la pureté de la poudre notamment en réduisant la teneur en oxygène et hydrogène par évaporation (Bao, Yang, Wen, Guo, & Guo, 2021; Kaplanskii et al., 2018). Cette technique est souvent utilisée pour la remise à niveau des poudres après plusieurs cycles d'utilisations dans la fabrication additive.

1.1.1.4 Contamination lors de la production de la poudre

Lors de la production de poudre métallique, il y a un risque de contamination qui peut provenir de différentes sources. Les principaux facteurs de contamination sont la présence d'impuretés dans les matières premières, la contamination croisée entre différents matériaux et la contamination de l'environnement de production, notamment lors de la manipulation de la poudre. Les impuretés dans les matières premières peuvent provenir de diverses sources, telles que des résidus de production antérieure, des impuretés naturelles ou des contaminants environnementaux. La contamination croisée peut survenir lorsque différents matériaux sont produits dans la même installation de production ou lors de la manipulation de la poudre. Les résidus de poudre peuvent être transférés d'un lot à l'autre, ce qui peut affecter la qualité de la poudre produite. Pour minimiser ce risque, il est important de nettoyer soigneusement les équipements de production et de stockage entre chaque lot et d'adopter des pratiques de manipulation appropriées pour éviter la contamination croisée. La contamination environnementale peut provenir de sources telles que l'air, l'eau ou la poussière, qui peuvent contenir des particules de contaminants qui peuvent se mélanger à la poudre métallique

pendant la production. Pour minimiser ce risque, il est essentiel de maintenir un environnement de production propre et contrôlé, en utilisant des équipements de filtration et de ventilation adéquats pour réduire la quantité de contaminants présents dans l'air et l'eau.

1.1.1.5 Coûts des poudres destinées à la fabrication additive métallique

Les coûts des poudres destinées à la fabrication additive métallique dépendent de la valeur des éléments d'alliage précurseurs, la matière première utilisée (lingot, poudre, rebut métallique), la quantité commandée, la plage de distribution de taille requise, les opérations de post-traitement et les coûts de production.

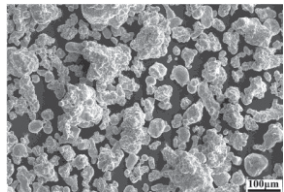
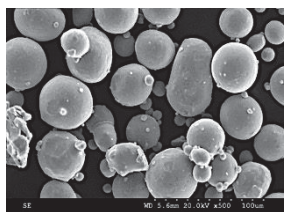
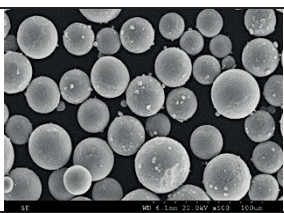
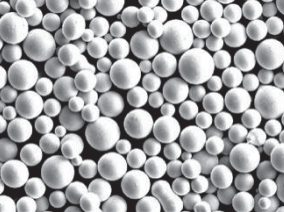
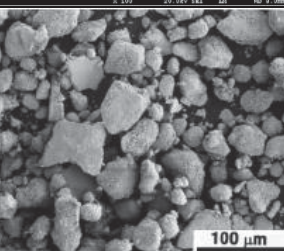
La poudre à la sortie des atomiseurs a généralement une distribution de taille étalée et seulement une plage spécifique de taille est adaptée à l'utilisation dans les procédés de fabrication additive, nécessitant ainsi des opérations de tamisage pour isoler les plages désirées et générant bien souvent beaucoup de rebuts (plage de taille non utilisée dans les procédés FA ou dans d'autres procédés de métallurgie de poudre).

Le Tableau 1.1 présente une estimation des coûts moyens au kilogramme des poudres de différents alliages communément utilisés dans les procédés de fabrication additive métallique. Dépendamment du procédé considéré et de la capacité de la machine utilisée, une quantité allant de 5kg à 100kg de poudre peut être requise pour lancer une fabrication (une grande partie de la poudre ne sera pas consolidée et sera recyclée et réutilisée).

Tableau 1.1 Coûts de différentes poudres métalliques FA-LP
Tirée de (T. T. Wohlers et al., 2022)

Matériau	Prix estimé par kilogramme (\$ CAD)
AlSi10Mg (alliage d'aluminium)	107
AlSi7 (alliage d'aluminium)	102
316-L (acier inoxydable)	120
17-4 PH (acier inoxydable)	107
Acier maraging	182
Ti-6Al-4V (Alliage de titane)	497
Titane pur (grade 2)	497
Inconel 718	199
Inconel 625	199

Tableau 1.2 Résumé des techniques de production de poudres utilisées pour la FA-LP

Techniques	Avantages	Limitations	Taille	Morphologie
Atomisation à l'eau	<ul style="list-style-type: none"> -Productivité élevée -Différentes plages de tailles de particules -Matière première en lingot -Faible coût -Production de masse 	<ul style="list-style-type: none"> -Nécessitent post-traitement pour sécher l'eau -Forme irrégulière -Présence de satellites -Rendement faible 20-150µm -Contaminations -Matériau non réactif 	0-500 µm	
Atomisation au gaz	<ul style="list-style-type: none"> -Productivité élevée -Particules sphériques -Différentes plages de taille de particules -Matière première en lingot -Matériau réactif 	<ul style="list-style-type: none"> -Présence de satellites -Large distribution des tailles 	0-500 µm	
Atomisation au plasma	<ul style="list-style-type: none"> -Sphéricité élevée -Pureté élevée -Matériau réactif -Matériau à point de fusion élevé 	<ul style="list-style-type: none"> -Matière première sous forme de fil ou de poudre -Coût élevé 	0-200 µm	
Électrode rotative à plasma	<ul style="list-style-type: none"> -Sphéricité élevée -Pureté élevée -Matériau réactif -Matériau à point de fusion élevé 	<ul style="list-style-type: none"> -Productivité faible -Barre rotative de haute qualité -Coût élevé 	0-100 µm	
Broyage	<ul style="list-style-type: none"> -Productivité élevée -Faible coût 	<ul style="list-style-type: none"> -Particule de forme irrégulière -Taux élevé (H,O) 	45-500 µm	

1.1.2 Propriétés intrinsèques de la poudre

Les différentes techniques de production génèrent des poudres avec des caractéristiques distinctes. Dans les sections suivantes, les propriétés intrinsèques des poudres et les techniques de caractérisation associées sont présentées. Les propriétés intrinsèques des

particules définissent le comportement de la poudre (ensemble de particules) et régissent ses propriétés extrinsèques, notamment les propriétés rhéologiques et volumétriques comme présentées dans la Figure 1.3. Les propriétés extrinsèques de la poudre et les principales techniques de caractérisation associées sont présentées dans la section 1.1.3.

Les méthodes et les procédures de caractérisation des poudres destinées à la fabrication additive sont énumérées et présentées dans la norme ISO/ASTM52907.

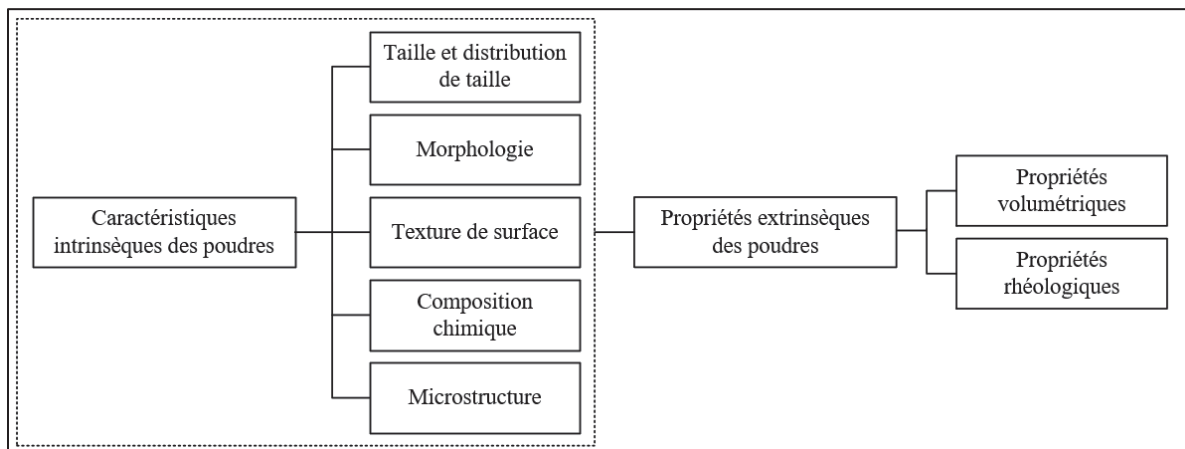


Figure 1.3 Caractéristiques intrinsèques et propriétés extrinsèques des poudres

Les propriétés extrinsèques des poudres et les techniques de caractérisation correspondantes seront présentées dans la section 1.1.3.

1.1.2.1 Taille et distribution des tailles

La taille des particules est une caractéristique importante de la poudre et régit en grande partie son comportement (écoulement, fluidisation, échange thermique...), d'où l'importance de caractériser cette grandeur rigoureusement. Pour des particules de forme sphérique, leurs tailles sont représentées par leurs diamètres et cette grandeur permet de déterminer toutes les autres caractéristiques géométriques (volume, surface...). Mais lorsque la morphologie des particules se complexifie, il est nécessaire d'avoir plus qu'une grandeur afin d'évaluer et de représenter fidèlement leurs tailles. Ainsi la taille et la forme des particules sont deux paramètres indissociables qu'il convient de traiter conjointement. Les particules de poudre peuvent avoir différentes formes (sphérique, angulaire, aiguille, filiforme, etc.) et la pratique

courante pour représenter leurs tailles est d'utiliser le diamètre équivalent qui correspond au diamètre qu'aurait une sphère hypothétique ayant le même volume ou la même surface. Il est possible de définir le diamètre équivalent en se basant sur les formules présentées dans le Tableau 1.3. Lors de la présentation des résultats, il est important de spécifier la formule utilisée pour le calcul du diamètre équivalent.

Tableau 1.3 Définition des diamètres équivalents utilisés pour décrire les tailles de particules
Adaptée de (Gupta & Yan, 2016)

Symbole	Appellation	Définition	Formule
d_v	Diamètre volumique équivalent	Diamètre d'une sphère ayant le même volume que la particule	$d_v = \left(\frac{6}{\pi} V_p\right)^{1/3}$
d_s	Diamètre surfacique équivalent	Diamètre d'une sphère ayant la même surface que la particule	$d_s = (S/\pi)^{1/2}$
d_{sv}	Diamètre surface-volume équivalent	Diamètre d'une sphère ayant le même rapport surface/volume que la particule	$d_{sv} = d_v^3/d_s^2$
d_d	Diamètre de trainée	Diamètre d'une sphère présentant la même résistance à l'avancement F_d que la particule dans un fluide de viscosité identique μ_f et à la même vitesse V_p	$d_d = F_d/3\mu_f V_p$
d_f	Diamètre de chute libre	Diamètre d'une sphère ayant la même densité et la même vitesse de chute libre que la particule dans un fluide de densité et de viscosité identiques	
d_{st}	Diamètre de Stokes	Diamètre de chute libre d'une particule dans un fluide en écoulement laminaire, de nombre de Reynolds petit	$d_{st} = (d_v^3/d_d)^{1/2}$
d_a	Diamètre d'aire projetée	Diamètre d'un cercle ayant la même surface que l'aire projetée de la particule A_p , celle-ci étant en position stable	$d_a = (4A_p/\pi)^{1/2}$
d_p	Diamètre d'aire projetée	Diamètre d'un cercle ayant la même surface que l'aire projetée de la particule, celle-ci ayant une orientation aléatoire	Valeur moyenne pour toutes les orientations possibles
d_{pr}	Diamètre périmétrique	Diamètre d'un cercle ayant le même périmètre que la projection du contour de la particule	
d_t	Diamètre de tamisage	Ouverture minimale du tamis à travers laquelle la particule peut passer	
d_F	Diamètre de Feret	Largeur de la plus petite bande de plan, parallèle à une direction donnée, qui contient entièrement l'image de la particule	
d_M	Diamètre de Martin	Longueur moyenne de la corde de la projection du contour de la particule	
d_r	Diamètre déroulé	Longueur moyenne de la corde passant par le centre de gravité de la particule	

L'analyse granulométrique d'une poudre consiste à évaluer la taille (le diamètre équivalent) d'un ensemble significatif de particules, puis à présenter les résultats obtenus sous la forme

d'une distribution ou d'une répartition. Afin d'obtenir une telle représentation, les particules sont réparties en différentes classes selon leur taille respective et une fraction (pourcentage en volume, pourcentage en masse ou fréquence) est affectée à chaque classe de taille. La distribution des tailles des particules peut être présentée sous forme d'histogramme, de tableau ou sous forme de lois de distributions. La distribution des tailles est aussi couramment représentée par une courbe cumulative. Une fois la distribution des tailles établie, il est d'usage d'évaluer certaines grandeurs d'intérêt comme la moyenne, le mode, la médiane, l'écart-type, les valeurs centiles (D10, D50, D90) et la largeur de la distribution. Certes il est plus rigoureux d'utiliser et de considérer la distribution des tailles en entier, mais ces différentes grandeurs peuvent s'avérer très utiles et permettre une manipulation plus facile des données collectées notamment pour comparer différentes poudres, expliquer le comportement de la poudre et établir des corrélations statistiques.

Plusieurs techniques avec différents principes existent pour déterminer la granulométrie des poudres (Califice, Michel, Dislaire, & Pirard, 2013; Islam, Hawkins, Meyer, & Sharman, 2022; Austin T Sutton, Kriewall, Leu, & Newkirk, 2017). Les principales techniques peuvent être classées suivant les différentes catégories :

- Les méthodes basées sur la dispersion de la lumière par les particules de poudre à caractériser (light scattering)
- Les méthodes acoustiques où les spectres d'atténuation d'ondes acoustiques sont analysés
- Les méthodes séparatives comme la sédimentation et le tamisage
- Les méthodes basées sur la diffraction d'un faisceau laser (laser diffraction)
- Les méthodes d'imagerie couplées à des algorithmes d'analyse d'image (microscopie, tomographie par rayon X...)

Le choix de la méthode de mesure se fait en fonction de la plage des tailles des particules à mesurer, de l'information recherchée (distribution en volume, en nombre ou en masse), de l'état de la poudre (poudre sèche, lubrifiée...), de la quantité disponible de poudre, du nombre de particules à tester, du niveau de précision recherché et des coûts associés à la mesure. Les particules sont des éléments ayant des morphologies complexes donc la taille (ou le diamètre) évalué par les mesures dépend en partie de la technique employée.

1.1.2.2 Morphologie des particules

Pour compléter l'information apportée par le diamètre équivalent, il est nécessaire de lui associer un indice descriptif de la morphologie des particules. ASTM F1877-16 a établi des définitions pour de nombreuses formes de particules, qui peuvent être classifiées selon leurs aspects généraux (dendritique, aiguille, aciculaire, irrégulière, sphérique, flocon...). La morphologie des particules peut aussi être exprimée d'une façon quantitative par un nombre unique adimensionnel appelé « facteur de forme ». Certes, cette représentation par un nombre unique peut être ambiguë puisque deux particules de formes différentes peuvent être représentées par la même valeur de facteur de forme et cette valeur unique en elle-même ne comporte pas les informations suffisantes permettant de reproduire la forme exacte de la particule, mais cette représentation permet une manipulation mathématique des données et offre un moyen facile de comparer les différentes particules.

La morphologie des particules peut être évaluée par des méthodes d'imagerie couplées à des algorithmes d'analyse d'image (microscopie, tomographie par rayon X...)

Dans la littérature, plusieurs définitions du facteur de forme ont été établies, une liste non exhaustive des facteurs de forme est présentée dans le Tableau 1.4 (Charbonneau, Bernier, Pelletier, & Lefebvre, 2022; Hickey & Concessio, 1997; Mikli, Kaerdi, Kulu, & Besterici, 2001).

Tableau 1.4 Définition des facteurs de formes utilisés pour décrire la morphologie des particules de poudre

Facteur de forme	Formule
Élongation	<i>La plus grande longueur (L)/La plus grande largeur (B)</i>
Ratio de l'aire projetée	<i>Aire projetée de la particule/Aire du rectangle (LB)</i>
Sphéricité (surface)	$\frac{\text{Surface de la sphère de même volume que la particule}}{\text{Surface de la particule}}$
Sphéricité (volume)	$\frac{\text{Volume de la sphère de même surface que la particule}}{\text{Volume de la particule}}$
Circularité	$4\pi \text{ aire projeté de la particule} / \text{Périmètre de la particule}^2$
Rondeur	$4 \text{ aire projeté de la particule} / (\pi \text{ La plus grande longueur})^2$

1.1.2.3 Texture de surface

De même que pour la taille et la morphologie, la texture de surface des particules est influencée par la méthode de production de la poudre (Austin T Sutton et al., 2017; Zavala, 2012). Les particules de poudre peuvent avoir une surface lisse ou rugueuse, et peuvent également présenter des aspérités, des fissures ou des satellites. Les techniques d'inspection par microscopie peuvent être utilisées pour évaluer la texture de surface des particules.

La surface rugueuse des particules augmente la surface de contact et amplifie la friction interparticulaire impactant les propriétés d'écoulement et d'entassement de la poudre.

1.1.2.4 Porosité et surface spécifique

La poudre est un assemblage de particules solides et de gaz qui occupe l'espace les séparant. Ainsi, lorsqu'on parle de porosité de la poudre, il est d'usage de différencier deux grandeurs principales qui sont la porosité interne des particules et la porosité interstitielle. La matière solide formant une particule de poudre n'occupe pas obligatoirement l'intégralité du volume défini par son contour externe. En effet, les particules peuvent comporter des pores internes et des pores ouverts débouchant sur la surface.

Le volume d'une particule de poudre correspond à la somme du volume solide et du volume de vide qu'il contient. On définit alors la porosité interne d'une particule de poudre comme le rapport entre le volume des pores et le volume total de la particule défini par son contour géométrique externe.

La porosité interne d'une particule de poudre résulte des différents traitements (thermique, mécanique, chimique, etc.) subits lors du processus de production de la poudre. La porosité interne des particules peut être évaluée par l'utilisation de techniques d'imagerie avancées comme la tomographie par rayon X ou la microscopie à balayage.

L'interface entre la partie solide des particules et les vides interstitiels est le lieu où se passent les échanges thermiques, mécaniques, chimiques, électriques... Elle peut être

représentée par la surface spécifique qui représente la surface totale développée en considérant toutes les irrégularités de surface de la particule.

1.1.2.5 Composition chimique

La composition chimique des poudres fait référence à la composition élémentaire des particules présentes dans l'amas de poudre. Une distinction peut être faite entre la composition chimique interne des particules et la composition chimique de la surface externe qui est sujette à des contaminations externes notamment avec la formation de couches d'oxydes. Plusieurs techniques de caractérisation sont disponibles selon le niveau de précision souhaité et selon les éléments chimiques à évaluer. La composition chimique des poudres peut être analysée par spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X (*en anglais, X-Ray photoelectron spectrometry : XPS*), spectrométrie à électrons d'Auger (*en anglais, Auger electron spectroscopy AES*), spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (*en anglais energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS ou EDXS*), la spectroscopie infrarouge, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (*en anglais, Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy, ICP-OES*) et la fusion sous gaz inerte (*en anglais, Inert gas fusion, ASTM E3346, détection taux d'oxygène, d'hydrogène, de nitrogène et d'azote*).

1.1.2.6 Microstructure

La microstructure des poudres correspond aux caractéristiques des grains, des phases et des inclusions présentes au niveau des particules. Elle est définie par le matériau considéré et est influencée par la méthode de production de poudre utilisée. Pour caractériser la microstructure des particules de poudre métallique, diverses techniques d'analyse peuvent être utilisées, telles que la diffractométrie de rayons X (XRD), la microscopie électronique à balayage (SEM), la microscopie par sonde ionique focalisée (FIB), la microscopie électronique en transmission (TEM), la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) et les méthodes d'analyse thermique (TGA, DSC, DTA).

1.1.3 Propriétés extrinsèques de la poudre

1.1.3.1 Masses volumiques

Par définition, la masse volumique d'un corps est la masse de son unité de volume. Pour des solides ou des liquides, cette définition est sans ambiguïté, mais porte à confusion lorsqu'on parle de la masse volumique d'une poudre puisqu'elle dépend de la porosité interne des particules (fixe) et de la porosité interstitielle (variable). Ainsi, pour les poudres, plusieurs définitions de la masse volumique peuvent être définies notamment les masses volumiques réelle (ASTM B923), apparente (ASTM B212) et tassée (ASTM B527).

Masse volumique réelle ρ_s

Il s'agit de la masse volumique réelle du matériau constituant les particules solides. La masse volumique réelle peut être déterminée par la méthode de pycnométrie à hélium qui consiste à mesurer le volume et la masse spécifique des parties solides (particules) de l'amas de poudre.

Masse volumique apparente ρ_{app} et tassée

La masse volumique apparente de la poudre ou aussi appelée la densité apparente est définie comme le rapport entre la masse M_{poudre} et le volume total V_{poudre} de l'amas de poudre :

$$\rho_{app} = \frac{M_{poudre}}{V_{poudre}} = \frac{M_{poudre}}{V_{solide} + V_{vide}} \quad (1.1)$$

Le volume du vide dans l'amas de poudre étant fonction de l'état et de la manière dont les particules sont empilées, différentes grandeurs peuvent être définies. La masse volumique aérée où la poudre est tamisée pour individualiser des particules avant d'évaluer le volume; la masse volumique versée où le volume est évalué en versant une poudre dans un contenant de volume connu (ASTM B212, ASTM B417); et la masse volumique tassée où le volume est évalué pour un amas de poudre soumis à des vibrations ou à des tapotements (ASTM B527).

1.1.3.2 Rhéologie des poudres

La rhéologie des poudres est la science de l'étude de la déformation et de l'écoulement des matériaux granulaires sous l'effet de contraintes données (Wilson, 2018). Dans les sections qui vont suivre, les mécanismes régissant l'écoulement de la poudre sont introduits et une revue des outils de caractérisation rhéologique est présentée.

1.1.3.2.1 Mécanismes régissant l'écoulement de la poudre

Une compréhension plus approfondie du comportement rhéologique de la poudre peut être obtenue en comprenant les mécanismes d'interaction qui existent entre les particules.

La loi de Coulomb (1776) est utilisée pour la caractérisation du frottement entre particules.

$$\tau = \mu\sigma + c \quad (1.2)$$

Tous les phénomènes de friction interparticulaires sont pris en compte par le terme $\mu\sigma$ (la composante normale du poids multipliée par le coefficient de frottement statique divisé par la surface de glissement). Tous les autres phénomènes d'interaction entre les particules au-delà de la friction sont pris en compte dans le terme de cohésion c et sont décrits ci-après.

Forces de Van der Waals

Les forces de Van der Waals sont des forces attractives entre particules qui varient selon la distance selon une loi de puissance. Lorsque comparées à la force gravitationnelle, les forces de Van der Waals sont faibles, mais elles sont non négligeables pour les poudres très fines.

Forces électrostatiques

Les particules de poudre peuvent aussi avoir des interactions attractives ou répulsives dues aux charges électrostatiques accumulées lors des contacts particule-particule et paroi-particule. Plusieurs facteurs peuvent influencer le taux d'accumulation des charges, notamment la taille, la morphologie, la composition chimique, la texture de surface, la

fréquence des contacts et les conditions environnementales. Les charges électrostatiques accumulées se dissipent à la surface du grain à un taux proportionnel au produit de la surface spécifique et de la résistivité de la surface de la particule.

Ponts liquides

Lorsque la surface des particules est couverte d'une fine couche de liquide, il y aura un autre type d'interaction nommé ponts liquides ou force capillaire. Cette interaction se caractérise par la formation d'un lien entre les particules.

La force d'interaction entre les particules a des origines différentes : la composante axiale de la tension superficielle de l'interface solide/liquide/gaz ; et la force résultante de la pression hydrostatique du pont liquide.

1.1.3.2.2 Techniques de caractérisation de l'écoulement de la poudre

Il existe un grand nombre de techniques destinées à évaluer les propriétés rhéologiques des poudres se basant sur différents principes selon le type d'écoulement étudié (gravitationnel, mécanique, compression, fluidisé...). La grande variété des méthodes n'est pas surprenante sachant que le comportement des matériaux granulaires dépend grandement de l'état de contrainte qui produit l'écoulement de la poudre de l'application étudiée. La partie qui suit inclut une brève revue des dispositifs et appareils les plus couramment utilisés pour caractériser et décrire l'écoulement des poudres métalliques.

Angles de repos statique et dynamique

L'angle de repos statique, défini par les standards ISO-4490 et ASTM B213, consiste à déverser une quantité de poudre donnée à travers un entonnoir sur une surface plane (Figure 1.4-a). L'angle entre la surface de référence et la pente du cône de l'amas de poudre formé est évalué et considéré comme indicateur des performances d'écoulement de la poudre. Un angle de repos plus petit indique des forces cohésives plus faibles et vice versa. Cette méthode permet une évaluation simple et rapide, mais il fut démontré que les résultats du test dépendent grandement de la façon dont l'opérateur déverse la poudre dans

l'entonnoir. De plus, certaines poudres peuvent ne pas s'écouler à travers l'orifice en raison d'un blocage dû à la taille des particules. (Schulze, 1996).

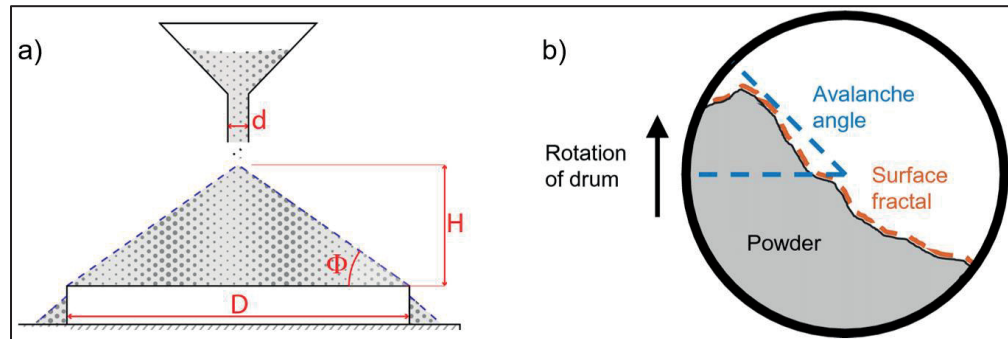


Figure 1.4 Représentation des principes d'évaluation de a) l'angle de repos et b) l'angle d'avalanche
Tirée de (Haferkamp, Liechti, Spierings, & Wegener, 2021a)

L'angle de repos dynamique aussi appelé l'angle d'avalanche est évalué en utilisant un tambour transparent rotatif rempli d'une quantité donnée de poudre (Figure 1.4-b). Une caméra prend des images de la section transversale de la poudre à l'intérieur du tambour lors de sa rotation qui sont analysées pour évaluer notamment l'angle d'avalanche et la dimension fractale du profil de surface de la poudre (Amado, Schmid, Levy, & Wegener, 2011; H. Gu, Gong, Dilip, & Pal, 2014). Un angle d'avalanche plus petit indique des forces cohésives plus faibles et vice versa.

Indice de Carr et ratio d'Hausner

Les indices de Carr (ASTM D6393) et de Hausner (Hausner, 1981) sont des indices utilisés pour classer l'écoulement des poudres se basant sur les mesures des masses volumiques, ils sont très couramment utilisés considérant la simplicité de la mesure et de l'analyse.

L'indice de compressibilité de *Carr* est calculé comme suit

$$\text{Indice de Carr} = \frac{\rho_{\text{tassée}} - \rho_{\text{apparente}}}{\rho_{\text{apparente}}} \times 100 \quad (1.3)$$

Et le ratio de *Hausner* est calculé comme suit :

$$\text{Hausner ratio} = \frac{\rho_{\text{tassée}}}{\rho_{\text{apparente}}} \quad (1.4)$$

$\rho_{tassée}$ et $\rho_{apparente}$ étant respectivement les masses volumiques tassée et apparente mesurées selon la norme ASTM D7481. Selon la valeur des indices calculés, l'écoulement de la poudre peut être évalué selon la classification présentée dans le Tableau 1.5.

Tableau 1.5 Caractérisation de l'écoulement selon l'indice de Carr et le ratio d'Hausner

Écoulement	Excellent	Bon	Moyen	Faible	Très faible	Mauvais
<i>Carr</i>	5-15	12-16	18-21	23-35	33-38	>40
<i>Hausner</i>	1.00-1.11	1.11-1.19	1.19-1.35	1.34-1.45	1.45-1.59	>1,59

Plusieurs sources d'erreurs peuvent intervenir lors de la mesure de ces indices. Leur manque de sensibilité à plusieurs facteurs a été démontré (Soh, Liew, & Heng, 2006), mais ils peuvent se montrer très utiles en les utilisant comme des indices indicatifs et comparatifs simples.

Écoulement à travers un orifice

Cette catégorie englobe plusieurs dispositifs (Hall (ASTM B213), Carney (ASTM B964), Gustavsson (ISO13517)) partageant le même principe de base avec quelques variantes. Cette catégorie évalue l'écoulement gravitationnel des poudres dans un entonnoir à travers un orifice. L'écoulement est évalué par le temps nécessaire à une quantité de poudre donnée afin de traverser complètement l'entonnoir, plus le temps mesuré est faible, le meilleur est l'écoulement de la poudre. Une autre variante de cette méthode consiste à évaluer le diamètre minimum de l'orifice à travers duquel la poudre réussit à s'écouler.

Ces différents dispositifs sont très utilisés vu leur simplicité et vu le fait qu'ils permettent une évaluation rapide de l'écoulement des poudres. Cependant, il fut prouvé que ces tests ont une grande dépendance à l'opérateur et ont une sensibilité limitée aux faibles variations des propriétés des poudres et il est généralement recommandé d'utiliser ces tests simples comme une méthode comparative qualitative rapide (Schulze & Schulze, 2021).

Dispositif « Arnold Meter »

Le dispositif « Arnold Meter » permet de mesurer la densité apparente, la méthode est décrite dans la norme ASTM B703. Comme le montre la Figure 1.5, le dispositif comprend un bloc d'acier avec une cavité d'un volume connu au milieu, la poudre est déversée dans un cylindre creux, le cylindre creux est déplacé manuellement horizontalement sur le bloc pour remplir la cavité. La masse de la poudre collectée dans la cavité est mesurée pour estimer la densité apparente. Le mouvement du cylindre pour remplir la cavité offre des conditions plus représentatives pour simuler l'étalement d'un lit de poudre en comparaison avec les méthodes à base d'entonnoir (Hall, Carney ...) (Cooke & Slotwinski, 2012; Mitterlehner et al., 2022; Peterson & Small, 1994).



Figure 1.5 Le dispositif « Arnold Meter »

Appareils de cisaillement

Les tests de cisaillement des poudres sont décrits dans le standard ASTM D6773. Les appareils de cisaillement mesurent la contrainte requise pour amorcer le cisaillement d'un échantillon de poudre consolidé. Ils permettent de mesurer différentes grandeurs (indice de cohésion, angle de friction interne, la contrainte de cisaillement...) nécessaires pour décrire le comportement des poudres lors de la transition du régime statique au régime dynamique (Carson & Wilms, 2006; Schulze, 2011, 2021).

La cellule de Jenike (Jenike, 1961) est l'un des appareils de cisaillement les plus utilisés. Elle se base sur le principe d'un cisaillement en translation comme présenté sur la Figure 1.6-a. La cellule se compose de trois éléments principaux, une base, un disque et un couvercle. L'échantillon de poudre est versé dans la base et est conditionné à un certain niveau de consolidation. Une charge axiale N est appliquée et maintenue sur le couvercle de la cellule et une force de cisaillement est appliquée sur le disque afin d'initier le cisaillement de l'échantillon de poudre.

Il existe une deuxième catégorie d'appareils qui, dans ce cas, appliquent un cisaillement rotationnel. Il existe deux types de cellules se basant sur ce principe : les cellules annulaires et les cellules de cisaillement en torsion (Figure 1.6 b-c). Avec la cellule annulaire, l'échantillon de poudre est versé dans une cavité annulaire et est mis en contact avec un anneau fixé sur un disque. Le disque inférieur entre en rotation tandis que le disque supérieur est maintenu fixe par un torsiomètre qui mesure le couple nécessaire pour amorcer le cisaillement de la poudre. La cellule de cisaillement en torsion utilise une surface circulaire équipée de fines lames qui cisailent l'échantillon de poudre contenu dans une base cylindrique.

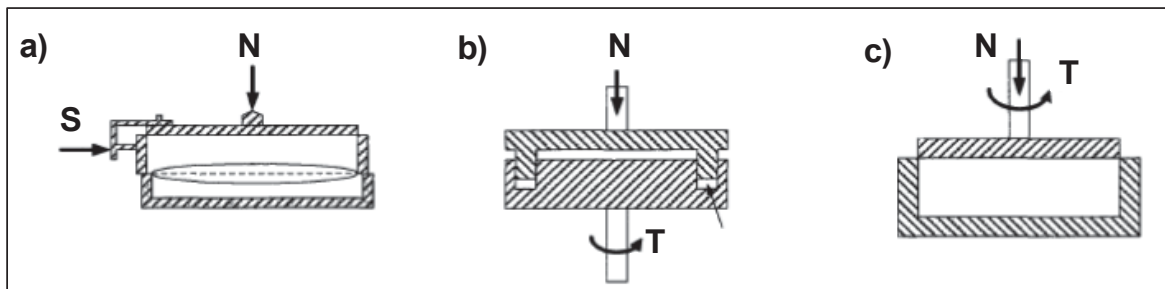


Figure 1.6 Cellules de cisaillement de a) Jenike b) rotationnelle annulaire
c) rotationnel en torsion

Rhéomètre FT4 – Freeman Technology

L'appareil est développé par la société Freeman Technology. Ce rhéomètre offre un large éventail de tests (Figure 1.7) permettant d'effectuer diverses mesures pour évaluer le comportement rhéologique de la poudre dans différentes conditions (Clayton, 2014; Reg

Freeman, 2007). Le rhéomètre FT4 inclut différents accessoires tels qu'un agitateur avec un embout en hélice, un piston et une tête de cellule de cisaillement. Selon le test choisi, l'accessoire adéquat est monté et l'appareil le déplace axialement et/ou en rotation, tout en mesurant sa position axiale, la charge axiale appliquée et le couple généré.

Plusieurs tests sont disponibles, et chacun d'entre eux est capable d'évaluer le comportement de la poudre dans des conditions spécifiques. En utilisant l'agitateur, la charge axiale et le couple nécessaires pour traverser une colonne de poudre de haut en bas ou l'inverse sont mesurés, plus ces valeurs sont élevées, moins bon est l'écoulement de la poudre. Ce test permet aussi de tester la stabilité du comportement de la poudre au fil des tests successifs. En analysant les données et les courbes générées, il est possible d'évaluer notamment la cohésivité, l'entassement et la quantité d'air emprisonnée dans l'amas de poudre (Clayton, 2014; Reg Freeman, 2007; R Freeman & Fu, 2008).

Avec la tête de la cellule de cisaillement, le rhéomètre peut mesurer le couple nécessaire pour amorcer le cisaillement d'un échantillon pour un état de consolidation donné, l'analyse des résultats obtenus notamment en utilisant les cercles de Mohr permet d'extraire plusieurs paramètres très utiles pour évaluer les propriétés d'écoulement de la poudre (Reg Freeman, 2007). Le test de cisaillement du rhéomètre FT4 est couvert par le standard ASTM D7891.

Une unité d'aération est également disponible est peut-être associée à l'appareil pour évaluer notamment la perméabilité de l'amas de poudre ou les forces cohésives interparticules en estimant la vélocité d'air minimum capable de fluidiser l'amas de poudre (Clayton, 2014; Reg Freeman, 2007; R Freeman & Fu, 2008).

Un piston aéré peut aussi être monté sur le système, il applique une charge axiale croissante sur la colonne de poudre et la variation de la position en hauteur est mesurée. Ce test permet d'évaluer notamment la compressibilité de la poudre et le taux d'air emprisonné entre les particules (Clayton, 2014; Reg Freeman, 2007; R Freeman & Fu, 2008).

L'interprétation des résultats de chaque test peut paraître triviale, mais bien souvent deux tests différents, de la même poudre, analysés séparément, peuvent donner des interprétations complètement contradictoires. Il est recommandé d'effectuer l'analyse en associant les

données des différents tests et en les traitant comme un ensemble qui permettra d'obtenir une description plus réaliste et plus représentative du comportement rhéologique globale de la poudre étudiée.

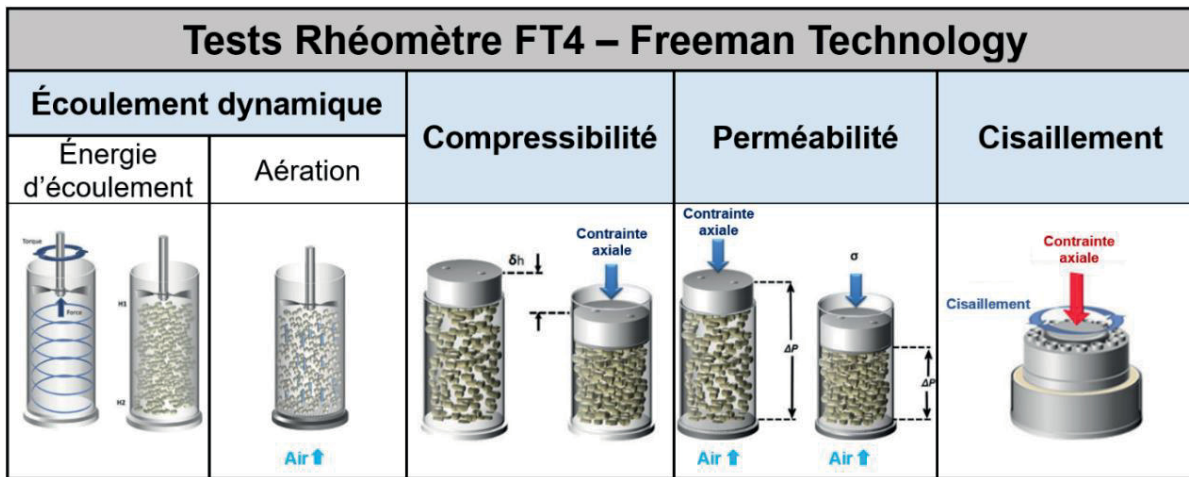


Figure 1.7 Tests du rhéomètre FT4 – Freeman technology
Adaptée de (Clayton, 2014)

Rhéomètre modulaire MCR – Anton Paar

L'appareil est développé par la compagnie Anton Paar. Comme le rhéomètre FT4 de Freeman technology, l'équipement propose un large éventail de tests (cisaillement, compressibilité, aération, perméabilité, écoulement dynamique) avec un large assortiment d'accessoires et des agitateurs de différents profils. Le rhéomètre MCR inclut aussi un caisson pour le contrôle de l'humidité (de 5 à 95% HR) et la température (de -160 à 600 °C) dans la chambre de test mais aussi pour la protection contre les poussières de poudre (Lupo, Schütz, Riedl, Barletta, & Poletto, 2019; Salehi, Barletta, Poletto, Schütz, & Romirer, 2017).

Les propriétés intrinsèques et extrinsèques des poudres et les techniques de caractérisation associées sont regroupées dans le Tableau 1.6.

Tableau 1.6 Liste des propriétés intrinsèques et extrinsèques des poudres et les techniques de caractérisation correspondantes

	Propriétés	Techniques de caractérisation associées
Propriétés intrinsèques	Taille et distribution des tailles	<ul style="list-style-type: none"> • Microscopie (ASTM E2651, ISO13322) • Diffraction laser (ASTM E3340, ISO13320) • Dispersion de la lumière (ASTM B822, ISO22412) • Tomographie par rayons X • Tamisage (ASTM B214, ISO4497)
	Morphologie	<ul style="list-style-type: none"> • Tomographie par rayons X • Microscopie (ASTM F3571, B243, ISO3252)
	Texture de surface	<ul style="list-style-type: none"> • Microscopie
	Composition chimique	<ul style="list-style-type: none"> • Spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X (XPS) • Spectrométrie à électrons d'Auger (AES) • Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) • Spectroscopie infrarouge • Spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) • Fusion sous gaz inerte (ASTM E3346)
	Microstructure	<ul style="list-style-type: none"> • Diffractométrie de rayons X (XRD) • Microscopie électronique à balayage (SEM) • Microscopie par sonde ionique focalisée (FIB) • Microscopie électronique en transmission (TEM) • Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) • Analyses thermiques (TGA, DSC, DTA)
Propriétés extrinsèques	Masse volumique réelle	<ul style="list-style-type: none"> • Pycnomètre à hélium (ASTM B923, ISO12154)
	Masse volumique apparente et tassée	<ul style="list-style-type: none"> • Entonnoir Hall (ASTM B212), Carney (ASTM B417) • Éprouvette graduée et vibreur (ASTM B527) • Arnold meter (ASTM B703)
	Écoulement	<ul style="list-style-type: none"> • Angles de repos statique (ASTM B213) et dynamique • Indices de Carr et Hausner (ASTM D6393, D7481) • Écoulement à travers un orifice (Hall, Carney, Gustavsson) (ASTM B213, ASTM B964, ISO 13517) • Cellule de cisaillement (ASTM D6128, D6773, D6682, D7891) • Rhéomètre à poudre FT4 (test cisaillement ASTM D7891) • Rhéomètre à poudre MCR Anton Paar

1.2 Fabrication additive

La fabrication additive, couramment appelée impression 3D, est une technologie de fabrication permettant la mise en œuvre d'objet volumique par ajout successif de matière. Au fil des dernières décennies, cette méthode de fabrication a connu une progression fulgurante et a profondément transformé plusieurs secteurs industriels (Abdulhameed, Al-Ahmari, Ameen, & Mian, 2019; T. T. Wohlers et al., 2022). Les origines de la fabrication additive remontent aux années 1980, lorsque les premiers procédés ont été élaborés. Depuis lors, des progrès significatifs ont été accomplis et plusieurs familles de procédés ont été développées. La fabrication additive englobe sept catégories de processus distinctes, telles que définies dans la norme ISO/ASTM52900 et présentées dans le Tableau 1.7. Les catégories de procédés de fabrication additive sont différenciées par la forme de la matière première (filament, fil, résine, poudre, feuille, tige) et/ou le processus de liaison/consolidation utilisé pour joindre la matière (extrusion, fusion, soudage, frittage, laminage, photopolymérisation, pulvérisation). La norme propose également diverses classifications pour distinguer les catégories par la classe de matériaux pouvant être utilisés et pour différencier les processus de fabrication additive nécessitant une ou plusieurs étapes (acquérir la géométrie de base et les propriétés fondamentales souhaitées du matériau en une seule étape de processus, ou acquérir la géométrie dans une étape primaire du processus, puis acquérir les propriétés fondamentales souhaitées du matériau par post-traitements).

Une autre catégorisation permet de classer les méthodes selon le format de la matière première avant la consolidation. Une des catégories les plus populaires et les plus couramment utilisées est la famille des procédés de fabrication additive sur lit de poudre (FA-LP), où la matière première sous forme de poudre est étalée pour former des couches fines avant qu'un module de consolidation lie les particules sélectivement. Cette famille englobe plusieurs procédés, notamment la fusion laser sur lit de poudre, la fusion par faisceau d'électron sur lit de poudre et le jet de liant sur lit de poudre. Le présent projet est principalement axé sur les technologies de fabrication additive sur lit de poudre (FA-LP) en portant un intérêt particulier au procédé de fusion laser sur lit de poudre (FLLP, *en anglais L-PBF acronyme de Laser Powder Bed Fusion*), notamment parce qu'il est capable de produire

(en utilisant des paramètres optimisés) des composants ayant des propriétés mécaniques comparables aux techniques de fabrication traditionnelles, un faible taux de porosité, une complexité géométrique élevée avec une précision satisfaisante.

Tableau 1.7 Catégories des procédés de fabrication additive définies par le standard ISO/ASTM52900

Catégorie	Technologies	Matériau	Description (ISO/ASTM52900)
Projection de liant (Binder jetting BJT)	Lit en poudre et tête d'impression jet d'encre 3D (Powder bed and inkjet head PBIH) Impression 3D à base de plâtre (Plaster-based 3D printing PP)	Métal Polymère Céramique	Processus dans lequel un agent de liaison liquide est déposé de manière sélective pour joindre des matériaux en poudre.
Dépôt de matière sous énergie concentrée (Direct energy deposition DED)	Mise en forme au laser (Laser engineering net shape LENS) Soudage par dépôt laser (Laser deposition welding LDW) Fabrication additive par faisceau d'électrons (Electron beam additive manufacturing EBAM)	Métal Polymère Céramique	Processus dans lequel une énergie thermique focalisée est utilisée pour fusionner les matériaux en les faisant fondre au fur et à mesure qu'ils sont déposés.
Extrusion de matières (Material Extrusion MEX)	Modélisation par dépôt de matière fondue (Fused deposition modelling FDM) Fabrication par filament fondu (Fused filament fabrication FFF)	Métal Polymère	Processus dans lequel le matériau est déposé de manière sélective à travers une buse ou un orifice.
Projection de matière (Material jetting MJT)	Projection de matériau (Material jetting MJ) Projection de nanoparticules (Nanoparticle jetting NPJ) Jet à la demande (Drop on demand DOD)	Photopolymère Cire	Processus dans lequel des gouttelettes de la matière première sont déposées de manière sélective.
Fusion de lit de poudre (Powder bed fusion PBF)	Fusion par faisceau d'électrons (Electron beam melting EBM) Fusion laser sur lit de poudre (Laser powder bed fusion LPBF)	Métal Polymère Céramique	Processus dans lequel l'énergie thermique fusionne de manière sélective des régions d'un lit de poudre.
Stratification de couches (Sheet lamination SHL)	Fabrication d'objet stratifié (Laminated object manufacturing LOM) Consolidation ultrasonique (Ultrasonic consolidation UC)	Métal Polymère Céramique	Processus dans lequel des feuilles de matériau sont liées pour former une pièce.
Photopolymérisation en cuve (Vat photopolymerization VPP)	Stéréolithographie (Stereolithography SLA) Traitement numérique de la lumière (Digital light processing DLP)	Photopolymère Céramique	Processus dans lequel un photopolymère liquide contenu dans une cuve est durci de manière sélective par polymérisation activée par la lumière.

1.2.1 Fusion laser sur lit de poudre – FLLP métallique

Dans le procédé de fusion laser de lit de poudre métallique (Figure 1.8), de fines couches de poudre métallique sont étalées successivement à l'aide d'un mécanisme d'étalement et sont fusionnées localement grâce à l'énergie thermique fournie par un faisceau laser. Les zones à exposer sont déterminées à partir de tranches déterminées à partir du modèle 3D de la pièce à fabriquer. Lorsqu'exposées au laser, les particules de poudre sont fusionnées entre elles et aux couches précédentes. La chambre d'impression est remplie d'un gaz inerte (argon ou azote) afin d'éviter la création de couches d'oxydes au sein de la pièce lors de la fusion du métal. La fabrication d'une pièce entière peut nécessiter plusieurs milliers de couches étant donné que les couches ont généralement une épaisseur de l'ordre de 20 à 100 micromètres selon les paramètres de fabrication choisis.

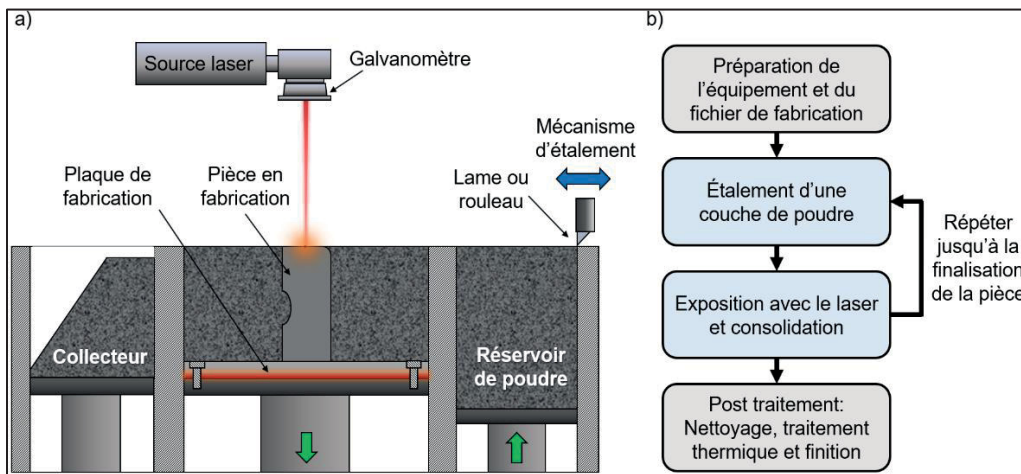


Figure 1.8 Procédé de fusion laser sur lit de poudre a) représentation schématique simplifiée d'une machine FLLP b) les étapes principales du procédé

Le fonctionnement du procédé FLLP peut être divisé en deux étapes principales comme représentées sur la Figure 1.8 -b: i) Une poudre métallique est étalée en fine couche (étalement), ii) un laser haute puissance fusionne les particules de poudre et la matière fondue refroidie pour former un corps solide (exposition et consolidation). Ces deux étapes principales sont répétées en cycle jusqu'à la finalisation de la fabrication des pièces.

Chaque étape est régie par différents phénomènes et interactions physiques qui dépendent grandement des propriétés des différents facteurs impliqués et des paramètres utilisés.

La première phase du procédé FLLP est la phase d'étalement de la poudre. Comme illustré dans la Figure 1.8-a, les machines FLLP contiennent généralement trois bacs: un bac d'approvisionnement qui contient de la poudre fraîche (à droite de la Figure 1.8-a), un bac central qui supporte la plaque de fabrication (lieu de l'interaction laser/poudre) et le troisième bac est prévu pour collecter la poudre en excès (à gauche de la Figure 1.8-a).

Pour étaler une nouvelle couche de poudre, la plaque de fabrication (bac central) descend d'un incrément correspondant à l'épaisseur de couche définie; le plateau du bac d'approvisionnement se déplace vers le haut d'un incrément défini de façon à fournir une quantité de poudre suffisante pour couvrir uniformément le plateau de fabrication; le mécanisme d'étalement se déplace ensuite horizontalement (de droite vers la couche sur la Figure 1.8-a) avec une vitesse de déplacement donnée pour transférer la poudre du bac d'approvisionnement et l'épandre uniformément sur la plaque de fabrication formant un lit de poudre prêt à être fusionné. L'excédent de poudre est déversé et collecté dans le dernier bac et est le plus souvent recyclé et réutilisé pour les fabrications ultérieures.

Suivant l'étalement d'une nouvelle couche, les particules de poudre sont exposées au laser selon un parcours défini par la géométrie de la pièce à fabriquer et une stratégie de balayage définie par l'opérateur. Dans cette étape, durant des interactions de quelques millisecondes, l'énergie du laser est absorbée par les particules de poudre et transformée en chaleur pour créer un bain de matière en fusion.

La densité d'énergie appliquée (l'énergie par unité de volume) dépend de la puissance laser (P), de la vitesse de balayage (v), de la distance entre les passes (h), de l'épaisseur de couche (t), de la taille du faisceau et de la stratégie de balayage.

La densité d'énergie (E) est généralement calculée en utilisant la formulation simplifiée suivante :

$$E (J/mm^3) = \frac{P}{vht} \quad (1.5)$$

L'efficacité de conversion d'énergie en chaleur dépend des propriétés du métal et de l'absorptivité du lit de poudre qui dépend grandement de la texture de surface, de l'émissivité du métal et de la densité du lit de poudre qui est définie par les propriétés intrinsèques de la poudre et des conditions d'étalement.

Après l'interaction avec le laser, un bain de fusion se forme et se propage pour lier les différentes particules avoisinantes et former le lien avec les couches précédentes. Le temps d'interaction, le mouillage, la taille du bain de fusion, la conductivité thermique sont des facteurs importants dans cette phase. Selon le nombre de couches qui séparent la zone de fusion du substrat et la surface de conduction, le taux de refroidissement des particules fusionnées peut varier. Les couches solidifiées passent par différents cycles de dilatation et de contraction générant d'importantes contraintes thermiques, de plus le changement de la structure cristalline (transformations de phase) provoque une variation de volume pouvant induire des contraintes résiduelles. À noter que dans la plupart des systèmes, la plaque de fabrication est chauffée pour minimiser les gradients thermiques dans les pièces et ainsi minimiser leurs distorsions.

À la fin de la fabrication, la poudre non consolidée englobant les pièces est évacuée de la plaque de fabrication, tamisée et stockée pour utilisation ultérieure. Dépendamment des requis et des performances escomptées, les pièces fabriquées sont sujettes à des traitements thermiques et thermomécaniques spécifiques (relaxation de contrainte, recuit, trempe, pression isostatique à chaud...). Les pièces doivent généralement aussi subir des opérations de finition notamment pour enlever les structures de support (structures ajoutées pour supporter les faces en surplomb) et pour usiner les surfaces fonctionnelles (portée de roulement, surface de contact mécanique...). Le fini de surface des pièces peut être amélioré par des procédés mécaniques (usinage mécanique CNC, sablage, polissage, usinage par abrasion...) ou par des procédés chimiques comme l'électro-polissage.

1.2.2 Étalement de la poudre pour les procédés de fabrication additive sur lit de poudre (FA-LP)

L'étalement de la poudre est une phase primordiale dans les procédés de fabrication additive sur lit de poudre et influence grandement les performances du procédé et des pièces produites. Malgré les différences entre les fabricants au niveau du principe d'étalement de la poudre adopté, les différents systèmes sont implémentés de façon à remplir au mieux les exigences suivantes :

- La densité du lit de poudre doit être maximisée (pour maximiser la densité et minimiser le rétrécissement des pièces fabriquées)
- L'épaisseur de la couche étalée doit être constante (puisque les variations engendreront des changements des propriétés thermiques du lit de poudre)
- La couche doit avoir une densité et une épaisseur homogène (mêmes propriétés sur toute la surface de la couche)
- Les perturbations sur les couches et pièces précédemment exposées (surtout pour des pièces avec des géométries et des parois fines) doivent être minimisées
- La productivité du procédé (les fabrications requièrent généralement des milliers de couches de poudre à étaler) doit être maximisée.

Les sections suivantes aborderont : les différents mécanismes d'étalement de poudre pour les procédés FA-LP ; la dynamique de l'étalement des poudres et les phénomènes influents; les indicateurs de qualité du lit de poudre; les outils expérimentaux et numériques développés pour l'étude de l'écoulement des poudres dans les procédés FA-LP.

1.2.2.1 Mécanismes d'étalement de la poudre pour les procédés FA-LP

Le principe d'étalement décrit dans la section précédente est le principe utilisé par la plupart des fabricants de machines FA-LP, la différence entre les différentes compagnies se situe généralement au niveau du mécanisme d'étalement ou le type du racleur utilisé.

Une grande majorité des systèmes FA-LP utilise des lames d'étalement rigide disponibles en différents profils selon le manufacturier qui sont généralement produites en acier rapide ou

en céramique selon la poudre à étaler (matériau ferreux ou non ferreux) (Figure 1.9-a). Pour cette configuration, l'espacement entre la lame et la surface de référence et la vitesse de déplacement sont les seuls paramètres d'étalement contrôlables. Avec les systèmes à base de lame, les poudres sont principalement soumises à des contraintes de cisaillement et les contraintes de compression sont minimales. D'autres compagnies utilisent des systèmes à base de rouleau rotatif (rotation libre ou motorisée) pour étaler la poudre (Figure 1.9-b). Avec cette configuration, le rouleau exerce des contraintes de cisaillement et de compression pour compacter la poudre étalée. Les variables contrôlables pour cette configuration sont l'espacement entre le rouleau et la surface de référence, la vitesse de déplacement linéaire, la vitesse et la direction de rotation du rouleau. Les systèmes à base de rouleau rotatif génèrent généralement des lits poudre plus compacts avec un profil de surface plus lisse en comparaison avec les systèmes à base de lame en raison de la surface de contact plus importante qui permet un réarrangement progressif des particules (Daña, Zetková, & Hanzl, 2019; Haeri, 2017; Kayacan, Özsoy, Duman, Yilmaz, & Kayacan, 2019; Shamsdini, Ghoncheh, & Mohammadi, 2021). Néanmoins, les contraintes supplémentaires de compression exercées par le rouleau sur le lit de poudre pourraient potentiellement conduire à une perte de précision au niveau de l'épaisseur effective des couches (perte de précision au niveau des pièces) voire à des dommages aux structures fragiles (Budding & Vaneker, 2013; Lin Wang, Yu, Li, Shen, & Zhou, 2021; Yang et al., 2017; J. Zhang et al., 2020).

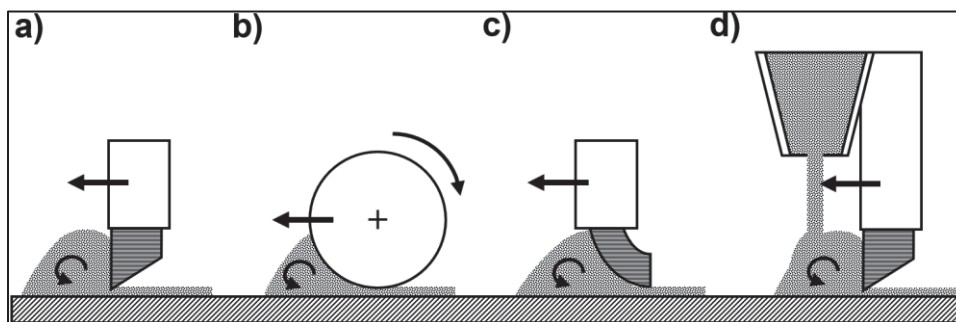


Figure 1.9 Représentation schématique des différents mécanismes d'étalement de poudre utilisés dans les procédés FA-LP a) lame rigide, b) rouleau rotatif, c) lame flexible, d) racleur avec réservoir de poudre

Pour minimiser les perturbations sur les pièces en cours de fabrication, certaines configurations se basent sur des lames flexibles en silicone (Figure 1.9-c), des systèmes à base de brosses en fibre de carbone ou des racleurs à dents en forme de râteau. Les lames flexibles ont l'avantage d'avoir moins de risque de blocage avec les artéfacts protubérants des couches subséquentes, sont plus tolérantes aux imperfections de surface et génèrent des contraintes de cisaillement plus faibles sur les structures en fabrication. Néanmoins, l'usure et la détérioration notamment des lames polymériques peuvent générer un étalement moins uniforme et inclure des contaminations dans le lit de poudre. De plus, les interférences entre les lames flexibles et les imperfections de surface peuvent engendrer des coincements temporaires suivis par des mouvements brusques de l'outil d'étalement pouvant causer des perturbations sur le lit de poudre étalé (Daña et al., 2019; Kayacan et al., 2019; Shamsdini et al., 2021).

D'autres systèmes sont munis de mécanisme d'étalement incluant un réservoir d'approvisionnement mobile (Figure 1.9-d). Cette configuration peut être adaptée pour permettre un étalement bidirectionnel de la poudre dans le but de favoriser la productivité du procédé. L'utilisation de cette configuration peut être problématique avec les poudres cohésives puisque les vibrations engendrées par les mouvements du racleur tendent à tasser les poudres dans le réservoir limitant leur écoulement dans la trémie. Des configurations hybrides sont aussi proposées, combinant des réservoirs mobiles, des rouleaux et des lames.

La combinaison de matériaux de l'outil d'étalement et de poudres qui peuvent tous deux être chargés électrostatiquement est à éviter. À noter aussi que les températures élevées dans la chambre de fabrication peuvent causer la dilatation des outils d'étalement métalliques ou polymériques réduisant le niveau de précision de l'épaisseur effective de la couche.

La vitesse de déplacement linéaire des mécanismes d'étalement dépend de l'équipement utilisé et varie généralement entre 40 et 180 mm/s et la vitesse de rotation des rouleaux d'étalement correspond à 250-350 mm/s. (D. Oropeza, R. Roberts, & A. J. Hart, 2021)

1.2.2.2 Dynamique de l'étalement des poudres dans les procédés FA-LP

L'étalement de la poudre est un processus complexe guidé par plusieurs phénomènes interdépendants en fonction des caractéristiques de la poudre étalée, du mécanisme et des paramètres d'étalement.

Durant l'étalement, l'amas de poudre se déplace avec la lame et au fur et à mesure que les poudres sont étalées en couches, la quantité de poudre déplacée diminue progressivement. Comme le montre la Figure 1.10, l'amas de poudre en mouvement peut être divisé en trois régions principales selon le champ de vitesse de déplacement des particules. Durant l'étalement, la majorité des particules se déplacent avec la lame (vitesse de déplacement égale), les particules dans le flanc de l'amas se déplacent de manière similaire à une avalanche, et au niveau de la région inférieure, les particules s'écoulent à travers l'espace entre le racleur et la couche sous-jacente (poudre ou substrat solide), les contraintes de cisaillement et de compression dans cette région étant les plus élevées. Les contraintes de cisaillement s'exercent sur les particules de poudres dans une région qui s'étend verticalement entre la couche sous-jacente et une section de la zone de contact entre la lame et l'amas de poudre (H. Chen, Wei, Wen, Li, & Shi, 2017; Nan, Pasha, & Ghadiri, 2020).

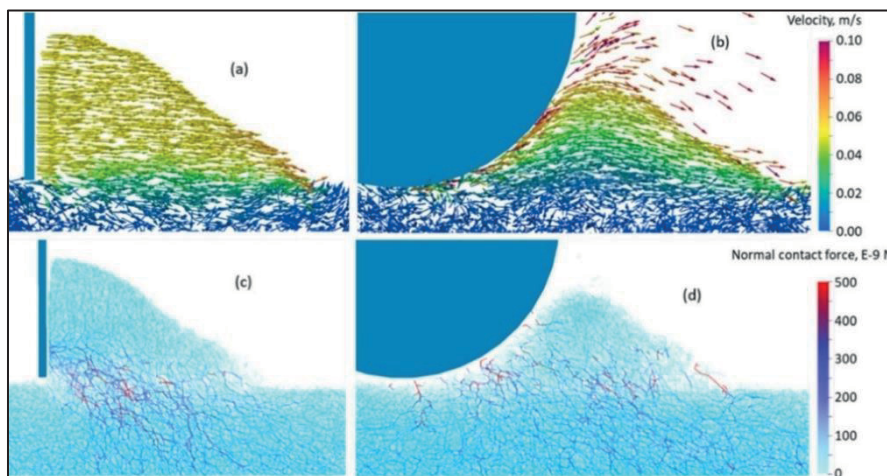


Figure 1.10 Vitesse de déplacement des particules a) avec une lame, b) avec un rouleau;
Forces de contact au niveau des particules c) avec une lame, d) avec un rouleau
Tirée de (L. Wang et al., 2020)

Les particules ayant une vitesse inférieure à la vitesse de déplacement du racleur se déplacent à travers l'espace et sont déposées pour former le lit de poudre (H. Chen et al., 2019). La vitesse de déplacement du racleur a un effet sur le débit massique de particules au niveau de l'espace entre le racleur et la couche sous-adjacente. Celui-ci augmente linéairement avec la vitesse de la lame jusqu'à ce qu'une vitesse critique soit atteinte, où le débit massique atteint une valeur asymptotique qui représente le débit de déposition maximum qu'il est possible d'obtenir pour un espace donné. À basse vitesse de déplacement du racleur, l'échelle de temps inertielle d'étalement est plus longue que l'échelle de temps inertielle de la gravité et, par conséquent, les particules ont le temps de tomber et de passer à travers l'espace. En revanche, à une vitesse de déplacement de racleur élevée, lorsque l'échelle de temps inertielle d'étalement est beaucoup plus courte que l'échelle de temps inertielle de la gravité, les particules ne peuvent pas tomber dans l'espace suffisamment rapidement, limitant la déposition des particules (débit massique) (Haeri, Wang, Ghita, & Sun, 2017; Nan & Ghadiri, 2019; Nan et al., 2018).

La dynamique avec les systèmes d'étalement à base de rouleau est différente. Lorsque le rouleau ne tourne pas, le champ de vitesse des particules est comparable à celui observé avec une lame, alors qu'une circulation et une convection de particules plus prononcées peuvent être observées lorsqu'un rouleau rotatif est utilisé (L. Wang et al., 2020). Dans ce cas, le rouleau agit comme un mélangeur qui déplace continuellement les particules du fond vers la surface libre de l'amas de poudre. Avec les systèmes à base de rouleau, les particules se déplacent à des vitesses plus élevées en comparaison avec le système à lame et les forces entre les particules sont plus uniformément réparties, améliorant ainsi le réarrangement des particules dans le lit de poudre (Figure 1.10).

L'écoulement et l'entassement des particules peuvent être restreints sous l'effet de contact avec le racleur et la couche sous-jacente pouvant entraîner des vides et des discontinuités dans le lit de poudre. Ce phénomène peut s'expliquer par les mécanismes d'effet de paroi (*wall effect*) et la formation d'arches de forces (N. Karapatis, Egger, Gyax, & Glardon, 1999; D. Yao et al., 2021) comme illustrées sur la Figure 1.11-a. L'effet de paroi se réfère à la réduction des zones de remplissages disponibles lors de l'entassement des particules en

raison de la présence des parois (racleur et couche sous-jacente). Cet effet est particulièrement important dans le processus d'étalement lorsque l'espacement (la hauteur de la couche) est comparable à la taille des particules de poudre. Plus l'espacement est grand, plus l'effet de paroi est négligeable.

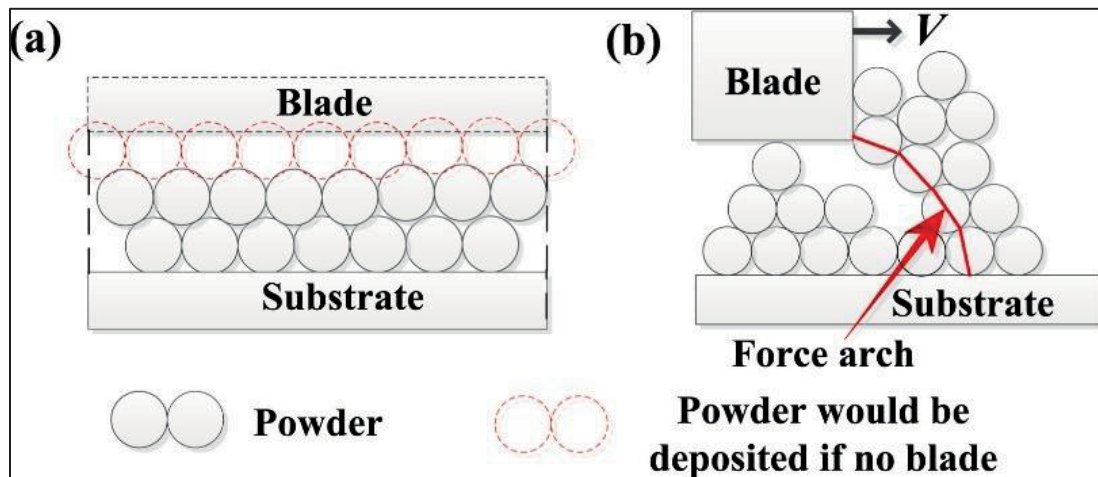


Figure 1.11 Phénomènes supplémentaires influents lors de l'étalement de poudre
 a) effet de parois (*wall effect*) et b) arches de forces
 Tirée de (D. Yao et al., 2021)

Le déplacement du racleur peut entraîner la formation aléatoire d'arches de force et de blocages intermittents de particules réduisant la section de passage des poudres comme illustré sur la Figure 1.11-b. La formation et la rupture de ces arches de force génèrent des fluctuations aléatoires des contraintes au niveau de particules et des conditions d'écoulement variables lors de l'étalement du lit de poudre (H. Chen et al., 2019; D. Yao et al., 2021). L'augmentation de l'espacement entre le racleur et la couche sous-jacente diminue la fréquence d'apparition des blocages intermittents (Nan et al., 2018).

Les forces de cohésion entre les particules ou les forces interparticulaires sont dues aux effets capillaires, à l'attraction électrostatique et aux interactions de Van der Waals. Les forces cohésives entre les particules deviennent de plus en plus importantes par rapport à la force gravitationnelle lorsque la taille des particules diminue, comme décrites par Parteli et al. (E. J. R. Parteli et al., 2014) et Meier et al. (Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & John Hart, 2019). Les forces cohésives peuvent pousser les petites particules à se lier et générer des

agglomérations pouvant entraîner des blocages et des discontinuités durant l'étalement du lit de poudre (Ma, Evans, Philips, & Cunningham, 2020; L. Wang et al., 2020).

L'étalement de la poudre peut entraîner un phénomène de ségrégation et une redistribution spatiale des particules selon leurs tailles et morphologies. La ségrégation ou la percolation s'expliquent par le passage des particules à travers des vides temporaires dans l'amas de poudre et conduisent généralement à la séparation des particules par taille. Cet effet est plus prononcé avec une poudre ayant une distribution de taille étalée, car les particules plus fines sont capables de se déplacer à travers les vides formés par les particules plus grossières. Cet effet peut entraîner une stratification de la fraction plus fine en bas et de la fraction plus grossière en haut comme illustré sur la Figure 1.12 (Yousub Lee, Gurnon, Bodner, & Simunovic, 2020; Nan et al., 2020).

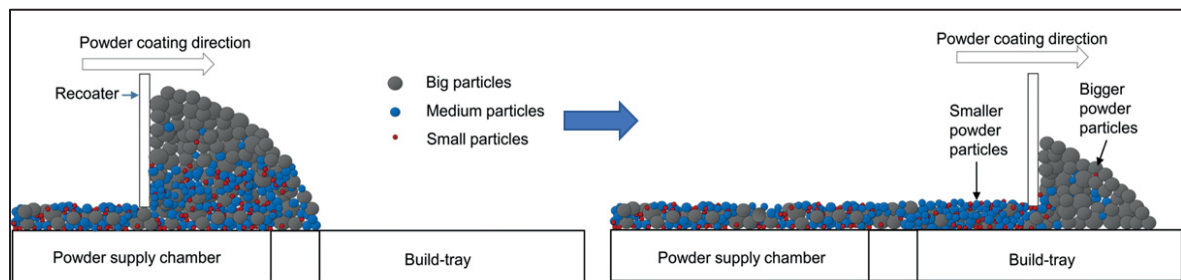


Figure 1.12 Représentation schématique du phénomène de ségrégation des particules lors de l'étalement de la poudre
Tirée de (Pal et al., 2021b)

Cette redistribution de taille de particules durant l'étalement affecte les propriétés d'écoulement et l'efficacité d'entassement des poudres (H. Chen et al., 2019). La vitesse de déplacement du racleur peut influencer le phénomène de ségrégation en induisant un mélange et une circulation des particules dans l'amas de poudre limitant ainsi le temps et le déplacement des particules sous l'effet de la ségrégation (Yousub Lee et al., 2020). Pal et al ont souligné l'effet de la morphologie des particules sur la ségrégation en démontrant que les particules plus sphériques sont plus enclines à se déplacer dans l'amas de poudre en comparaison avec les particules de formes plus irrégulières (Pal et al., 2021b).

1.2.2.3 Indicateurs de qualité du lit de poudre

Présentement, il n'y a pas encore de norme dédiée à la caractérisation de la qualité du lit de poudre des procédés FA-LP, des ébauches de norme sont en cours de développement par le comité dédié ASTM F42. Néanmoins plusieurs indicateurs de performances permettant d'évaluer quantitativement la qualité du lit de poudre étalé furent proposés dans la littérature. Les différents indicateurs sont présentés dans les sections suivantes.

1.2.2.3.1 Densité du lit de poudre

La densité ou l'efficacité d'entassement des particules est l'une des propriétés de performance du lit de poudre les plus importantes. Il a été prouvé que la densité de la couche de poudre affecte directement la densité et le taux de porosité des pièces produites (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018; Jacob, Jacob, Brown, & Donmez, 2018; B. Liu, Wildman, Tuck, Ashcroft, & Hague, 2011). Des variations au niveau de la densité du lit de poudre horizontalement (les différentes régions de la plaque de fabrication) ou verticalement (la hauteur des couches étalées) engendreront des variations au niveau des densités des pièces fabriquées pouvant significativement affecter leurs performances ou les rendre inutilisables. Ainsi, il est primordial de maximiser la densité du lit et de l'uniformiser dans les différentes régions, horizontalement et verticalement, afin d'optimiser les performances des pièces produites.

Une mesure de la densité du lit de poudre peut être effectuée en prélevant de la poudre dans différentes régions du lit de poudre et en mesurant la densité en tant que le rapport entre la masse et le volume de la quantité de poudre prélevée. Ces mesures peuvent être faites in situ, en mettant en place un protocole permettant d'extraire de la poudre étalée par les systèmes FA-LP ou ex-situ en mettant en place des dispositifs de tests permettant de reproduire les conditions d'étalement FA-LP.

Dans la littérature, plusieurs méthodes pour évaluer la densité de lit de poudre relative au procédé FLLP furent proposées. Karapatis et al ont réalisé des essais simplifiés consistant à déposer des poudres à l'aide d'une règle métallique dans un récipient cylindrique d'une

profondeur de 500 à 1500 μm et d'un diamètre de 65 mm et d'évaluer la masse de poudre collectée à posteriori (N. Karapatis et al., 1999). Liu et al ont fabriqué par FLLP un contenant de 30*30*30 mm et ont évalué la masse de la poudre déposée dans le contenant a posteriori (B. Liu et al., 2011). Une méthode similaire fut présentée par (Choi et al., 2017) (Figure 1.13-a). Jacob et al ont proposé un modèle de capsule qui emprisonne la poudre lors de la fabrication FLLP et ont présenté un protocole détaillé sur l'évaluation du volume interne des capsules et de la masse de la poudre prélevée et un rapport précis sur les sources d'erreur relatives à cette mesure (Jacob et al., 2018) (Figure 1.13-b). Muniz-Lerma et al ont utilisé la tomographie par rayons X pour scanner un échantillon de poudre étalé dans une poche de 100 μm de profondeur et évaluer le volume d'air entre les particules de poudre entassées et ainsi estimer la densité du lit de poudre (Muniz-Lerma, Nommeots-Nomm, Waters, & Brochu, 2018) (Figure 1.13-d). Une méthode similaire fut proposée par Beitz et al, ou une capsule est remplie avec un système manuel d'étalement de poudre qui par la suite est scannée par tomographie à rayons X (S. Beitz et al., 2019) (Figure 1.13-c). Une méthode alternative fut proposée par Ali et al qui consiste à injecter une solution de photopolymère à différents endroits du lit de poudre et à durcir la solution par UV pour lier les particules de poudre et, enfin, à utiliser la tomographie par rayons X pour évaluer la densité de chaque échantillon (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018) (Figure 1.13-e). Un protocole expérimental détaillé fut proposé pour cette méthode. Lhuissier et al ont proposé un dispositif avancé permettant d'étaler des couches et de fusionner des poudres métalliques par laser. Ce dispositif est monté dans un tomographe à rayons X pour scanner le lit de poudre étalé et fusionné (Lhuissier et al., 2020) (Figure 1.13-f). Finalement, Le et al. ont développé un dispositif permettant d'étaler une couche de poudre et de scanner le lit de poudre avec un système d'imagerie pour obtenir une représentation à haute résolution de la disposition des particules de poudre et ainsi évaluer la densité du lit de poudre (Le, Wang, Davidson, Fronda, & Seita, 2021b) (Figure 1.13-g).

Il fut démontré que la densité du lit de poudre varie avec l'épaisseur de couche, les propriétés intrinsèques des poudres (distribution de taille, morphologie), la région dans la plaque de fabrication et la vitesse d'étalement. La densité du lit de poudre varie généralement entre 50 et 66% de la densité théorique du matériau étudié.

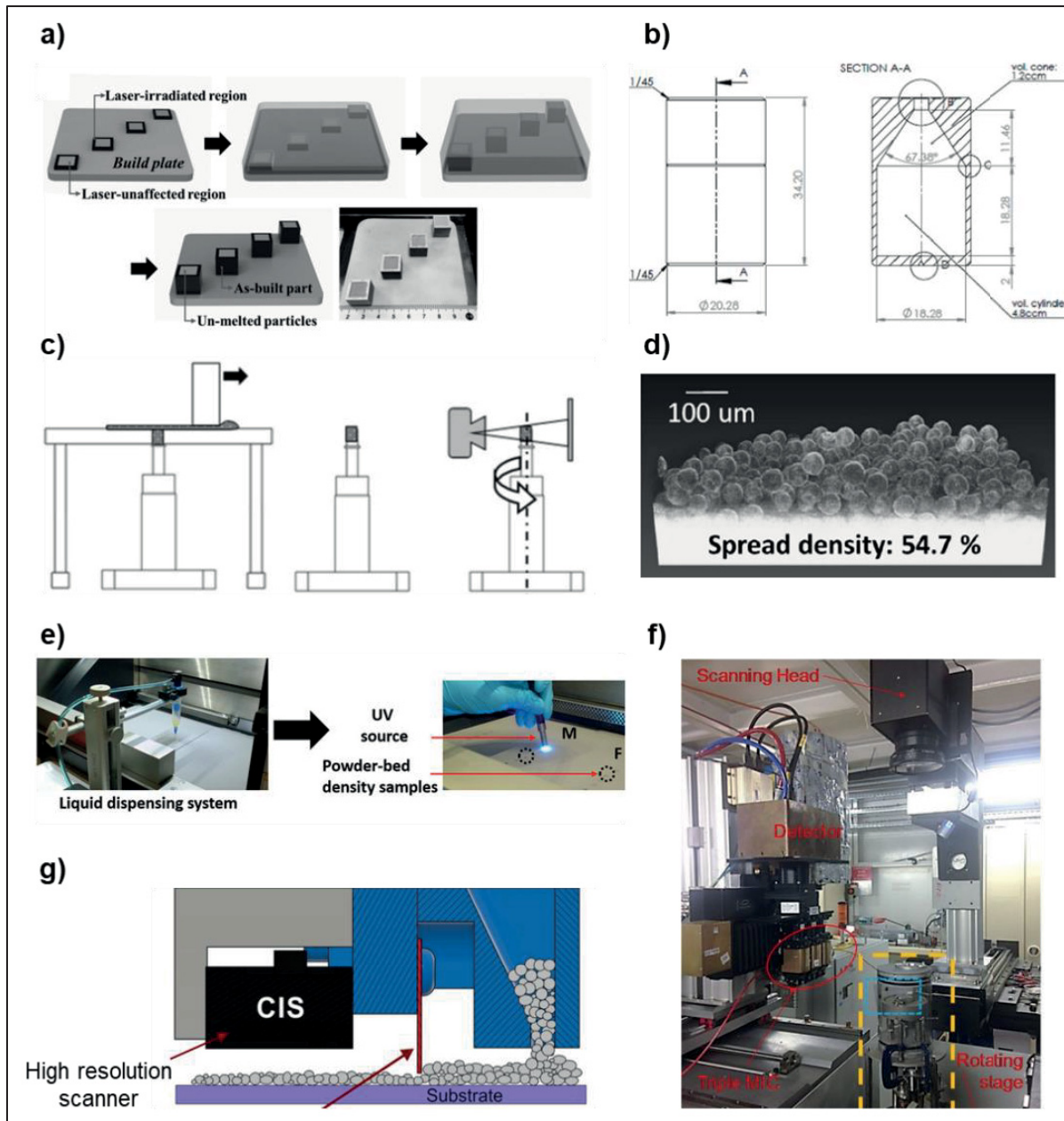


Figure 1.13 Représentation des différentes méthodes utilisées dans la littérature pour évaluer la densité du lit de poudre

- a) Tirée de (Choi et al., 2017),
- b) Tirée de (Jacob et al., 2018),
- c) Tirée de (S. Beitz et al., 2019),
- d) Tirée de (Muniz-Lerma et al., 2018),
- e) Tirée de (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018),
- f) Tirée de (Lhuissier et al., 2020),
- g) Tirée de (Le et al., 2021b)

1.2.2.3.2 Rugosité de surface du lit de poudre

La surface de la couche étalée est déterminée par la forme et la disposition des particules individuelles dans le lit de poudre. La rugosité de surface et les variations en hauteur de la couche de poudre déposée doivent être maintenues aussi basses que possible pour uniformiser les interactions avec le faisceau laser (absorptivité, transfert thermique...). De plus, une rugosité élevée du lit de poudre se traduira par une rugosité élevée des couches consolidées générant des imprécisions dimensionnelles et une mauvaise qualité de surface pouvant affecter les performances des composants produits.

L'uniformité du profil de surface de la couche est généralement évaluée en mesurant l'écart moyen arithmétique ou l'écart-type de la hauteur du profil du lit de poudre (He, Gardy, Hassanpour, & Bayly, 2020; Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & Hart, 2019). L'évaluation du profil de surface se fait principalement par des méthodes optiques, car elles sont non invasives et ne détruisent pas la couche appliquée, permettant ainsi la poursuite du processus de fabrication et l'étude de la relation entre ces propriétés et la qualité de la pièce finie.

Pasalopoulos et al ont utilisé un numériseur 3D à lumière blanche pour obtenir une représentation de la couche de poudre sous forme de nuage de points en 3 dimensions (Pasalopoulos, Avrampos, & Vosniakos, 2020). L'analyse de la distribution en hauteur des points permet d'évaluer la rugosité de surface R_a (écart moyen arithmétique) et la hauteur totale des profils R_{max} . De même, de nombreux autres chercheurs se sont basés sur des méthodes de métrologie profilométriques de haute précision sans contact se reposant sur des techniques de lumière structurée et de projection de franges (H. Chen et al., 2020a; Kalms & Bergmann, 2020; Kalms, Narita, Thomy, Vollertsen, & Bergmann, 2019; Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & Hart, 2019; Mussatto et al., 2021; Yuasa et al., 2021) (Figure 1.14). Les différences entre ces travaux résident au niveau des techniques d'acquisitions et des modèles mathématiques et des analyses statistiques utilisés pour le traitement des données acquises pour calculer les indicateurs de qualité du lit de poudre. À noter que ces techniques ont aussi été utilisées pour évaluer l'épaisseur des couches étalées (Pasalopoulos et al., 2020).

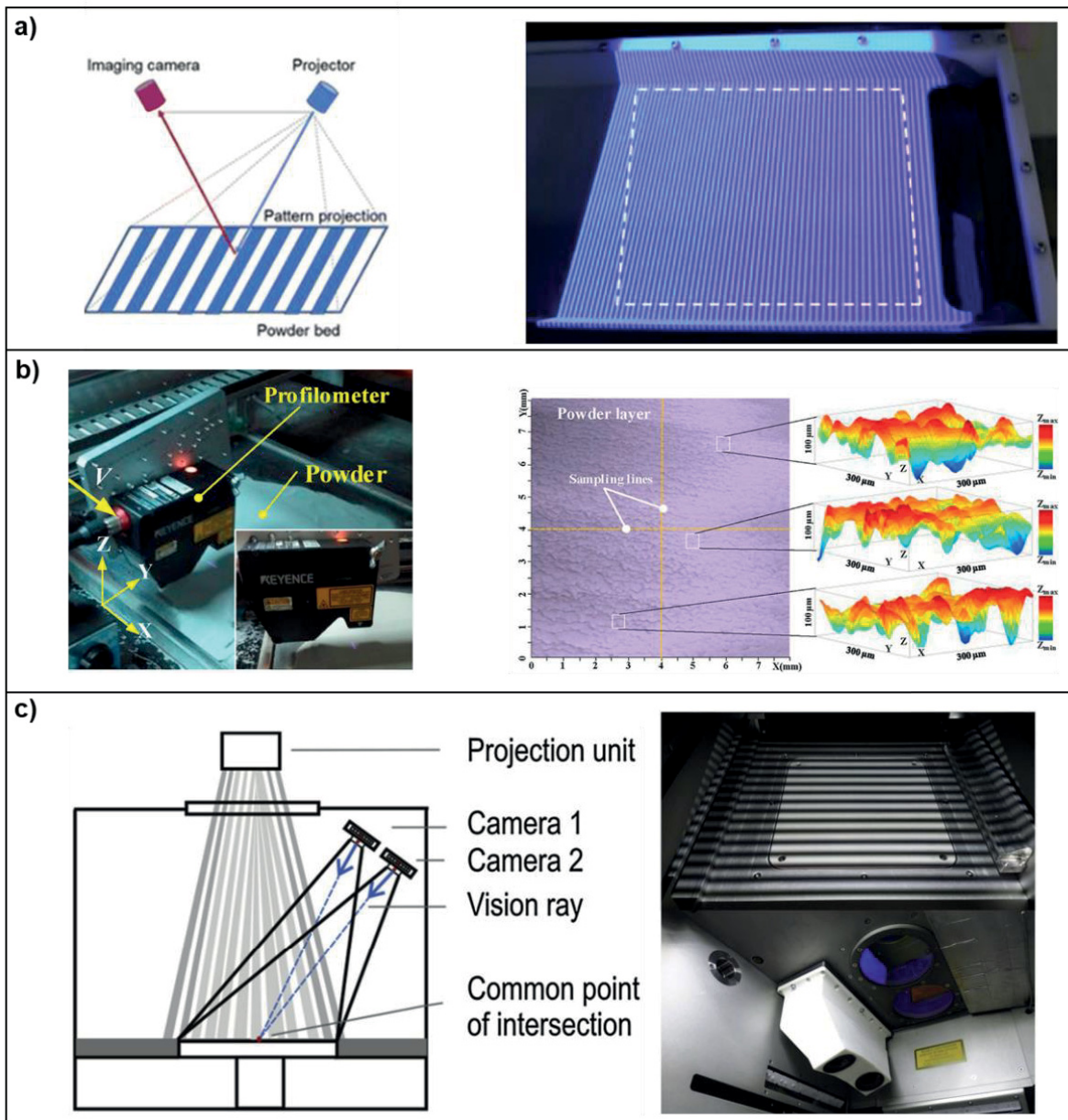


Figure 1.14 Représentation des techniques utilisées pour l'évaluation de la rugosité de surface du lit de poudre
 a) Tirée de (Yuasa et al., 2021),
 b) Tirée de (H. Chen et al., 2020a),
 c) Tirée de (Kalms et al., 2019)

D'autres chercheurs ont utilisé des caméras optiques pour photographier le lit de poudre (Le et al., 2021b; Lin, Gonçalves, Pereira, Pereira, & Weingaertner, 2019; Y. Y. Sun et al., 2015). Une variante basée sur la méthode de stéréophotométrie, combinant une caméra

optique et des sources lumineuses directionnelles, est proposée par (Yee, 2018). La binarisation des images et la comparaison avec des lits de poudre de référence permettent d'évaluer la qualité du lit de poudre étalé.

1.2.2.3.3 Pourcentage de recouvrement

Lors de l'étalement, il est important de s'assurer que la nouvelle couche couvre entièrement et uniformément le lit de poudre ou le substrat sous-jacent. Le manque de recouvrement peut être le résultat d'un mauvais ajustement de l'incrément de déplacement du plateau d'approvisionnement en poudre (quantité de poudre délivrée insuffisante), d'un dépôt intermittent de poudre dû à un mauvais écoulement, des agglomérations causant des trainées de poudre ou des vitesses d'étalement élevées empêchant le dépôt des particules de poudre.

Le pourcentage de recouvrement est généralement évalué avec des systèmes d'imagerie montés en surplomb des lits de poudre étalés. Les images sont analysées numériquement par binarisation pour estimer le taux de recouvrement, mais aussi pour détecter les zones manquant de poudre (Ahmed, Pasha, Nan, & Ghadiri, 2020b; Hulme-Smith, Hari, & Mellin, 2021b; Sehhat, Sutton, Yates, & Leu, 2023; Snow, 2018; Vakifahmetoglu, Hasdemir, & Biasetto, 2021) (Figure 1.15). La valeur obtenue à partir de cette mesure peut être une indication de la capacité de la poudre à être étalée, dans le sens où un pourcentage de recouvrement plus élevé indique une meilleure capacité d'étalement. Cette métrique présente l'avantage d'être simple à mesurer et à interpréter. De plus en plus de fabricants de machines FLLP incluent des systèmes d'imagerie dans leurs systèmes pour évaluer le taux de recouvrement et détecter les gros défauts sur lit de poudre.

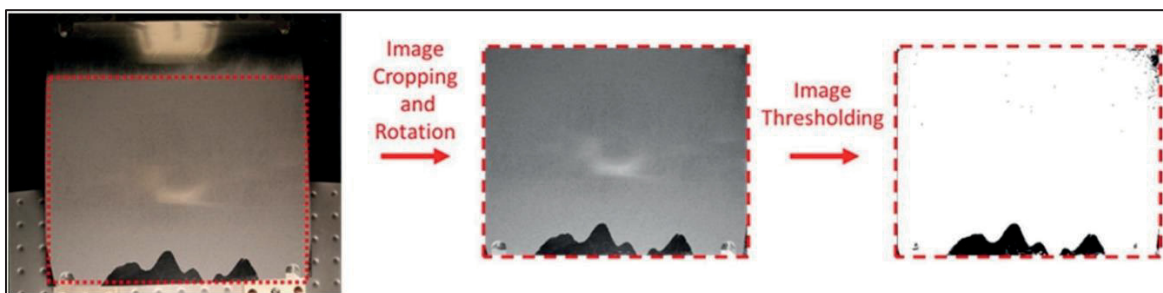


Figure 1.15 Estimation du taux de recouvrement du lit de poudre
Tirée de (Snow, 2018)

1.2.2.4 Testeurs d'étalement de poudre pour les procédés FA-LP

L'écoulement n'est pas une propriété inhérente des poudres et dépend grandement des conditions appliquées. Établir des corrélations entre les propriétés d'écoulements obtenues avec les méthodes de tests standards décrites dans la section 1.1.3.2.2 avec les propriétés d'étalement des poudres dans les systèmes FA-LP peut s'avérer compliqué. Malgré les efforts des comités de standardisation, il n'existe toujours pas de normes décrivant une méthode ou un dispositif dédié pour évaluer directement les indicateurs de qualité d'étalement des poudres pour les procédés de fabrication additive sur lit de poudre. Cependant, de nombreux chercheurs proposent différentes méthodes de tests ayant des degrés de sophistication et de précision diverses.

Des méthodes simples ont été proposées par (Ahmed, Pasha, Nan, & Ghadiri, 2020a; S. Beitz et al., 2019; Cordova, Bor, de Smit, Campos, & Tinga, 2020a; Lefebvre, Dai, Thomas, & Martinez-Rubi, 2019). Beitz et al ont proposé un dispositif équipé d'un bras de raclage contrôlable manuellement pouvant contenir des lames de différentes formes qui étalent la poudre pour remplir une capsule (Figure 1.16-a). Dans ce cas, la rugosité de surface et la densité du lit de poudre ont été analysées à l'aide de la microscopie optique et de la tomographie à rayons X. Ahmed et al ont proposé d'étaler la poudre manuellement à l'aide d'un pochoir en carton avec un espace correspondant à une épaisseur de couche souhaitée, puis d'examiner la couche obtenue par microscopie afin d'évaluer le pourcentage de recouvrement en fonction de l'épaisseur de la couche et de la distribution granulométrique des poudres testées (Figure 1.16-b). Afin de reproduire les mécanismes d'étalement à base de lame et de trémie, Cordova et al ont proposé des outils pour étaler manuellement une couche de poudre (Figure 1.16-c). Les dimensions de la couche formée en étalant une quantité connue de poudre ont été utilisées pour estimer le volume de poudre étalée et donc, une densité apparente approximative du lit de poudre. Lefebvre et al ont évalué la capacité d'étalement à l'aide d'une jauge Hegman (100 μm) (Figure 1.16-d). La méthode consistait à placer une petite quantité de poudre dans une rainure dont la profondeur variait de 100 μm à 0 μm , et par la suite à étaler la poudre (de 100 μm jusqu'à 0 μm de profondeur) avec une

lame le long de la rainure. La capacité d'étalement peut être évaluée qualitativement en comparant la qualité et la formation de défauts dans la couche de poudre.

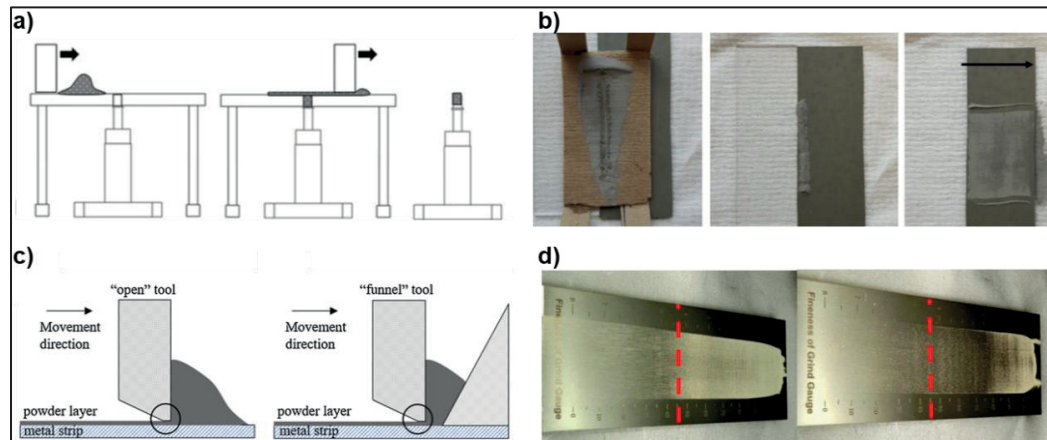


Figure 1.16 Méthodes simples pour évaluer l'étalement du lit de poudre

- a) Tirée de (S. Beitz et al., 2019),
- b) Tirée de (Ahmed et al., 2020a),
- c) Tirée de (Cordova et al., 2020a),
- d) Tirée de (Lefebvre et al., 2019)

Des approches plus polyvalentes et automatisées ont été proposées dans (Hulme-Smith et al., 2021b; Le, Wang, Davidson, Fronda, & Seita, 2021a; Yousub Lee, Simunovic, & Gurnon, 2019; Mellin et al., 2021; Snow, 2018; Van den Eynde, Verbelen, & Van Puyvelde, 2015). Le, T.-P., et al ont introduit l'idée de scanner une couche de poudre étalée à l'aide d'un scanner optique installé sur le mécanisme d'étalement pour étudier la qualité du lit de poudre obtenue en fonction des paramètres d'étalement (vitesse, type de racleur) (Figure 1.17-a). Hulme-Smith et al et Mellin et al ont réutilisé un dispositif d'application de film en ajoutant une lame pour étaler une couche de poudre et ont ajouté un système d'imagerie pour évaluer le pourcentage de recouvrement en fonction de la vitesse d'étalement pour des poudres avec différentes distributions de taille de particules et compositions chimiques (Figure 1.17-b). Lee, Y. et al ont mesuré l'angle d'avalanche formé lors de l'étalement d'une couche de poudre à l'aide d'une caméra alignée avec le racleur de leur système d'essai pour comparer différentes vitesses de recouvrement et épaisseurs de couche (Figure 1.17-c). L'appareil développé par Snow et al utilise le plateau de fabrication et la lame d'un système commercial (EOS M280) couplé à un microscope, une caméra et un profilomètre laser pour

respectivement analyser l'angle d'avalanche, le recouvrement et la rugosité d'une couche. Enfin, Van den Eynde et al ont fixé un plateau sur une balance analytique pour évaluer la masse d'une couche déposée afin d'estimer la densité du lit de poudre (Figure 1.17-d).

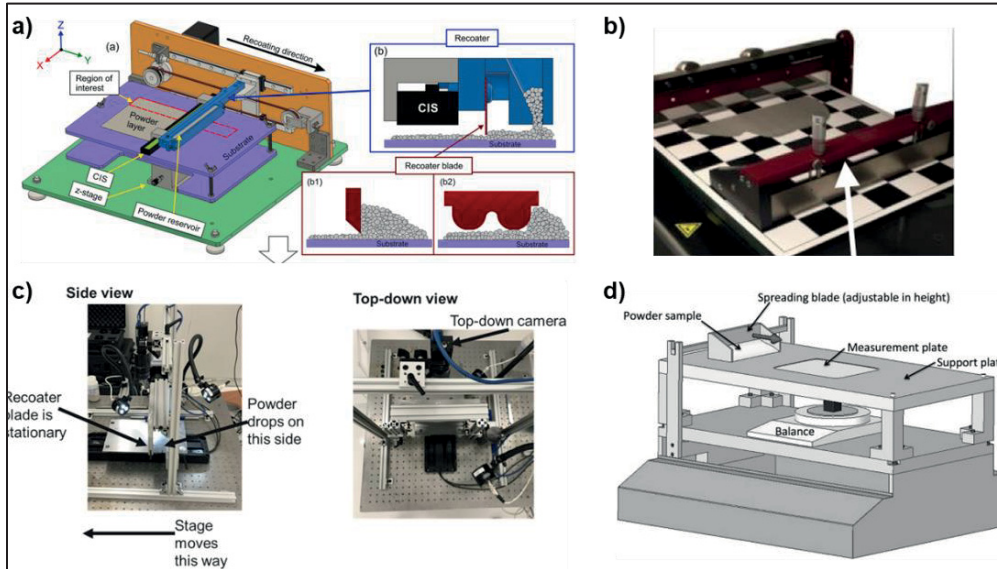


Figure 1.17 Méthodes intermédiairement avancées pour évaluer l'étalement du lit de poudre
 a) Tirée de (Le et al., 2021a),
 b) Tirée de (Hulme-Smith et al., 2021b),
 c) Tirée de (Yousub Lee et al., 2019),
 d) Tirée de (Van den Eynde et al., 2015)

Des testeurs avancés, sophistiqués et hautement automatisés ont été présentés dans (L. I. Escano et al., 2018; Lhuissier et al., 2020; Mitterlehner et al., 2022; D. Oropeza et al., 2021; Yee, 2018). Oropeza et al ont proposé un dispositif de test contenant deux plateformes motorisées pour reproduire les déplacements verticaux du réservoir de poudre et de la plaque de fabrication des machines FA-LP, un mécanisme d'étalement de poudre modulaire capable d'utiliser différents outils d'étalement (rouleau motorisé, lame rigide/flexible, trémie), et un système d'imagerie surplombant le lit de poudre (Figure 1.18-a). Ce dispositif a été conçu notamment pour étudier l'impact du mécanisme d'étalement et de l'épaisseur de couche sur l'uniformité du lit de poudre. Mitterlehner et al ont présenté un banc d'essai composé également de deux plateformes motorisées, l'une pour l'alimentation en poudre et l'autre pour l'étalement de la poudre, et un mécanisme d'étalement à base de lame ayant un angle ajustable (Figure 1.18-b). Après l'opération d'étalement, la plateforme peut être extraite du

testeur et installée sur la table d'un microscope optique pour analyser le recouvrement de surface, la rugosité de la couche et la planéité du lit de poudre.

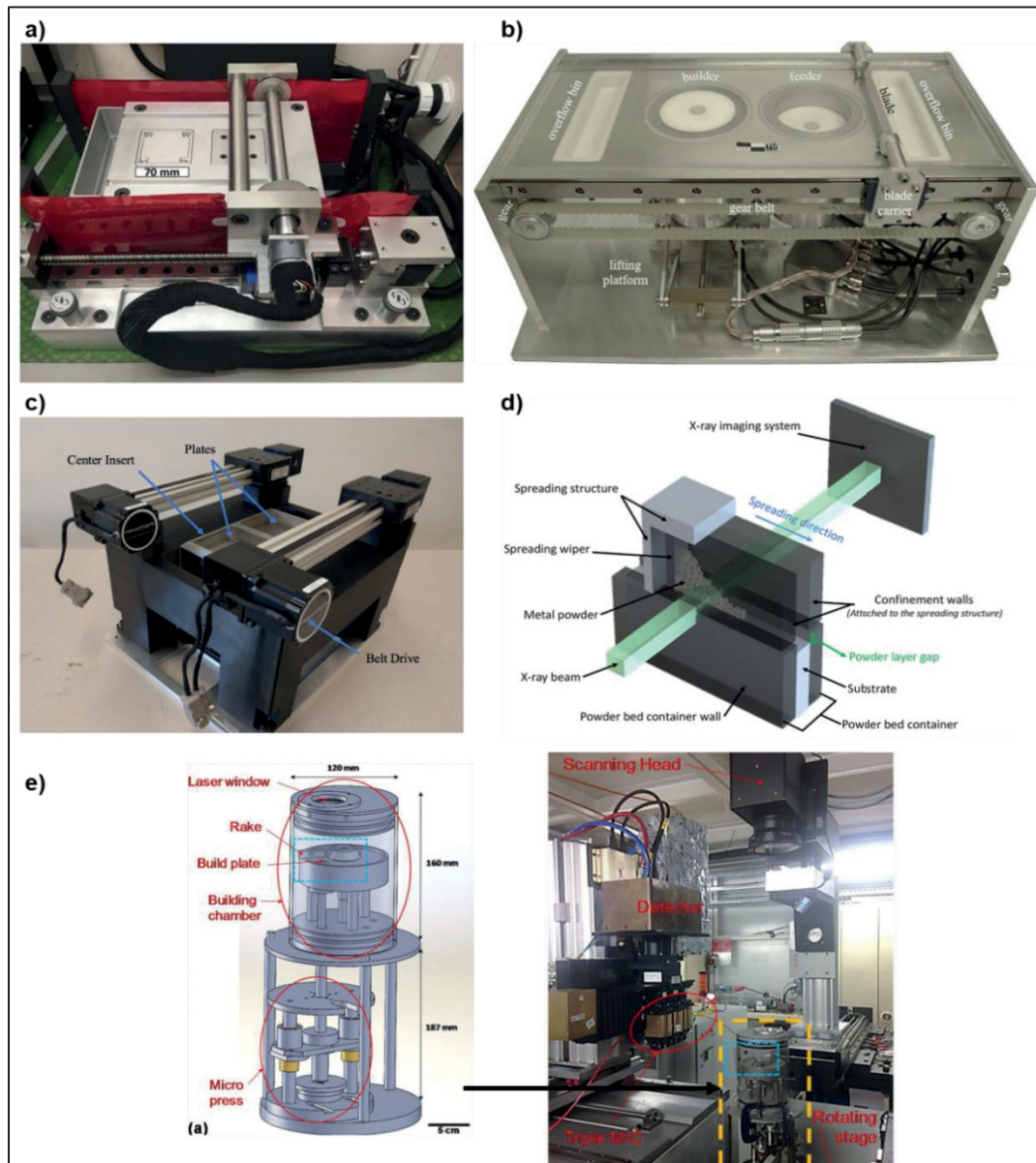


Figure 1.18 Méthodes avancées pour évaluer l'étalement du lit de poudre

- a) Tirée de (D. Oropeza et al., 2021),
- b) Tirée de (Mitterlehner et al., 2022),
- c) Tirée de (Yousub Lee et al., 2019),
- d) Tirée de (L. I. Escano et al., 2018),
- e) Tirée de (Lhuissier et al., 2020)

Un appareil similaire a été développé par Yee et al avec la possibilité d'évaluer directement la rugosité de surface du lit de poudre à l'aide d'une caméra fixée sur l'appareil (Figure 1.18-

c). Escano et al ont proposé un dispositif formé d'un racleur et d'une plateforme motorisés destiné à être monté dans un tomographe à rayons X pour visualiser la dynamique des particules durant l'étalement, la densité et la rugosité du lit de poudre formé (Figure 1.18-d). Lhuissier et al ont proposé une conception miniature d'une machine FLLP incluant le système d'étalement, les plateformes mobiles, le module laser et un environnement contrôlé en étant compatible pour être monté dans un tomographe à rayons X pour analyser l'étalement, mais aussi la consolidation des poudres (Figure 1.18-e).

1.2.2.5 Simulation numérique de l'étalement du lit de poudre

L'étude approfondie de l'étalement de poudres dans les procédés FA-LP requiert l'utilisation synergique d'études expérimentales et numériques. D'une part, les études expérimentales sont limitées par le contrôle des propriétés intrinsèques des poudres (taille, distribution de taille, morphologie...), il peut être compliqué d'avoir accès à des poudres avec des propriétés spécifiques permettant d'étudier l'effet d'une variable d'intérêt séparément limitant ainsi l'étendue des études de cas. De plus les poudres sont grandement sensibles aux conditions et aux variables de tests (humidité, charges électrostatiques, problèmes d'échantillonnage...) pouvant engendrer beaucoup de variabilités dans les résultats compliquant l'interprétation et la synthèse des observations. D'autre part, les simulations numériques permettent une grande flexibilité et un contrôle conséquent sur les caractéristiques des poudres étudiées et les conditions de test. Néanmoins, les simulations numériques ont besoin de beaucoup d'entrants pour simuler fidèlement les comportements complexes des particules lors de leurs étalements et leurs interactions avec les différents éléments impliqués. La définition des entrants pour les simulations peut se montrer ambiguë vu la complexité de la caractérisation de certaines propriétés des poudres, engendrant ainsi plusieurs sources d'erreur lors des simulations. De plus, l'analyse de la dynamique complexe de milliers de particules en mouvement requiert des capacités de calcul élevées et des temps de traitements conséquents limitant l'étendue des simulations.

La majorité des études de simulation numérique d'étalement de poudre pour les procédés FA-LP se base sur la méthode des éléments discrets (*en anglais, Discrete Element method,*

DEM). *DEM* est une méthode numérique permettant de simuler le comportement des systèmes de matériaux continus et non continus introduite par (Cundall & Strack, 1979).

Les simulations *DEM* sont basées sur les interactions newtoniennes d'un système de particules en suivant le mouvement de chaque particule et ses interactions avec d'autres particules ou d'autres éléments. La *DEM* consiste à simuler les interactions particule/particule et particule/parois en utilisant des modèles de contact capables de calculer les forces et les couples de contact en prenant en compte la position, la vitesse et les propriétés de chaque particule. Habituellement, ces modèles dépendent de certaines propriétés physiques telles que le module de Young et le coefficient de Poisson, le coefficient de frottement mais aussi de la taille et de la morphologie des particules (Phua, Cook, Davies, & Delaney, 2022; Schiochet Nasato & Pöschel, 2020; D. Yao et al., 2021; J. Zhang, Tan, Xiao, & Jiang, 2022). Les forces de contact sont divisées en composante normale et tangentielle au plan de contact et sont modélisées en utilisant des modèles viscoélastiques linéaires, des modèles viscoélastiques non linéaires et des modèles hystérétiques (Blais, Vidal, Bertrand, Patience, & Chaouki, 2019; Yousub Lee et al., 2020). La simulation de la dynamique des particules nécessite aussi la modélisation d'interactions adhésives. Les principales sources de force de contact adhésive sont les effets capillaires, l'attraction électrostatique et les interactions de Van der Waals (Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & Hart, 2019; Nan & Ghadiri, 2019).

Le tableau 1.8 présente un extrait parmi les multiples travaux présentés dans la littérature s'intéressant à la simulation numérique de l'étalement des particules. Les principales variables considérées comprennent le type de système d'étalement (lame, rouleau), la distribution de taille et la forme des particules, l'épaisseur de couche et la vitesse d'étalement. Les simulations visent à évaluer l'impact des variables précédemment listées sur plusieurs grandeurs d'intérêt, notamment la densité du lit de poudre, la rugosité de surface, la ségrégation, l'uniformité spatiale, les contraintes exercées par le mouvement des particules. Dépendamment du niveau de précision des simulations, différents modèles et phénomènes

Tableau 1.8 Extrait des travaux de simulation numérique de l'opération d'étalement FLLP

Référence	Système d'étalement	Variables	Grandeurs d'intérêt	Considération	Forme des particules
(Herbold, Walton, & Homel, 2015)	-Lame -Rouleau	-Distance de déplacement -Distribution des tailles -Système d'étalement	-Ségrégation -Mélange des particules (bac approvisionnement / plateau d'étalement)	-Force de cohésion -Rigidité des particules -Forces de Van der Waals -Forces de friction -Forces de contact	Elliptique
(Haeri et al., 2017)	-Lame -Rouleau	-Forme des particules (aspect ratio) -Système d'étalement -Vitesse d'étalement -Épaisseur de couche -Distribution des tailles	-État de surface du lit de poudre -Densité du lit de poudre -Orientation des particules dans le lit de poudre	-Forces de contact viscoélastique -Forces de collision -Forces d'interaction particule/particule et particule/paroi	Cylindrique
(Mindt, Megahed, Lavery, Holmes, & Brown, 2016)	-Lame	-Déplacement plateau d'étalement -Vitesse d'étalement -Épaisseur de couche	-Densité du lit de poudre -Variation de la densité dans les différentes zones -Ségrégation	-Force de cohésion -Forces de friction -Forces de contact	Sphérique
(E. J. Parteli & Pöschel, 2017)	-Rouleau	-Vitesse d'étalement -Distribution des tailles	-État de surface du lit de poudre -Densité du lit de poudre -Contraintes exercées par le mouvement des particules	-Forces de Van der Waals -Forces de contact	Réaliste (reproduction des particules en combinant plusieurs sphères)
(H. Chen et al., 2017)	-Lame	-Épaisseur de couche -Vitesse d'étalement -Densité d'énergie de surface -Coefficient de frottement glissant -Résistance au roulement -D ₅₀	-Écoulement : DRA (Dynamic repose angle) MFR (Mass flow rate)	-Forces de contact -Force de cohésion -Forces d'interaction particule/particule et particule/paroi -Forces de Van der Waals	Sphérique
(Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & Hart, 2018)	-Lame	-Épaisseur de couche -Vitesse d'étalement -Propriétés de la lame et du substrat -D ₅₀ -Propriétés mécaniques de la poudre	-État de surface du lit de poudre -Densité du lit de poudre	-Adhésion particule/particule -Adhésion particule/paroi -Contact de frottement -Contact roulant -Force cohésives	Sphérique
(D. Yao et al., 2021)	-Lame	-Taille des particules -Vitesse d'étalement -épaisseur de couche -Angle de la lame	-Densité du lit de poudre -Uniformité spatiale -Vitesse des particules	-Adhésion particule/particule -Adhésion particule/paroi -Contact de frottement -Contact roulant -Force cohésives -Forces de Van der Waals	Sphérique

furent considérés (Blais et al., 2019; H. Chen et al., 2020a; H. Chen et al., 2017; L. I. Escano et al., 2018; Haeri, 2017; Haeri et al., 2017; Han, Gu, & Setchi, 2019; He, Hassanpour, & Bayly, 2020; Herbold et al., 2015; Yousub Lee et al., 2020; Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & Hart, 2019; Meier, Weissbach, Weinberg, Wall, & John Hart, 2019; Nan & Ghadiri, 2019; E. J. R. Parteli et al., 2014; Phua et al., 2022; Schiochet Nasato & Pöschel, 2020; D. Yao et al., 2021; J. Zhang et al., 2022).

1.2.2.6 Impact des variables affectant l'étalement des poudres dans les procédés FA-LP

La complexité de l'étalement de la poudre réside dans le nombre de variables impliquées dans le processus. Les plus importantes sont présentées dans les sections suivantes notamment, la distribution des tailles et la morphologie des particules; l'humidité; le recyclage des poudres et les paramètres d'étalement.

1.2.2.6.1 Taille, distribution de taille et morphologie

Une distribution granulométrique peut être unimodale, bimodale ou même multimodale. Certains travaux ont constaté qu'une distribution granulométrique bimodale affecte positivement la densité du lit de poudre, car les particules fines combler les espaces entre les particules grossières réduisant considérablement la porosité de la couche (N. Karapatis et al., 1999; Spierings, Herres, & Levy, 2011). Karapatis et al ainsi que Spierings et al ont défini des relations entre les tailles de particules fines et grossières et l'épaisseur de couche (t) qui doivent être appliquées afin d'assurer un bon compromis entre les performances d'écoulement et d'entassement des particules dans le lit de poudre. Les critères établis sont présentés par les équations suivantes

$$t > D_{90} \text{ avec } t/D_{90} \approx 1.5 \quad (1.6)$$

$$D_{50}/D_{10} \in [1.4, 2.5] \text{ avec } D_{10} > 5\mu\text{m} \quad (1.7)$$

$$D_{90}/D_{50} \in [2, 5] \text{ avec } D_{90}/D_{10} \approx 5 \quad (1.8)$$

Ces critères définissent une distribution granulométrique unimodale avec une étendue raisonnablement étroite, signifiant que théoriquement, une distribution granulométrique étroite est la configuration favorisant un meilleur écoulement. Cela ne signifie pas que les poudres bimodales ou les poudres avec une distribution granulométrique plus large ne peuvent pas s'écouler convenablement, cela signifie simplement qu'une certaine perte en performances d'écoulement est à considérer en raison des forces de cohésion supplémentaires introduites par les particules fines. Pour les poudres bimodales, les exigences sont présentées dans les équations suivantes. Pour ce cas, la poudre bimodale est considérée comme la composée de deux poudres unimodales correspondant aux fractions des particules fines et grossières qui doivent, séparément, répondre aux exigences des poudres unimodales présentées dans les équations précédentes.

$$t > D_{90,grossières} \text{ avec } t/D_{90,grossières} \approx 1.5 \quad (1.9)$$

$$D_{50,grossières}/D_{50,fines} \geq 10 \text{ avec } D_{10,fines} > 5\mu m \quad (1.10)$$

$$\%masse_{grossières}/\%masse_{fines} \approx 7/3 \quad (1.11)$$

Un concept fondamental a été partagé entre les études où l'efficacité de l'entassement était principalement améliorée par la réduction des vides entre les grosses particules en ajoutant des particules de taille plus fine et comparable à la taille des pores présents. L'équation d'Andersen était axée sur l'amélioration de la densité de tassement des distributions de tailles gaussiennes en incorporant de fines particules pour combler les vides aléatoires parmi les particules plus grossières (Andreasen & Andersen, 1930).

Néanmoins, il a été prouvé que les poudres ayant une distribution plus large présentent un entassement des particules plus efficace que les poudres ayant une distribution étroite. Ceci a été rapporté par plusieurs auteurs notamment par (B. Liu et al., 2011) en comparant les densités apparente et tassée de deux distributions différentes. La poudre ayant une distribution plus élargie à une densité tassée 10% supérieure que la distribution étroite.

(Engeli, Etter, Hoevel, & Wegener, 2016) ont aussi démontré que la densité tassée dépend fortement de l'étendue de la distribution : plus la distribution est élargie, plus la densité tassée est grande avec une saturation à un certain point.

Le modèle de Furnas (Furnas, 1931) est une autre approche utilisée pour améliorer l'entassement des poudres en ajoutant de fines particules pour s'immiscer à travers des vides de tailles connues dans une matrice de grosses particules, générant une distribution de taille multimodale avec des pics secondaires ou tertiaires. Comme montré théoriquement, la densité de tassement d'une poudre monodimensionnée dans un arrangement orthorhombique peut être augmentée de 74% à 84% suite à l'ajout de particules fines (McGeary, 1961)

Comme mentionné ci-dessus, le mélange de fines particules avec des particules plus grossières, dans des proportions appropriées, peut avoir des effets bénéfiques sur la densité de tassement de la poudre. Cependant, l'incorporation de particules fines peuvent en revanche présenter certains inconvénients en termes d'écoulement en raison de l'augmentation de la cohésion de la poudre, des forces interparticulaires et de la ségrégation. Les forces d'adhésion des particules, y compris l'attraction de Van der Waals, sont généralement plus élevées pour les particules fines favorisant leur agglomération, augmentant le frottement entre particules et produisant un comportement rhéologique médiocre. Comme illustré sur la Figure 1.19, l'écoulement de la poudre devient moins bon en réduisant la taille de particules (Schade, Murphy, & Walton, 2014). Ainsi un compromis doit être trouvé lors de l'ajout de particules fines pour l'optimisation simultanée de l'écoulement et de l'efficacité de l'entassement des particules.

Dobson et al. soulignent que le taux de particules fines dans la poudre affecte directement sa capacité d'étalement (Dobson & Starr, 2021). Plus précisément, il existe un seuil de pourcentage de particules fines au-delà duquel la poudre n'est plus capable d'être étalée en couche à l'aide d'un racleur. Cela est dû au fait que plus la taille des particules est petite, plus les forces de cohésion interparticulaires et les forces adhésives entre les particules et le racleur sont importantes. Les forces de Van der Waals l'emportent sur les forces gravitationnelles, empêchant la poudre de former une couche homogène et uniforme sur le

substrat. Dobson et al ont constaté que la poudre d'acier inoxydable 17-4 pH avec environ 30% du volume de poudre ayant un diamètre de particule inférieur à 15 μm a été étalée avec succès. Cependant, lorsque ce pourcentage est augmenté à 55 %, il était impossible d'étaler un lit de poudre adéquatement.

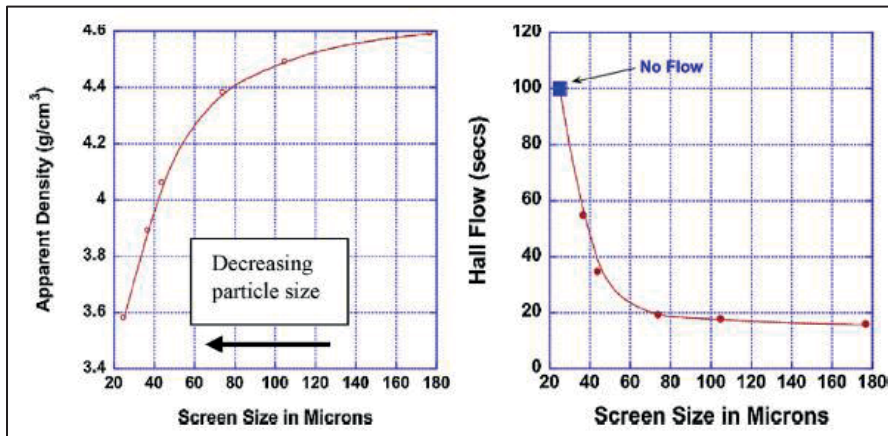


Figure 1.19 Impact de la distribution des tailles sur la densité apparente et l'écoulement
Tirée de Schade et al. (2014)

La densité de tassement résultante et la disposition des particules sous le faisceau laser affecteraient grandement l'absorption de l'énergie du laser et le transfert de chaleur entre la source d'énergie et la matière exposée. En d'autres termes, le degré d'absorption du laser varie avec le nombre de particules exposées sous la zone du faisceau où une meilleure absorptivité thermique est obtenue lorsque la densité du lit de poudre est élevée.

(Boley, Khairallah, & Rubenchik, 2015) ont évalué l'absorptivité du lit de poudre pour différentes distributions de taille. La meilleure absorptivité est obtenue pour une distribution bimodale avec un ratio 7:1 avec 20% de particules fines, cette distribution correspond à la configuration offrant l'entassement le plus efficace.

La forme des particules affecte l'écoulement et l'étalement de la poudre (Austin T Sutton et al., 2017). Il a été prouvé que les particules ayant une sphéricité et une rondeur plus élevées favorisent l'étalement de la poudre en raison d'une interconnexion réduite des particules et de la capacité naturelle des sphères à rouler avec un mouvement régulier et continu avec un

minimum d'interférences, provoquant ainsi moins de collisions et d'emboitements en comparaison avec les particules plus irrégulières. De plus, les particules ayant une forme irrégulière sont plus susceptibles à l'adsorption (humidité adhère à la surface), signifiant qu'une augmentation de l'humidité relative rendra ces poudres plus cohésives par rapport à une poudre ayant des particules plus sphériques.

(Vanessa Seyda, Herzog, & Emmelmann, 2017) ont mené une étude sur une poudre de titane Ti-6Al-4V produite par trois procédés de production différents respectivement l'atomisation au gaz (AG), l'atomisation au plasma (AP) et la sphéroïdisation au plasma (SA). Les poudres fabriquées par les deux procédés plasma présentent une sphéricité comparable, mais meilleure que celle de la poudre atomisée au gaz. La surface la plus lisse est obtenue avec le procédé AP suivi par le procédé SA et la poudre atomisée au gaz présente la surface la plus rugueuse. Différents outils de caractérisation rhéologique ont été utilisés notamment le dispositif de Hall, l'angle de dépôt et le rhéomètre FT4. Les meilleures propriétés d'écoulement sont, dans l'ordre, la poudre atomisée au plasma, la poudre sphéroïdisée au plasma et finalement la poudre atomisée au gaz qui corrént avec les résultats de circularité et d'état de surface des particules. Finalement, (Haeri, 2017) ont étudié par simulation numérique des particules ayant des rapports de forme variant de 1 (particules sphériques) à 2,5 montrant que l'augmentation du rapport de forme entraîne une diminution de la densité du lit de poudre et une augmentation de la rugosité de surface.

1.2.2.6.2 Paramètres d'étalement

Beitz et al ont étudié l'effet de trois géométries de lames différentes, à savoir des lames plates, légèrement arrondies et pointues, démontrant que la lame plate génère une rugosité de surface inférieure et à une meilleure densité du lit de poudre que les autres lames en raison de sa surface de contact horizontale plus grande (Steffen Beitz et al., 2019). Haeri et al ont remarqué qu'un profil optimisé permet d'augmenter la vitesse d'étalement tout en limitant la perte de qualité du lit de poudre (Haeri, 2017).

En général, les systèmes d'étalement à rouleau sont plus performants que les racleurs à lame en termes de qualité du lit de poudre dans les mêmes conditions de fonctionnement, comme

l'ont démontré (Haeri et al., 2017). Budding et al. ont examiné expérimentalement différents modes d'étalement de poudre par l'intermédiaire d'une lame, d'un rouleau rotatif dans le sens indirect, d'un rouleau rotatif à sens direct et d'une combinaison d'une lame suivie d'un rouleau à sens direct (Budding & Vaneker, 2013). Ils ont prouvé que la configuration avec la lame génère le moins de discontinuité au niveau des couches étalées en raison des forces de compression et d'adhésion plus faible en comparaison aux autres configurations. Zhang et al. ont développé une simulation DEM pour examiner la dynamique et les résultats obtenus par un rouleau rotatif dans le sens indirect. Ils ont examiné l'impact des facteurs tels que le diamètre du rouleau, la vitesse de translation et de rotation du rouleau et l'épaisseur de la couche. Ils ont constaté que la vitesse de translation est le facteur le plus important, car, dépassé un certain seuil, il n'est plus possible d'étaler une couche ayant une faible rugosité de surface et une bonne densité (Jiangtao Zhang et al., 2020).

La vitesse du système d'étalement peut être un facteur important pour augmenter la productivité du procédé de fabrication. Comme le montre la Figure 1.20, l'augmentation de la vitesse de l'épandeur entraîne des couches de poudre moins denses et plus rugueuses, réduisant finalement la qualité de la couche de poudre, comme discuté par (H. Chen et al., 2020b). Le choix d'une vitesse d'étalement doit être considéré comme un compromis entre la qualité du lit de poudre et la productivité du procédé.

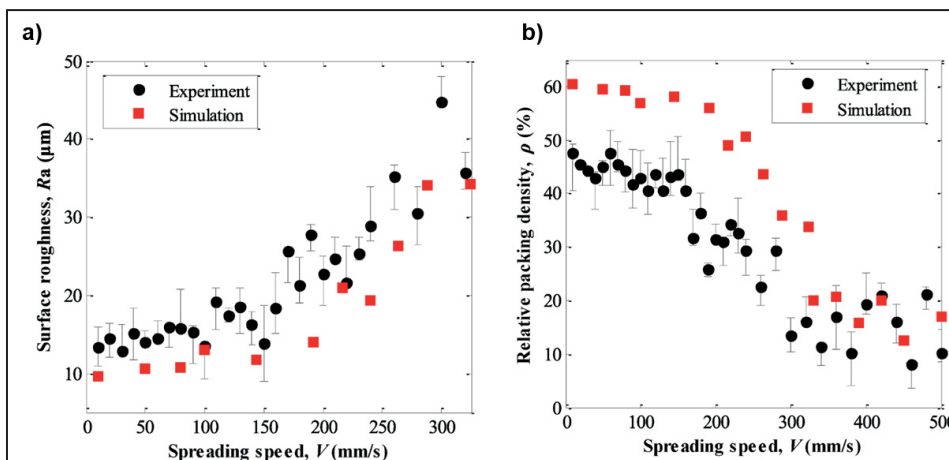


Figure 1.20 Impact de la vitesse d'étalement sur a) la rugosité de surface et b) la densité du lit de poudre
Tirée de (H. Chen et al., 2020b)

1.2.2.6.3 Humidité

Les molécules d'eau présentes dans l'environnement peuvent entrer en contact avec les particules de poudre. En fonction des propriétés hygroscopiques du matériau, les molécules d'eau peuvent être absorbées ou adsorbées (molécules d'eau adhérant à la surface des particules), ce qui peut considérablement affecter les performances d'écoulement et d'étalement des poudres. Plus l'humidité relative (HR) est élevée, plus les molécules d'eau seront absorbées et adsorbées par les particules de poudre, d'où l'importance de privilégier un environnement contrôlé pour la manipulation des poudres.

L'absorption d'humidité est directement liée à la porosité des particules de poudre; plus une particule est poreuse, plus de molécules d'eau seront piégées dans ces pores. L'absorption peut engendrer une variation de la taille, de la morphologie et de la masse des particules impactant leurs propriétés d'écoulement et d'étalement.

L'adsorption d'humidité est liée à la morphologie des particules. Plus les particules sont irrégulières, plus la surface extérieure est grande, ce qui signifie qu'elles sont plus susceptibles d'adsorber de l'humidité. De plus, les particules fines sont généralement plus affectées par l'adsorption considérant qu'elles ont un rapport surface sur volume plus grande.

Lefebvre et al. ont prouvé que l'adsorption se produit rapidement et affecte l'écoulement de la poudre sous de faibles contraintes de compression (comme celles observées avec un dispositif d'étalement à lame), mais il n'y a pas d'effet significatif sur l'écoulement en présence de contraintes de compression plus importantes (comme lorsqu'un dispositif d'étalement à rouleau est utilisé), probablement parce que les contraintes de compression sont suffisamment importantes pour briser les liens capillaires liés à l'humidité entre les particules (Lefebvre et al., 2019). Rescaglio et al ont prouvé qu'il est plus difficile pour une poudre d'atteindre une densité de tassement désirée par compression lorsque l'humidité relative est soit trop élevée, en raison des liaisons liquides et de l'attraction capillaire, soit trop faible, car les charges électrostatiques deviennent prédominantes et augmentent la cohésion de la poudre. Par conséquent, des valeurs extrêmes d'humidité relative peuvent

affecter négativement l'écoulement et l'étalement de la poudre (Rescaglio, Schockmel, Francqui, Vandewalle, & Lumay, 2017).

Mitterlehner et al ont démontré avec leur testeur d'étalement que les poudres humidifiées génèrent des couches ayant un taux de recouvrement et d'uniformité moindre que celles obtenues avec des poudres sèches dû notamment à la présence d'agglomération et l'adhésion importante des particules au racleur (Mitterlehner, Danninger, Gierl-Mayer, & Gschiel, 2021a).

1.2.2.6.4 Nature du matériau

Les forces cohésives des poudres, dérivées d'une combinaison des forces de van der Waals et de la charge électrostatique, restreignent les mouvements indépendants des particules (Clayton, 2019; Leturia, Benali, Lagarde, Ronga, & Saleh, 2014; Marchetti & Hulme-Smith, 2021). En règle générale, plus leur impact est prononcé, plus les propriétés d'écoulement sont négativement affectées. Ces forces dépendent des propriétés intrinsèques des particules, notamment de leurs tailles, formes et textures de surface mais aussi de leurs compositions chimiques. La composition chimique de la surface des particules peut influencer les propriétés de cohésion et d'adhésion de la poudre lors de son écoulement. Les différents matériaux peuvent être classés en fonction de leur tendance à devenir chargés positivement ou négativement par frottement lorsqu'ils entrent en contact les uns avec les autres (la série triboélectrique). Ce phénomène, appelé charge triboélectrique, se produit en raison du transfert d'électrons entre les matériaux en interaction (Clayton, 2019; Lacks & Shinbrot, 2019; X. Liu, Kolehmainen, Nwogbaga, Ozel, & Sundaresan, 2020; Mehrani, Murtomaa, & Lacks, 2017).

Autre les forces cohésives, le mouvement des particules peut être influencé par les forces imposées par l'inertie et l'accélération dues à la gravité et les éléments externes en mouvement et en contact avec les particules (Clayton, 2019; Marchetti & Hulme-Smith, 2021). La capacité d'une particule à commencer à s'écouler, dépend en grande partie de la force gravitationnelle agissant sur elle, directement liée à sa masse individuelle définie par la densité théorique du matériau. Plus la masse de la particule est élevée (densité théorique du

matériau, taille), plus l'effet de la gravité et les forces d'inertie est important, favorisant le déplacement de la particule et donc son écoulement. La relation entre toutes les forces restrictives et la force motrice de la gravité est ce qui détermine les performances d'écoulement de particules des poudres.

1.2.2.6.5 Recyclage des poudres

Dans les procédés FA-LP, à la fin des fabrications, la poudre non consolidée est collectée, tamisée et réutilisée et il est recommandé de mélanger les poudres recyclées avec un certain ratio de poudres fraîches avant de les réutiliser. Les performances d'étalement peuvent changer pour les poudres recyclées ou réutilisées. Les réutilisations multiples de poudres peuvent entraîner des changements de la morphologie et des tailles des particules et, par conséquent, des performances d'écoulement et d'étalement.

Plusieurs travaux dans la littérature se sont intéressés à la recyclabilité des poudres, malgré l'absence d'un consensus et l'observation de quelques résultats contradictoires, dans la majorité des études il fut observé que les cycles de recyclage répétés engendrent généralement une diminution de la quantité des particules fines et un rétrécissement de l'étendue de la distribution de taille, expliquée par le phénomène de ségrégation durant l'étalement qui favorise le dépôt des particules fines dans le lit de poudre. Sutton et al ont observé qu'à la suite de 7 cycles de recyclage d'une poudre d'acier, la quantité de particules fines diminue (Figure 1.21-a), réduisant les forces cohésives et la formation d'agglomérats, améliorant ainsi les propriétés d'écoulement et la densité du lit de poudre étalé (Figure 1.21-b). (Austin T. Sutton, Kriewall, Karnati, Leu, & Newkirk, 2020). Des observations similaires furent rapportées par d'autres travaux (Jacob et al., 2017; Saboori et al., 2019; V. Seyda, Kaufmann, & Emmelmann, 2012).

Concernant la morphologie et la texture de surface des particules, des observations contradictoires furent rapportées. Certains travaux mentionnent une amélioration de la sphéricité des particules, la diminution du nombre de satellites et l'obtention d'une surface plus lisse engendrant une amélioration des propriétés d'écoulement et de tassement (Quintana, Alvarez, McMillan, Tong, & Tomonto, 2018). Les auteurs expliquent ceci par les

phénomènes d'abrasion répétée lors de l'étalement et les opérations de tamisages qui améliore la morphologie globale des particules. D'autres travaux ont observé des tendances contraires, diminution de la sphéricité, augmentation du nombre de satellites et détérioration de la texture de surface accompagnés par des pertes de performances rhéologiques. Selon les auteurs, ceci s'expliquerait par la ségrégation des particules par morphologie, ou les particules plus sphériques se fauillent plus facilement vers le bas pour se déposer dans le lit de poudre. L'augmentation de la présence de satellite est due au rattachement des particules fines et des éclaboussures produites par le bain de fusion aux particules plus grossières. La détérioration de la texture de surface peut s'expliquer par la dureté du matériau des particules, qui sous l'effet d'abrasion tend à détériorer la surface en retirant des morceaux des particules (Denti, Sola, Defanti, Sciancalepore, & Bondioli, 2019; Tang et al., 2015).

À noter que dans la majorité des travaux, une augmentation du taux d'oxygène au fil des cycles de recyclage fut observée affectant négativement la ductilité des pièces fabriquées (Vladimir V. Popov, Katz-Demyanetz, Garkun, & Bamberger, 2018; Tang et al., 2015; Wei et al., 2018). Il fut aussi démontré que la perte des particules fines engendre une diminution de la qualité de surface des pièces obtenues.

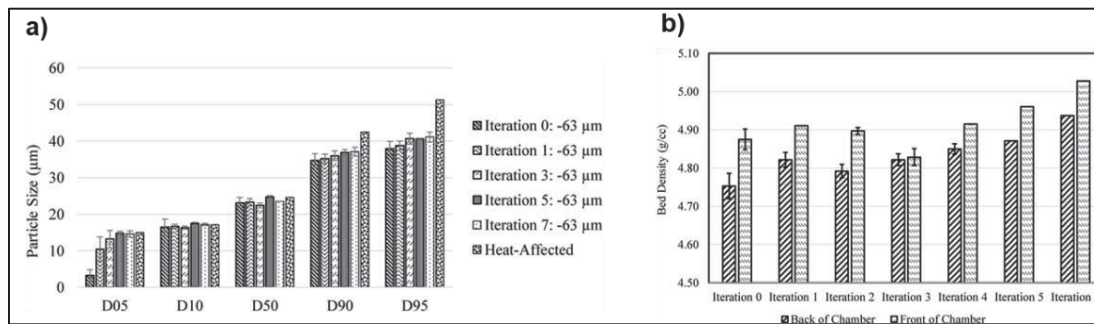


Figure 1.21 Impact des cycles de recyclage de poudre sur a) la distribution de taille des particules et b) la densité du lit de poudre obtenu

Tirée de (Austin T. Sutton et al., 2020)

1.2.2.7 Interaction entre la source de chaleur et le lit de poudre

Après l'étalement d'une couche, la source de chaleur (faisceau laser pour le procédé FLLP ou faisceau d'électron pour le EBM) est activée pour fusionner sélectivement des régions spécifiques du lit de poudre. Le faisceau laser entre en interaction avec la poudre et pénètre à

travers les espacements entre les particules et subit de multiples réflexions et absorptions comme illustrées sur la Figure 1.22 (X. X. Yao & Zhang, 2022). L'absorption de l'énergie du faisceau réchauffe les particules jusqu'à atteindre la température de fusion et former un bain de fusion liant sélectivement les particules de la couche étalée entre elles et avec les couches sous-jacentes. La réflexion et l'absorption du faisceau par les particules de poudre peuvent être affectées par de nombreux facteurs, notamment l'épaisseur de la couche, la densité du lit de poudre, la taille et la morphologie des particules (D. Gu, Xia, & Dai, 2019; B. Zhang & Coddet, 2015). Un lit de poudre ayant une densité élevée favorise une pénétration homogène du faisceau laser et aide à former un bain de fusion stable supporté par les particules avoisinantes et un transfert de chaleur plus uniforme et efficace (Figure 1.22 a-b). Un lit de poudre ayant une densité plus faible permet une pénétration élevée du faisceau laser entraînant une accumulation rapide de chaleur (Pal et al., 2021a). Les poches de gaz entre les particules subissent une expansion rapide et soudaine générant des déflagrations et entraînant des projections de matières (*spattering* en anglais) qui perturbent la stabilité du bain de fusion (Nakamura, Kawahito, Nishimoto, & Katayama, 2015). De plus, les espacements dans le lit de poudre et la petite quantité de particules présentes mènent à un manque de matière fondue générant un bain de fusion de petite taille ayant une faible viscosité remplissant moins efficacement les interstices dans la couche. De surplus, la grosse concentration de chaleur dans la zone exposée pénètre plus profondément et tend à excessivement refusionner les couches sous-jacentes, comme illustrées sur la Figure 1.22 e-f, pouvant entraîner des altérations à la microstructure (K. Li et al., 2020).

Les particules grossières requièrent une quantité d'énergie plus importante pour être fusionnées et tendent à limiter la pénétration du laser dans le lit de poudre (Figure 1.22 c-d). Un apport calorifique insuffisant limite la fonte complète des particules et génère un bain de fusion avec une viscosité élevée ayant une capacité limitée pour s'écouler et remplir les espacements entre les particules et atteindre les couches sous-jacentes générant ainsi plus de pores dans les pièces fabriquées (Pal et al., 2021a). Les petites particules, dues à leur masse plus faible, ont tendance à être projetées plus facilement au contact du laser et du bain de fusion réduisant la quantité de matière présente dans la zone exposée. Les projections peuvent être formées de matière fondue ou partiellement fondue et vont se déposer dans

d'autres régions du lit de poudre pouvant perturber l'uniformité de la couche et l'interaction laser/poudre en plus de variation au niveau de la composition chimique (Z. Li et al., 2022).

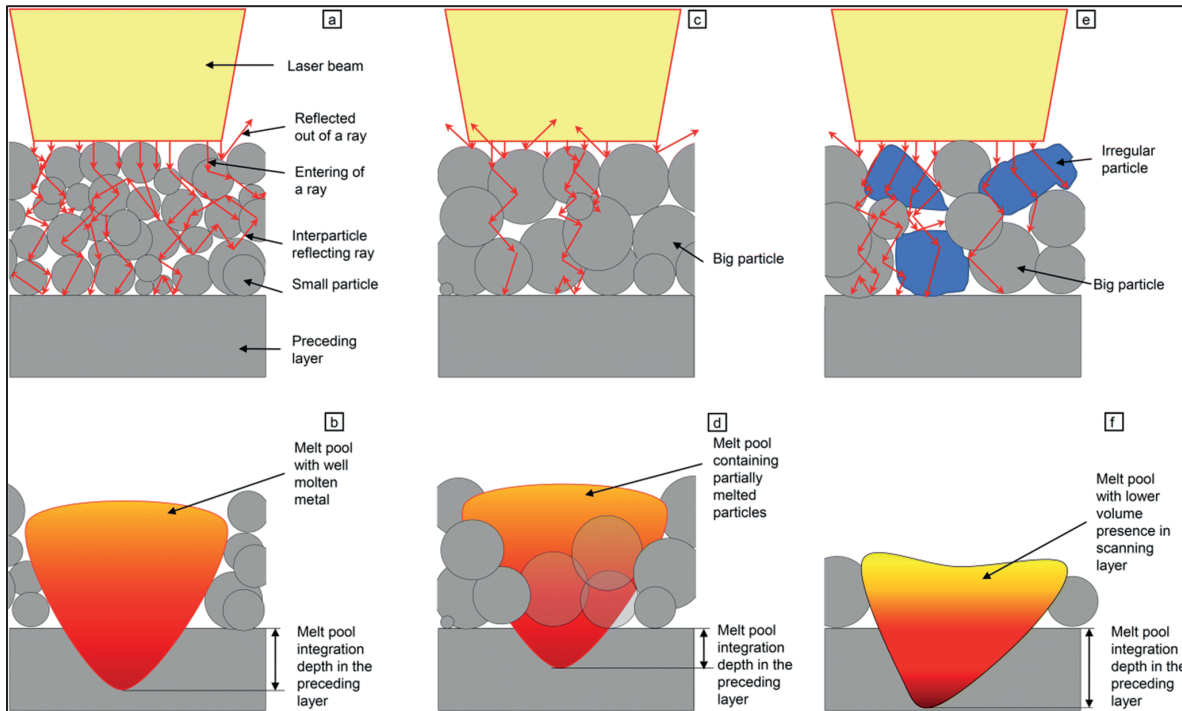


Figure 1.22 Interaction entre la source de chaleur et le lit de poudre pour différentes configurations
Tirée de (Pal et al., 2021a)

1.2.2.8 Lien entre l'étalement des poudres et les performances des pièces FA-LP

De nombreux chercheurs se sont concentrés sur la caractérisation des performances des pièces produites par les procédés FLLP. Les propriétés les plus couramment évaluées sont la densité, la résistance mécanique (limite d'élasticité, limite à la rupture, allongement à la rupture, limite d'endurance en fatigue), la dureté, la rugosité de surface et la précision dimensionnelle, ainsi que l'apparition de défauts superficiels ou internes (Austin T Sutton et al., 2017). Les sections suivantes présenteront les liens observés entre les propriétés des pièces, les caractéristiques du lit de poudre et les paramètres d'étalement. Cependant, il convient de prendre en considération que les performances des pièces dépendent aussi fortement des paramètres utilisés par le processus de fusion de la poudre, telle que la vitesse

de balayage, la puissance du laser, l'espacement entre les passes... d'où la complexité de relier les différences au niveau des performances des pièces à une caractéristique donnée du lit de poudre, à moins qu'un plan expérimental maintenant notamment les paramètres de fusion de la poudre constants ne fût adopté.

1.2.2.9 Densité et taux de porosité

Ali et al ont évalué la variation de la densité du lit de poudre le long de la direction d'étalement pour obtenir une variation maximale de 14% de la densité théorique relative entre les différentes zones du lit de poudre. Cette différence s'est traduite par une variation de 0.07% au niveau des densités des pièces imprimées comme illustré sur la Figure 1.23 (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018).

Reiner et al ont aussi observé une tendance similaire où la densité des pièces est directement liée à la densité du lit de poudre étalée et ont souligné que la densité des pièces obtenue est grandement corrélée à la capacité d'absorptivité des radiations laser du lit de poudre (Reiner et al., 2020).

Abd-Elghany et al ont observé une augmentation de la densité des pièces fabriquées en diminuant l'épaisseur de couche en gardant une densité d'énergie constante (Abd-Elghany & Bourell, 2012). En effet, plus l'épaisseur de couche est faible, moins de grosses particules seront étalées, déposant ainsi principalement des particules plus fines permettant un tassement plus serré. Aussi les grosses particules nécessitent plus d'énergie pour être fusionnée pouvant expliquer l'obtention d'échantillons plus poreux. Des observations similaires furent rapportées par (Budding & Vaneker, 2013; Z. Chen et al., 2019; Mostafaei et al., 2021; Spierings et al., 2011)

Cependant une diminution de l'épaisseur de couche peut augmenter l'effet de paroi discuté dans la section 1.2.2.2 limitant l'empilement et le dépôt des particules et ainsi réduire la densité du lit de poudre et des pièces fabriquées (H. Chen et al., 2019).

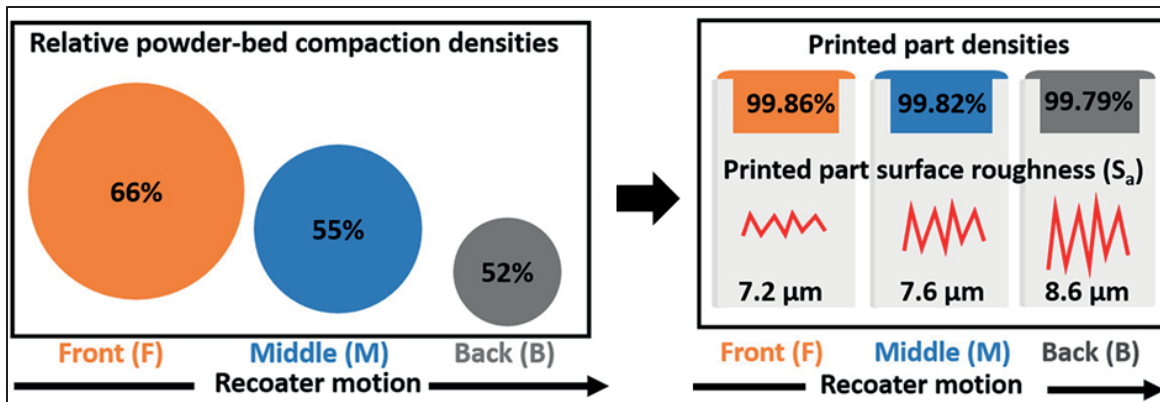


Figure 1.23 Variation de la densité du lit de poudre le long de la direction d'étalement et l'impact sur la densité et la rugosité de surface des pièces imprimées
Tirée de (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018)

La maximisation de la densité du lit de poudre est généralement recommandée pour maximiser la densité des pièces fabriquées, néanmoins, ceci peut être problématique en limitant la pénétration du faisceau laser pour atteindre et fusionner les particules aux couches sous-jacentes. Ceci peut générer l'apparition de pores et un manque de liaison entre les couches (AlFaify, Hughes, & Ridgway, 2019; Spurek et al., 2021).

1.2.2.10 Rugosité de surface et précision dimensionnelle

La taille des particules constituant le lit de poudre a une forte influence sur la rugosité de surface des pièces fabriquées. Lee et al ont montré par simulation numérique que le contour de la zone de fusion est plus lisse et d'une taille plus uniforme lorsque le laser entre en contact avec un lit de poudre contenant une forte proportion de particules fines (YS Lee & Zhang, 2015). Ils ont également souligné l'importance de la densité du lit de poudre, un entassement plus serré des particules dans la couche améliore le fini de surface et produit une surface avec moins de discontinuité. Des observations similaires furent rapportées par plusieurs travaux (Haferkamp, Haudenschild, et al., 2021; Haferkamp, Liechti, et al., 2021a). De manière similaire à la densité des composants imprimés, la rugosité de surface est négativement affectée par l'augmentation de l'épaisseur de couche (Abd-Elghany & Bourell, 2012).

La non-uniformité de la répartition des particules dans les différentes régions du lit de poudre affecte la rugosité des pièces selon leurs positions sur la plaque de fabrication comme le montrent Ali et al avec une perte de rugosité de surface d'environ 20 % le long de la direction de déplacement du racleur comme montré sur la Figure 1.23 (Ali, Mahmoodkhani, Imani Shahabad, et al., 2018). Ces différences peuvent être attribuées à la variation spatiale de la distribution de la taille des particules sur le lit de poudre.

Sendino et al ont observé que la présence de particules fines autour du bain de fusion peut détériorer le fini de surface des pièces puisque les particules fines affectées thermiquement et partiellement frittées peuvent s'attacher au contour fusionné et ainsi dégrader le profil de surface (Sendino et al., 2022).

La précision dimensionnelle est également influencée par la répartition de la poudre. Balbaa et al. ont conclu, en comparant une poudre fine ayant des performances d'écoulement et une densité de lit de poudre moins bonne qu'une poudre plus grossière, que la première produit des pièces avec une précision dimensionnelle plus faible et un fini de surface plus rugueux (Balbaa et al., 2021).

1.2.2.11 Propriétés mécaniques

Plusieurs études portant sur l'influence de certaines caractéristiques des poudres sur les propriétés mécaniques des pièces mécaniques furent présentées. Le Tableau 1.9 résume les observations et les tendances rapportées dans la littérature. Il est compliqué d'établir un consensus entre les différents travaux considérant les multiples variables impliquées, notamment le type de matériau, les paramètres de fusion, les lots sélectionnés pour les études de cas, les post-traitements, l'orientation de fabrication des pièces...

Tableau 1.9 Résumé des observations dans la littérature concernant l'impact des propriétés de la poudre sur les caractéristiques des pièces fabriquées

▲ Améliore, ▼ Dégrade, ■ Pas d'effet

	Densité des pièces	Résistance	Ductilité	Dureté	Rugosité de surface
Distribution plus étendue	▼(B. Liu et al., 2011) ▼(Lutter-Günther, Horn, Seidel, & Reinhart, 2017) ▲(P. Karapatis, 2002) ▼(Ziri, Hor, & Mabru, 2021)	▼(B. Liu et al., 2011)	▲(B. Liu et al., 2011)	▼(B. Liu et al., 2011) ▼(Ziri et al., 2021)	▲(B. Liu et al., 2011)
Distribution avec plus de particules fines	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Spurek et al., 2021) ▲(Badrossamay, Yasa, Van Vaerenbergh, & Kruth, 2009) ▼(Baitimerov et al., 2018) ▲(Pal et al., 2021a) ▲(Carrion, Soltani-Tehrani, Phan, & Shamsaei, 2019) ▼(Balbaa et al., 2021) ▼(Zhou, Zhang, & Chen, 2009) ▼(YS Lee & Zhang, 2015)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Pal et al., 2021a) ▲(Carrion et al., 2019) ■(Spierings, Voegtlin, Bauer, & Wegener, 2016) ■(Ziegelmeier et al., 2015) ▼(Geisert, Fischer, Klosch-Trageser, & Stolpe, 2018)	▼(Spierings et al., 2011) ▲(Pal et al., 2021a) ▲(Carrion et al., 2019) ■(Spierings et al., 2016) ■(Ziegelmeier et al., 2015) ▼(Geisert et al., 2018)	▲(Pal et al., 2021a) ▲(Ziri et al., 2021)	▲(B. Liu et al., 2011) ▲(Spierings et al., 2011) ▲(Badrossamay et al., 2009) ▲(Pal et al., 2021a) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▲(Lutter-Günther et al., 2017) ▼(Balbaa et al., 2021) ▲(Shi, Li, Sun, Huang, & Zeng, 2004)
Densité apparente plus élevée	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Baitimerov et al., 2018) ▲(Ziegelmeier et al., 2015) ▲(Balbaa et al., 2021)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Baitimerov et al., 2018) ▲(Ziegelmeier et al., 2015)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Baitimerov et al., 2018) ▲(Ziegelmeier et al., 2015)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Baitimerov et al., 2018)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Baitimerov et al., 2018) ▲(Ziegelmeier et al., 2015) ▲(YS Lee & Zhang, 2015) ▲(Balbaa et al., 2021)
Sphéricité plus élevée	▲(Baitimerov et al., 2018) ■(Vanessa Seyda et al., 2017) ▲(Riener et al., 2020) ▲(Olanmi, 2013) ▲(Tan, Shen, Tey, & Zhou, 2021)	■(Vanessa Seyda et al., 2017) ▲(Riener et al., 2020) ■(Gong, Dilip, Yang, Teng, & Stucker, 2017)	■(Vanessa Seyda et al., 2017) ▲(Riener et al., 2020) ■(Gong et al., 2017)	▲(Vanessa Seyda et al., 2017) ▲(Riener et al., 2020)	
Épaisseur de couche plus faible	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▼(Tan et al., 2021) ▼(Xiang, Zhang, Yan, Yin, & Zhang, 2021) ▼(H. Chen et al., 2019) ▲(Mostafaei et al., 2021)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▲(Leicht, Fischer, Klement, Nyborg, & Hryha, 2021)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▲(Leicht et al., 2021)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▲(Nadiyah, Gajera, Bidajwala, Abhisek, & Dave, 2021)	▲(Spierings et al., 2011) ▲(Abd-Elghany & Bourell, 2012) ▲(Badrossamay et al., 2009)

Une grande partie de ces publications se concentre sur l'impact des distributions de taille de particules, en considérant notamment les distributions contenant les fractions de tailles différentes. Plusieurs travaux ont démontré que la présence de particules fines favorise la formation du lit de poudre plus dense générant des pièces avec un taux de porosité plus faible, des composants ayant une meilleure résistance mécanique et un meilleur fini de surface (Badrossamay et al., 2009; Carrion et al., 2019; Pal et al., 2021a; Spierings et al., 2011; Spurek et al., 2021). Néanmoins, plusieurs études ont rapporté des observations contraires, ou la présence des particules fines nuit aux performances d'écoulement des poudres générant des agglomérations, un étalement discontinu et un lit de poudre moins dense affectant négativement les propriétés des pièces fabriquées (Baitimerov et al., 2018; Balbaa et al., 2021; Geisert et al., 2018; YS Lee & Zhang, 2015; Zhou et al., 2009). Finalement, d'autres études n'ont pas remarqué l'impact de la présence de plus des particules fines dans la distribution sur les propriétés mécaniques des pièces (Spierings et al., 2016; Ziegelmeier et al., 2015).

L'étendue de la distribution fut aussi considérée. Encore une fois, pas de consensus clair fut établi, mais la majorité des études ont montré qu'une distribution plus étendue nuit aux performances des pièces fabriquées (B. Liu et al., 2011; Lutter-Günther et al., 2017; Ziri et al., 2021).

L'impact de la morphologie des particules fut étudié par plusieurs chercheurs en considérant notamment des poudres issues de techniques de production différentes. Une grande majorité d'études ont souligné un avantage à utiliser des particules plus sphériques pour améliorer les performances des composants FLLP (Baitimerov et al., 2018; Olakanmi, 2013; Riener et al., 2020; Tan et al., 2021). Certaines publications n'ont pas rapporté une différence significative des performances en utilisant des poudres plus sphériques soulignant la robustesse du procédé aux faibles variations des caractéristiques des poudres et de l'importance des paramètres de fusion sélectionnés (Gong et al., 2017; Vanessa Seyda et al., 2017).

L'épaisseur des couches fut considérée comme une variable d'intérêt par plusieurs chercheurs, une grande majorité a souligné l'avantage de minimiser l'épaisseur pour améliorer la densité du lit de poudre, ainsi que la densité, les propriétés mécaniques et le fini

de surface des composants fabriqués (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Badrossamay et al., 2009; Leicht et al., 2021; Mostafaei et al., 2021; Nadiyah et al., 2021; Spierings et al., 2011). D'autres travaux ont rapporté des effets négatifs liés à la diminution de l'épaisseur de couches, expliquant cet effet, notamment, par un effet de paroi plus important, blocages de l'étalement plus fréquents qui créent des discontinuités dans le lit de poudre et affectent négativement la qualité des pièces produites (H. Chen et al., 2019; Tan et al., 2021; Xiang et al., 2021).

1.3 Problématique et objectifs de la recherche

1.3.1 Problématique de recherche

L'étalement des poudres est un aspect fondamental dans les procédés de fabrication additive sur lit de poudre et nécessite davantage de recherches dans le but d'optimiser les performances du procédé. En tant qu'étape intermédiaire dans les processus FA-LP, l'étalement et les propriétés du lit de poudre ne sont pas directement évalués, mais généralement estimés sur la base des performances de composants fabriqués.

Étant donné que seulement ces dernières années, le sujet de caractérisation de l'étalement de poudres a été différencié du sujet plus global de caractérisation de l'écoulement de poudres, plusieurs besoins peuvent être soulignés.

Comme de nombreuses autres propriétés, la définition de « la propriété d'étalement de poudre » est controversée et il n'y a pas d'accord sur la façon de la mesurer. L'ANSI (Institut National de Normalisation Américain) a listé « la propriété d'étalement de poudre » (*spreadability* en anglais) comme une notion nécessitant un effort de recherche, car aucune description unique ni norme pour la quantifier n'est disponible pour le moment. Dans un premier lieu, un consensus sur les propriétés et les grandeurs d'intérêt décrivant les performances d'étalement doit être établi; et dans un second lieu, des méthodes de caractérisation normalisées pour évaluer ces grandeurs doivent être définies et/ou développées.

Bien que des progrès considérables aient été réalisés au cours des dernières années, la dynamique de l'étalement et l'impact des propriétés intrinsèques des poudres sur les caractéristiques du lit de poudre ne sont pas encore entièrement maîtrisés en raison de la complexité du processus, le nombre élevé de variables intervenantes et l'absence de techniques de caractérisation dédiées. Il faudra un effort considérable de recherche pour comprendre l'impact des différents mécanismes et paramètres d'étalement, tels que la vitesse et l'épaisseur de couches, sur leur interaction avec les particules ayant différentes propriétés morphologiques. Des outils numériques et expérimentaux combinés avec des études de cas approfondies doivent être mis en place pour améliorer la compréhension de la dynamique d'étalement et l'impact des interactions entre les différentes variables intervenantes.

De nombreux efforts ont été déployés pour corréler des tests standardisés tels que les débitmètres de Hall et Carney, les rhéomètres et les tambours rotatifs à l'étalement de la poudre. Cependant, ces tentatives n'ont que partiellement résolu ce problème et, dans certains cas, ont conduit à des résultats contradictoires. Parvenir à corréler les résultats des tests standardisés avec la capacité d'étalement des poudres aiderait à identifier, à choisir et à développer les poudres appropriées à utiliser dans un processus donné. Vu que le comportement des poudres dépend grandement des conditions appliquées, il est primordial de tester les performances des poudres dans des conditions représentatives du procédé considéré, d'où l'importance de la mise en place de techniques de caractérisation dédiées aux poudres pour les procédés FA-LP.

Des investigations supplémentaires sur l'effet des propriétés du lit de poudre sur la qualité des composants fabriqués sont nécessaires, les quelques articles publiés appellent à étudier davantage la relation entre les performances d'étalement de poudres et la microstructure, la présence de pores, les propriétés mécaniques, la formation de fissures, ainsi que la précision dimensionnelle et le fini de surface des pièces fabriquées. Parmi les travaux présentés dans la littérature, très peu d'études considérant concomitamment plusieurs propriétés d'intérêt furent proposées, compliquant ainsi l'établissement d'un consensus sur ce sujet de haute importance. Plus d'efforts devraient être consacrés à combler l'écart de recherche dans cette

direction et, en particulier, à identifier la relation quantitative entre les poudres, les mécanismes d'étalement et les propriétés clés des lits de poudre résultants; et dans un second lieu entre ces derniers et les performances des composants produits par FA-LP.

1.3.2 Objectifs

En considérant les problématiques mentionnées précédemment, les travaux effectués dans le cadre de ce projet sont définis de façon à participer à l'effort de recherche nécessaire pour adresser les différentes lacunes et besoins identifiés.

L'objectif principal du projet de recherche consiste à établir le lien entre les propriétés d'étalement de la poudre et la qualité des composants fabriqués avec le procédé de fusion laser sur lit de poudre (FLLP).

Pour ce faire, trois objectifs spécifiques sont définis :

- 1) Établir le lien entre les propriétés physiques de la poudre (distribution des tailles, morphologie...), ses caractéristiques d'écoulement et les performances du procédé FLLP.
- 2) Mettre en place un protocole de caractérisation d'écoulement de la poudre axé sur le procédé FLLP en utilisant des méthodes de caractérisation conventionnelles
- 3) Développer un nouveau système de caractérisation de l'étalement de la poudre et de la densité et uniformité du lit de poudre adapté et dédié au procédé FLLP.

Cette thèse, présente sous la forme de trois articles scientifiques, les résultats d'une démarche visant à atteindre les objectifs listés précédemment. Les deux premiers articles présentent des études de cas bâties en sélectionnant des lots de poudre pertinents pour aborder les deux premiers objectifs spécifiques. Le troisième article propose une approche pour traiter le dernier objectif spécifique.

CHAPITRE 2

INFLUENCE OF PARTICLE MORPHOLOGY AND SIZE DISTRIBUTION ON THE POWDER FLOWABILITY AND LASER POWDER BED FUSION MANUFACTURABILITY OF Ti-6Al-4V ALLOY

Salah Eddine Brika^a, Morgan Letenneur^a, Christopher Alex Dion^b, Vladimir Brailovski^a

^a Department of Mechanical Engineering, École de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal, QC H3C 1K3, Canada; salah-eddine.brika.1@etsmtl.net (S.B); morgan.letenneur.1@etsmtl.net (M.L.); vladimir.brailovski@etsmtl.ca (V.B)

^b Research and Development, PyroGenesis Additive, 1744, William St., Suite 200, Montréal, QC H3J 1R4, Canada; cdion@pyrogenesis.com

Article publié dans la revue « Additive manufacturing », Volume 31, Janvier 2020, 100929

2.1 Avant-propos

Dans le cadre de ce projet, il est nécessaire d'évaluer l'impact des caractéristiques intrinsèques; notamment la morphologie et la distribution des tailles de particules en premier lieu sur le comportement rhéologique des poudres et en second lieu sur les performances du procédé FLLP. Dans cet article, une étude de cas fut menée sur trois lots de poudre de Ti-6Al-4V, un alliage abondamment utilisé dans les applications FLLP. Les lots sélectionnés sont issus des différentes techniques de production de poudres entraînant des variations au niveau de la morphologie et de la distribution de taille des particules. Leurs comportements rhéologiques et l'impact sur les performances du procédé FLLP en termes de densité, de fini de surface, de précision géométrique, de productivité et de performances mécaniques statiques furent évalués.

2.2 Résumé

La technologie de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (FLLP) est sensible aux variations de la morphologie et de la distribution de la taille des particules de poudre. Toutefois, l'absence de lien clair entre les caractéristiques de la poudre et les performances du procédé FLLP complique le développement, la sélection et le contrôle de la qualité de la poudre pour le procédé FLLP. Dans cette étude, trois lots de poudre de Ti-6Al-4V produits par deux techniques différentes, à savoir l'atomisation par plasma et l'atomisation au gaz, ont été sélectionnés et caractérisés. Après l'analyse par microtomographie de la morphologie, de la taille et de la densité des particules de poudre, les propriétés rhéologiques de ces lots ont été évaluées à l'aide de débitmètres Hall et Gustavsson et d'un rhéomètre pour poudres FT4. En utilisant des critères établis basés sur la rhéologie, une figure de mérite a été proposée pour quantifier la convenance globale de la poudre pour le processus FLLP. Ensuite, les trois mêmes lots de poudre ont été utilisés pour la fabrication FLLP d'une série de spécimens d'essai avec différentes épaisseurs de couche et orientations de fabrication, afin d'établir une corrélation entre les caractéristiques de la poudre et les propriétés géométriques et mécaniques d'un composant. Cette étude montre que l'utilisation de poudres hautement sphériques avec une quantité limitée de particules fines favorise leur écoulement et permet d'obtenir des composants FLLP aux caractéristiques mécaniques et géométriques supérieures.

2.3 Abstract

Laser powder bed fusion (LPBF) additive manufacturing technology is sensitive to variations in powder particle morphology and size distribution. However, the absence of a clear link between the powder characteristics and the LPBF performances complicates the development, selection and quality control of LPBF powder feedstock. In this work, three Ti-6Al-4V powder lots produced by two different techniques, namely, plasma atomization and gas atomization, were selected and characterized. Following the micro-computed tomography analysis of the powder particles' morphology, size and density, the flowability of these powder lots was concurrently evaluated using Hall and Gustavsson flowmeters and

an FT4 powder rheometer. Using established rheology-based criteria, a figure of merit was proposed to quantify the overall powder suitability for the LPBF process. Next, the same three powder lots were used to 3D-print and post-process a series of testing specimens with different layer thicknesses and build orientations, in order to establish a correlation between the powder characteristics and the geometric and mechanical properties of a final product. This study demonstrates that the use of highly spherical powders with a limited amount of fine particles promotes their flowability and yields LPBF components with improved mechanical and geometric characteristics.

Keywords: Laser powder bed fusion, particle size distribution, sphericity, Ti-6Al-4V, layer thickness, powder flowability

2.4 Introduction

Laser powder bed fusion (LPBF) is a rapidly expanding technology for the additive manufacturing of complex metallic parts. The technology works by stacking successive layers of fused metal powder to form a part (T. Wohlers et al., 2020). With the LPBF process, each layer of the part is created using a high power laser that selectively fuses particles laying on the powder bed; then, a recoating system uniformly spreads a new layer of powder over the previously fused one -- to create a next layer and so on, until the entire part is formed (S. Sun, Brandt, & Easton, 2017).

A large variety of metals and metallic alloys can be employed to manufacture parts using the LPBF process. The powder feedstock is generally obtained using the gas or plasma atomization techniques. Some recent studies have also shown the relevance of water-atomized powders for AM applications (Letenneur, Brailovski, Kreitchberg, Paserin, & Bailon-Poujol, 2017; Rogalsky, Rishmawi, Brock, & Vlasea, 2018). As discussed in (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017), each production technique is known to yield a certain set of specific powder characteristics in terms of morphology, size, porosity, and chemical composition of powder particles.

The above-mentioned characteristics are the main factors influencing the rheological behaviour and packing efficiency of the powder, and represents an area of research interest, which has led to numerous studies investigating this relationship (N. Karapatis et al., 1999; Spierings & Levy, 2009; Strondl, Lyckfeldt, Brodin, & Ackelid, 2015). In the context of these studies, several relations between the powders' characteristics and their rheological behaviour have been established, for example: a wider particle size distribution (PSD) increases the packing density, but decreases the powder flowability; coarse particles have better flowability than their fine counterparts; spherical particles simultaneously promote both the powder packing efficiency and the powder flowability, etc.

A number of studies investigating the influence of certain powder characteristics on the mechanical properties of printed parts can also be reported. A large part of these publications focuses on the impact of particle size distributions. For example, Spierings and Herres (Spierings et al., 2011) showed that when a PSD of 316L stainless steel powder is shifted towards fine particles, powder packing, and therefore printed part density and surface finish are improved. On the other hand, when this PSD is shifted towards coarse particles, higher elongations at break are obtained. Comparable results were published in (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Badrossamay et al., 2009; Spierings & Levy, 2009).

Next, Liu and Wildman (B. Liu et al., 2011) studied gas-atomized 316L stainless steel powders and reported that the narrower the particle size distribution, the higher the mechanical resistance and hardness of printed components. The authors also evaluated powder bed densities by designing a special container trapping powder during the build and demonstrated a direct correlation between the measured powder bed density and the density of printed parts. More counterintuitive results were found in (Lutter-Günther et al., 2017) where AlSi10Mg powder with a wider powder size distribution resulted in a more efficient powder packing, but relatively modest printed part densities. Furthermore, Seyda and Herzog (Vanessa Seyda et al., 2017) compared three Ti-6Al-4V powders from different production routes. Despite differences in terms of particles morphology, surface roughness and powder size distribution, comparable results in terms of part densities and mechanical properties

were reported. On the other hand, however, Baitimerov and Lykov (Baitimerov et al., 2018) studied three different AlSi12 powder batches and reported that a batch with better followability and packing density yielded printed parts with higher densities.

Notable discrepancies in the results obtained indicate that the relationship between the characteristics of powder feedstock and those of printed parts is complex and depends not only on the powder chemistry, particle morphology and size distribution but also on the performances of a given LPBF system. From this assertion stems the necessity to adapt the existing powder characterization techniques to the LPBF process, and to propose novel experimental procedures and numerical tools allowing the prediction of the in-process performances of powder feedstocks, as clearly expressed in (Mani et al., 2015; Monzón, Ortega, Martínez, & Ortega, 2015; Vock, Klöden, Kirchner, Weißgärber, & Kieback, 2019).

In this work, to continue bridging the aforementioned gap, a comparative study of three Ti-6Al-4V powder lots is carried out using different powder characterization techniques. The study starts with the geometric characterization of different powder lots (PSD, morphology, porosity), continues with their flowability study, and ends with the mechanical and geometric characterization of components printed with these powder lots.

2.5 Methodology

For the present study, the following workflow was established:

- Select powder lots to study
- Carry out geometric and rheological analyses of the selected powders
- Print specimens from the selected powders and characterize their powder bed and printed densities, geometric attributes, and mechanical properties

2.5.1 Selection of powder lots

To assess the impact of powders' PSD, morphology and porosity on their flowability and LPBF process performances (surface finish and accuracy, smallest printable features, and

mechanical properties), three Ti-6Al-4V powder lots were ordered from two suppliers employing two different production techniques, namely gas atomization and plasma atomization; the latter is known to yield more spherical and less porous powders as compared to the former (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017).

For this study, three powder lots were selected, namely:

- Powder 1 from gas atomization production route.
- Powder 2 from plasma atomization production route with a PSD close to that of Powder 1.
- Powder 3 from plasma atomization production route with a PSD slightly different from those of Powders 1 and 2.

Powder 1 was supplied by EOS (EOS GmbH, Munich, Germany). Powders 2 and 3 were supplied by PyroGenesis (PyroGenesis Additive, Montreal, Canada): Powder 2 corresponds to a standard 20-53 μm product, while Powder 3 corresponds to a 15-45 μm .

The comparison between Powders 1 and 2 is expected to allow clarifying the impact of sphericity and porosity of powder particles on the LPBF process performances, while the comparison between Powders 2 and 3 is expected to provide an insight into how the LPBF process performances are affected by variations in powders' PSDs.

Chemical compositions of three powder lots were provided by the powders producers and all of them respect the specifications defined by the ASTM B348 – grade 23 Standard as shown in Tableau 2.1.

Tableau 2.1 Chemical compositions of three powder lots studied in this work (in wt. %)

Element	Powder 1	Powder 2	Powder 3	ASTM B348	Test method
C	0.01	0.01	0.02	0.08 (max)	ASTM E1941
O	0.11	0.12	0.11	0.13 (max)	ASTM E1409
N	0.020	0.004	0.020	0.030 (max)	ASTM E1409
H	0.0030	0.0037	0.0080	0.01250 (max)	ASTM E1447
Fe	0.190	0.145	0.180	0.250 (max)	ASTM E2371
Al	6.30	6.21	6.26	5.50-6.50 (range)	ASTM E2371
V	4.10	4.00	3.85	3.50-4.50 (range)	ASTM E2371
Ti	Balance	Balance	Balance	Balance	ASTM E2371

2.5.2 Powder lots characterization

2.5.2.1 Particle size distribution, morphology and porosity

Powder particles were analyzed using an XT H225 X-ray μ -CT (computed tomography) system (Nikon, MI, USA). A plastic capillary tube (inner diameter of 0.8 mm, wall thickness of 0.1 mm, length of 32 mm) was filled with powder, sealed and installed on a μ -CT sample holder. The samples were scanned using a transmission scan source with a Beryllium target configured with a 145 kV scan voltage and 19 μ A beam current. The scanned volume was then reconstructed using the CT Pro 3D software (Nikon, MI, USA) with a voxel size of 1.331 μ m.

The file obtained was analyzed using the Dragonfly software (Object Research Systems, QC, Canada) allowing the isolation of powder particles, the generation of their 3D representations and the calculation of several metrics of interest for each of them. First, Dragonfly was used for pore detection in powder particles and the evaluation of their cumulative volumes. Next, the particles sphericity was estimated using the following formula 2.1 (Pabst & Gregorova, 2007):

$$Sphericity = \frac{S_s}{S_p} \quad (2.1)$$

where S_p is the surface area of a particle of a given volume and S_s , the surface area of an equivalent sphere with the same volume as the particle studied. Particles' morphology was also analyzed visually by a Hitachi TM3000 scanning electron microscope (Tokyo, Japan).

Finally, the volume-based particle size distributions were generated by evaluating the diameters of volume-equivalent spheres using the following formula 2.2 (Pabst & Gregorova, 2007):

$$D_v = \left(\frac{6}{\pi} V_p \right)^{1/3} \quad (2.2)$$

where D_v is the diameter of a volume-equivalent sphere and V_p , the volume of the particle.

2.5.2.2 Rheological properties

The flowability of powders was evaluated using three characterization setups: Hall and Gustavsson flowmeters and an FT4 powder rheometer (Freeman Technology, UK). Hall and Gustavsson flowmeters are common measurement setups used in the industry to assess metal powder flow rates. The main differences between them are that the funnel angle in the Gustavsson flowmeter is steeper, while the bottom opening is smaller as compared to the Hall flowmeter, thus making the former more adapted for poor flowing powders. Both methods were employed in this work to facilitate the comparison with other ASTM/ISO-based studies. ASTM-B213 2017 standard was used for the Hall flowmeter measurements and ISO-13517 was followed for the Gustavsson flowmeter measurements.

An FT4 powder rheometer, being more sensitive than the rather simplistic funnel-based techniques, is intended to provide a finer evaluation of the rheological behaviour of powders. Several testing modes are available for evaluating the powder behaviour under various conditions, with each mode providing some insights into the powder rheology. Detailed presentation of the available testing modes and a complete list of software outputs of FT4 powder rheometers can be found in the manufacturer's documentation and publications (Reg Freeman, 2007; R Freeman & Fu, 2008). For this study, five testing modes were selected, namely dynamic flow, aeration, permeability, compressibility, and shear testing modes. The following is a brief presentation of these testing modes.

1. In the dynamic flow test, a vessel is filled with powder and the torque applied by the rotating blade moving through the powder bed is recorded. The program output includes several metrics: the basic flow energy (BFE), which represents the energy recorded in the seventh repetition during the downward motion (confined motion), the conditioned bulk density (ρ_c), which represents a bulk density of the conditioned powder bed, and the specific energy (SE), which represents the energy recorded during the upward traverse of the blade (unconfined motion).

2. The FT4 powder aeration test allows the measurement of the flow energy of a loosely packed powder bed by introducing air at different velocities and recording the resistance to the blade rotation. The software outputs include the aeration energy (AE).
3. Powder compressibility is evaluated by applying an increasing compressive load with a vented piston to evaluate the powder bed volume change as a function of the applied force. A compressibility index (CI) is generated by dividing the compressed powder bed density by the conditioned bulk density (ρ_c) measured prior the compression cycle.
4. The FT4 permeability test measures the ease with which a powder bed releases entrapped air. Air is introduced at the bottom of the powder column and increasing levels of compressive force are applied with a vented piston. During the test, the air pressure is monitored as a function of the applied load, and the pressure drop (PD) is calculated.
5. The FT4 powder rheometer allows also the evaluation of shear stresses required to initiate the powder flow under consolidation. As an output, several metrics of interest can be extracted, one of them being the cohesion coefficient (c).

For each rheological assessment mode presented above, the measurements were replicated three times using fresh samples of each powder, and the average and standard deviation values were calculated.

Note that flowability is not an inherent property of powder, but rather, it is a function of the ability of powder to flow in a desired manner in a given application. A review of the LPBF literature indicates the benefits of maximizing the powder bed density in order to minimize the by-products porosity, improve heat dissipation and powder absorptivity, in addition to homogenize the interactions between the laser beam and the newly deposited powder layer (interaction laser-gas voids differs from interaction laser-material) (Gusarov, Yadroitsev, Bertrand, & Smurov, 2009; Jacob et al., 2018; Kolossov, Boillat, Gardon, Fischer, & Locher, 2004; Matsumoto, Shiomi, Osakada, & Abe, 2002; Patil & Yadava, 2007). Powder bed uniformity is also an influential factor on the quality of LPBF builds where uneven layers (thickness, curliness, agglomerates) may lead to variations in the dynamics of the laser-material interactions, thus causing some processing issues (Foster et al., 2015; Vlasea, Lane, Lopez, Mekhontsev, & Donmez, 2015). The goal during the recoating operation of the

LPBF process is to spread a thin, dense and uniform powder layer, while causing minimum disturbances to the parts being manufactured and to the loosen powder surrounding the printed part. In order to facilitate the comparison of three powder lots and evaluate their suitability for LPBF, different criteria were defined and expressed in terms of the FT4 generated indices as shown in Tableau 2.2.

Tableau 2.2 Rheology-based criteria for the LPBF suitability of metallic powders (up ↑ and down ↓ arrow directions indicate the favorable trends for LPBF)

Criterion		FT4 indices
Powder bed density	Good packing ability	↑Conditioned bulk density (ρ_c) ↓Compressibility (CI)
	Low entrapped air	↑Conditioned bulk density (ρ_c) ↓Compressibility (CI)
	Good ability to release entrapped air	↑Permeability (↓PD)
Powder bed uniformity	Low tendency to agglomerate	↓Aeration energy (AE)
	Low mechanical interlocking	↓Specific energy (SE)
		↓Cohesion coefficient (c)
Minimal disturbances	Low resistance to flow	↓Specific energy (SE) ↓Basic flow energy (BFE)

2.5.3 LPBF specimens manufacture

Various characterization specimens were manufactured with the selected powder lots to link the particles' morphology and size distribution to the LPBF process performances, more specifically the powder bed and printed part densities, as well as to the surface finish, accuracy, minimum printable design features and mechanical properties of printed parts. The following is the list of the specimens manufactured (see also Figure 2.1 and Figure 2.2):

- Powder bed density specimens (Figure 2.1-a adapted from (Jacob et al., 2018))
- Printed part density specimens (8 mm-diameter, 15 mm-height cylindrical samples); not shown
- V-shaped roughness specimens containing four planar faces oriented to the build plate under angles 0, 45, 90 and 135° ((Figure 2.1-b) adapted from (Urlea & Brailovski, 2017))

- Geometric artifacts: sink, gap and wall minimum printable design features in the range of 0.1 to 2 mm: (Figure 2.1-c-d-e) adapted from (Moylan, Cooke, Donmez, Jurens, & Slotwinski, 2012)
- Tensile specimens (Figure 2.1-f) with two build orientations; “XY” (horizontal - along the build plate) and “Z” (vertical - perpendicular to the build plate), in conformity with ASTM–E8/E8M 2016 specifications

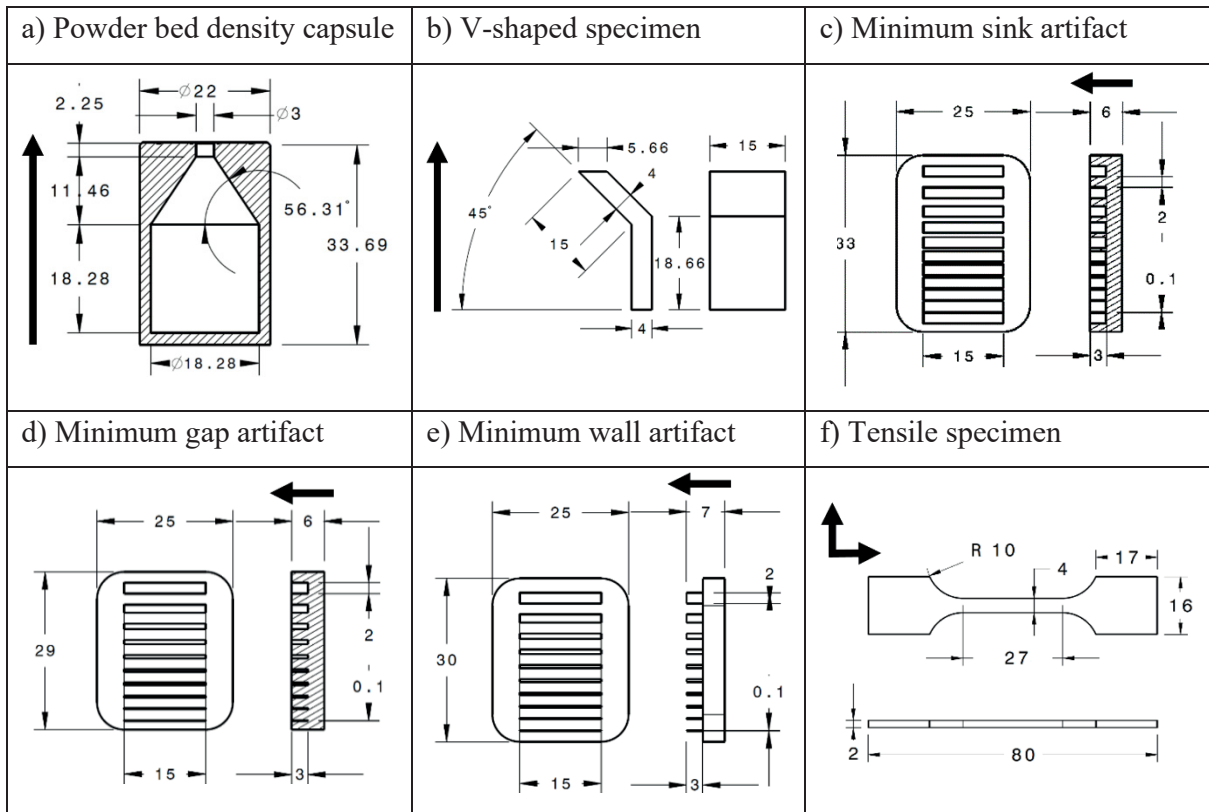


Figure 2.1 Printed specimens (dimensions in mm): a) powder bed density capsule, b) V-shaped specimen, c) minimum sink artifact, d) minimum gap artifact, e) minimum wall artifact, f) tensile specimen machined from blanks (printed in horizontal and vertical directions); red arrows indicate the build orientation of each specimen

All the specimens of this study were manufactured with two powder layer thicknesses (30 and 60 μm) using an M280 400W Ytterbium fiber laser system (EOS GmbH, Munich, Germany) equipped with a HSS (high speed steel) doctor blade and the default programs provided by the manufacturer for these two layer thicknesses, namely, the “Ti64

Performance”, for a 30 μm layer thickness and the “Ti64 Speed”, for a 60 μm layer thickness (PSW version 3.6). The respective LPBF parameter sets are listed in Tableau 2.3.

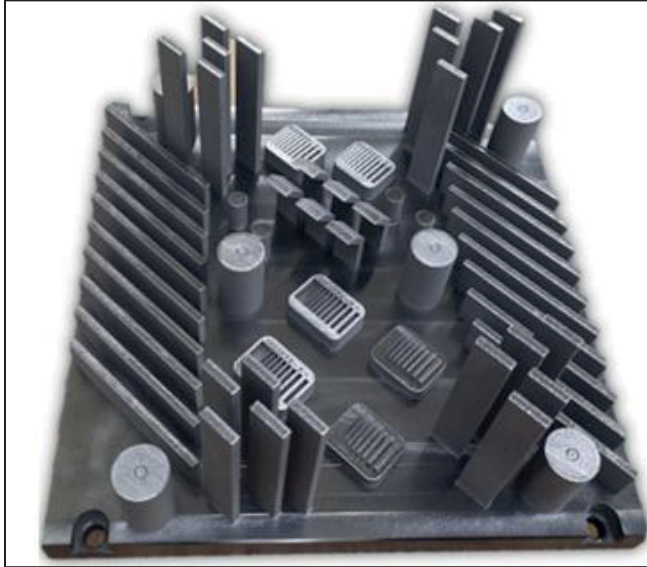


Figure 2.2 Example of a build plate with printed specimens for process characterization

Tableau 2.3 Printing parameters

Power (W)	Speed (mm/s)	Hatching (mm)	Layer thickness (mm)	Build rate (cm ³ /h)	Energy density (J/mm ³)
280	1200	0.14	0.03	18.1	27.8
340	1250	0.12	0.06	32.4	37.8

The energy density (E , J/mm³) and the build rate (BR, cm³/h) are defined by equations 2.3 and 2.4:

$$E \text{ (J/mm}^3\text{)} = \frac{P}{h * v * t} \quad (2.3)$$

$$BR \text{ (cm}^3\text{/h)} = h * v * t \quad (2.4)$$

where P is the laser power; h , the hatching space; v , the scanning speed, and t , the layer thickness.

Several replicates (6 powder bed density capsules, 2 printed density specimens, 3 V-shaped surface roughness specimens, 2 geometric artifacts and 5 prismatic blanks for tensile

specimens) were printed for each type of specimens. The specimens' positions were kept identical during repetitive builds (two for each powder lot). All powder bed density specimens (Figure 2.1- a) and some prismatic blanks were reserved in the as-built state, while the remaining specimens were heat-treated using the EOS-recommended stress relief conditions (800 °C for 4 h in argon atmosphere) and a Nabertherm N41/H furnace (Lilienthal, Germany). The specimens were detached from the build plate using a band saw.

Note that rectangular prismatic 80 x 16 x 3 mm³ blanks produced in two build orientations were machined to obtain dumbbell-shaped tensile specimens with a gauge length of 27 mm according to the ASTM-E8/E8M 2016 standard specifications as shown in Figure 2.1-f. The effect of the build orientation (vertical or horizontal), the post-processing treatment (as-built “AB” and stress-relieved “SR”), and the layer thickness (30 and 60 µm) were investigated.

2.5.4 Measurements of powder bed density and characterization of printed specimens

2.5.4.1 Powder bed density

Powder bed density (PBD) is an important property affecting the process performances and it depends not only on the powder characteristics, but also on the spreading mechanism at play. In this study, PBD was evaluated using cylindrical capsules (Figure 2.1-a) positioned in different regions of the build plate. Each capsule traps a certain quantity of loose (unfused) powder which is spread during printing, thus allowing post-process measurements of the powder bed density. Once the build is completed, the PBD capsules are detached from the build plate, the support structures removed and the capsules ground to obtain a flat bottom surface. The capsules are then emptied, and the masses of the entrapped powder are measured using an analytical balance (Sartorius SECURA324-1S readability 0.1 mg). The empty capsules are then filled with distilled water to measure their volumes and calculate PBDs. The detailed measurement procedure is presented in (Jacob et al., 2018).

2.5.4.2 Density of printed specimens

The density of printed specimens was measured using Archimedes' technique (ASTM B962–15) with a Sartorius VF4601 density kit and a SECURA324-1S analytical balance with 0.1 mg readability. To this end, cylindrical specimens were weighed in air (m_{air}) and distilled water (m_{water}) mixed with a wetting agent. Their densities were calculated using equation 2.5.

$$\rho = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{water}} \rho_{water} \quad (2.5)$$

where the water density ρ_{water} was calculated at room temperature (23°C). Each measurement with a dry/dried specimen was replicated three times.

2.5.4.3 Surface roughness

A Mitutoyo SJ-402 surface roughness tester equipped with a 12AAB403 standard stylus (tip radius of 5 μm) was used to measure profile roughness arithmetical mean deviations (Ra) on four differently oriented faces of V- shaped specimens (Figure 2.1-b). Three 4 mm-long linear measurements were performed on each surface of the specimens in the directions parallel to the build direction, according to the ISO 4287:1997 specifications.

2.5.4.4 Geometric artifacts: minimum printable design features

Geometric artifacts allowing the quantification of minimum printable design features, namely, the minimum achievable walls, sinks and gaps, were printed from each powder lot (Figure 2.1 c-d-e). A CLEMEX, STC-TC202USB-AH optical microscope (magnification 6.8, accuracy ± 0.03 mm) was used to measure the features of interest.

2.5.4.5 Tensile properties

Tensile testing was carried out using a Minibionix 858 system (MTS, Eden Prairie, MN, USA) equipped with an MTS 634.12e-25 extensometer and having a crosshead speed of 0.375 mm/min, corresponding to a strain rate of 0.8 s⁻¹. Tensile testing was carried out for each studied configuration in three replicates. Using the generated stress-strain diagrams, the mechanical properties, i.e., the ultimate tensile strength UTS (MPa), the yield strength YS (MPa), the Young's modulus E (GPa), and the elongation at break δ (%) were evaluated.

2.5.4.6 Statistical analyses

In order to validate a statistical significance of the results obtained, statistical tests were carried out. The analysis of variance (ANOVA) was used to evaluate whether the differences between three powder lots were significant for a given layer thickness. The student test (t-test) was used to compare the results obtained for a given powder lot, but with two different layer thicknesses. The P-values of the F-test (ANOVA) and t-test (student) were used as indicators, and where the P-value was smaller than 0.05, the difference between the means of the samples at the 5% significance level was considered to be statistically significant.

2.6 Results

2.6.1 Particle size distribution, morphology, and porosity

In terms of morphology, SEM micrographs (Figure 2.3-a) show that Powders 2 and 3 are highly spherical, while Powder 1 particles are less regularly shaped. These differences can be explained by the differences in the production routes used, with the plasma atomization (Powders 2 and 3) yielding more spherical particles than the gas atomization (Powder 1), as discussed in (G. Chen et al., 2018).

Comparing the PSDs of the selected powder lots (Figure 2.3-b and Tableau 2.4), it can be seen that Powders 1 and 2 have comparable size distributions, while Powder 3 has a wider distribution, which shifts towards fine particles. These observations are further refined by the micro-tomography based analysis (Figure 2.3-c and Tableau 2.4), which points to differences between the two plasma-atomized powders, Powder 3 containing a smaller amount of spherical particles and more irregularly shaped agglomerates of coarse and fine particles than Powder 2.

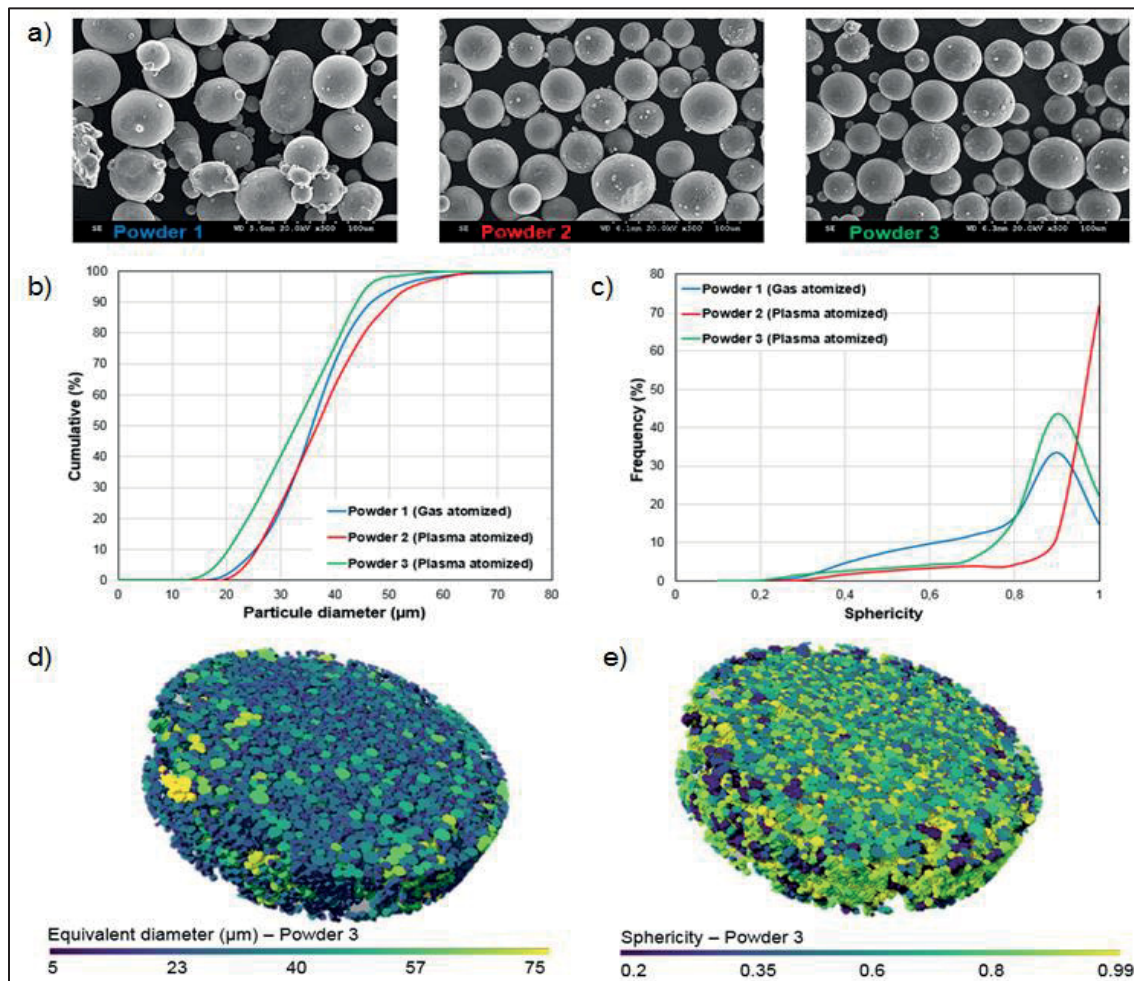


Figure 2.3 a) SEM micrographs of Powders 1, 2 and 3b) volumetric cumulative particle size distributions; c) Frequency particle sphericity distributions; d) particle equivalent diameters (Powder 3); e) particle sphericities (Powder 3)

Figure 2.3-d,e show an output example of the Drangonfly software images used to analyze the μCT -generated data where each particle is isolated. Several metrics of interest are

calculated and can be visualized in such a 3D representation. (Note the difference in the number of analyzed particles for the SEM and μ CT analyses: a few hundred for SEM versus more than ten thousand for μ CT, which makes the latter analysis more informative.)

Particle porosities were isolated using the μ CT-generated files by detecting the closed pores and reporting the metrics of interest in Tableau 2.4. The ratio in percentage between the total number of particles and the particles containing internal pores shows that Powder 2 has the lowest amount of porous particles. Next, the percentage of porosity was calculated by dividing the total volume of pores by the total volume of particles. Powder 3 shows a lower porosity, which correlates with the smaller pore size D_{50} (Tableau 2.4). The porosity of Powder 1 was not calculated due to an extremely high amount of open pores.

Tableau 2.4 Particle size distribution, sphericity and porosity metrics obtained using μ CT analysis

Powder characteristics		Powder 1	Powder 2	Powder 3
Particle size distribution	$D_{10}(\mu m)$	25.3	25.9	20.3
	$D_{50}(\mu m)$	35.8	36.7	32.7
	$D_{90}(\mu m)$	46.4	50.3	43.9
	Span ^(2.6)	0.59	0.66	0.72
Sphericity	S_{10}	0.46	0.64	0.55
	S_{50}	0.79	0.93	0.84
	S_{90}	0.91	0.97	0.93
	Mean	0.73	0.88	0.79
	Std deviation	0.18	0.15	0.16
	Span ^(2.6)	0.57	0.35	0.45
Particles porosity	Ratio (%) ^(2.7)	3.50	1.07	3.15
	Porosity (%) ^(2.8)	--	1.88	0.12
	Pores mean sphericity	--	0.50	0.50
	Pores $D_{50}(\mu m)$	--	4.50	2.97

$$Span = D_{90} - D_{10}/D_{50} \quad (2.6)$$

$$Ratio (\%) = \text{Number of porous particles} / \text{Total number of particles} \quad (2.7)$$

$$Porosity (\%) = \text{Total volume of pores} / \text{Total volume of particles} \quad (2.8)$$

2.6.2 Rheological properties

The rheological properties of three powder lots evaluated using Hall and Gustavsson flowmeters and an FT4 powder rheometer are reported in Tableau 2.5. The ranking of flow rates obtained using the flowmeters, the calculated Hausner ratio (closer to unity, better flowability), and the Carr index (smaller value, better flowability) correlate with the results of the sphericity evaluation, where more spherical powders (Powders 2 and 3) flow easier through the funnels due to a lower surface friction and mechanical interlocking. Lower flowability of Powder 3 as compared to that of Powder 2 could be explained by a higher amount of fine particles in the former, which increases inter-particles friction and cohesion forces.

The apparent and tapped densities results also correlate with the sphericity of powder particles, where the more spherical Powders 2 and 3 are able to achieve a more efficient packing. The same tendency is observed with a powder rheometer where the differences in particle sphericity can explain the results obtained. The main rheology-generated indices are also reported in Tableau 2.5.

The basic flow energy (BFE) represents the energy needed to cut through the powder bed, while the specific energy (SE) provides indications about the mechanical interlocking and the cohesive forces. The lowest BFE and SE values are obtained for Powder 2 and the highest, for Powder 1, pointing to a superior flowability of more spherical powders. The plasma-atomized powders also manifest a higher conditioned bulk density (ρ_c), a lower change in volume (compressibility CI) and a lower permeability (higher pressure drop PD), indicating a more efficient packing state of the particles. The aeration energy (AE) indicates the energy needed to overcome the mechanical interlocking and cohesive forces; the highest value being obtained for the less spherical gas-atomized Powder 1. The cohesion coefficient (c) obtained during shear testing is the lowest for Powders 2 and 3, thus indicating that more spherical powders are more ready to transition from a static consolidated state to a dynamic state of flow. It can finally be seen that the more spherical plasma-atomized Powders 2 and 3 manifest a globally superior flowability as compared to the less spherical gas-atomized Powder 1.

Tableau 2.5 Summary of the rheological properties of three powder lots

Measurement technique	Powder characteristics	Powder 1	Powder 2	Powder 3
Hall flowmeter	Flow rate (s/50g)	35 ±0.416	25 ±0.07	26 ±0.05
Gustavson flowmeter	Flow rate (s/50g)	58.1 ±2.42	31.8 ±0.36	52.8 ±0.63
Bulk measurement	Apparent density (g/cm ³)	2.39 ±0.012	2.61 ±0.015	2.58 ±0.016
	Tapped density (g/cm ³)	2.55 ±0.022	2.72 ±0.017	2.70 ±0.00
	Hausner ratio ^(2.9)	1.07	1.04	1.05
	Carr index (%) ^(2.10)	6.27	4.21	4.44
FT4 powder rheometer	Basic flow energy (mJ)	293.5 ±13.8	265.4 ±3.8	280.4 ±14.3
	Specific energy (mJ/g)	2.85 ±0.03	1.61 ±0.01	1.73 ±0.06
	Bulk density (g/cm ³)	2.49 ±0.02	2.71 ±0.01	2.68 ±0.01
	Compressibility index (%)	2.42 ±0.05	1.69 ±0.01	1.88 ±0.05
	Pressure drop (mBar)	5.41 ±0.32	6.54 ±0.21	6.33 ±0.32
	Aeration energy (mJ)	23.79 ±6.15	6.86 ±0.4	8.48 ±2.04
	Cohesion coeff. (kPa)	0.39 ± 0.082	0.25 ±0.007	0.28 ±0.01

$$\text{Hausner ratio} = \text{Tapped density} / \text{Apparent density} \quad (2.9)$$

$$\text{Carr index} = 100 \times (\text{Tapped density} - \text{Apparent density}) / \text{Tapped density} \quad (2.10)$$

To sum up the results obtained, Figure 2.4 shows a radar diagram of the normalized FT4-generated indices for three powder lots studied. In accordance with the criteria defined in Tableau 2.2, the smaller the area covered by the diagram, the higher the powder suitability for the LPBF process. According to this diagram (Figure 2.4), the powder LPBF suitability ranges from higher to lower as Powder 2, Powder 3 and Powder 1; the difference between the first two being much less significant than between them and Powder 1.

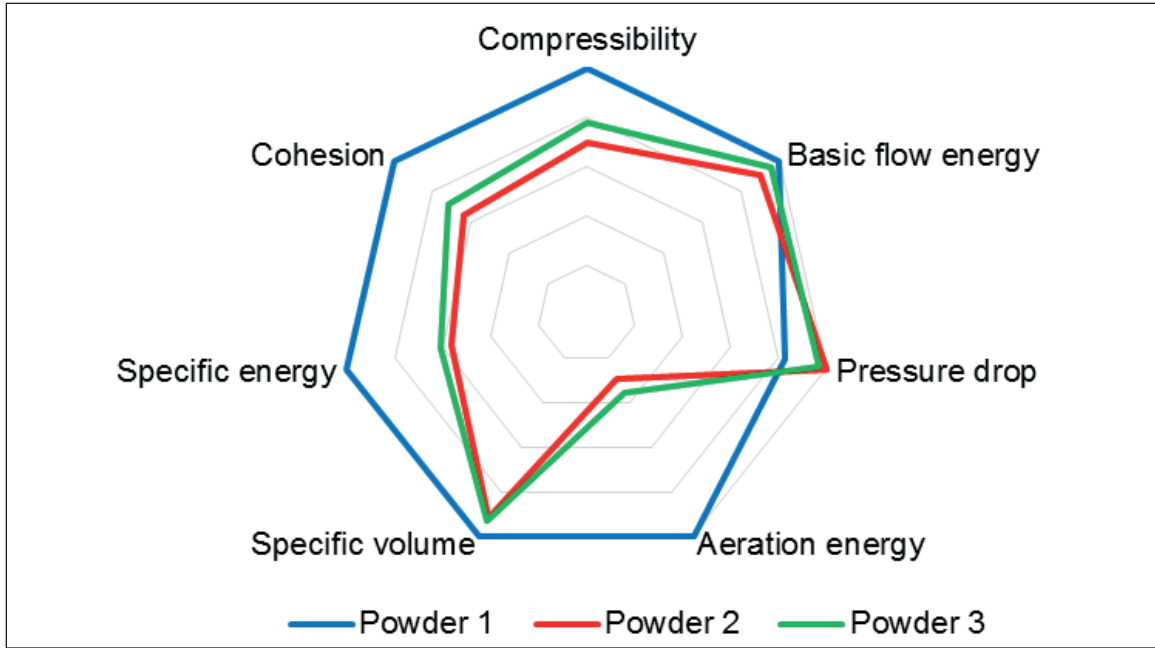


Figure 2.4 Radar diagram comparing the rheological properties of three studied powder lots

In order to express the overall suitability of three powder lots for LPBF using the FT4-generated indices, it is proposed to calculate a figure of merit called “AMS” (referring to AM suitability). To this end, each FT4-generated index is normalized according to the maximum value obtained among all the powder lots studied, and the normalized indexes are then combined to build an objective function (2.11), which needs to be minimized. As a first approximation, all the importance weights of equation (2.11) are taken equal, and their sum corresponds to unity.

$$AMS = (\rho_c^{-1} + CI + PD + SE + AE + BFE + c)/7 \quad (2.11)$$

where ρ_c is the conditioned bulk density; CI , the compressibility index; PD , the pressure drop; SE , the specific energy; AE , the aeration energy; BFE , the basic flow energy, and c , the cohesion coefficient. Tableau 2.6 shows the calculated AM suitability factors (AMS) of each powder lot and the corresponding normalized cumulative errors. The smaller the AMS, the more suitable the powder is for the LPBF process, according to the criteria previously

defined. Based on these assumptions, Powder 2 appears to be 5.5% more suitable for the LPBF process than Powder 3, and 26.5% more suitable for this process than Powder 1.

Tableau 2.6 AM suitability factors (AMS) of three powder lots of this study

	Powder 1	Powder 2	Powder 3
AMS	0.975 ± 0.09	0.717 ± 0.01	0.759 ± 0.04

2.6.3 Powder bed density

Using capsule specimens (Figure 2.1-a), which entrap powder during the build, the powder bed density obtained with three powder lots using two layer thicknesses (30 and 60 μm), is evaluated. Since, in each job, six capsules were placed on the build plate in different regions as shown in Figure 2.2, the average powder bed densities and the corresponding standard deviations were calculated, normalized according to the alloy theoretical density (4.41 g/cm^3), and are reported in Figure 2.5 and Tableau 2.7.

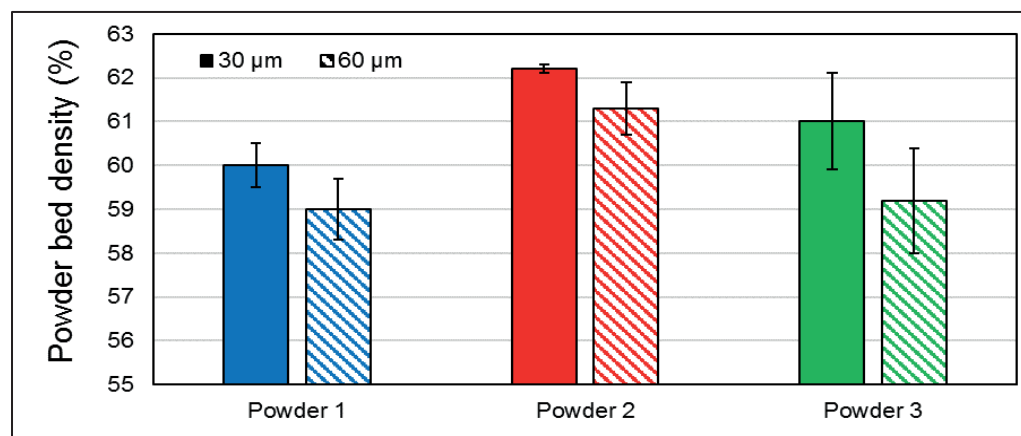


Figure 2.5 Powder bed densities of three powder lots for two layer thicknesses

It must be noted that for a given layer thickness, the differences in powder bed densities between three powder lots are statistically significant. For each powder lot however, the difference in powder bed densities obtained with two different layer thicknesses is statistically insignificant. The powder bed densities of different lots are close to 60% of the theoretical density of Ti-6Al-4V alloy. For a layer thickness of 60 μm , the highest density is

obtained with Powder 2, which is 5.1% and 4.7% higher than those with Powder 1 and Powder 3, respectively. For a 30 μm layer thickness, the highest density is also obtained with Powder 2, but the gain becomes less significant: the density of Powder 2 is 3.7% and 2.0% higher than those with Powder 1 and Powder 3, respectively. The results obtained follow the same trend as that observed with the rheological properties, but the differences become much less pronounced: ~26% difference between Powders 1 and 2 in terms of powder flowability transforms to only ~5% difference, in terms of powder bed density. The apparent and tapped densities, firstly reported in Tableau 2.5, are normalized according to the theoretical density of the alloy and included in Tableau 2.7. It can be seen that a value of apparent density cannot be used to approximate the powder bed density with sufficient fidelity. Closer values are obtained with the tapped density, but the impact of a layer thickness cannot be estimated using this metric.

The fact that the thinner the layer, the greater the powder bed density can be explained by the size of particles in the powder bed formed by layers of different thicknesses, as discussed in (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Jacob et al., 2018; Slotwinski et al., 2014). For thinner layers, during spreading, a greater amount of larger particles are dragged by the doctor blade to the receiving container, thus in turn leaving a greater amount of finer particles in the powder bed, which leads to a tighter packing and, hence, to a higher powder bed density. A further analysis of the particle size distribution in powder samples from the collector duct of the LPBF machine could confirm or infirm the previously presented explanation.

In terms of sensitivity to the layer thickness variation, Powder 2 shows the most stable behaviour with a variation of 1.4%, while the highest sensitivity is obtained with Powder 3 with a variation of 2.9%, which could be due to the presence of a higher amount of fine particles that tend to agglomerate in a less predictable way, thus leading to less regular results. This can also be seen from a larger scatter of Powder 3 results.

2.6.4 Densities of printed specimens

The averages and the standard deviations of densities of printed cylindrical specimens obtained for different testing configurations are normalized according to the theoretical

density of the alloy (4.41 g/cm^3) and reported in Figure 2.6 and in Tableau 2.8. LPBF printing with three powder lots and two layer thicknesses led to the production of highly dense specimens ($>99\%$). The highest printed densities were obtained with the plasma-atomized Powders 2 and 3, thus correlating with the powder bed densities (Figure 2.5).

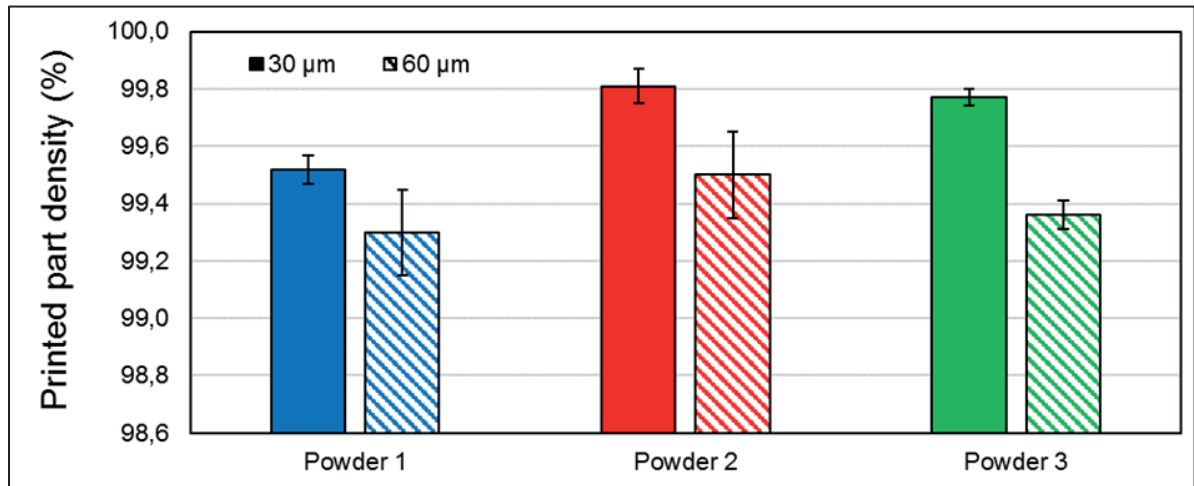


Figure 2.6 Densities of specimens printed from three powder lots with two layer thicknesses

In order to validate the statistical significance of the results obtained, statistical tests were carried out. The P-values are reported in Tableau 2.8, and the results smaller than 0.05 are highlighted. It must be noted that for a layer thickness of $30 \mu\text{m}$, the differences in printed densities obtained with three powder lots are significant, but for a layer thickness of $60 \mu\text{m}$, it is not the case, given a larger scatter in density values observed with a thicker layer.

Next, for all the powders, the thicker the layer, the lower the part density. Note, however, that for Powders 2 and 3, the differences in printed densities corresponding to different layer thicknesses are statistically significant, while for Powder 1, this difference is not statistically significant.

2.6.5 Surface roughness

Using V-shaped specimens (Figure 2.1- b) containing four planar faces oriented with respect to the build plate under angles of 0 , 45 , 90 and 135° , the average surface roughness R_a (μm) and the corresponding standard deviations are calculated and reported in Figure 2.7 and in

Tableau 2.9. For each configuration (build orientation and layer thickness), the surface roughness values are normalized according to their respective maxima, and the normalized average surface roughnesses are calculated. The sensitivity of the surface roughness to the layer thickness variations is also estimated for each powder lot.

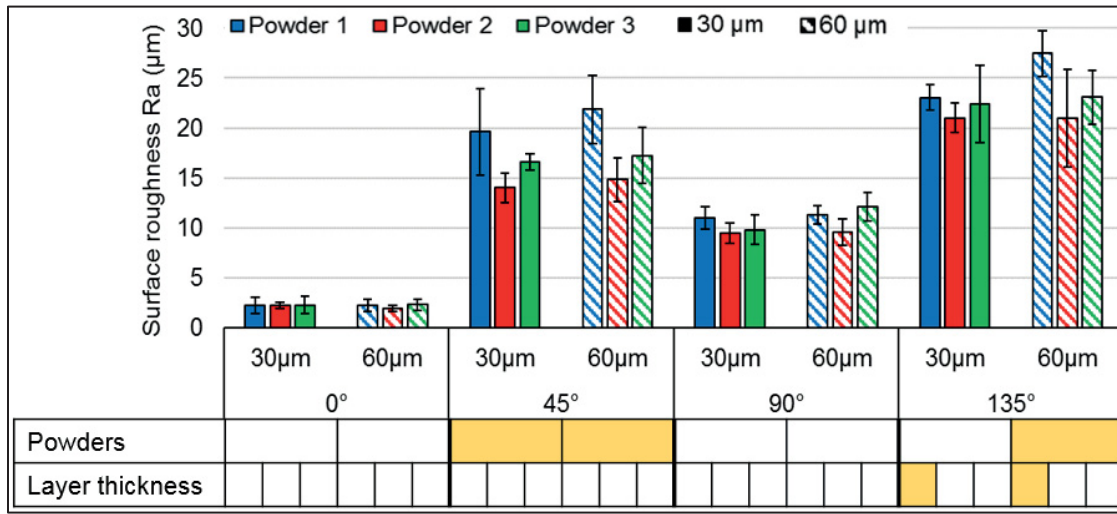


Figure 2.7 Average surface roughness R_a (μm) measured on V-shaped specimens with differently oriented surfaces printed from three powder lots; highlighted cells indicates values which differ significantly in terms of their statistical analysis

The observed surface roughness variations between the differently oriented surfaces can be explained by several phenomena discussed in (Strano, Hao et al. 2013). The horizontal surfaces (0°) manifest the smoothest finish since the measurements are made on a single layer of fused powder. Higher roughnesses of the up-face inclined surfaces (45 and 90°) are due to a so-called staircase effect. The down-faced inclined surfaces (135°) are not supported during printing, thus leading to poor heat dissipation, and sintering of adjacent particles, which result in the lowest surface quality.

Statistical tests have been carried out to compare the results of these different testing configurations. The highlighted cells in the tables below the graphs in Figure 2.7 indicate a significant difference at the 5% significance level. Highlighted cells in the first row mean that the results are significantly different between the three powders for the considered configuration. Highlighted cells in the second row mean that the results are significantly

different between the two layer thicknesses for the considered configuration (powder/surface orientation). The corresponding P-values are reported in Tableau 2.9. When considering each configuration separately, it can be seen that the differences are significant for most of the cases of the inclined surfaces (45 and 135°) but are less pronounced for the other building orientations. The layer thickness variation does not seem to significantly affect the R_a results. The differences in the surface roughness values obtained with different powder lots can be explained by the differences in their powder bed densities where the presence of voids between the particles negatively affect the surface finish. LPBF with Powder 2 results in a surface finish 17% smoother than with Powder 1 and 10.8%, with Powder 3. Powder 2 also shows the smallest sensitivity to the layer thickness variation.

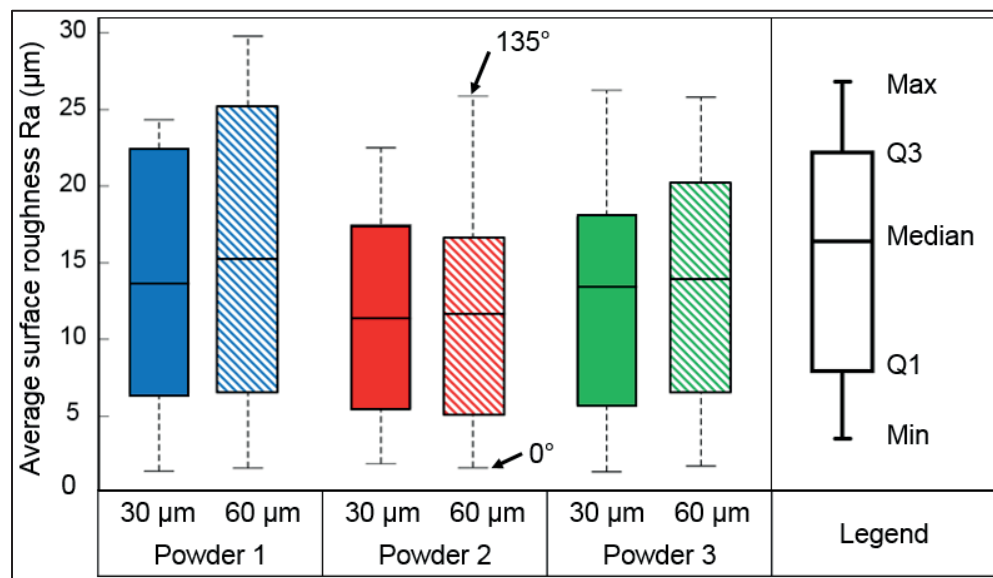


Figure 2.8 Box plots of average surface roughness R_a (μm) measured on V-shaped specimens with differently oriented surfaces; arrows point to extreme surface roughness values corresponding to 0° and 135° build orientation angles

In order to facilitate the comparison, box plots combining the surface roughness results of the differently oriented surfaces for each configuration studied (powder/layer thickness) are presented in Figure 2.8. It can be seen that the use of Powder 2 resulted in the lowest surface roughness followed by Powder 3 and, finally, Powder 1. By comparing the values of the first and third quantiles (Q1 and Q3 in Figure 2.8), it can be seen that the surface finish obtained

with the plasma-atomized powders (Powders 2 and 3) with a layer thickness of 60 μm is better than the one obtained with the less-spherical Powder 1 with a layer thickness of 30 μm .

2.6.6 Geometric attributes: minimum printable design features

Using the artifacts presented in Figure 2.1 c-d-e, geometric attributes of interest, i.e., the minimum achievable sink, gap and wall thicknesses, were evaluated. The design features have thicknesses ranging from 0.1 to 2 mm. More details are included in Tableau 2.10, Tableau 2.11 and Tableau 2.12. As far as the minimum printable gaps are concerned, their values correspond to 0.1 mm, irrespective of the powder lot and the layer thickness. The minimum printable values of sinks and walls are identical for three powder lots, but the thicker the layer, the larger these values: for a layer thickness of 30 μm , the minimum printable sink (wall) is 0.3 mm, whereas for a layer thickness of 60 μm , it is 0.5 mm. Figure 2.9 shows the average differences in percentage between the nominal dimensions (CAD) and the measured dimensions of the artifacts printed, -per layer thickness and per powder lot.

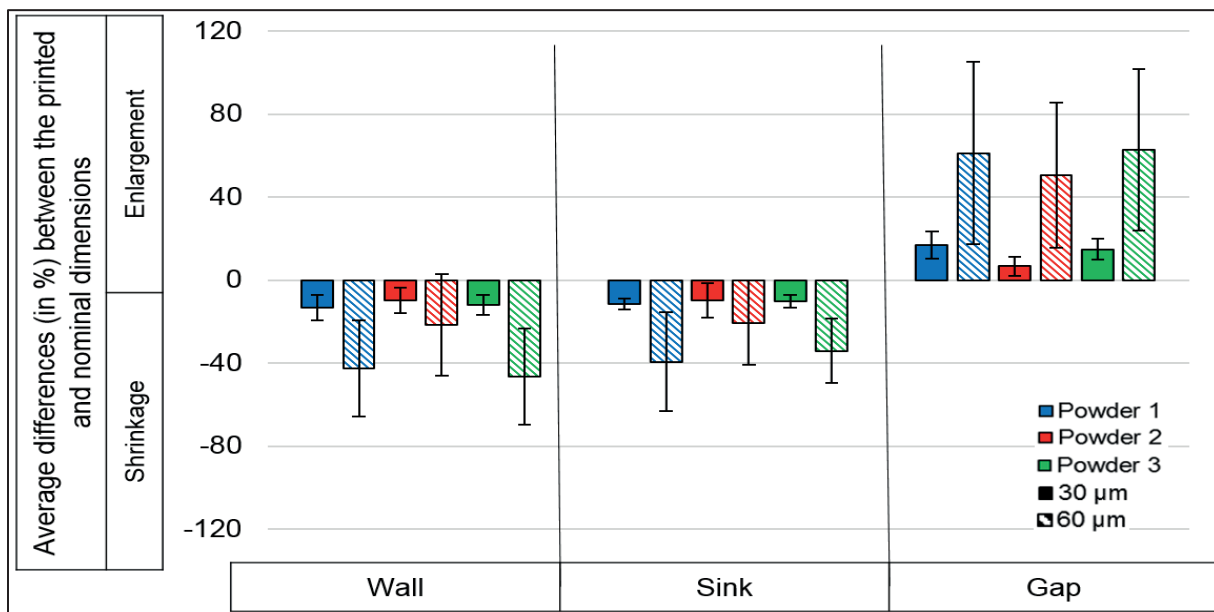


Figure 2.9 Average differences (in %) between the printed and nominal dimensions

The difference in percentage per layer thickness shows that the thicker the layer, the less accurate the printing. The differences in percentage per powder lot show that Powder 2 manifests the smallest variance in respect to the nominal dimensions. Powder 2 allows printing 43% more accurate walls, 40% more precise sinks and 29% more accurate gaps than Powder 1, and 46% more accurate walls, 31% more precise sinks and 38% more accurate gaps than Powder 3. The differences between Powders 1 and 3 are below 5% for the walls and the gaps and around 13% for the sinks.

2.6.7 Tensile properties

The ultimate tensile strength UTS (MPa), the yield strength YS (MPa), the elongation at break δ (%), and the Young's modulus E (GPa) were evaluated for different configurations studied (3 powder lots, 2 layer thicknesses, 2 build orientations). For each property, the average and the corresponding standard deviation values are shown in Figure 2.10 for the as-built specimens (Figure 2.10 a-c-e) and the heat-treated specimens (Figure 2.10 b-d-f). The numerical values can be found in Tableau 2.13, Tableau 2.14, Tableau 2.15 and Tableau 2.16. It should be noted that the results for Powder 2 with a layer thickness of 60 μm in the as-built conditions for the horizontal build orientation are not reported since these specimens were highly bent due to residual stresses, and because their machining resulted in an uneven thickness along their longitudinal axis.

Note that for all the studied configurations, the ultimate tensile and yield strength values are higher than the requirements presented in ASTM F2924-14 (UTS > 895 MPa and YS > 825 MPa). Note also that in the as-built state, most of the specimens fail to reach the elongation at break requirement of $\delta > 10\%$ (ASTM F2924-14), but after stress relief heat treatment, they meet this minimum condition (see dotted lines on graphs in Figure 2.10).

In order to compare the results for the different configurations studied, the analysis of variance and the student test were carried out. Highlighted cells in the tables below the graphs in Figure 2.10 indicate a significant difference at the 5% significance level. The P-values are reported in in Tableau 2.13, Tableau 2.14, Tableau 2.15 and Tableau 2.16.

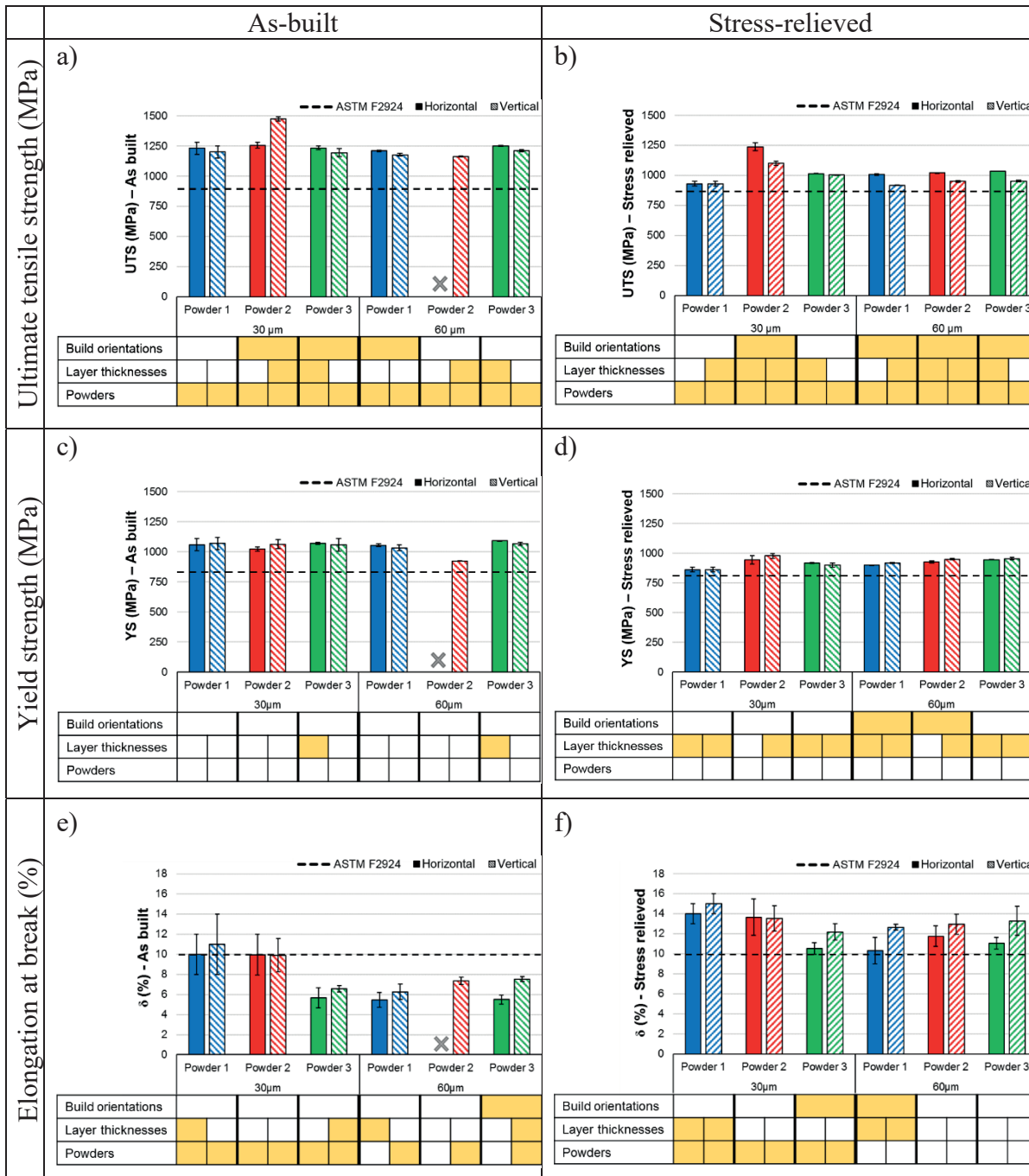


Figure 2.10 Mechanical properties of three powder lots for the as-built and stress-relieved states: a) UTS (as-built), b) UTS (stress-relieved), c) YS (as-built), d) YS (stress-relieved), e) δ (as-built), f) δ (stress-relieved)

Highlighted cells in the first row of the tables under the graphs mean that the results are significantly different between the horizontal and vertical build orientations. Highlighted

cells in the second row of the table indicate a significant difference between the two layer thicknesses for each configuration (powder/build orientation). Highlighted cells in the third row indicate a significant difference between the three powders for each build orientation and each layer thickness.

It can be seen that for most of the cases with a layer thickness of 30 μm , the differences between the three powder lots are significant in terms of the mechanical properties studied. For a layer thickness of 60 μm , for the Young's modulus, and the elongation at break, these differences are not statistically significant.

The variation in the layer thickness does not affect the Young's modulus. For the yield strength, the differences are significant for the stress-relieved samples, but less pronounced for the as-built samples. No clear trend can be identified for the ultimate tensile strength and the elongation at break. Regarding the impact of build orientations (horizontal "XY" and vertical "Z"), it can be seen that the ultimate tensile strength is the property most sensitive to the build orientation variation. In some cases, the anisotropy is less pronounced when using a thinner layer thickness.

To sum up the most relevant results, the ultimate tensile strength (UTS) and the yield strength (YS) are plotted as functions of the elongation at break (δ) for the as-built and stress-relieved specimens in Figure 2.11. The ASTM F2924-14 requirements are represented by the orange square marks. The triangles and the circles represent the results obtained respectively with layer thicknesses of 60 μm and 30 μm . The shaded colored areas encompassing the results of each powder lot were added to facilitate the reading of the graphs. The arrows point toward the results obtained with a thicker layer; the absence of an arrow indicates that no clear trend could be observed when increasing the layer thickness.

In the UTS (δ) graph for the stress-relieved specimens (Figure 2.11-b), Powder 2 manifests superior mechanical properties, where an increase in the layer thickness results in a $\sim 10\%$ decrease in resistance and an 8.5% decrease in ductility. Powder 1 shows the lowest

resistance and the highest sensitivity to the layer thickness variation (20% in ductility). Powder 3 shows middle-range results, with a relatively low sensitivity to the layer thickness variation. In the YS (δ) graph (Figure 2.11-d), the same trends are observed, but with a less pronounced difference between the three powders studied.

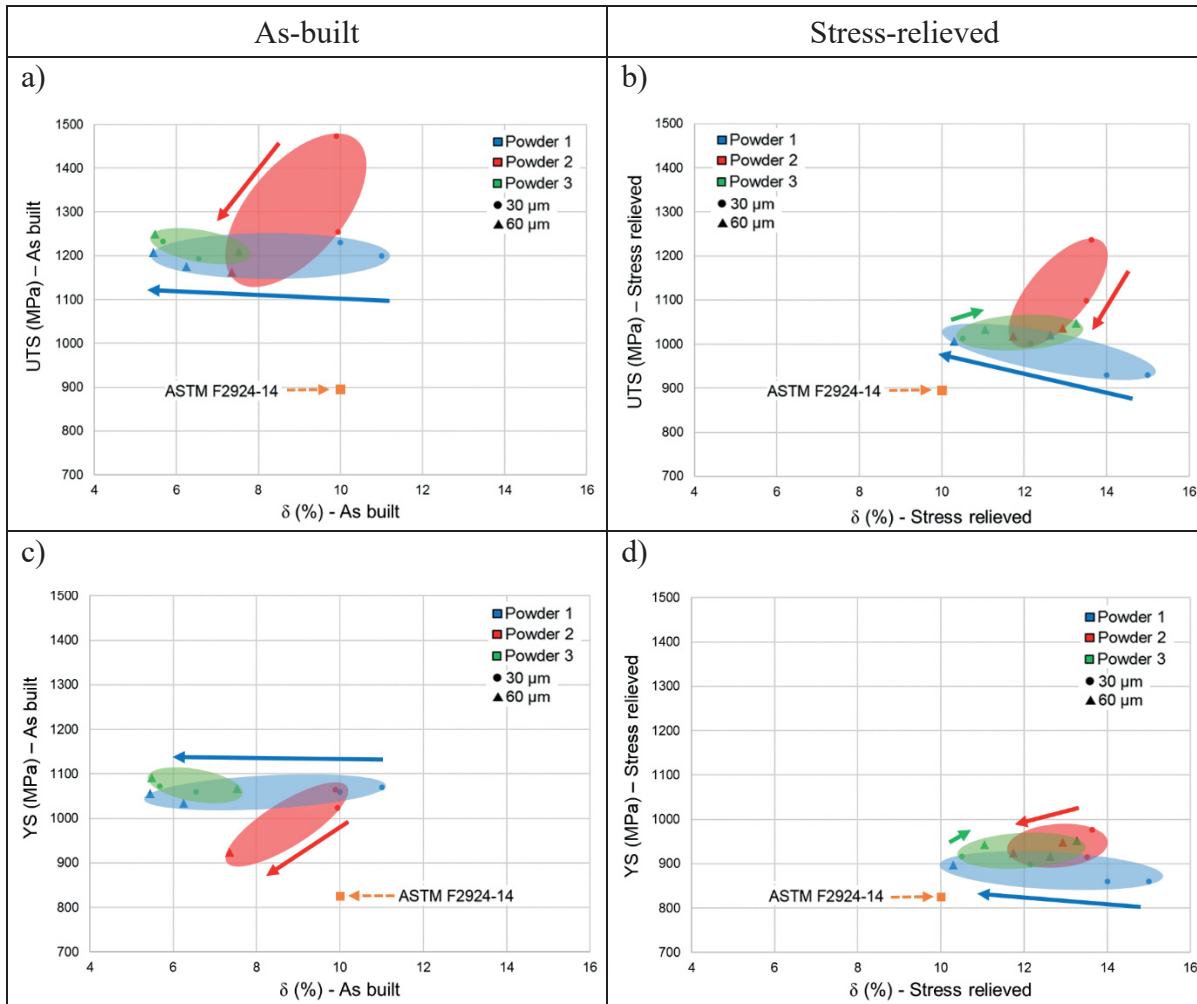


Figure 2.11 Ultimate tensile strength and yield strength in respect to the elongation at break for three powder lots in the as-built and stress-relieved states: a) UTS (δ), as-built, b) UTS (δ), stress-relieved, c) YS (δ), as-built, d) YS (δ), stress-relieved; arrows indicate towards an increase in layer thickness

2.7 General discussion

This study demonstrated that more spherical powders manifest better flowability, while the presence of a higher amount of fine particles negatively affects this behaviour, both observations being in accordance with the literature data (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017). In order to express the overall suitability of three powder lots for LPBF from a rheological point of view, a figure of merit “AMS” was established based on the FT4-generated indices. The current “AMS” formulation uses equal importance weight for the different indices. Additional studies with other powder lots are required in order to identify the most relevant FT4-generated indices and set the importance weight accordingly and prove the effectiveness of this newly established index as an indicator of the powders’ LPBF suitability. Next, the powder bed density measured using capsules entrapping the powder during the build demonstrated that for all three powder lots, the obtained values varied about 60% of the alloy theoretical density. Here too, the use of more spherical powders resulted in more dense powder beds, showing the same trend observed with the rheological tests, but this time with less significant differences.

Next, all the specimens printed from three powder lots showed densities exceeding 99% and once again, the same trend was observed where more spherical powders resulted in more dense specimens. In terms of the surface finish, a clear correlation between the surface roughness and the powder bed density was observed for different surface orientations, favoring more spherical Powder 2 with a smaller amount of fine particles. It should be noted that the surface finish obtained with Powder 2 (layer thickness of 60 μm) is better than that with Powder 1 (layer thickness of 30 μm), thus indicating that using powders with more spherical particles allows increasing the build rate, while obtaining equivalent or superior results. Next, artifacts allowing measuring geometric properties of interest (minimum printable design features) were printed, and again, more spherical powder showed better results.

Finally, the mechanical properties of specimens printed from three powder lots were compared for different build orientations, layer thicknesses and post-treatments. The more

spherical plasma-atomized powder (Powder 2) showed superior mechanical properties overall. It should be noted that the plasma-atomized powders (Powders 2 and 3) with a layer thickness of 60 μm outperformed the parts printed with the gas-atomized powder (Powder 1) with a layer thickness of 30 μm in terms of their mechanical resistance. This provides again an option to increase the process productivity, while yielding components with similar or better properties. Next, significant differences observed between Powders 1 and 3 in terms of their morphology (Tableau 2.4) and rheological properties (Tableau 2.5) resulted in much less pronounced differences in terms of the mechanical properties of parts printed with these powders.

Several hypotheses could explain these observations, the first being the robustness of the process and its low sensitivity to slight variations in powder characteristics, as discussed in (Vanessa Seyda et al., 2017), where Ti-6Al-4V powders with slightly different particle morphologies yielded comparable mechanical properties (H. Gu et al., 2014) and who compared Ti-6Al-4V powders with different particle size distributions and also recorded equivalent mechanical performances.

The second explanation is based on the known fact that thermal conductivity of the powder bed depends on the powder characteristics (size distribution, morphology, surface area), thus affecting the laser-matter interaction (H. Gu et al., 2014). That means that the use of identical printing parameters for the three powder lots of this study could result in suboptimal results for some of them. It is reasonable to suppose that if processing parameters were optimized for each powder, that would have maximized the mechanical properties and, therefore, enhanced the differences between the powders, as discussed in (Fan & Feng, 2018).

Before definite conclusion is reached, further studies need to be carried out. An interesting aspect would be to study the fatigue resistance of parts manufactured with the three powder lots of this study in order to assess whether the detected variations in powder characteristics affect the fatigue properties more than they affect their static equivalents (Poulin, Kreitchberg, Terriault, & Brailovski, 2019). Another area of interest could be the investigation of shear

forces applied on parts during the recoating operation, which is especially important for delicate and small-featured components, such as lattice structures, and where the powder flowability can affect the stability of these builds.

Moreover, it is important to study whether a superior flowability of spherical powders will allow increasing the speed of powder recoating, without significantly affecting the density and the uniformity of the powder bed. If we consider that recoating time represents of up to 50% of the total build time, depending on the number, geometrical complexity and build orientations of printed parts (Ruffo, Tuck, & Hague, 2006), reducing this time could result in significant gains in process productivity.

Finally, despite the differences in the obtained properties, the powder selection process is highly driven by the purchase costs of the powder lots. The decision is up to the clients depending on their needs and their budgets to decide whether the difference in parts properties is worth the difference in powder prices.

2.8 Conclusion

Three Ti-6Al-4V powder lots were selected to investigate the impact of particle morphology and size distribution on the powder flowability and the LPBF process performances in terms of powder bed density, as well as density, surface roughness, accuracy, printability limits and mechanical properties of the printed parts. It was shown that a more spherical powder (Powder 2) exhibits a better rheological behaviour and a more efficient particle packing, favoring the formation of a highly dense powder bed and yielding printed parts with superiors' densities, surface finish and dimensional accuracy. The presence of a greater amount of fine particles (Powder 3) negatively affects the previously mentioned properties due to higher inter-particle friction.

The highly spherical plasma-atomized Powder 2 showed superior mechanical properties, whereas the less spherical gas-atomized Powder 1 showed the highest sensitivity to layer

thickness variations overall. Differences in the mechanical properties observed in this study were much less significant than those in the powder flowability, surface finish and accuracy of printed parts. The significance of the differences observed was supported by statistical analyses.

2.9 Acknowledgments

The financial support of Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and PyroGenesis Additive Canada is gratefully acknowledged.

The authors would like to express their appreciation for the support provided by Freeman technology and Object Research Systems (ORS) Inc. and to thank M. Samoilenko, A. Timercan, N. Mohammadian and O. Bourdeau-Rousseau for their assistance during this project.

2.10 Authors' contributions

The work plan was established by SE. Brika and M. Letenneur to meet the study objectives defined by V. Brailovski and C. Dion. Powders selection was carried out by all the coauthors based on the state of the art and industrial partners' needs. Micro-tomography scans were carried by M. Letenneur and analyzed by SE. Brika. Rheological testing of the selected powders was done by SE. Brika. The design, fabrication and testing were performed by SE. Brika with the aid of M. Letenneur. V. Brailovski contributed to the results interpretation and manuscript drafting.

2.11 Annex A: Powder bed and part densities

Tableau 2.7 Powder bed density (%) of three powder lots with two layer thicknesses

Powder characteristics	Powder 1	Powder 2	Powder 3
Powder bed density (%) for a layer thickness of:			
30 μm	60.0 \pm 0.5	62.2 \pm 0.1	61.0 \pm 1.1
60 μm	59.0 \pm 0.7	61.3 \pm 0.6	59.2 \pm 1.2
<i>Variation 30-60 μm (%)</i>	1.7	1.4	2.9
Apparent density (%)	54.2 \pm 0.003	59.2 \pm 0.003	58.5 \pm 0.004
Tapped density (%)	57.8 \pm 0.005	61.7 \pm 0.004	61.2 \pm 0.0

Tableau 2.8 The densities of printed specimens obtained for the different configurations tested

Layer thickness (μm)	Printed specimen densities, %			<i>F-test</i> (<i>p-value</i>)
	Powder 1	Powder 2	Powder 3	
30	99.52 \pm 0.05	99.81 \pm 0.06	99.77 \pm 0.03	0.0006
60	99.30 \pm 0.15	99.50 \pm 0.15	99.36 \pm 0.05	0.2165
<i>t-test (p-value)</i>	0.0735	0.0293	0.0002	

2.12 Annex B: Geometric properties

Tableau 2.9 Average surface roughness R_a (μm) of the studied powder lots

Surface angle ($^\circ$)	Layer thickness (μm)	Surface roughness R_a (μm)			<i>F-test</i> (<i>p-value</i>)
		Powder 1	Powder 2	Powder 3	
0	30	2.22 ± 0.8	2.21 ± 0.3	2.26 ± 0.9	0.9963
	60	2.23 ± 0.6	1.93 ± 0.3	2.29 ± 0.5	0.6539
<i>t-test (p-value)</i>		0.9935	0.3055	0.9549	
45	30	19.61 ± 1.9	14.00 ± 1.5	16.59 ± 0.9	0.0103
	60	21.84 ± 2.2	14.83 ± 2.2	17.25 ± 2.4	0.0229
<i>t-test (p-value)</i>		0.2544	0.6157	0.6702	
90	30	10.97 ± 1.1	9.45 ± 1.0	9.79 ± 1.5	0.3365
	60	11.32 ± 0.9	9.56 ± 1.3	12.10 ± 1.5	0.1097
<i>t-test (p-value)</i>		0.6923	0.9135	0.1260	
135	30	23.05 ± 1.3	21.00 ± 1.5	22.41 ± 2.1	0.3666
	60	27.45 ± 2.3	20.96 ± 2.1	23.08 ± 1.9	0.0245
<i>t-test (p-value)</i>		0.0455	0.9798	0.6992	
Normalized average, R_a		0.99 ± 0.01	0.82 ± 0.02	0.92 ± 0.01	
Average variation 30-60 μm (%)		7.39	4.92	6.86	

Tableau 2.10 Difference in percentage between the printed walls and their nominal dimensions

Nominal dimensions. mm	Difference in % for walls thicknesses					
	Powder 1		Powder 2		Powder 3	
	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm
0.1	X	X	X	X	X	X
0.2	X	X	X	X	X	X
0.3	-21,3	X	-15,7	X	-18,1	X
0.4	-20,5	X	-12,5	X	-16,2	X
0.5	-18,5	-58,9	-10,6	-54,8	-10,5	-65,2
0.6	-14,7	-66,2	-19,9	-43,4	-12,0	-68,6
0.8	-10,0	-61,0	-7,1	-28,9	-9,6	-58,8
1	-8,7	-37,6	-5,5	-9,9	-17,7	-49,3
1.5	-7,3	-22,8	-4,0	0,5	-9,4	-25,5
2	-6,3	-9,7	-3,5	6,1	-4,2	-11,2
<i>Difference per layer thickness. %</i>	-13,4	-42,7	-9,8	-21,7	-12,2	-46,4
<i>Difference per powder lot. %</i>	-28.0		-15.8		-29.3	

Tableau 2.11 Difference in percentage between the printed sinks and their nominal dimensions

Nominal dimensions. mm	Difference in % for sinks					
	Powder 1		Powder 2		Powder 3	
	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm
0.1	X	X	X	X	X	X
0.2	X	X	X	X	X	X
0.3	-15,0	X	-22,1	X	-6,9	X
0.4	-10,0	X	-18,9	X	-15,8	X
0.5	-15,0	-45,6	-16,4	-43,5	-10,8	-53,4
0.6	-11,7	-66,5	-9,6	-41,3	-10,7	-31,6
0.8	-11,3	-58,4	-6,5	-26,7	-11,8	-45,3
1	-13,0	-45,3	-5,1	-15,7	-5,5	-40,6
1.5	-8,3	-15,0	-0,5	-2,2	-9,7	-23,8
2	-8,0	-6,5	-0,4	5,9	-9,5	-10,3
<i>Difference per layer thickness. %</i>	-11,5	-39,6	-9,9	-20,6	-10,1	-34,2
<i>Difference per powder. %</i>	-25.5		-15.2		-22.1	

Tableau 2.12 Difference in percentage between the printed gaps and their nominal dimensions

Nominal dimensions. mm	Difference in % for gaps					
	Powder 1		Powder 2		Powder 3	
	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm	30 μm	60 μm
0.1	+29,0	+159,0	+9,0	+135,0	+23,0	+147,5
0.2	+23,5	+113,7	+6,0	+76,5	+19,0	+116,2
0.3	+19,3	+70,3	+0,7	+69,0	+20,0	+61,7
0.4	+17,0	+67,5	+1,3	+42,0	+14,0	+52,2
0.5	+19,6	+45,4	+1,4	+40,3	+18,2	+51,8
0.6	+12,8	+38,0	+4,8	+38,2	+11,3	+55,2
0.8	+10,6	+33,8	+10,0	+36,5	+10,8	+47,8
1	+16,9	+32,3	+12,4	+26,5	+15,6	+36,8
1.5	+8,0	+27,2	+8,3	+22,9	+6,6	+30,6
2	+11,3	+23,3	+12,1	+18,8	+10,2	+26,6
<i>Difference per layer thickness. %</i>	+16,8	+61,0	+6,6	+50,6	+14,9	+62,6
<i>Difference per powder. %</i>	+38.9		+28.5		+38.7	

2.13 Annex C: Mechanical properties

Tableau 2.13 Ultimate tensile strength UTS (MPa)

Layer thickness (μm)	Build orientation	Post treatment	Powder 1	Powder 2	Powder 3
30	Z	SR	930 \pm 20	1099 \pm 16	1001 \pm 4
		AB	1200 \pm 50	1473 \pm 19	1193 \pm 32
	XY	SR	930 \pm 20	1236 \pm 33	1013 \pm 3
		AB	1230 \pm 50	1255 \pm 25	1233 \pm 14
60	Z	SR	916 \pm 2	1036 \pm 6	1048 \pm 5
		AB	1176 \pm 11	1162 \pm 3	1208 \pm 9
	XY	SR	1006 \pm 7	1019 \pm 4	1034 \pm 0
		AB	1208 \pm 5	--	1249 \pm 5

Tableau 2.14 Yield strength YS (MPa)

Layer thickness (μm)	Build orientation	Post treatment	Powder 1	Powder 2	Powder 3
30	Z	SR	860 \pm 20	976 \pm 19	898 \pm 18
		AB	1070 \pm 50	1064 \pm 37	1059 \pm 54
	XY	SR	860 \pm 20	943 \pm 34	916 \pm 6
		AB	1060 \pm 50	1024 \pm 18	1073 \pm 8
60	Z	SR	916 \pm 6	949 \pm 6	952 \pm 10
		AB	1034 \pm 24	925 \pm 3	1067 \pm 15
	XY	SR	897 \pm 3	925 \pm 8	944 \pm 3
		AB	1056 \pm 11	--	1092 \pm 4

Tableau 2.15 Elongation at break δ (%)

Layer thickness (μm)	Build orientation	Post treatment	Powder 1	Powder 2	Powder 3
30	Z	SR	15 \pm 1	14 \pm 1.3	12 \pm 0.8
		AB	11 \pm 3	10 \pm 1.7	7 \pm 0.3
	XY	SR	14 \pm 1	14 \pm 1.8	11 \pm 0.6
		AB	10 \pm 2	10 \pm 2	6 \pm 1
60	Z	SR	13 \pm 0.3	13 \pm 1.0	13 \pm 1.4
		AB	6 \pm 0.8	7 \pm 0.4	8 \pm 0.2
	XY	SR	10 \pm 1.3	12 \pm 1.0	11 \pm 0.6
		AB	5 \pm 0.7	--	5 \pm 0.5

Tableau 2.16 Young modulus E (GPa)

Layer thickness (μm)	Build orientation	Post treatment	Powder 1	Powder 2	Powder 3
30	Z	SR	114 \pm 9	118 \pm 2	113 \pm 1
		AB	110 \pm 10	131 \pm 5	107 \pm 7
	XY	SR	116 \pm 9	124 \pm 6	118 \pm 5
		AB	110 \pm 10	109 \pm 2	112 \pm 2
60	Z	SR	116 \pm 5	119 \pm 4	114 \pm 4
		AB	110 \pm 7	114 \pm 1	115 \pm 8
	XY	SR	112 \pm 4	114 \pm 4	114 \pm 3
		AB	108 \pm 6	--	110 \pm 3

CHAPITRE 3

INFLUENCE OF POWDER PARTICLE MORPHOLOGY ON THE STATIC AND FATIGUE PROPERTIES OF LASER POWDER BED-FUSED TI-6AL-4V COMPONENTS

Salah Eddine Brika ^a and Vladimir Brailovski ^a

^a Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal, QC H3C 1K3, Canada; salah-eddine.brika.1@etsmtl.net (S.B); vladimir.brailovski@etsmtl.ca (V.B)

Article publié dans la revue « Journal of manufacturing and materials processing »,
Volume 4-107, Novembre 2020

3.1 Avant-propos

Dans le premier article, il fut démontré que les variations au niveau des propriétés intrinsèques des poudres influencent les comportements rhéologiques et les performances du procédé FLLP et certaines corrélations furent établies. Néanmoins, les différences au niveau des propriétés mécaniques statiques étaient beaucoup moins significatives que celles observées pour les performances rhéologiques, le fini de surface et la précision des pièces imprimées. Le deuxième article pousse l'étude plus loin en s'intéressant à la caractérisation des performances mécaniques en fatigue des pièces FLLP. Considérant l'aspect chronophage des tests en fatigue, cette étude de cas considère moins de configurations que la première et se concentre principalement sur l'étude de l'impact de la morphologie des particules sur les performances en fatigue.

3.2 Résumé

Cette étude considère deux lots de poudre de Ti-6Al-4V produits à l'aide de deux techniques différentes : l'atomisation par plasma et l'atomisation par gaz, la première produisant des particules plus sphériques que la seconde. Des échantillons de test furent fabriqués avec ces lots de poudre en utilisant un ensemble de paramètres d'impression identique sur le même système de fusion laser sur lit de poudre. Ensuite, les taux et les distributions de porosité ainsi que les propriétés statiques et de fatigue des spécimens des deux lots de poudre ont été comparés. En ce qui concerne les propriétés mécaniques statiques, une différence notable a été observée entre les échantillons de poudre atomisée au plasma et leurs équivalents atomisés au gaz (résistance à la rupture supérieure de 7 % et limite d'élasticité supérieure de 4 %, mais l'allongement à la rupture inférieur de 3 %, respectivement). Cependant, en ce qui concerne la résistance en fatigue, la supériorité des performances des échantillons de poudre atomisée au plasma en termes de résistance mécanique ont été quelque peu contrebalancée par la présence des pores alignés dans la direction perpendiculaire à celle de la charge appliquée. À l'inverse, les échantillons imprimés avec la poudre atomisée au gaz ont présenté un niveau de porosité similaire, mais une distribution uniforme des pores, ce qui a réduit l'impact de la porosité induite par le traitement sur l'initiation et la propagation des fissures de fatigue.

3.3 Abstract

In this work, two Ti-6Al-4V powder lots were produced using two different techniques: plasma atomization and gas atomization, with the first producing more spherical particles than the second. Testing specimens were then manufactured with these powder lots using an identical set of printing parameters and the same laser powder bed fusion system. Next, the porosity levels and distributions as well as the static and fatigue properties of the specimens from both powder lots were compared. Regarding the static mechanical properties, a noticeable difference was observed between the plasma-atomized powder specimens and their gas-atomized equivalents (7% greater ultimate and 4% greater yield strengths, but 3% lower elongation to failure, respectively). However, with regard to the fatigue resistance, the

advantages of the plasma-atomized powder specimens in terms of their mechanical resistance were somewhat counterbalanced by the presence of pores aligned in the direction perpendicular to that of applied load. Conversely, specimens printed with the gas-atomized powder manifested a similar level of porosity, but a uniform pore distribution, which reduced the impact of the processing-induced porosity on fatigue cracks initiation and propagation.

Keywords: laser powder bed fusion; particle size distribution; particle sphericity; Ti-6Al-4V; powder flowability; fatigue mechanical properties; static mechanical properties

3.4 Introduction

Laser powder bed fusion (LPBF) is one of the most used processes for the additive manufacturing of complex metallic parts. It consists of spreading successive powder layers with a recoating system (blade and roller) and selectively fusing metallic particles using a high-power laser (Campbell, Diegel, Kowen, & Wohlers, 2017; S. Sun et al., 2017).

A large panel of metals and alloys in powdered form can be used to manufacture parts with the LPBF process. These powders are produced using gas, plasma, and water atomization processes, each yielding powders with specific particle characteristics in terms of their morphology, size, internal porosity, and surface texture (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017). These characteristics highly influence the flow properties and the packing efficiency of the powders, and multiple studies have investigated these relationships (Brika, Letenneur, Dion, & Brailovski, 2020; N. Karapatis et al., 1999; Spierings & Levy, 2009; Strondl et al., 2015). Common conclusions of these studies include the observation that spherical particles improve the powder flowability and packing efficiency, and that fine particles negatively impact the rheological behaviour as they involve a larger contact surface and a propensity to agglomeration. Conversely, if finer particles are present in powders with sufficiently wide particle size distributions (PSDs), they may fill the voids left between the coarser particles, thus increasing the packing efficiency.

The influence of PSDs on LPBF part performances, especially in terms of their density and mechanical properties, is also an active area of research, and numerous studies have already

covered it specifically. Some such studies focusing on steel powders (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Badrossamay et al., 2009; Spierings et al., 2011; Spierings & Levy, 2009) have reported observations similar to those above, indicating that filling the voids between the coarser particles with an appropriate amount of fine particles can be beneficial for improving parts density, surface finish, and mechanical strength. It has also been reported that, because of their greater thermal absorptivity, coarser particles reduce the degree to which underlying layers undergo remelting, which in turn results in a weaker bonding between layers and in lower strength characteristics of printed parts (Spierings & Levy, 2009), whereas a specifically selected narrow PSD tends to improve the mechanical resistance and hardness of such parts (B. Liu et al., 2011).

Other researchers have focused their studies on the impact of particles morphology on the geometric and mechanical properties of LPBF parts made from titanium alloys. For example, Seyda and Herzog (Vanessa Seyda et al., 2017) tested three Ti-6Al-4V powder lots produced using different production routes, namely, gas atomization, plasma atomization and induction plasma spheroidization. They noticed that the observed differences in terms of particle morphology and surface texture did not significantly impact the parts densities and mechanical properties. Brika et al. (Brika et al., 2020) conducted a comparable study with Ti-6Al-4V powders but showed that more spherical powders have a better rheological behaviour and tend to yield parts with better attributes in terms of density, surface finish, geometric conformity and static mechanical properties than their less spherical equivalents. The authors of the study also pinpointed the fact that the differences in mechanical properties due to different particle morphologies were less significant than those related to rheological behaviour, surface roughness and geometric attributes of printed parts. All these results indicate that an appropriate LPBF powder feedstock cannot be devised without significant optimization efforts involving the optimization not only of the powder characteristics, but also of the related LPBF process parameters.

A smaller number of investigations have been conducted to clarify the impact of powder characteristics on the fatigue behaviour of LPBF parts (Carrion et al., 2019; Gong et al., 2017; Seifi et al., 2017; Seifi, Salem, Beuth, Harrysson, & Lewandowski, 2016), despite the

importance of such studies and the uncertainty associated with the ability of LPBF parts to withstand cyclic loading. Among these, Carrion et al. (Carrion et al., 2019) studied the impact of powder recycling on the tensile and fatigue performance of Ti-6Al-4V LPBF parts. The authors reported that repetitive powder recycling narrows the particle size distribution and increases the powder bed density by simultaneously (a) diminishing the amount of finer particles due to their segregation during powder spreading in the course of printing and (b) reducing the amount of coarser particles in the course of repetitive sieving. They showed that such a phenomenon results in a significant improvement of the fatigue life of specimens produced with the recycled powder, while the static mechanical properties are affected to a much lower extent. Furthermore, Gong et al. (Gong et al., 2017) studied two Ti-6Al-4V powders with different levels of fines. Regarding tensile properties, comparable results were reported for the two batches. It was however shown that a higher amount of fine particles had a negative effect on the fatigue performance. The authors suggested that finer particles tend to increase the laser absorption of the powder bed, which could in turn lead to the instability of the meltpool and to the appearance of lack-of-fusion defects in the solidified regions.

Despite the many research efforts that have been undertaken, the relationship between the characteristics of powder feedstock and those of printed parts has not yet been established, because of numerous phenomena and interactions involved in the LPBF process. This study endeavors to improve the understanding of this relationship, and to that end, a comparative study of two selected Ti-6Al-4V powder lots (plasma-atomized and gas-atomized) is conducted. The investigation begins with the PSD and morphology characterization of these powder lots, continues with printing of specimens with the selected powder lots using an identical set of LPBF processing parameters and the same LPBF system, and ends with comparative assessment of their processing-induced porosity, static and fatigue mechanical properties, microstructure, and failure analyses.

3.5 Materials and methods

3.5.1 Selection of powder lots

To investigate the influence of the powder morphology on the mechanical properties of printed parts, two Ti-6Al-4V powder lots were selected from two suppliers employing different production techniques, namely, gas atomization and plasma atomization. The latter is known to yield more spherical powders than the former (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017).

The gas-atomized powder was supplied by EOS (EOS GmbH, Munich, Germany), while the plasma-atomized powder was provided by PyroGenesis (PyroGenesis Additive, Montreal, QC, Canada). Information on the chemical compositions of the two powder lots was provided by the powder producers, and met the specifications defined by the ASTM B348-Grade 5 standard, as shown in Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Chemical compositions of the powder lots studied in this work (in wt.%)

Element	Gas-Atomized	Plasma-Atomized	ASTM B348	Test Method
C	0.01	0.02	0.08 (max)	ASTM E1941
O	0.11	0.11	0.13 (max)	ASTM E1409
N	0.020	0.020	0.030 (max)	ASTM E1409
H	0.0030	0.0080	0.01250 (max)	ASTM E1447
Fe	0.190	0.180	0.250 (max)	ASTM E2371
Al	6.30	6.26	5.50–6.50 (range)	ASTM E2371
V	4.10	3.85	3.50–4.50 (range)	ASTM E2371
Ti	Balance	Balance	Balance	ASTM E2371

3.5.2 Powder lot characterization

Computed tomography inspections (XT H225 μ -CT system, Nikon, MI, USA) were carried out in order to evaluate the geometric attributes of the powder particles, i.e., their size and sphericity. A glass capillary tube (inner diameter of 0.8 mm, wall thickness of 0.1 mm, length of 32 mm) was filled with powder and scanned using a transmission scan source with a beryllium target configured with a 145 kV scan voltage and 19 μ A beam current. The

specimen position in the machine allowed the obtention of a voxel size of 1.331 μm . CT PRO 3D software (Nikon, MI, USA) was used to reconstruct the obtained images and the post-treatment was carried out using Dragonfly software (Object Research Systems, Montreal, QC, Canada) to isolate different particles and evaluate their geometric attributes. Features smaller than 1 μm were excluded from the analysis to eliminate the image noise detected as a feature in the scanned sample. The configuration considered (sample size and resolution) allowed the analysis of $\sim 15,000$ particles per powder sample.

In order to generate the volume-based particle size distributions, the diameters of the volume-equivalent spheres were calculated using the following formula (Pabst & Gregorova, 2007),

$$D_v = \left(\frac{6}{\pi} V_p \right)^{1/3} \quad (3.1)$$

where D_v is the diameter of the volume-equivalent sphere and V_p is the volume of a particle.

Particle sphericity was estimated using the following formula (Pabst & Gregorova, 2007),

$$Sphericity = \frac{S_s}{S_p} \quad (3.2)$$

where S_p is the surface area of a particle of a given volume and S_s is the surface area of an equivalent sphere with the same volume as the particle studied. Particles morphology was also analyzed visually using a Hitachi TM3000 scanning electron microscope (Tokyo, Japan).

3.5.3 Manufacture of LPBF specimens

To study the impact of the particle morphology on the static and fatigue mechanical properties of LPBF components, tensile and fatigue specimens were oriented perpendicular to the build plate and manufactured with the selected powder lots. Rectangular prismatic $80 \times 16 \times 3 \text{ mm}^3$ blanks were printed and then machined to obtain dumbbell-shaped tensile specimens with a gauge length of 27 mm, as shown in Figure 3.1-a. Cylindrical 16 mm diameter and 110 mm height blanks were printed and machined to obtain specimens with tangentially blending fillets between the test section and the extremities according to the ASTM-E466-15 standard, as shown in Figure 3.1-b.

All the specimens of this study were manufactured using an M280 400 W Ytterbium fiber laser system (EOS GmbH, Munich, Germany) equipped with an HSS (high speed steel) doctor blade and the default program provided by the manufacturer, i.e., the “Ti64 Performance” (PSW version 3.6). The LPBF parameters used were laser powder, 280 W; scanning speed, 1200 mm/s; hatching distance, 140 μm ; and layer thickness, 30 μm . Several replicates were printed for each specimen type (25 prismatic blanks for tensile specimens and 20 cylindrical blanks for fatigue specimens) and heat-treated, while on the build plate, using the EOS-recommended stress relief conditions (800 $^{\circ}\text{C}$ for 4 h in argon atmosphere) in a Nabertherm N41/H furnace (Lilienthal, Germany).

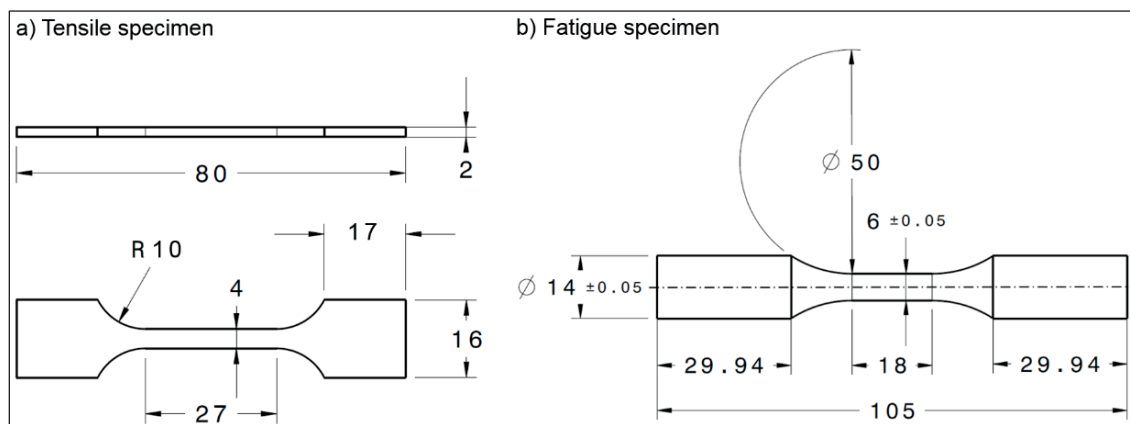


Figure 3.1 Printed specimens (dimensions in mm): (a) tensile and (b) fatigue specimens; all specimens were machined from the corresponding vertically printed blanks

3.5.4 Characterization of printed specimens

3.5.4.1 Processing-induced porosity

In order to characterize the processing-induced porosity, a computed tomography inspection of the gauge sections of printed specimens was carried out using an XT H225 X-ray $\mu\text{-CT}$ (computed tomography) system (Nikon, MI, USA). The specimens were scanned using a transmission scan source with a beryllium target configured with a 210 kV scan voltage and 50 μA beam current. The specimen position in the machine allowed the obtention of a voxel

size of 15 μm . The obtained images were reconstructed using CT PRO 3D software (Nikon, MI, USA) and post-treated using Dragonfly software (Object Research Systems, QC, Canada) in order to detect the presence of processing-induced flaws and evaluate their geometric attributes, i.e., the size, the aspect ratio, and the position. Detected features smaller than 3 μm were excluded from the analysis to eliminate the image noise considered as features in the scanned specimens.

3.5.4.2 Tensile properties

Tensile testing was performed on a MiniBionix 858 servo-hydraulic system (MTS, Eden Prairie, MN, USA) coupled with an MTS 634.12E-25 extensometer and having a crosshead speed of 0.375 mm/min, corresponding to a strain rate of 0.8 s^{-1} . For each configuration studied, three repetitions were carried out. Based on the stress–strain diagrams produced, the mechanical properties, i.e., the Young’s modulus E (GPa), the ultimate tensile strength UTS (MPa), the yield strength YS (MPa) and the elongation at break δ (%) were evaluated. A total of 4 specimens from each powder lot were tested to obtain the static mechanical properties.

3.5.4.3 Fatigue properties

Fatigue testing was conducted on a LANDMARK 370 servo-hydraulic system (MTS, Eden Prairie, MN, USA) using the stress-controlled fatigue testing method in accordance with the ASTM E466 standard. Testing was carried out with a stress ratio of $R = 0.1$ applied in a sinusoidal waveform with a frequency of 15 Hz. An MTS 661.20H-03 force transducer and an MTS LVDT were used to monitor forces and displacements (10 cycles were recorded for each 1000 cycles). The number of cycles to failure was also recorded with a runout defined at 10^7 cycles. A total of 18 specimens from each powder lot were tested to obtain the S-N curve.

3.5.4.4 Failure analysis

Fractographic analyses were carried out on two specimens printed from different powder lots and that had failed under the same alternated stress of 800 MPa. Prior to the examination, the specimens were prepared by cutting a part from their gauge section near the fracture area. A Hitachi S3400-N SEM in secondary electron mode at 20 kV was used to examine the fracture surfaces and identify the fatigue crack initiation sites.

3.5.4.5 Microstructure analysis

In order to compare microstructures of specimens printed with two powder lots, two plane surfaces were considered, namely, the XZ plane (parallel to the build direction) and the XY plane (perpendicular to the build direction). After cutting, both surfaces were prepared starting by a manual polishing then using a vibrometer with colloidal silica and finishing by ion milling. A Hitachi SU8230 scanning electron microscope (SEM), equipped with an electron backscatter diffraction unit, was used to carry out an electron backscatter diffraction (EBSD) analysis (70° tilt angle, energy 25 kV, ×300 and ×1500 magnifications). Additionally, X-ray diffraction analysis (XRD) of specimens printed with two powder lots (XY plane) was performed using a PANanalytical X'Pert Pro diffractometer with Co-K α radiation at 45 kV and 40 mA, under a continuous scanning mode over a 35–55° 2 theta angle range.

3.6 Results

3.6.1 Particle size distribution and morphology

Regarding the particle size distribution of the selected powder lots (Figure 3.2-c and Tableau 3.2), it can be seen that the two powders have significantly similar PSDs, with the plasma-atomized powder having a slightly wider distribution shifted toward finer particles. The SEM micrographs shown in Figure 3.2-a,b illustrates the difference between the two lots in terms of particles morphology, with the plasma-atomized powder particles being more spherical and regularly shaped than their gas-atomized equivalents. The rougher

particle surface and presence of some agglomerates can also be noticed in the latter mentioned powder lot micrograph. The micro computed tomography-based analysis (μ CT) can further refine these observations (Figure 3.2-d and Tableau 3.2), where more than 50% of the plasma-atomized particles manifest a sphericity index higher than 0.84 (D50 = 0.84 vs. 0.79 for the gas-atomized powder, 1 referring to a perfect sphere). The production routes used can explain the observed differences in the particle morphologies, as discussed in (G. Chen et al., 2018), with the plasma atomization technique yielding more spherical particles than the gas atomization technique.

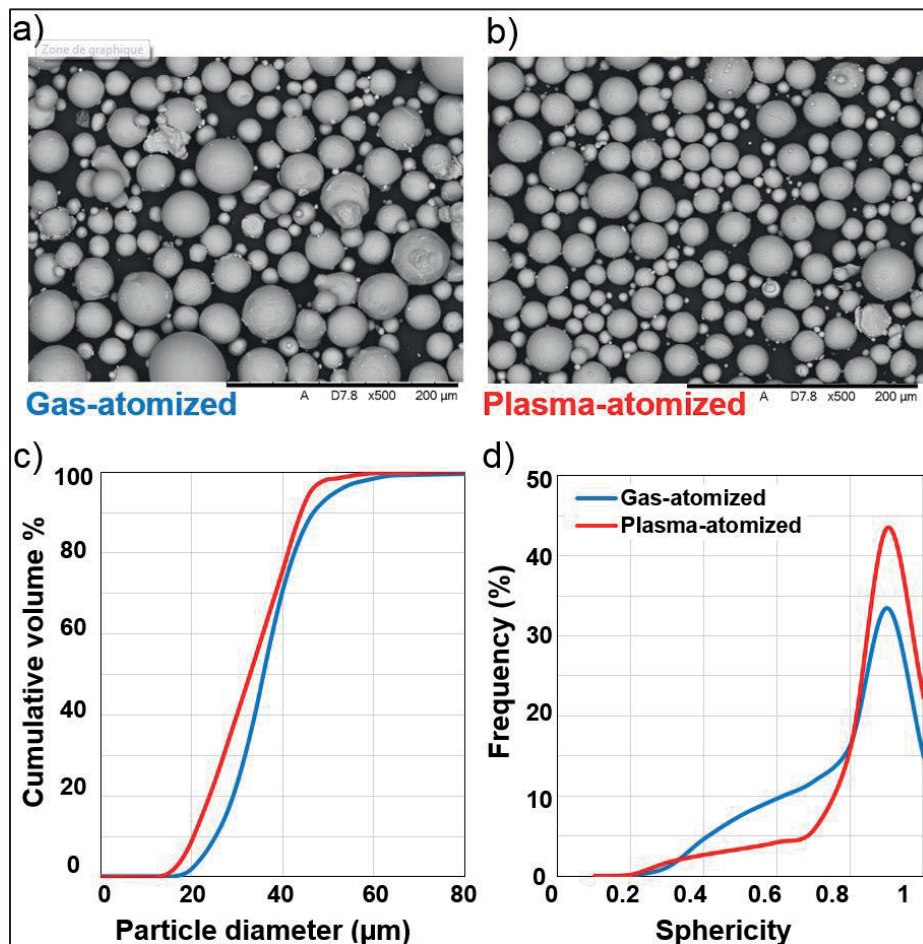


Figure 3.2 (a,b) SEM micrographs of two powder lots; (c) cumulative particle size distributions; (d) particle sphericity distributions; panels (c,d) are obtained using μ CT analysis

Tableau 3.2 Particle size distribution and sphericity metrics obtained using μ CT analysis

Powder Characteristics		Gas-Atomized	Plasma-Atomized
Particle size distribution	$D_{10}(\mu m)$	25.3	20.3
	$D_{50}(\mu m)$	35.8	32.7
	$D_{90}(\mu m)$	46.4	43.9
	Span ⁽³⁾	0.59	0.72
Sphericity	S_{10}	0.46	0.55
	S_{50}	0.79	0.84
	S_{90}	0.91	0.93
	Mean	0.73	0.79
	Std deviation	0.18	0.16
	Span	0.57	0.45

3.6.2 Characterization of printed specimens

3.6.2.1 Internal defects

Computed tomography combined with imaging processing allowed the identification of internal defects in the specimens produced with the two powder lots. Both powders yielded highly dense parts (>99%), with a slight difference in their average porosities: gas-atomized powders, ~0.15% and plasma-atomized powders, ~0.1%. Different metrics of interest were measured for the detected pores, considering ~1800 pores per specimen (after noise filtering). It can be seen in Figure 3.3 a–c that specimens printed from both powder lots contain pores of comparable distributions and morphologies.

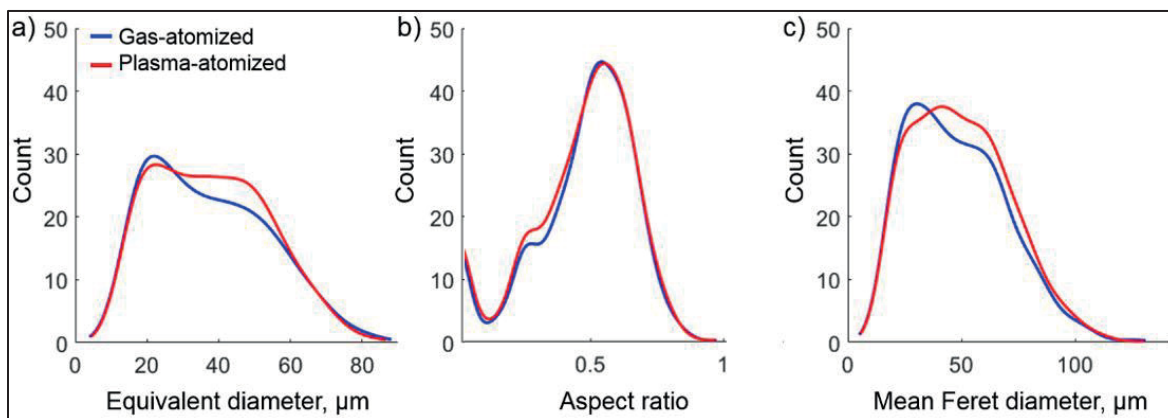


Figure 3.3 Internal defect characteristic distributions: (a) equivalent diameter, (b) aspect ratio, and (c) mean Feret diameter

A further analysis of the 3D reconstructed images revealed certain patterns in the distribution of internal defects in the plasma-atomized powder specimens (Figure 3.4-a,b). The presence of aligned pores in these specimens could be explained by the fact that the LPBF processing parameters used to print with both powders were optimized for the gas-atomized powder only (this powder was supplied by the LPBF system manufacturer). Aligned pores, especially along the horizontal plan (perpendicular to the direction of loading during testing), could affect the specimen performance during static and even more significantly, fatigue testing. The presence of pores near the specimen surface (Figure 3.4-b) was also observed during the computed tomography analysis, this time, in specimens printed with both powders. The position of these defects could be critical, especially during fatigue testing, and could facilitate the initiation of cracks in the specimen. It should be noted that the observed subsurface pores were not caused by contouring during printing since the standard fatigue specimens were machined from printed cylindrical blanks.

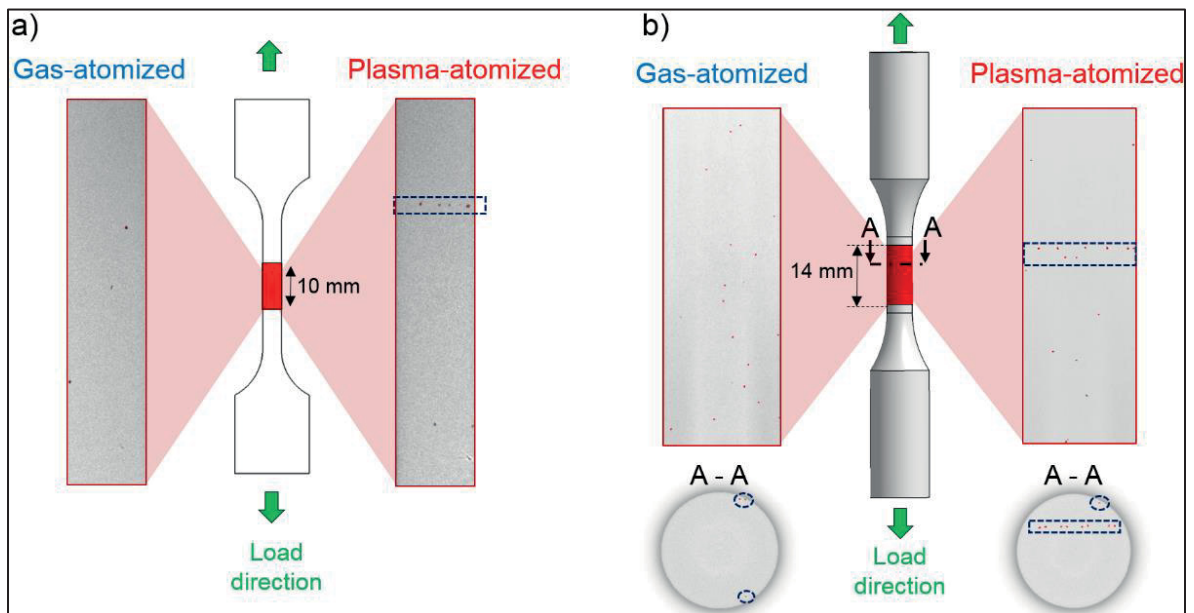


Figure 3.4 Processing-induced pores characterization (μ CT): (a) 2D vertical sections of the gauge regions of tensile specimens printed with two powders and (b) 2D horizontal and vertical sections of the gauge regions of fatigue specimens printed with two powders. Aligned pores could be seen in the tensile and fatigue specimens produced with the plasma-atomized powder

It should be noted that for each powder lot, two fatigue specimens, one tensile specimen, and two cylindrical coupons for density characterization were scanned, and defect clustering similar to that shown in Figure 3.4-a,b was observed in all the samples printed with the plasma-atomized powder.

3.6.2.2 Tensile properties

The static mechanical properties, namely, the ultimate tensile strength UTS (MPa), the yield strength YS (MPa), the elongation at break δ (%), and the Young's modulus E (GPa), were evaluated for the specimens manufactured with both powder lots. For each property, the average and the corresponding standard deviation values are shown in Figure 3.5, and the numerical values can be found in Tableau 3.3. For both powders, the requirements for static mechanical properties of Ti-6Al-4V—Grade 5 presented in ASTM F2924-14 are satisfied (UTS > 895 MPa, YS > 825 MPa, and δ > 10%). Specimens manufactured with the plasma-atomized powder show higher ultimate tensile strength and yield strength values with a 7% and 4% difference, respectively, as compared to their gas-atomized powder equivalents. Conversely, their ductility is 3% lower than that of their gas-atomized powder equivalents. To validate the statistical significance of the results obtained, the student test (t-test) was used. The p-values were used as indicators, a value smaller than 0.05 indicates that the difference between the means of the results at the 5% significance level is considered to be statistically significant. The p-values obtained for each property are presented in Tableau 3.3. The difference is statistically significant for the values of ultimate tensile strength and elongation at break. The difference for the values of yield strength is close to a threshold of the statistical significance (p-value 0.07), while that for the Young's moduli is significantly greater than the threshold of statistical significance.

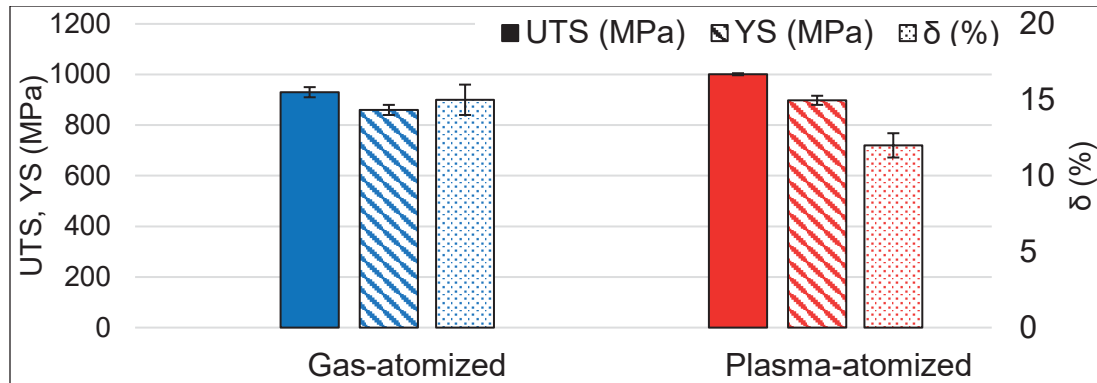


Figure 3.5 Static mechanical properties of specimens printed with two studied powder lots

Tableau 3.3 Static mechanical property values of specimens printed with two studied powder lots; statistically different values are in bold

	Gas-Atomized		Plasma-Atomized		Diff (%)	<i>p</i> -Value
UTS (MPa)	930	± 20	1001	± 4	7.1	0.0038
YS (MPa)	860	± 20	898	± 18	4.2	0.0706
δ (%)	15	± 1	12	± 0.8	3	0.01
E (GPa)	114	± 9	113	± 1	0.9	0.85762

It can be seen that the results obtained with the plasma-atomized powder specimens show slightly lower standard deviation values. It could be hypothesized that a more efficient particle packing of the plasma-atomized powder yields a more uniform powder bed density, and therefore more homogeneously printed specimens with better repeatability in their mechanical behaviour. Further studies are required to confirm or infirm this hypothesis.

3.6.2.3 Fatigue properties

Following fatigue testing, S-N data are reported in Figure 3.6 with two straight trendlines plotted to minimize their mean square deviations. Some data points were excluded and considered as outliers for obtaining fatigue life values significantly longer or shorter than expected at a given alternated stress level. All the specimens fractured in their gauge sections. Significant discrepancies in the results obtained did not allow an observation of a clear stable region in the established trendline. However, both powders registered runouts ($N_f > 10^7$ cycles) starting at 450 MPa and lower.

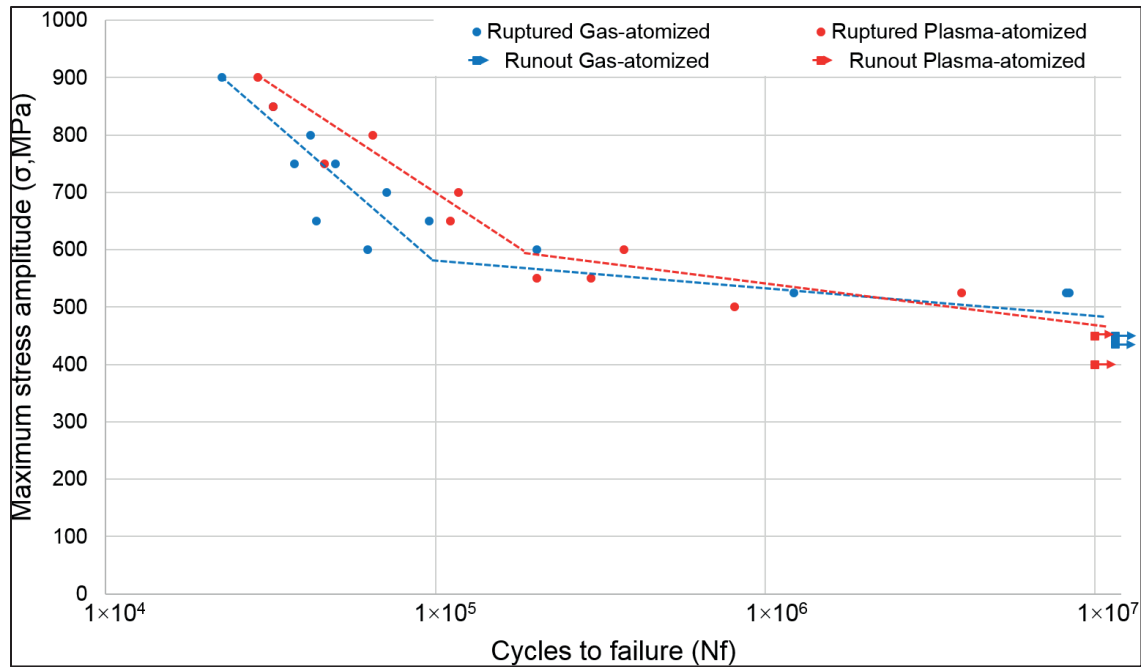


Figure 3.6 S-N diagrams obtained for the two studied powder lots

The correlation coefficient is 0.678, which indicates a moderately strong relationship between the obtained results of the two powders. Despite the presence of overall comparable results, it can be noted that the plasma-atomized powder specimens achieved slightly better fatigue performances for stress levels higher than 600 MPa. Discrepancies in the results observed could be explained by the presence of a relatively significant number of internal defects in the printed specimens causing scattering in the results obtained and complicating the differentiation between the performances of the two powder lots.

A survey of the literature on the fatigue resistance of LPBF Ti-6Al-4V specimens submitted to comparable testing conditions (stress ratio $R = 0.1$, runout 10^7 cycles, vertically printed) was conducted. A comparison between the results obtained within this work and the fatigue limits reported in the literature (Greitemeier, Palm, Syassen, & Melz, 2017; Masuo et al., 2018; Patil & Yadava, 2007; Wycisk et al., 2014) is presented in Figure 3.7.

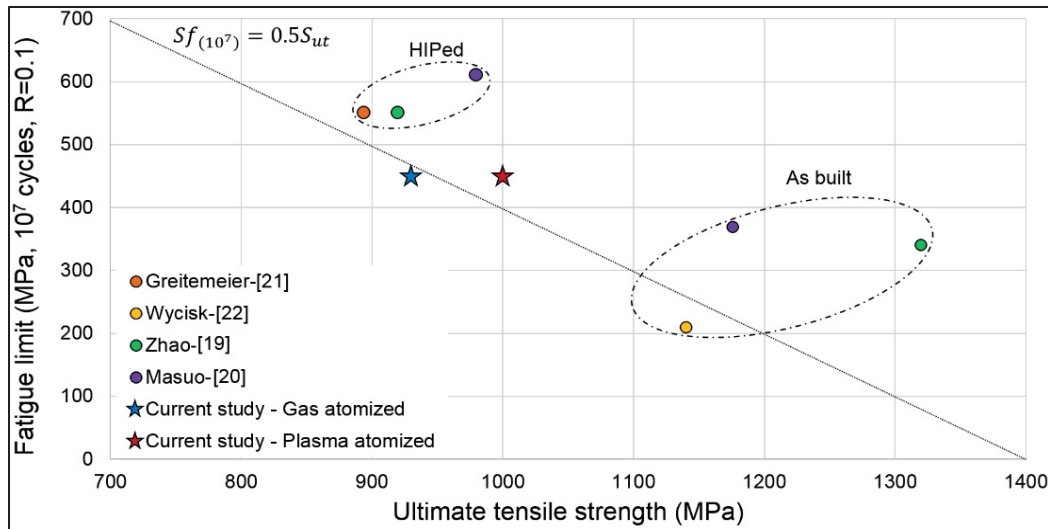


Figure 3.7 Fatigue limit (stress ratio $R = 0.1$, runout 10^7 cycles,) versus ultimate tensile strength diagram: comparison of the results of this study with the literature (vertically printed specimens)

The results obtained within this study falls within the range delimited by the mechanical performances of HIPed (hot-isostatically pressed) and as-built specimens. It can be observed, in the context of this diagram, that plasma-atomized powder specimens manifest a slightly better combination of static and fatigue mechanical properties than their gas-atomized equivalents. It can also be seen that the HIPed specimens demonstrate a higher fatigue limit, but a lower static strength, while the as-built specimens manifest a lower fatigue limit, while a higher static strength.

3.6.2.4 Fractographic Examination

Figure 3.8 shows the images obtained from the fractographic examination of one specimen from each of the powder lots that failed at the same maximum stress of 800 MPa. In both cases, the fracture initiated from an irregularly shaped lack-of-fusion defect close to the specimen surface. Single crack initiation sites were observed in both specimens. In the plasma-atomized powder specimen, a significant number of spherical pores are present on the fracture site with aligned patterns, which is in agreement with the observations made using the computed tomography technique.

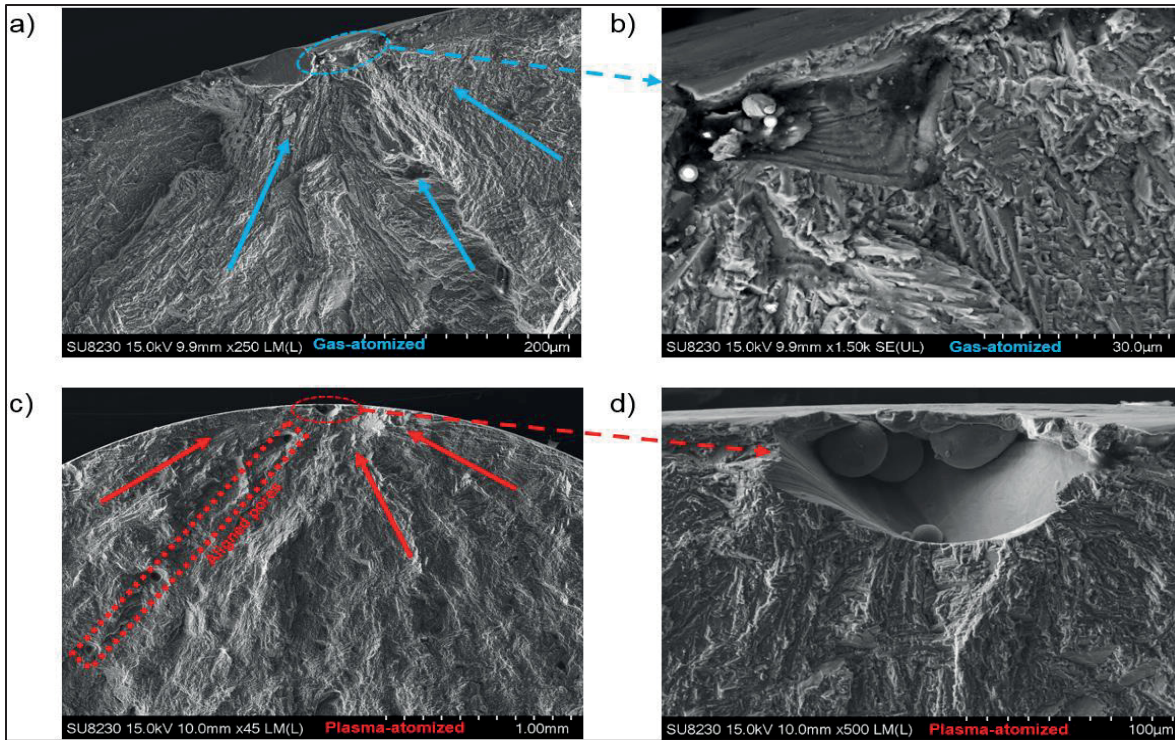


Figure 3.8 Fractographic examination of specimens printed from the gas-atomized (a,b) and plasma-atomized (c,d) powders: (a) gas-atomized, the arrows indicating the crack initiation site; (b) gas-atomized, zoom-in on the origin of the crack; (c) plasma-atomized, aligned pores and arrows indicating the crack initiation site, (d) plasma-atomized, zoom in on the origin of the crack; both failed under a maximum stress of 800 MPa

3.6.2.5 Microstructure analysis

The diffraction patterns obtained from specimens printed with two powder lots and subjected to a stress relieve annealing are presented in Figure 3.9. The XRD analysis shows that the both specimens contain predominantly α'/α phase (note that the α' phase peaks cannot be distinguished from those of α phase using this analysis). Furthermore, the presence of a weak β phase peak between the (002) α'/α and (101) α'/α peaks indicates that the gas-atomized powder specimens contain a greater quantity of β phase than their plasma-atomized powder equivalents. This last observation is supported by the phase distribution maps presented in Figure 3.9, where the gas-atomized powder specimen reveals a slightly larger amount of β phase than its plasma-atomized powder counterpart: $\sim 5.6\%$ versus $\sim 5.3\%$ of β phase, respectively (the calculations are based on the EBSD maps taken from the XY and XZ planes, Figure 3.10).

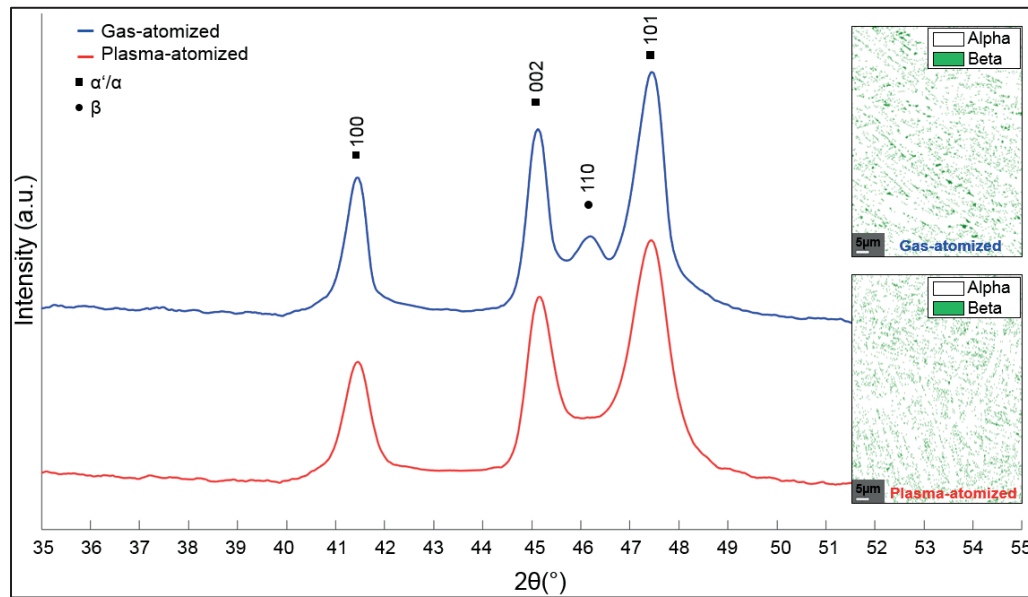


Figure 3.9 Diffraction patterns and phase maps of the specimens produced using the two powder lots

Figure 3.10 shows the EBSD images of the XY and XZ planes of the specimens produced with the two powder lots. A typical lamellar structure can be observed in both specimens. According to the literature (Foster et al., 2015), the lamellar ($\alpha + \beta$) structure of the LPBF Ti64 alloy is a result of the acicular/lamellar α' martensite decomposition during stress relief annealing. Using the Burgers orientation relationship between the α (HCP) and β (FCC), the grain boundaries of prior β phase were reconstructed (black lines in Figure 3.10). It can be seen on the XZ plane, that the prior β phase grains cross more than one-layer thickness and they are somewhat stretched along the build direction (BD). On the XY plane however, the grains are a seemingly more equiaxed. In addition, among the coarser grains, some smaller equiaxed grains can also be observed, and it seems that the fraction of such small grains is greater in the specimens printed with the plasma-atomized powder than with its gas-atomized equivalent.

The average β phase equivalent grain size on both the XZ and XY planes was calculated and the results are collected in Tableau 3.4 (~50 grains per configuration were considered). The student test (t-test) was used to compare the results obtained, considering that smaller than 0.05 p-values indicate that the differences between the means of the results could be

considered statistically significant at a 5% significance level. It can be seen from p-values in Tableau 3.4 that the difference in the equivalent β phase grain sizes between specimens printed with two powder lots is not statistically significant for both the XZ or XY planes. However, when comparing the equivalent grain sizes measured on the XZ and XY planes of the same specimen, a grain aspect ratio (XZ/XY) of ~ 2 for specimens printed from both powder lots confirms a strong, and comparable, anisotropy of the printed structures.

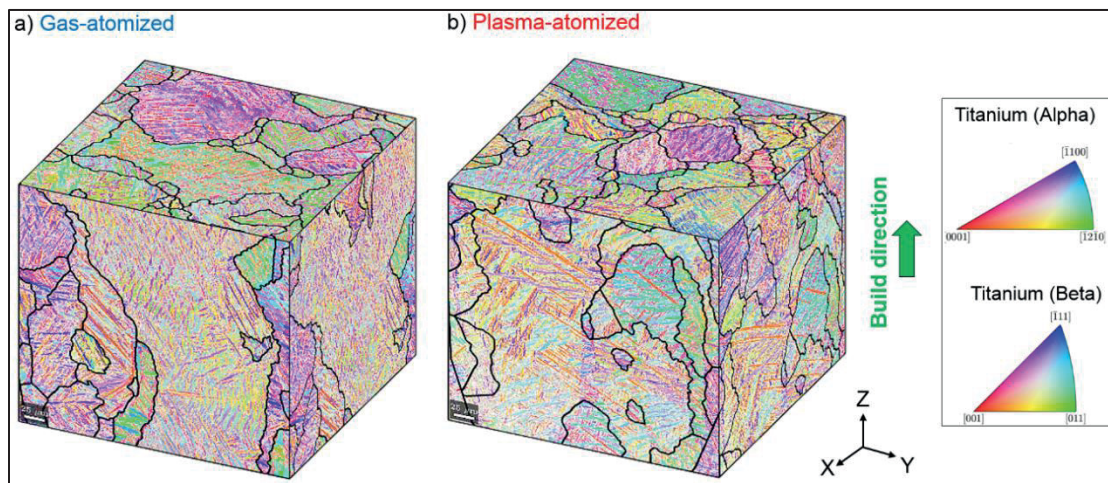


Figure 3.10 EBSD orientation maps: (a) Gas-atomized specimen.
(b) Plasma-atomized specimen

Tableau 3.4 Equivalent β phase grain size featured for the two powder lots (XZ and XY planes); p-values in bold indicate statistically significant differences

	Gas Atomized (μm)			Plasma Atomized (μm)			p-Value
	Average	Min	Max	Average	Min	Max	
Parallel to build direction (XZ)	111.3	21.3	502.4	116.9	29.2	467.7	0.85
Perpendicular to build direction (XY)	79.8	19.4	272.6	75.6	19.6	252.9	0.74
p-value	0.02			0.03			

Moreover, the α -phase lamellae lath widths were also measured and yielded $1.23 \pm 0.8 \mu\text{m}$ for the gas-atomized powder specimens as compared to $1.55 \pm 1 \mu\text{m}$, for their plasma-atomized powder equivalents. This difference was also not found to be statistically significant. Given the fact that differences in size of the β -phase grains and α -phase lamellae observed in

specimens printed with two powder lots are not statistically significant, their microstructures could be considered comparable. However, a higher fraction of β phase witnessed by XRD could explain a slightly better ductility of specimens printed with the gas-atomized powder as compared to those printed with the plasma-atomized powder (Figure 3.5, Tableau 3.5).

3.7 General discussion

An analysis of the processing-induced defects using the computed tomography technique reveals the following critical point: despite comparable levels of density of the specimens produced with the two powders (>99.1%), pores appear in certain patterns in the plasma-atomized powder specimens that potentially influence their performances. This observation highlights the benefits of using such an advanced NDT technique such as computed tomography to control the level of processing-induced defects, without entirely relying on simplistic density measurement techniques such as Archimedes', for example. The defect distribution must be considered as one of the critical metrics of the printed parts, that requires as much attention as the parts density.

These aligned defects are the most likely caused by an inadequate track overlapping in the case of the plasma-atomized powder, since they are oriented along the laser tracks. Conversely, this is not an issue in the case of the gas-atomized powder recommended by the LPBF system manufacturer, since pores in specimens printed from this powder were distributed uniformly. This discrepancy could be explained by the difference in the powder bed density presented in Tableau 3.5 (see also in (Brika et al., 2020)) where the plasma-atomized powder yields a 5% denser powder bed than the gas-atomized powder. A tightly packed powder layer limits the penetration of laser radiation (lower laser energy absorptivity (Foster et al., 2015; Patil & Yadava, 2007) resulting in a smaller meltpool (Letenneur et al., 2017). Because of that, more energy would be required to form a meltpool of comparable dimensions with the former powder than with the latter. As the same printing parameters were used for both powders of this study, and these parameters were specifically optimized for the gas-atomized powder, overlapping of laser tracks in the case of the plasma-atomized powder was not sufficient to prevent the appearance of pores aligned along these tracks.

This notwithstanding, the results obtained highlight the sensitivity of the process to slight variations in the powder characteristics and illustrate the importance of optimizing the printing parameters for any candidate powder feedstock. A further optimization of the printing parameters and the use of Hot Isostatic Pressing (HIP) post-fusion treatment could be beneficial in reducing the level of processing-induced defects, and therefore could further improve the quality and performances of the produced parts (Masuo et al., 2018; Molaei, Fatemi, & Phan, 2018).

To further leverage the data obtained using the computer tomography technique, it would be very valuable to develop a numerical tool capable of grouping the aligned defects and to evaluate the angle they form with respect to the load applied. In this study, an attempt was made to develop such a dedicated algorithm, but due to the large number of defects in the specimens studied, the computational time was an issue, and more programming optimization efforts are needed to develop such a tool.

It must also be mentioned that the two powder lots in this study had already previously been compared in terms of their flow behaviour, powder bed density, and the geometric attributes of printed components (in Tableau 3.5, see a brief summary of the main results reported in (Brika et al., 2020)).

Tableau 3.5 Summary of the results reported in Brika et al. (2020); for each property, better numbers are in bold

	Gas-atomized	Plasma-atomized	Diff (%)
Rheological properties			
Specific energy (mJ/g)	2.85 ± 0.03	1.73 ± 0.06	39.3
Cohesion coeff. (kPa)	0.39 ± 0.08	0.28 ± 0.01	28.2
Powder bed density (g/cm ³)	2.602 ± 0.03	2.743 ± 0.004	5.1
Normalized average Ra	0.99 ± 0.01	0.92 ± 0.01	7.1
Average difference in % between the printed and nominal dimension			
Walls	-13.4	-12.2	8.9
Sinks	-11.5	-10.1	12.1
Gaps	+16.8	+14.9	11.3

A rheological analysis performed showed a significant advantage of the plasma-atomized powder in respect to its gas-atomized equivalent in terms of powder flowability (~35%). This advantage with regard to the powder bed density (~5%) and the geometric attributes of printed parts (~10%) was less significant. Furthermore, the plasma-atomized powder yielded slightly more resistant (~5%), but slightly less ductile (3%), specimens. This attenuation of differences between the two powder lots can be explained by the fact that the powder bed density and the geometric and mechanical attributes of printed parts depend not only on the powder characteristics, but also on the conditions of powder spreading, printing, and postprocessing.

The differences between the two powder lots with regard to their fatigue resistance become even less apparent and are blurred by the differences in pore distributions in the specimens printed: aligned pores in the plasma-atomized powder specimens versus homogeneously-distributed pores in their gas-atomized powder equivalents. The XRD and EBSD analyses revealed overall comparable microstructures of the specimens produced with two powder lots (differences in size of the β -phase grains and α -phase lamellae were not found to be statistically significant), thus supporting the hypothesis that the processing-induced porosity constitutes a dominant factor influencing the mechanical behaviour, especially the fatigue performance, of the printed specimens of this study. The optimization of LPBF processing parameters for the plasma-atomized powder appears to be a necessary step for a more comprehensive comparison of the plasma and gas-atomized powders of this study in terms of their performances as LPBF powder feedstocks. To this end, a combined numerical modeling-design of experiment approach presented in (Letenneur et al., 2017) can be used. This processing optimization approach, which is based on the meltpool calculations and experimental measurements of the printed density and grain size, was successfully applied for Ti-, Ni-, Fe-, and Al-based alloy powders in (Letenneur, Kreitchberg, & Brailovski, 2019).

3.8 Conclusion

Two Ti-6Al-4V powder lots with close particle size distributions were selected to investigate the impact of particle morphology on the LPBF process performances in regard to their static

and fatigue mechanical properties. For static properties, the plasma-atomized powder specimens showed a slightly higher resistance, but a slightly lower ductility as compared to their gas-atomized equivalents. For fatigue properties, the presence of a certain number of processing-induced flaws in the plasma-atomized powder specimens made the comparison of the two powders more complicated. The occurrence of such flaws in the plasma-atomized powder specimens is attributed to the use of suboptimal printing conditions, which put them at a disadvantage as compared to their gas-atomized equivalents, printed under optimized printing conditions. To reach a definitive conclusion about the comparative performances of the plasma and gas-atomized powders, both powders must be printed using their respectively-optimized processing conditions.

3.9 Acknowledgments

This research was funded by Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) within the Discovery grant program.

The authors would like to express their appreciation for the support provided by PyroGenesis Additive Canada and Object Research Systems (ORS) Inc. and to thank C. Dion, M. Letenneur, M. Saadati, A. Timercan, A. Kreitchberg, S. Plamondon, and W. Saulnier for their assistance during this project.

3.10 Author contributions

Conceptualization, S.E.B. and V.B.; methodology, S.E.B. and V.B.; software, S.E.B.; validation, S.E.B. and V.B.; formal analysis, S.E.B.; investigation, S.E.B.; data curation, S.E.B.; writing—original draft preparation, S.E.B.; writing—review and editing, V.B.; visualization, S.E.B. and V.B.; supervision, V.B.; project administration, V.B.; funding acquisition, V.B. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

CHAPITRE 4

A NOVEL APPARATUS FOR THE SIMULATION OF POWDER SPREADING PROCEDURES IN POWDER-BED-BASED ADDITIVE MANUFACTURING PROCESSES: DESIGN, CALIBRATION, AND CASE STUDY

Salah Eddine Brika ^a, Vladimir Brailovski ^a

^a Department of Mechanical Engineering, École de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame Street West, Montreal, QC H3C 1K3, Canada; salah-eddine.brika.1@etsmtl.net (S.B); vladimir.brailovski@etsmtl.ca (V.B)

Article publié dans la revue « Journal of Manufacturing and Materials Processing »,
Juillet 2023

4.1 Avant-propos

Les deux premiers articles, avec les études de cas considérées, ont démontré que les variations des propriétés intrinsèques des poudres impactent les performances du procédé FLLP en termes de productivité, de fini de surface, de précision géométrique et des propriétés mécaniques statique et dynamique. Le deuxième article a mis l'accent sur l'importance de l'optimisation des paramètres d'impression pour les différents lots de poudres. Cette optimisation peut être effectuée grâce à des simulations numériques qui prennent en entrée des propriétés, notamment la densité du lit de poudre. Une large sélection des poudres issues de différentes techniques de production ayant des propriétés intrinsèques variées sont disponibles sur le marché. Choisir la poudre la plus adaptée pour les besoins de l'application étudiée peut se montrer compliqué vu l'absence de techniques de caractérisation dédiées aux procédés de fabrication additive sur lit de poudre permettant de générer des métriques représentatives des performances de la poudre dans le procédé considéré. Même en utilisant des équipements avancés de caractérisation de poudre tels que le rhéomètre FT4, identifier des grandeurs pouvant directement être liées aux propriétés du lit de poudre FLLP

peut se montrer ardu. Étant donné que les propriétés d'écoulement de la poudre dépendent grandement des conditions imposées par l'application, un banc d'essai, qui génère des conditions d'étalement très proches de celles rencontrées dans les machines FLLP a été développé est présenté dans la troisième publication.

4.2 Résumé

Les procédés de fabrication additive sur lit de poudre (FA-LP) sont sensibles aux variations des caractéristiques de la matière première utilisée, mais le lien entre les propriétés de la poudre et les performances du procédé n'est pas encore bien établi, ce qui complique l'optimisation du procédé, la sélection et le contrôle de la qualité des poudres. Une évaluation précise des caractéristiques et du comportement des poudres pendant la phase d'étalement de la poudre est importante et doit inclure les propriétés d'écoulement et de tassement des poudres, qui dépendent grandement des conditions spécifiques à l'application étudiée. Les différentes techniques conventionnelles pour la caractérisation testent les poudres dans des conditions d'essai qui diffèrent de celles des systèmes d'étalement FA-LP. Afin de répondre au besoin de techniques de caractérisation de poudre plus adaptées, un nouvel appareil capable de reproduire la procédure d'étalement de poudre FA-LP et permettant de mesurer la densité du lit de poudre, l'uniformité de la surface et les forces de raclage en fonction des caractéristiques de la poudre et des conditions d'étalement, y compris la vitesse de raclage et le type de mécanisme d'alimentation en poudre a été développé. Un tel équipement peut être utilisé à des fins de recherche et développement ainsi que pour le contrôle qualité de la poudre FA-LP. La Figure 4.1 représente un résumé graphique des travaux de cette publication.

4.3 Abstract

Powder-bed-based additive manufacturing processes (PBAM) are sensitive to variations in powder feedstock characteristics, and yet the link between the powder properties and process performance is still not well established, which complicates the powder selection, quality control, and process improvement processes. An accurate assessment of the powder

characteristics and behavior during recoating is important and must include the flow and packing properties of the powders, which are dependent on the application conditions. To fulfill the need for suitable powder testing techniques, a novel apparatus is developed to reproduce the generic PBAM powder spreading procedure and allow the measurements of the powder bed density, surface uniformity, and spreading forces as functions of the powder characteristics and spreading conditions, including the spreading speed and the type of spreading mechanism. This equipment could be used for research and development purposes as well as for the quality control of the PBAM powder feedstock, as showcased in this paper using a gas-atomized Ti-6Al-4V powder ($D_{10} = 25.3 \mu\text{m}$, $D_{50} = 35.8 \mu\text{m}$ and $D_{90} = 46.4 \mu\text{m}$) spread using a rigid blade by varying the recoating speed from 100 to 500 mm/s and the layer thickness from 30 to 100 μm . Figure 4.1 summarize graphical the work done within this publication.

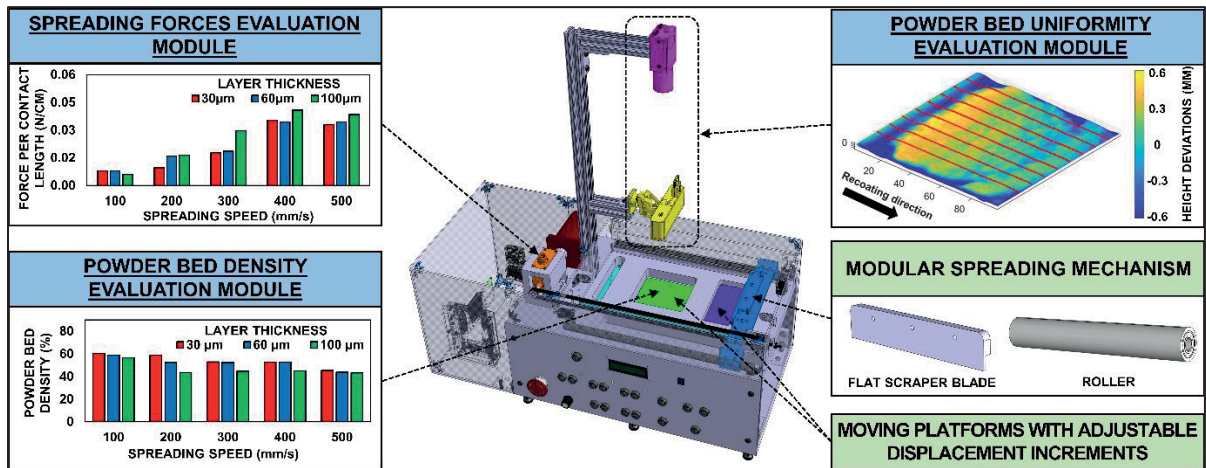


Figure 4.1 Graphical abstract

4.4 Introduction

Powder bed-based additive manufacturing processes (PBAM), such as laser and electron beam powder bed fusion (L-PBF and EB-PBF) and binder jetting (BJ), are rapidly expanding technologies which are of particular interest for the manufacturing of complex components from a large variety of powdered feedstock materials (Bhavar et al., 2017; Vladimir V Popov et al., 2021; T. Wohlers et al., 2020; Yadroitsev & Yadroitsava, 2021). All PBAM processes

use a comparable design principle starting with a powder supply module in the form of a moving platform or a hopper that deliver a specific amount of powder by increments. This powder is then processed by a separate mechanism equipped with a specific tool (scraper, roller, blade, etc.), which, through its horizontal translational or rotational motion, transfers the supplied powder in the form of a thin uniform layer on the building platform capable of downward movement by increments that correspond to a defined layer thickness. Once the layer of powder is spread, powder particles are selectively consolidated using different techniques (melting, sintering, binding), depending on the process used. This sequence is followed by the spreading of a new layer of powder over the previously consolidated one, and this process is repeated until the entire component is built. Depending on the type of PBAM system, either commercial or experimental, different recoating sequences and mechanisms are used, creating different dynamics of the powder displacement and spreading, thus impacting both the geometric (uniformity) and physical (density) characteristics of the powder bed.

The vast majority of PBAM systems use rigid spreading blades, which are available in different profiles depending on the manufacturer. In this case, the controllable spreading parameters are the spacing between the blade and the reference surface and the displacement speed. With blade-based systems, the powders are mainly subjected to shear stresses, and the compressive stresses are minimal. Other companies use rotating roller-based systems (free rolling or motorized rotation) to spread the powder. With such configurations, the roller exerts shear and compressive stresses to spread and compact the powder. The controllable variables in this case are the spacing between the roller and the reference surface, the linear displacement speed, and the velocity and direction of rotation of the roller. Generally, rotary roller-based systems generate more compact powder beds with a smoother surface profile compared to blade-based systems thanks to a larger contact area, which allows for gradual particle rearrangement (Haeri, 2017; Haeri et al., 2017). Nevertheless, additional compressive stresses exerted by the roller on the powder bed could potentially lead to a loss of accuracy in the effective layer thickness (loss of part precision) or even damage underlying printed structures (Budding & Vaneker, 2013; Lin Wang et al., 2021; Yang et al., 2017; J. Zhang et al., 2020). To minimize disturbances on the parts being manufactured,

some spreading configurations use flexible silicone blades, carbon fiber brush-based systems, or rake-toothed scrapers. Flexible blades have the advantage of being less likely to jam with the protruding artifacts of preceding layers, are more tolerant of surface imperfections, and generate lower shear stresses on the structures being fabricated. Nevertheless, wear and tear, particularly of polymeric blades, can generate less uniform spreading and include contamination in the powder bed. In addition, interference between flexible blades and surface imperfections can generate temporary jamming followed by abrupt movements of the spreading tool that can cause disturbances to the spread powder bed (Daña et al., 2019; Kayacan et al., 2019; Shamsdini et al., 2021). Other systems feature spreading mechanisms including mobile powder supply tanks. Such configurations can be used for the bi-directional spreading of powders to enhance the process productivity. The use of such systems with cohesive powders can be problematic, since vibrations generated by the scraper movement tend to pack powder in the tank, thereby hindering its flow into the hopper (Mirzababaei & Pasebani, 2019; Mostafaei et al., 2021; Oropeza, Penny, Gilbert, & Hart, 2022; D. Oropeza et al., 2021; Ziaee & Crane, 2019).

Uniformity of the powder layer spread on the building platform can influence the quality of a printed part, since irregular and randomly distributed layer defects (potholes, bumps, etc.) can lead to inconsistent interactions between the powder and the consolidating input (laser/electron beam, binder jet) (Foster et al., 2015; Vlasea et al., 2015). The powder bed density is yet another key characteristic of the powder bed, and the higher this density, the higher the density, the uniformity and the precision of a printed part (Gusarov et al., 2009; Jacob et al., 2018; Kolossov et al., 2004; Matsumoto et al., 2002; Patil & Yadava, 2007). Furthermore, since forces applied by a spreading tool during powder recoating on the previously consolidated features could jeopardize the integrity of components being built, they must be minimized, especially when these components are complex and delicate (lattice- or cellular-based structures, for example). It must also be mentioned that the powder spreading (recoating) speed impacts the process productivity since the recoating operation could take from 30 to 50% of the total building time, depending on the geometry and build orientation of the printed part and the printing parameters used (Baumers et al., 2012; Brika, Zhao, Brochu, & Mezzetta, 2017; Piili et al., 2015). In sum, uniformity and density of the

powder bed and forces and velocities of the recoating procedure constitute principal characteristics of any powder recoating process and directly influence the service properties of printed parts and the process productivity.

The characteristics of any powder recoating system cannot be analyzed separately from those of the powder feedstock. Depending on the powder production route and material, the characteristics of powder feedstock vary in terms of the chemical composition, particle size distribution (PSD), morphology, density, and surface properties (G. Chen et al., 2018; Vanessa Seyda et al., 2017). A number of studies have demonstrated a significant impact of the above-mentioned characteristics on the performances of PBAM parts (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Badrossamay et al., 2009; Baitimerov et al., 2018; Brika & Brailovski, 2020; Brika et al., 2020; B. Liu et al., 2011; Lutter-Günther et al., 2017; Vanessa Seyda et al., 2017; Spierings et al., 2011; Spierings & Levy, 2009). Selecting the most suitable powder for a given piece of manufacturing equipment can be challenging, considering the broad variety of available products, and the choice is generally guided by the manufacturer's recommendations. While following these recommendations in the context of an industrial application allows saving money and time, in an R&D environment, evaluating the suitability of a given powder for a specific PBAM equipment, more specifically its spreadability characteristics, could form an integral part of the research workflow.

Several powder flowability characterization techniques are commercially available, namely, funnel-based methods (Hall, Carney, Gustavsson), shear cells, avalanche testers and powder rheometers, all characterizing powders under different conditions. Using the results obtained with the above-mentioned techniques to infer about the feedstock spreadability in the context of a specific piece of PBAM equipment can be challenging, since this property is not an intrinsic powder characteristic, but rather a powder property strongly dependent on the testing conditions applied. This difficulty can be mitigated by subjecting the powder to testing conditions that are as close as possible to those of a simulated manufacturing process. Unfortunately, a harsh working environment and the closed architecture of commercial PBAM equipment, in addition to costly and time-consuming printing processes, limit the possibilities of conducting in-situ powder flowability characterization experiments. Because of these limitations, there is a clear need for a testing apparatus capable of characterizing

powder spreadability under simulated application conditions. Such an apparatus must be equipped with instrumented devices enabling parametric studies of the metrics of interest, while being versatile enough to reproduce specific spreading conditions created by different powder distribution mechanisms used in commercial PBAM equipment.

Different testing devices dedicated to powder spreadability investigations have already been introduced in the literature. Tableau 4.1 summarizes the most representative works by providing brief descriptions of the proposed apparatuses, types of spreading mechanisms, controlled variables, metrics of interest, measurement principles, and degrees of conformity of the proposed technical solutions with targeted commercial PBAM systems. For each apparatus, a basic rating system (low, moderate and high) is used to define the process representativity as an indication of how accurate the proposed apparatus simulates the conditions and spreading sequences of commercial equipment. Hereafter, short descriptions of the developed testers are provided, starting from the most advanced systems and moving to their less representative counterparts.

A series of advanced and highly automated testers were presented in (Mitterlehner, Danninger, Gierl-Mayer, & Gschiel, 2021b; D. Oropeza, R. Roberts, & A. Hart, 2021; Yee, 2018). Oropeza et al (D Oropeza et al., 2021) proposed a testing system containing two motorized platforms for a controlled powder supply and spreading, a modular powder spreading mechanism capable of using different spreading tools (motorized roller, stiff/flexible scraper, hopper), and an imaging system overhanging the powder bed. This testing system was designed to study the impact of a spreading mechanism and a layer thickness on the powder bed uniformity. Mitterlehner et al (Mitterlehner et al., 2021b) presented a test bench also consisting of two motorized platforms, one for powder supply and another for powder spreading, and a recoating mechanism with an adjustable recoater blade angle. After the recoating operation, the spreading platform can be extracted from the tester and installed on the table of an optical microscope to analyze the degree of surface coverage, the layer roughness and the flatness of the powder bed. A similar apparatus was developed by Yee, I. (Yee, 2018), with the possibility of in-situ evaluation of the surface roughness of the powder bed using a camera attached to the apparatus.

Less versatile and automated systems than the above-mentioned ones were proposed in (Hulme-Smith, Hari, & Mellin, 2021a; Le et al., 2021a; Yousub Lee et al., 2019; Snow, 2018; Van den Eynde et al., 2015). Among them, Le, T.-P., et al. (Le et al., 2021a) introduced the idea of scanning a single layer of spread powder using a contact image sensor (CIS) installed behind the spreading mechanism (hopper/scrapper) to study the powder bed quality obtained with different spreading strategies. Hulme-Smith et al (Hulme-Smith et al., 2021a) repurposed a film applicator device by adding a doctor blade to spread one layer of powder at a time and added an imaging system to evaluate the degree of surface coverage as a function of the recoating speed for powders with different particle size distributions and chemical compositions. Lee, Y. et al (Yousub Lee et al., 2019) measured the angle of avalanche formed during spreading of a single layer of powder using a camera aligned with the scraper of their testing system to compare different recoating speeds and layer thicknesses. The apparatus developed by Snow (Snow, 2018) used the spreading platform and the blade of a commercial system (EOS M280) coupled with a microscope, a camera and a laser profilometer to respectively analyze the avalanche angle, the surface coverage and the roughness of a single spread layer. Finally, Van den Eynde et al (Van den Eynde et al., 2015) attached the building platform to an analytical balance to evaluate the mass of a deposited layer in order to estimate the powder bed density of feedstocks with different PSDs and particle morphologies.

Ultimately, more simplistic and straightforward methods were introduced in (Ahmed et al., 2020a; Steffen Beitz et al., 2019; Cordova, Bor, de Smit, Campos, & Tinga, 2020b). Beitz, S., et al. (Steffen Beitz et al., 2019) proposed an apparatus supplied with scrapers of different shapes spreading one layer of powder on the detachable platform at a time. In this, the surface quality and the density of the powder bed was analyzed using the optical microscopy and computed tomography techniques. Ahmed, M., et al (Ahmed et al., 2020a) proposed to spread the powder manually using a cardboard stencil with a gap corresponding to a desired layer thickness and to examine the obtained layer using scanning electron microscopy in order to evaluate the powder coverage as a function of the layer thickness and the PSD of the powders tested. Finally, in order to mimic conventional scraper- and hopper-based spreading mechanisms, Cordova, L., et al (Cordova et al., 2020b) introduced some applicator tools to

manually spread one layer of powder at a time. Dimensions of the patch formed by spreading a known amount of powder were used to estimate the volume of powder spread, and thus, an approximate apparent density of the powder bed.

To sum-up, most of the proposed solutions are mainly focused on the evaluation of the spread powder layer uniformity (Ahmed et al., 2020a; Hulme-Smith et al., 2021a; Le et al., 2021a; Mitterlehner et al., 2021b; D Oropeza et al., 2021; Yee, 2018), while some apparatuses combine the evaluation of layer uniformity and spreadability (Yousub Lee et al., 2019; Snow, 2018). Another group of technical solutions consider the powder bed density as the main metric of interest (Cordova et al., 2020b) or combine the powder bed density measurements with those of layer uniformity (Steffen Beitz et al., 2019; Van den Eynde et al., 2015). To date, none of the reported testing systems has proposed an integral solution that concurrently measures all the metrics of interest relevant to the powder spreading during the PBAM processes, namely, the powder bed density, the powder bed uniformity, and the powder spreading forces. It is reasonable to suppose that a testing system capable of simultaneously measuring the above-mentioned metrics of interest would allow conducting pertinent powder experimentations. However, in order to be a relevant characterization tool, such an apparatus must be able to reproduce as closely as possible the spreading conditions of commercial machines (i.e., controlled spreader movements and velocity, precise platforms displacements, multi-layer testing). Moreover, this equipment must be versatile enough to offer the use of different types of spreading mechanisms, variable spreading velocities, platforms displacements, and recoating sequences. Such a testing apparatus would be a valuable control tool for the selection and quality control of a suitable feedstock for a given PBAM process/system as well as a relevant asset for minimizing the spreading time by optimizing the recoating speed, the movements of powder supply and spreading/building platforms, and the design of a spreading mechanism.

To offer such a technical solution, this work focuses on the design and validation of a novel powder testing apparatus intended to simulate the powder spreading process in some of the most frequently used commercial powder bed-based AM systems.

Tableau 4.1 Major technical specifications of the selected powder spreadability testers reported in the literature

<i>Process representativity</i>	<i>Spreading mechanism</i>	<i>Level of motorization</i>	<i>Multi-layer possibility</i>	<i>Controlled process variables</i>	<i>Measured metrics</i>	<i>In-situ measurement possibility</i>	<i>REF</i>
High	Motorized dispenser + Scraper Roller Hopper	Motorized spreader Motorized dispenser Motorized spreading platform	Yes (Motorized)	Number of spread layers Layers thickness Spreading velocity Type of scraper	Layer uniformity	Yes (Camera and coaxial light setup)	(D Oropeza et al., 2021)
	Motorized dispenser + Scraper	Motorized spreader Motorized dispenser Motorized spreading platform	Yes (Motorized)	Number of spread layers Layers thickness Spreading velocity Distance between blade and building platform Angle of recoater blade	Surface coverage Surface roughness Surface flatness	No (Digital microscope)	(Mitterlehner et al., 2021b)
	Motorized dispenser + Scraper	Motorized spreader Motorized dispenser Motorized spreading platform	Yes (Motorized)	Spreading velocity Layer thickness	Surface roughness	Yes (Camera and lightning setup)	(Yee, 2018)
Moderate	Hopper + scraper	Motorized spreader	No	Spreading velocity Blade type/shape/material Layer thickness	Layer thickness Surface roughness Density	Yes (Image sensor CIS)	(Le et al., 2021a)
	Scraper	Motorized spreader	No	Spreading velocity Layer thickness	Coverage area	Yes (Camera pointed at the test platform)	(Hulme-Smith et al., 2021a)
	Scraper	Motorized spreading platform (horizontal movements)	Yes (Manual)	Spreading velocity Layer thickness	Avalanche angle	Yes (camera aligned with the recoater blade)	(Yousub Lee et al., 2019)
	Scraper	Motorized spreader	No	Spreading velocity Scraper material Layer thickness	Avalanche angle Surface coverage Surface roughness	Yes (microscope, camera, laser profilometer)	(Snow, 2018)
	Scraper	Motorized spreader	Yes (Manual)	Layer thickness Spreading velocity Spreader type	Surface quality Packing density	Yes (Analytical balance)	(Van den Eynde et al., 2015)
Low	Makeshift cardboard stencil	N/A	No	Layer thickness	Surface coverage	No (SEM)	(Ahmed et al., 2020a)
	Scraper or Funnel	N/A	No	Powder state (as-received, air dried, vacuum dried, moisturized)	Apparent density	No (Volume estimation using a ruler)	(Cordova et al., 2020b)
	Scraper	N/A	No	Blade type/shape/material	Surface quality	No (LSM, XMT)	(Steffen Beitz et al., 2019)

The proposed solution allows a controlled multi-layer translational powder spreading using interchangeable recoating devices. The instrumented tester enables the measurements of the powder bed density, the spread layer uniformity and the spreading forces for different recoating strategies and feedstocks. The functionality and capabilities of the main sub-assemblies of a proposed tester are described and a case study involving testing of a specific AM powder feedstock is finally carried out to illustrate the capabilities and limitations of the apparatus developed.

4.5 Design and description of the powder spreading apparatus

The powder spreading apparatus is designed as a consolidated tabletop unit (467x294x678 mm) adapted for spreading different material types (polymer, ceramic, metal) in powdered form and includes all the main elements needed to reproduce the recoating operations of most PBAM commercial systems. It is equipped with instrumentation means to monitor the metrics of interest: powder bed density, layer quality and uniformity, and spreading forces. The main structural elements of the apparatus in contact with the powder to be tested are made of 6061 aluminum to offer a good balance between strength, machinability and corrosion resistance, in addition to a paramagnetic nature to prevent electro-charging of ferromagnetic powder particles.

The following are the main components of the apparatus (Figure 4.2): the Powder Dispensing Module, including the dispensing platform 1, the actuator 2 and the dispensing duct 3; the Powder Spreading Module including the spreading platform 4 controlled by the actuator 5 and equipped with the load cells 6; the Spreading Mechanism comprising the spreading arm 7, the actuator 8 monitored by a torque sensor 9 and two limit switches 10; the Powder Bed Uniformity Control Module comprising the CCD camera 11 and the 3D scanner 12. In addition to other main components, the apparatus includes the Powder Collector 13, the Control Panel 14 and the Main Platform 15. The control architecture of the apparatus is presented in the annex, pictures of the testing apparatus are presented in Figure 4.3, while a detailed description of the main components is given below.

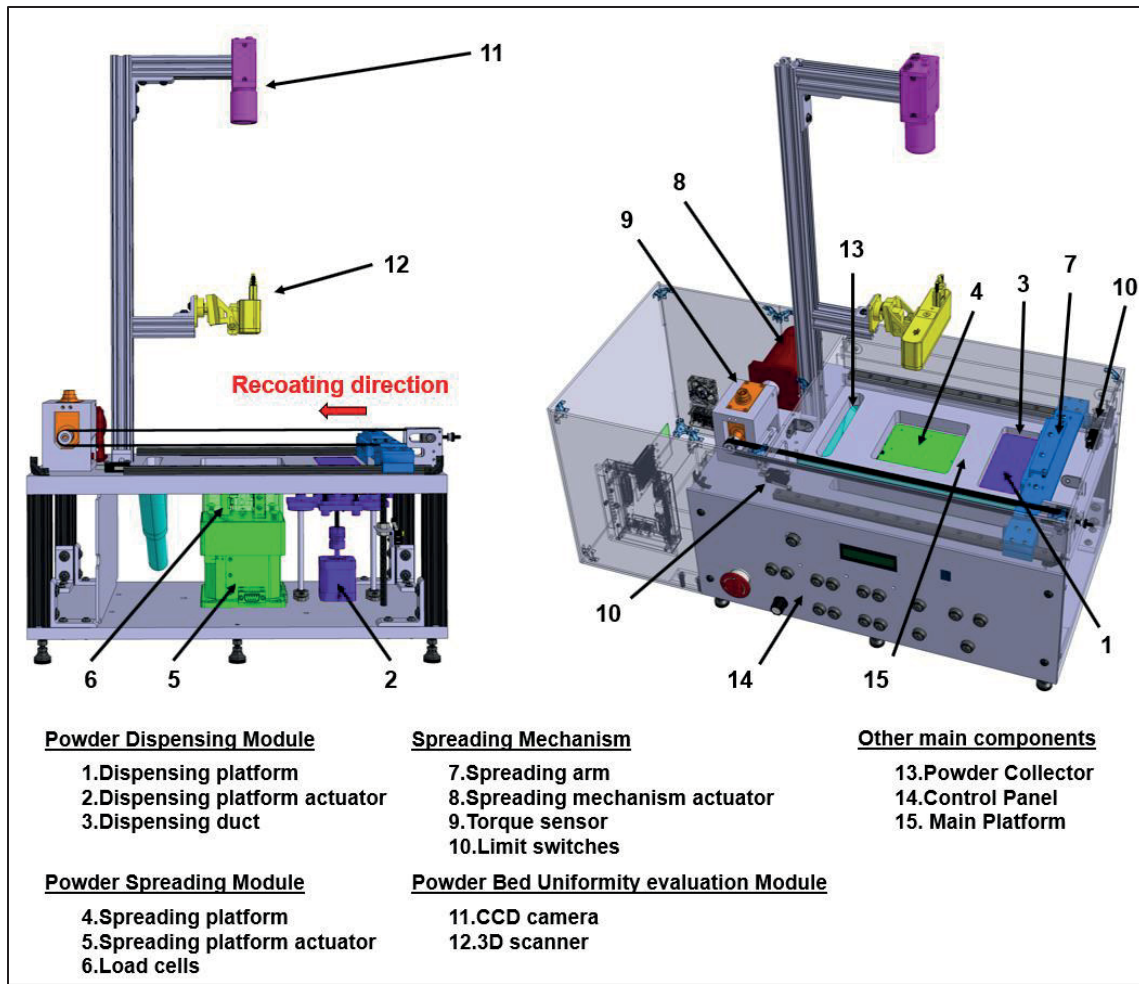


Figure 4.2 Design of the powder spreading apparatus with the list of main components



Figure 4.3 Pictures of the testing apparatus

4.5.1 Powder dispensing module

The dispensing module conveys the powder required for spreading from the dispensing duct (3 in Figure 4.2) to the spreading platform (4 in Figure 4.2). The schematic of the dispensing elevator module is presented in Figure 4.4 with the list of main components. The dispensing system comprises a stepper motor (12V stepper motor Nema 17HD48002H-22B; 1 in Figure 4.4) that controls vertical movements of the dispensing platform (7 in Figure 4.4) through the dispensing duct within a 20 mm travel distance using two guide shafts (carbon steel, 1/4" diameter; 8 in Figure 4.4) and a precision lead screw (0.216"-20.8 thread size; 3 in Figure 4.4) linked to the motor via a shaft coupling (2 in Figure 4.4). A silicon seal is installed in the groove (4 in Figure 4.4) at the base of the dispensing platform to minimize powder leakage.

The stepper motor 1 is controlled via a driver (DRV8825, 2.2 A, 8.5 - 45V) in combination with a microcontroller (ARDUINO MEGA 2560), where the displacement increments are defined by the number of steps during the motor rotation, while the displacement speed is defined by the delay between the steps during the actuator spin. Two limit switches (OMRON V-156-1A5; 5 and 6 in Figure 4.4) are installed to define the upper and lower end positions of the platform and to stop the displacement of the motor once activated.

The dispensing platform is initially placed at the lowest position and moves upwards by the operator-defined increments. The dispensing module can contain up to 120 cm³ of powder when the platform is at its lowest position. Since the dimensions of the dispensing (120 mm x 50 mm) and spreading (100 mm x 100 mm) platforms are different, the displacement increment of the dispensing platform is defined by equation 4.1 to ensure that the amount of powder available for spreading is sufficient to entirely cover the spreading platform with a uniform layer of powder of a given thickness.

$$\text{Dispensing platform displacement} = \frac{\text{Spreading platform area} * \text{Layer thickness}}{\text{Dispensing platform area}} * \text{Charge amount (\%)} \quad (4.1)$$

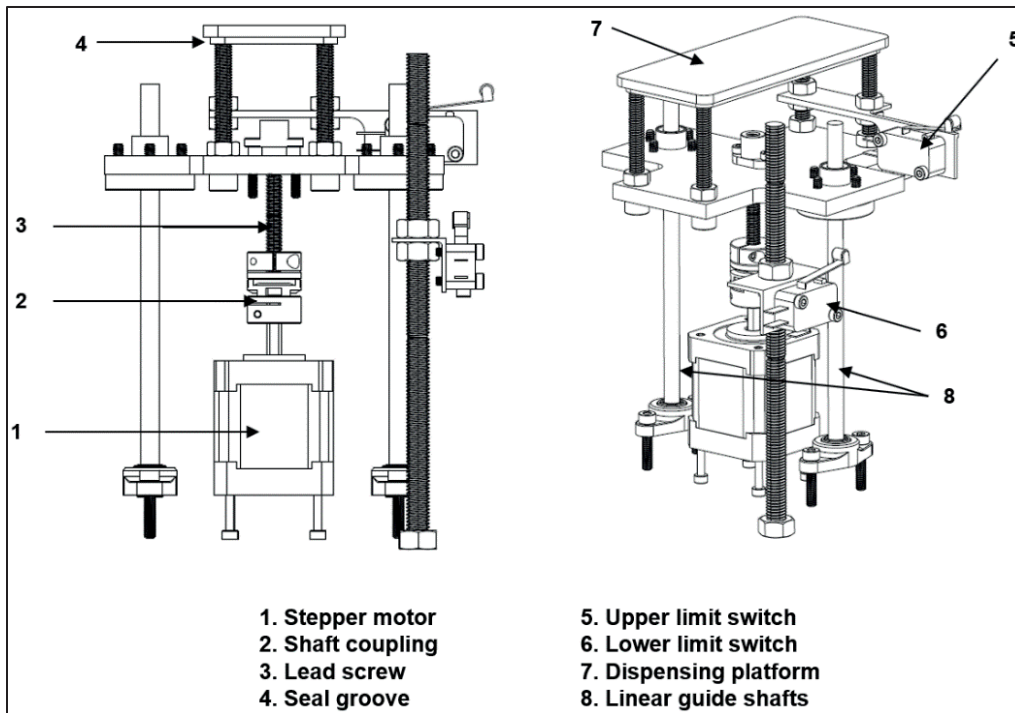


Figure 4.4 Schematic of the powder dispensing module

4.5.2 Powder spreading module with weighing unit

The spreading platform (1 in Figure 4.5) contains powder spread by the recoating mechanism. The platform emulates the part building area in a commercial PBAM machine. The schematic of the spreading elevator module is presented in Figure 4.5 with the list of main components. The spreading module comprises a motorized vertical stage (STANDA 8MVT100-25 – 12V – 1.8A, 2 in Figure 4.5) that controls vertical movements of the platform through the corresponding duct within a 20 mm travel distance. The motorized vertical stage is capable of a reported 5 μm resolution when controlled in a full-step mode.

The stepper motor of the vertical motorized stage is controlled using the same principle as that used for the control of the dispensing platform actuator (1 in Figure 4.4) described in the previous section. The displacement increments of the platform, corresponding to a layer thickness of the deposited powder bed, are defined by the operator. The platform is initially placed at the same level as the main platform (15 in Figure 4.2), and it moves downward by defined increments. In its lowest position, the spreading platform can contain up to 200 cm^3

of powder. The limit switches embedded in the motorized vertical stage unit (STANDA 8MVT100-25 – 12V – 1.8A) are used to define the limit positions of the platform during its displacements.

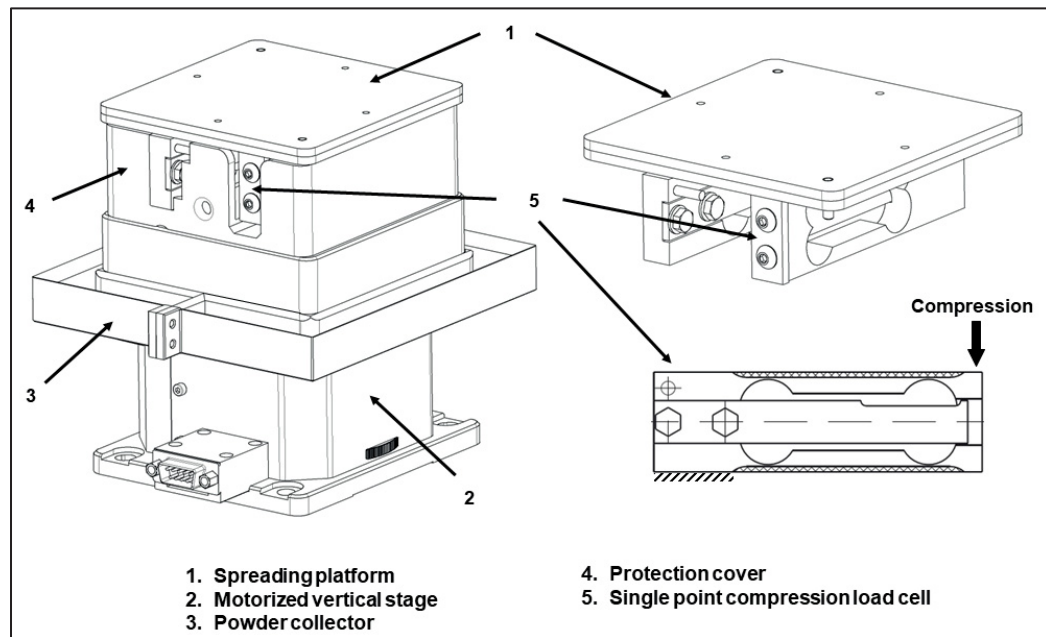


Figure 4.5 Schematic of the powder spreading module with weighing unit

A weighing unit is included within the spreading platform module in order to measure the mass of the deposited powder. Two single point load cells (ANYLOAD 108AA aluminum single point load cell; 5 in Figure 4.5) are installed under the spreading platform and attached to the upper surface of the motorized vertical stage to form a unique mechanical link between the two platforms such that the load generated by deposited powder layers is fully applied on the load cells with a minimum of interference. Each load cell has a maximum rated capacity of 300 g, with a full-scale output of $1\text{mV/V} \pm 20\%$ and non-linearity and repeatability factors below $\pm 0.023\%$. The load cells are attached to amplifiers (Tacuna Systems EMBSGB200) including an offset adjusting potentiometer and DIP switches to configure the readings gain. A total gain of 1100 was selected to offer a good compromise between the reading sensitivity and stability (reduced signal noise) without saturating the readings when applying the maximum load defined around 500 g. The amplifiers are connected to the microcontroller (ARDUINO MEGA 2560) via an analog input to convert the voltage changes (0 to 5V) into

digital readings (0 to 1024 bit). More details about the calibration and capabilities of the weighing unit are presented in section 4.7.1. For each layer of powder spread, 10^4 readings from each load cell are recorded, averaged and summed together to estimate the total load applied by a deposited amount of powder. The digital readings are converted in mass values using the formula established during the calibration phase described in Section 4.7.1.

The spreading platform is leveled with the main platform using an electronic level gauge and centered such as to get a consistent gap 0.1 mm gap between the contour of the platform and the inner surface of the travel duct. This gap between the movable spreading and stationary main platforms serves to minimize the weighing unit reading disturbances and even jamming of the spreading platform caused by powder particles filling the interstice between platforms. The gaps allow a small quantity of powder to freely fall into the powder collector (3 in Figure 4.5) installed underneath, which is cleaned after each testing sequence. The impact of the gap between the platforms will be discussed in section 4.7.1. A cover (4 in Figure 4.5) is added to protect the load cells from the falling powder particles and prevent their accumulating around the sensors.

4.5.3 Powder bed uniformity evaluation module

To evaluate the powder bed uniformity, two independent imaging systems (the optical camera and the 3D scanner) are mounted on the apparatus. The optical imaging system comprises a CCD camera (POINT GREY, GRAS-20S4M-C, 2.0 MP, 30 FPS, monochromatic) and a lens (KOWA LM35JC), as shown respectively by 1 and 2 in Figure 4.6. The camera is connected to a computer via its dedicated network interface card (IEEE-1394 PCI card) and controlled via FlyCapture software. The working distance between the camera and the spreading platform (5 in Figure 4.6) is defined to provide a field of view of 101 x 101 mm (102 % of the spreading platform area) and an object space resolution of 83.3 μm (smallest detectable feature).

A 3D scanner (REVOPOINT MINI, REVOPOINT 3D Technologies Inc) shown by 3 in Figure 4.6 is mounted on a pan and tilt stage (4 in Figure 4.6) above the spreading platform.

The scanner employs binocular blue light technology to project structured light patterns on the powder bed. A dual camera system captures the projected patterns from different angles. The scanner software analyzes images of the reflected light pattern to determine the distance between the scanner and each point on the studied surface based on the distortions in the pattern that occur due to the object shape. The scanner is mounted on a miniature pan and tilt stage equipped with two micro servo motors (TOWER PRO SG90) and controlled by the ARDUINO MEGA 2560 microcontroller to perform a $\pm 30^\circ$ pan and tilt displacement. The scanner is connected to a computer via USB and controlled using the dedicated REVO SCAN software. The working distance between the scanner and the spreading platform is defined as 100 mm. The movements of the pan and tilt mounting stage covers the spreading platform and the adjacent area (~ 10 mm around the platform) under different angles to capture a total of 456 frames. The point cloud of the scanned surface is generated and saved. It should be noted that the 3D scanner is removed from the field of view of the CCD camera when the latter must be used to capture the pictures.

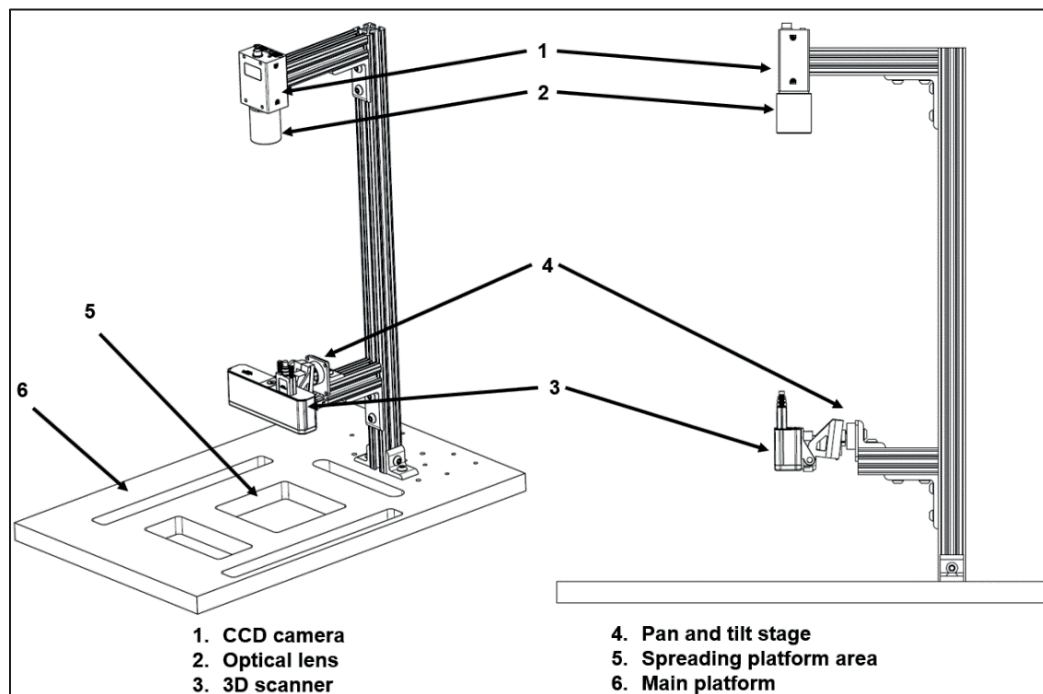


Figure 4.6 Schematics of the powder bed uniformity module

4.5.4 Spreading mechanism and recoating forces measurement unit

The spreading mechanism uses a horizontally moving recoating tool to evenly distribute and transport the powder from the dispensing platform to the spreading platform. The spreading mechanism comprises an actuator, a linearly guided moving carriage and a spreading tool. A brushless servo motor (GALIL BLM-N23-50-1000-B, 55 oz-in, 4.6A) (8 in Figure 4.2) associated with a belt (GT2, 6mm, rubber with fiberglass core) and linear guide rails (12 mm wide, 27 mm wide aluminum sleeve bearing carriage) moves the spreading arm horizontally from one side of the apparatus testing area to the other. The actuator is controlled via a dedicated driver (GALIL DMC-31012-BOX MO-ISCNTL-LSNK). The end positions of the recoating arm are detected by two limit switches (OMRON V-156-1A5, 10 in Figure 4.2), which automatically stop the spreading arm movement once one of the end positions is reached. The motor is associated with a differential quadrature incremental encoder (1000 lines, 4000 count per revolution) allowing to monitor and adjust the actuator velocity to match the speed specified by the operator using a PID controller. The current configuration allows to securely and consistently displace the moving carriage within a 20 to 800 mm/s speed range.

A modular recoating module (7 in Figure 4.2) is developed to allow mounting interchangeable spreading tools on the horizontally moving carriage. Figure 4.7 shows the assembly of the blade and the roller spreading configurations. A set of custom blades, made from different materials (metal/polymer, stiff/compliant) and different geometries (thickness, contact angle) can be mounted on the moving cart (1 in Figure 4.7) via an L-shaped bracket (5 in Figure 4.7). The height, the tilt and the leveling of the blade could be adjusted using a set of four screws and springs (4 and 6 in Figure 4.7). Rollers (11 in Figure 4.7) with imbedded bearings (14 in Figure 4.7) (MISUMI, RORLS20-8-LC125) made from different materials (steel, aluminum, urethane) can be fitted on the moving cart using a dedicated mounting bracket (13 in Figure 4.7), a set of positioning pins (10 in Figure 4.7) with screws, and springs for height adjustment (9 and 12 in Figure 4.7). The clearance between the blade or roller and the spreading platform of the apparatus is controlled using shims of known thicknesses.

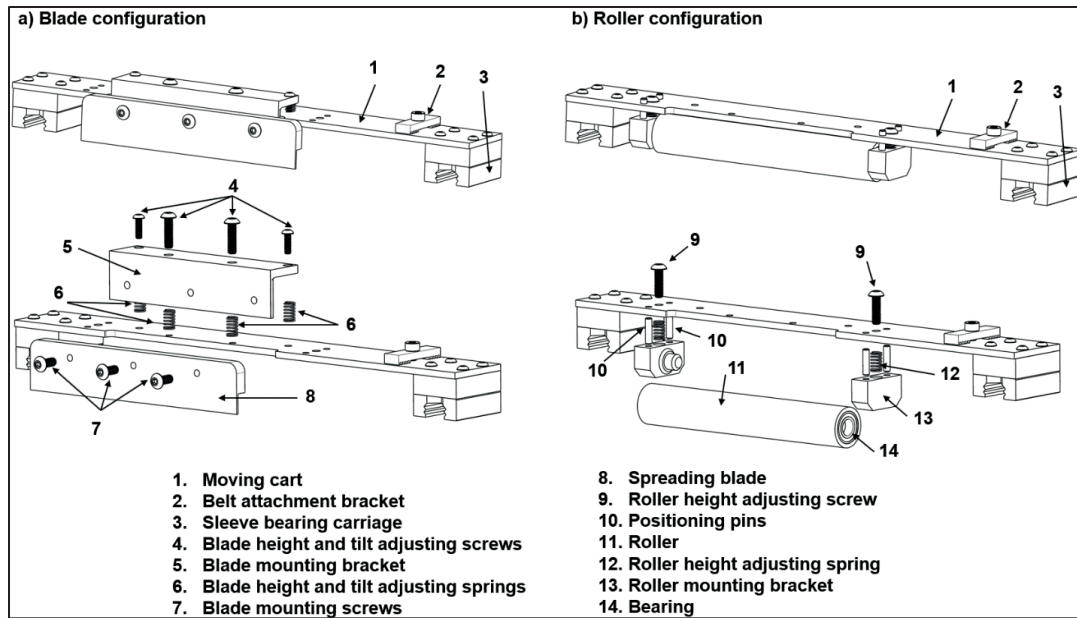


Figure 4.7 Schematic of powder spreading arm a) blade setup, b) roller setup

To monitor the spreading forces during the displacement of the moving carriage, a shaft-to-shaft rotary torque sensor (FUTEK TRS605-FSH02054, 9 in Figure 4.2) is coupled to the actuator on one extremity of the main shaft, and to the drive pulley, on its other extremity. The torque sensor has a maximum rated capacity of 5 N.m, with non-linearity and repeatability factors of $\pm 0.2\%$ of the rated output. The sensor is attached to a signal conditioner module (FUTEK FSH03631) that includes a power supply and an analog to digital converter units. The software SENSIT provided by the sensor manufacturer is used to set the sampling rate to 1200 Hz with a 16-bit resolution and record the data.

4.6 Testing procedure

Before starting the test, the operator prepares the apparatus by cleaning its main components using an industrial vacuum and collecting the remaining powder/dust using a soft laboratory wipe and isopropanol. After turning on the apparatus and letting it warm up for at least 20 min to stabilize the operating temperature of the electronic components, the operator defines the spreading parameters using the front control panel or by editing the program via computer. The operator then proceeds to homing the different moving components, namely

the recoating arm (right side of the apparatus), the dispensing platform (lowest vertical position) and the spreading plate (highest vertical position). The load cells reading offsets are checked and adjusted using the integrated potentiometer to ensure that both cells display identical readings when no load is applied.

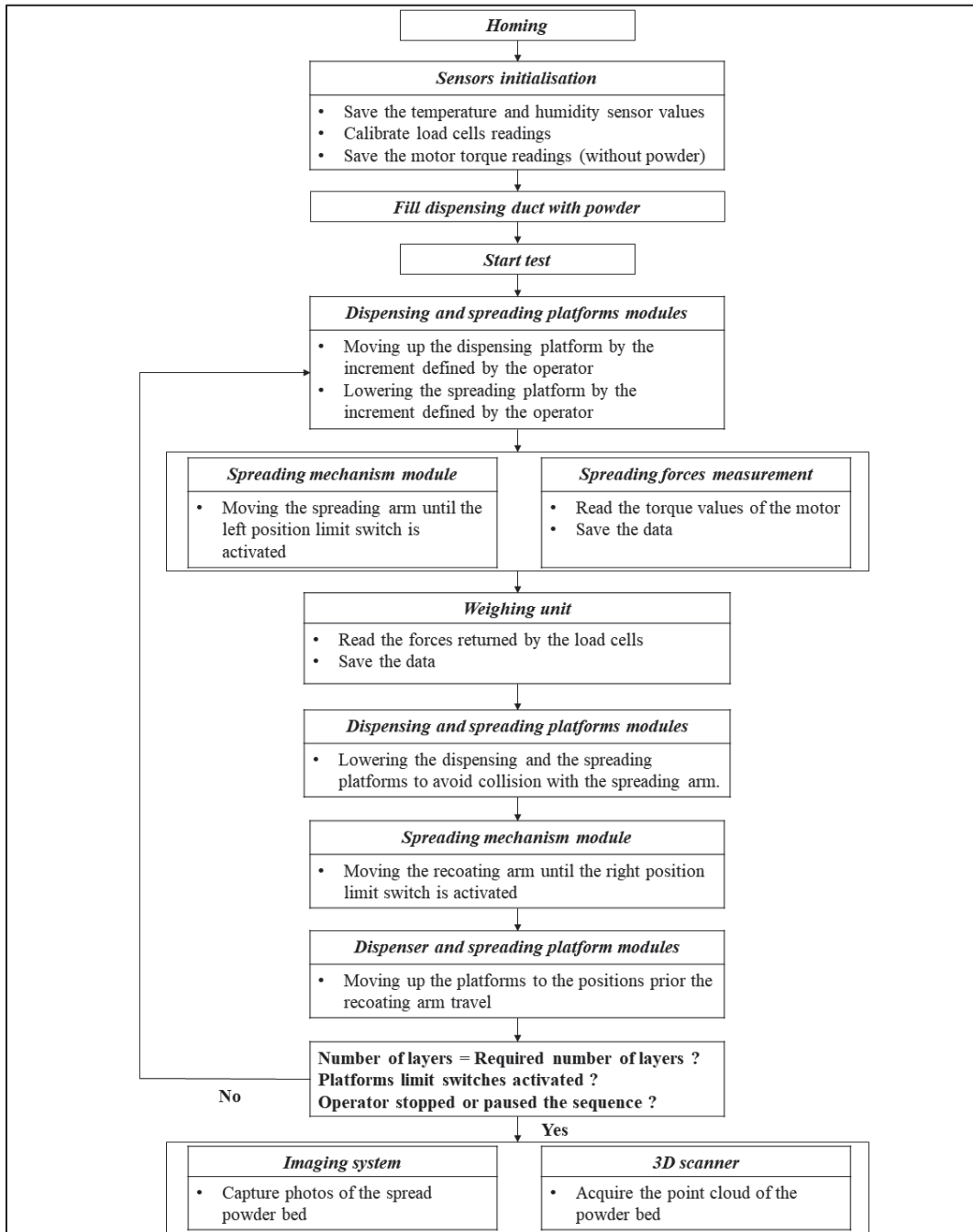


Figure 4.8 Test sequence of the powder spreading apparatus

The operator can use calibrated weights to initialize the readings of the weighing unit. Reference readings of the torque sensor are recorded -for a given spreading arm velocity- with no present powder (no load, record the torque variations induced by the setup). The gap between the spreading tool and the main platform is checked using shims and rectified, if needed, using the set screws (4 in Figure 4.7). The operator then proceeds by filling the powder in the dispensing duct and levelling it with a dedicated scraper to remove any excess. Once the apparatus is prepared, the operator begins the test sequence by pressing the start button of the control panel. Figure 4.8 presents a diagram describing the test sequence of the powder spreading apparatus.

At the beginning of a test, the temperature and the humidity in the room are recorded by the DHT111 embedded sensor, and the dispensing platform moves up and the spreading platform is lowered by increments defined by the user. Next, the recoating arm moves from the right end position to the left end position (until the left position limit switch is activated) at the velocity defined by the operator. Simultaneously, during the spreading arm displacement, the motor torque variations are recorded to evaluate the powder spreading forces. For each layer of spread powder, the mass of a deposited powder is measured using the load cells, and the data thus obtained are saved.

The dispensing and spreading platforms are then lowered by a small increment to a safe position such that the spreading arm can move to the right end position without collision and without damaging the previously spread powder layer. Once the spreading arm is at the right end position, the dispensing and spreading platforms return to the previous positions (prior to the return of the spreading arm). This sequence is repeated until the required number of layers defined by the operator is reached or until the dispensing or the spreading platform reaches one of their limit end positions, or the operator decides to interrupt the test by pressing the pause or stop buttons of the front panel. At the end of the spreading sequence, using the imaging system, the operator saves a picture of the deposited powder layer via the Flycapture software and performs an acquisition of the powder bed topography using the 3D scanner and the REVO SCAN software.

4.7 Validation and calibration

To ensure the validity of measurements of the main metrics of interest, namely, the powder layer density, the powder bed uniformity and the spreading forces, the following systems were calibrated: the weighing unit, the imaging system, the dispensing and spreading platform displacement indicators, and the torque sensor of the spreading arm mechanism.

4.7.1 Weighing unit

Calibrated weights ranging from 0.01 g to 400 g were used to calibrate and test the capabilities of a weighing unit. The test consists of three repetitions of a sequence starting by placing the weights in ascending order, in descending order, and then in randomized order. For each placed weight, 10^4 readings are recorded. Between each repetition, the system is left unloaded for at least 20 minutes. Following the three repetitions of the defined sequence, the results obtained for each weight are combined, the readings of the two load cells are summarized, and the average and the standard deviation are calculated. Figure 4.9-a shows the digital readings (sum of both load cells) as functions of the placed weights. It can be seen that the readings are highly linear with an R-squared very close to unity ($R^2_{adj}=99.98\%$). The obtained results were used to establish the conversion equation 4.2 that will allow the evaluation of the mass of the deposited powder as a function of the obtained digital readings.

$$\text{Mass of deposited powder} = 0.2409 \times \text{Digital reading} - 160.72 \quad (4.2)$$

It should be noted that prior the start of the test sequence with powder (Figure 4.8), the operator can recalibrate the load cells by placing different known weights and adjust the numerical factors of equation 4.2 accordingly.

The standard deviation error bars are plotted in Figure 4.9-a but cannot be seen because of the small values obtained and the good results repeatability, as shown in Figure 4.9-b where the reading standard deviations in terms of percentage of the measured value for each calibrated weight are plotted. The average calculated standard deviation is 0.011% and the maximum is 0.017%. Figure 4.9-c shows the unit readings' sensitivity to small calibrated weights. The student test (t-test) allows to conclude that differences between all the

measurements are statistically significant. The smallest detectable mass variation by the weighing unit is 0.01g (smaller calibrated weights were not available to test smaller increments). Figure 4.9-d shows the readings stability of the load cells during the downwards motion of the spreading platform (without weights or powder) through a travel distance of 13 mm within the corresponding duct. The maximum reading variation during the platform displacement is 0.016%.

To assess the powder bed density, the mass measured by the weighing unit must be divided by the volume of the deposited powder, with the latter calculated as a product of the platform surface area multiplied by its vertical displacement. However, as mentioned in section 4.5.2, a 0.1mm gap is left between the contours of the spreading platform and the duct of the main platform in order to minimize the weighing unit reading disturbances caused by friction during the platform downward displacements. The gaps allow a small quantity of powder to fall into the collector installed underneath, inducing the creation of a powder bed with sloping edges, as shown in Figure 4.10-a. The estimated volume used to calculate the powder bed density should be adjusted accordingly. The missing volume of powder generated by the sloping edges can be estimated by calculating the area of a triangle formed by the contour of the powder bed (Figure 4.10-c) multiplied by the spreading platform perimeter. The triangle base “a” is measured using the imaging system installed above the powder bed (Figure 4.10-b), while the triangle height “b” corresponds to the known platform vertical displacement. Thus, the adjusted volume of the deposited powder bed can be calculated using equation 4.3 and the powder bed density can be estimated using equation.4.4.

$$\text{Adjusted volume} = (\text{spreading platform area} \times b) - (a \times b \times \text{spreading platform perimeter} / 2) \quad (4.3)$$

$$\text{Powder bed density} = \frac{\text{Mass of deposited powder}_{(\text{Displacement distance } b)}}{\text{Adjusted volume}_{(\text{Displacement distance } b)}} \quad (4.4)$$

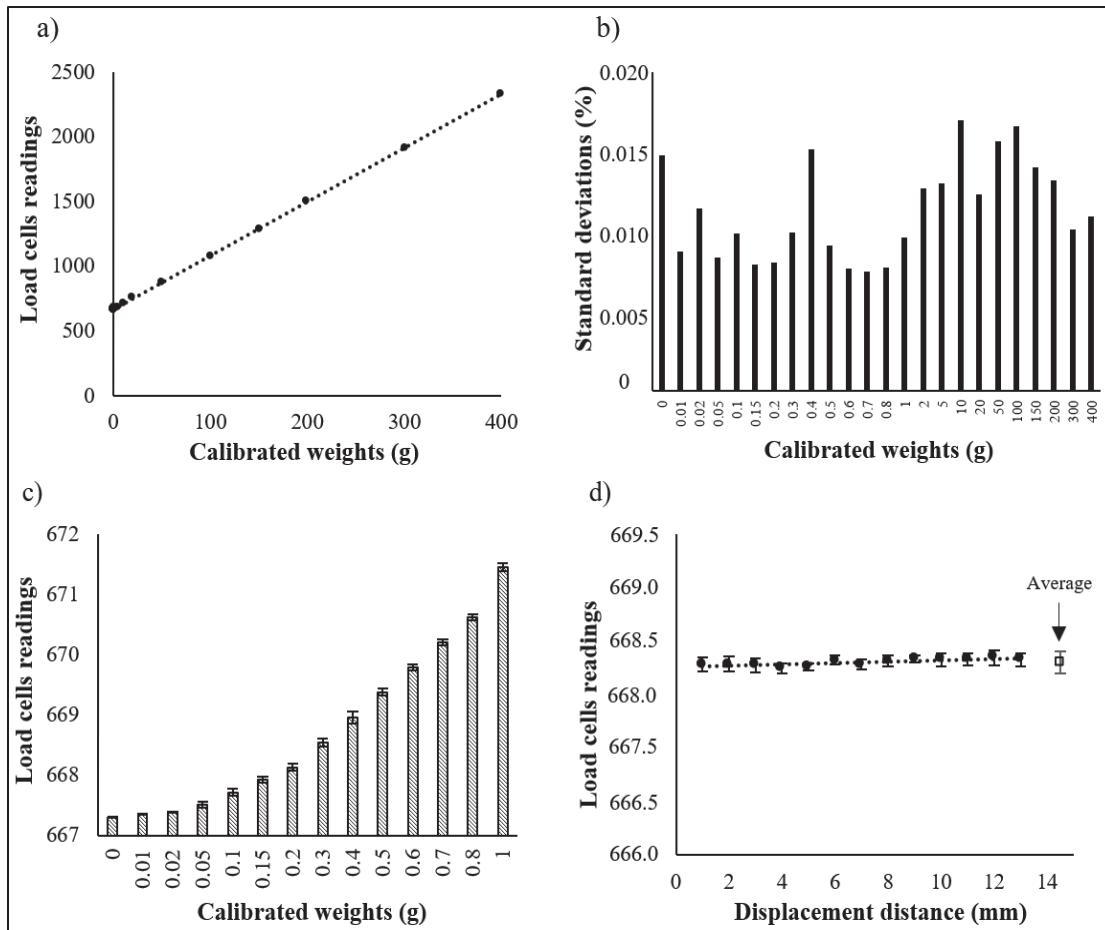


Figure 4.9 Weighing unit calibration and capabilities: a) linearity, b) variability, c) sensitivity to small mass variations, d) stability as a function of the travel distance

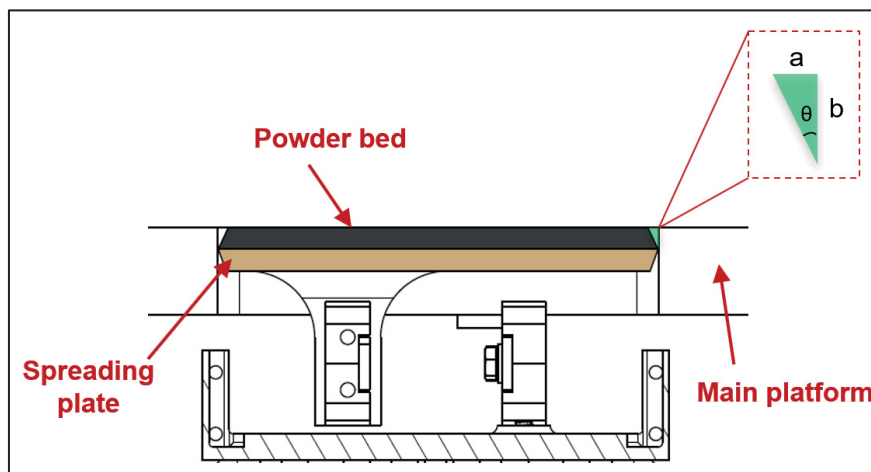


Figure 4.10 Schematic of the obtained powder bed due to the gap between the spreading and main platforms

The powder bed density measured using the previously presented method can be validated using cylindrical capsules (Brika et al., 2020; Jacob et al., 2018) printed while trapping loose powder during a job on a commercial PBAM machine. The entrapped powder is collected and weighted, the inner volume of the capsules is estimated allowing the calculation of the powder bed density for a given configuration (powder, spreading parameters, recoating principle). Examples of the obtained powder bed measurements results are presented and compared in section 4.8.1.

4.7.2 Displacements of the dispensing and spreading platforms

The displacements resolution of the dispensing and spreading platforms were assessed using a dial indicator (MITUTOYO Absolute Digimatic, resolution 0.001 mm). The motorized platforms were given commands to travel incrementally with repeated displacements ranging between 10 and 400 μm (three times per increment). Figure 4.11 a-c shows perfect correlation (slope and R^2_{adj} close to unity) between the defined command displacements and the positions measured for both platforms within the 10 to 400 μm range. The average residuals for set displacements are presented in Figure 4.11 b-d and range between $\pm 3\mu\text{m}$ and $\pm 1.5\mu\text{m}$ for the dispensing and spreading platforms, respectively.

It should be noted that the calibration experiments were executed with no powder present. It is probable that the displacement accuracy of the dispensing platform may be affected by friction caused by fine powder particles fallen between the movable and static parts of the bench, but this occurrence is not critical as long as the powder coverage on the spreading platform is sufficient. This problematic is however irrelevant for the spreading platform thanks to the presence of a 0.1mm gap between the movable and static parts of the testing apparatus.

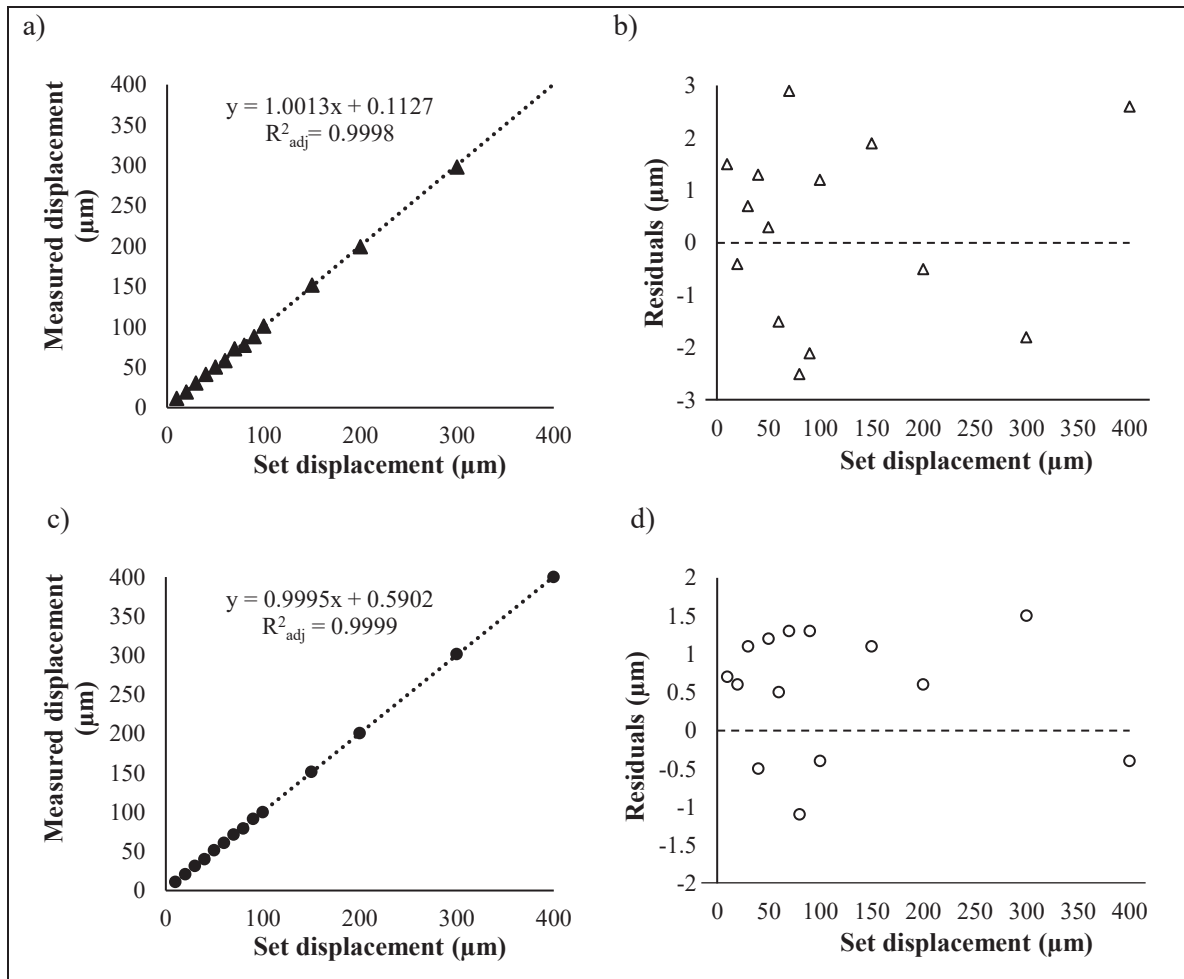


Figure 4.11 Validation of vertical displacements of the platforms: a) dispensing platform set versus measured displacements b) dispensing platform displacement residuals c) spreading platform set versus measured displacements, d) spreading platform displacement residuals

4.7.3 Powder bed uniformity assessment

To assess the evenness of the powder bed, a qualitative analysis was carried out using a CCD camera, while a 3D scanner was used to perform a quantitative assessment. To determine the resolution and the smallest detectable features using the CCD, a certified microscope calibration coupon (CLEMEX, CL-04-322-850) (Figure 4.12-a) was used. Considering the working distance which allows to capture the full spreading platform, an effective pixel size of $83.3 \mu\text{m}$ was obtained.

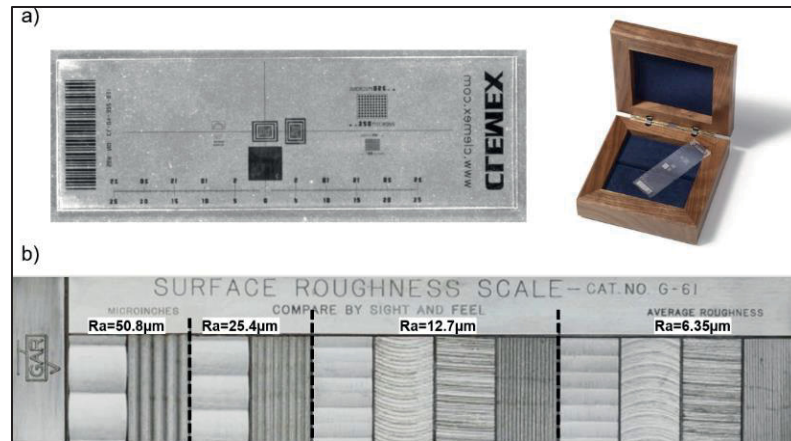


Figure 4.12 Calibration coupons used: a) Optical microscope calibration coupon b) Surface roughness calibration coupon

The 3D scanner captured a point cloud fused and meshed with a pitch of 0.02 mm; to retain the details of the captured surface topography, no noise reduction filter was applied. The file was exported to STL format with a 1:1 scale, cleaned (cropping of unneeded areas, removal of isolated points, filling of holes), and leveled using the area surrounding the spreading platform (main platform, 15 in Figure 4.2) as reference. To build the height deviation map, the distance of each point of the spreading area in respect to the mean surface was measured; the mean surface was built using the least squares method. Next, the average height deviation from the mean surface was calculated and used as an indicator of the powder bed uniformity. To estimate the height limitation detectability, calibrated shims with known thicknesses, namely 40, 50, 60, 70 and 80 μm were placed on a flat substrate, a dedicated scanning spray coating was applied to render the shim surfaces non-reflective, as shown in Figure 4.13-a. The obtained STL is shown in Figure 4.13-b, and it can be seen that the five shims used were detected by the scanner. Figure 4.13-c shows the correlation between the reference and the thicknesses measured using the scanner. The average height of different areas corresponding to each of the shims in accordance to the reference to the substrate is estimated using MATLAB. It can be seen that the measured values are higher than the reference, with an average difference of $\sim 6\%$. The average standard deviation of the measurements was $\sim 2\%$. The differences in height and the standard deviations could be explained by the added spray coat, the error induced by scanner stitching algorithm, the error during the mesh generation and the error of the STL leveling with MATLAB. The difference between the thicknesses

was statistically significant, a 10 μm in height difference can be detected by the implemented system, and thinner shims would be needed to define the detectability limit of the system.

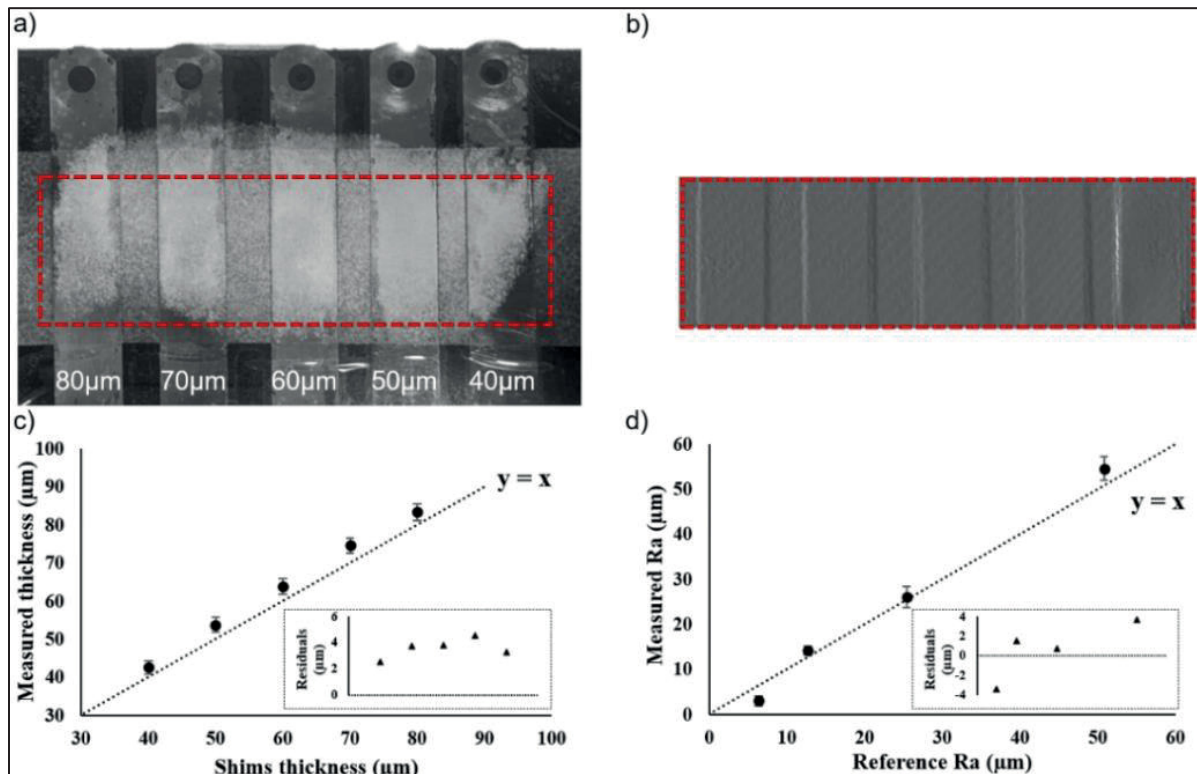


Figure 4.13 Calibration and validation of the 3D scanner measurements: a) picture of the selected reference shims b) the obtained STL of the reference shims; c) comparison between the measured and the reference thicknesses d) correlation between the reference and measured average surface roughnesses of the coupon

To further validate the obtained results and the developed algorithm, a surface roughness coupon (GAR-G61 micro-finish comparator) (Figure 4.12-b) was scanned. The coupon includes indicators for four average surface roughnesses, namely 6.35, 12.7, 25.4 and 50.8 μm . Each indicator was analyzed separately, and the average surface roughness Ra was calculated. The correlation between the reference and measured values are shown in Figure 4.13-d. It can be seen that the implemented system is capable of differentiating the different scanned areas. The trend in the measured values matches the increasing trend of the reference Ra. For the smallest reference Ra 6.35 μm , it seems that the scanner reached its detectability limit and was not able to detect small height variations (-53.6% difference). For

the remaining reference values of 12.7, 25.4 and 50.8 μm , the differences were 11.8, 2.7 and 7.2%, respectively.

4.7.4 Spreading forces measurements

The rotary torque sensor used (FUTEK TRS605-FSH02054) was factory calibrated to convert the voltage signal (0 to 5V) in torque values (0 to 5N.m). Figure 4.14 shows the calibration graph provided by the manufacturer, reference loads were applied in both rotational directions (clockwise, counterclockwise). The sensor sensitivity and the maximum system error were rated to 0.153 N.mm, and $\pm 0.02\%$ respectively.

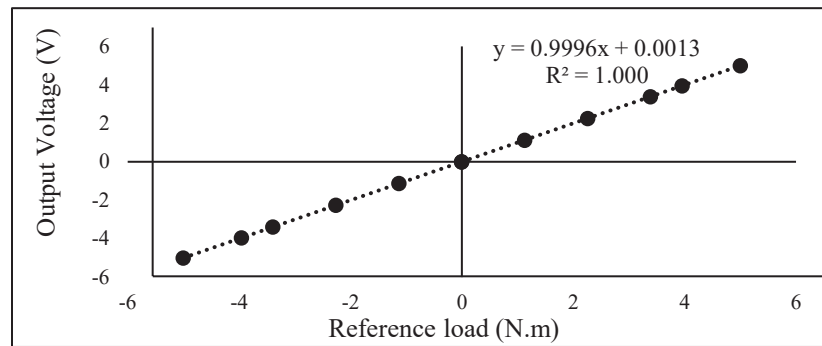


Figure 4.14 Factory calibration of the rotary torque sensor (voltage as function of the applied load)

Equation.4.5 can be used to convert the voltage output into a torque value:

$$\text{Torque measurement (N.m)} = 1.004 \times \text{Voltage output (V)} - 0.0013 \quad (4.5)$$

In this work, the torque measurements were recorded with a sampling rate of 1200 Hz. Reference measurements were taken with no powder present (off load) to assess the torque needed to displace the moving carriage (weight of the components involved, friction with guide rails). The recorded measurements were subtracted from the values obtained with the presence of powder to isolate the torque variations induced by powder spreading.

4.7.5 Summary of the powder spreading apparatus characteristics

To sum-up the powder spreading apparatus technical characteristics, they are collected in Tableau 4.2 for powder spreading and density measurements, in Tableau 4.3, for powder spreading and force measurements and in Tableau 4.4, for powder bed uniformity evaluation.

Tableau 4.2 Powder spreading and density measurement capabilities

Powder dispensing module		Powder spreading mechanism		Weighing module	
Travel distance	20 mm	Travel distance	20 mm	Maximum capacity	465 g
Dimensions	120x50 mm	Dimensions	100x100 mm	Sensitivity	0.01 g
Displ. resolution	10±3 µm	Displ. resolution	5 ±1.5 µm	Maximum system error	±0.017 %

Tableau 4.3 Spreading arm module and force measurement capabilities

Spreading arm module		Spreading forces measurements module	
Speed range	20-800 mm/s	Maximum capacity	5 N.m
Mechanism	modular, customizable	Sensitivity	0.153 N.mm
--	--	Maximum system error	±0.02 %

Tableau 4.4 Powder bed uniformity evaluation module capabilities

Powder bed uniformity evaluation module	
3D scanner sensitivity	~8-10 µm
Optical camera resolution	83.3 µm
Evaluated area	110x110 mm

4.8 Case study

To demonstrate technical capabilities of the developed test apparatus, the impact of the layer thickness and recoating speed on the powder bed density, powder bed uniformity and recoating forces were studied using a Ti-6Al-4V gas atomized powder supplied by EOS (EOS GmbH, Munich, Germany). A single solid flat blade made of Al6061 was used as the spreading tool. The layer thicknesses were 30, 60 and 100 µm, while the recoating speeds were 100, 200, 300, 400 and 500 mm/s. The total spreading platform displacement was 1.2

mm for each of the layer thicknesses and 40 layers of powder was required for a layer thickness of 30 μm , 20 layers of powder for a layer thickness of 30 μm , and 12 layers of powder for a layer thickness of 100 μm . The increment displacement of the dispensing platform (the charge amount) was 500% of the spreading platform displacement increment (the layer thickness) as described by equation.4.1 in 4.5.1. This value was defined considering differences in the respective surface areas of the dispensing and spreading platform, as well as to compensate for the powder loss due to the presence of a gap around the spreading platform. For each layer spread, the masses of the deposited powder and spreading forces were recorded. Additional powder bed uniformity measurements were performed after the last layer of powder was deposited.

The results obtained using the different measurements modules are presented and discussed in the next sections in the following order: powder bed density, powder bed uniformity and powder spreading forces. The results obtained with the testing apparatus of this study are then compared with data obtained from literature sources and from additional experiments using different measurement techniques.

4.8.1 Powder bed density

The average powder bed density was calculated by evaluating an average deposited mass per layer divided by the adjusted volume and normalized by the theoretical density of Ti-6Al-4V (4.41g/cm^3). The bulk properties (tapped and apparent density of the feedstock powder) and the powder bed density determined using the printed capsule method (Brika et al., 2020) were used as reference data. The results obtained are reported in Figure 4.15 and Tableau 4.5. Regarding the measurements performed using the test apparatus, it can be seen that the greater the layer thickness and the higher the recoating speed, the lower the powder bed density. For example, for a recoating speed of 100 mm/s, the highest density of $60\pm 2\%$ was obtained for a layer thickness of 30 μm , and it was respectively 2.6 and 6.6% higher than the powder bed densities obtained for the 60 and 100 μm -thick layers. Moreover, for the layer thickness of 30 μm , the highest density was obtained with a recoating speed of 100 mm/s,

and was respectively 2.6, 12.4, 12.8 and 24.9% higher than the powder bed densities obtained with recoating speeds of 200, 300, 400 and 500 mm/s.

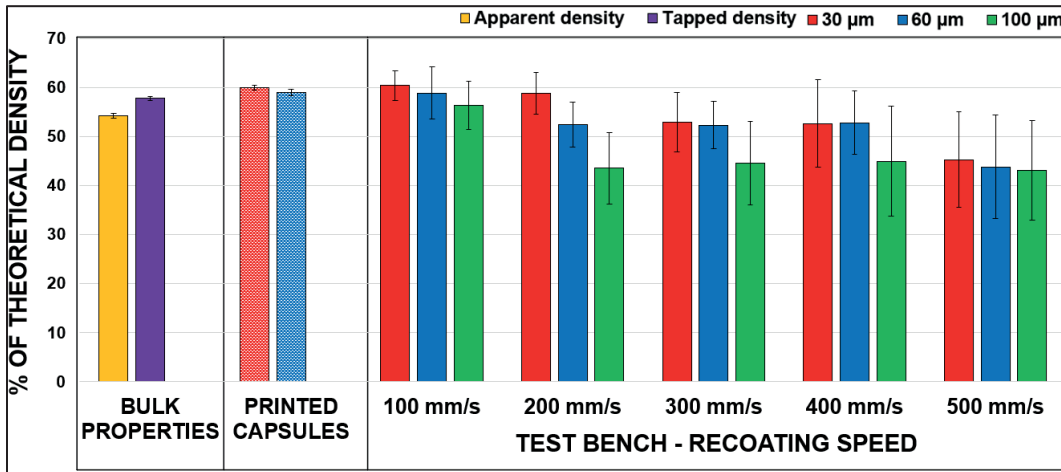


Figure 4.15 Powder bed density as a function of the layer thickness and recoating speed with the reference values from (Brika et al., 2020)

Tableau 4.5 Powder bed density as a function of the layer thickness and recoating speed with reference values (bulk properties and printed capsules densities)

Layer thickness, μm	30	60	100	NA
Test apparatus measurements				
<i>Powder bed density (%) for a recoating speed (mm/s) of:</i>				
100	60.4 ± 3.1	58.8 ± 5.3	56.4 ± 5.0	--
200	58.8 ± 4.3	52.4 ± 4.5	43.5 ± 7.3	--
300	52.9 ± 6.0	52.3 ± 4.8	44.6 ± 8.5	--
400	52.6 ± 8.9	52.8 ± 6.4	44.9 ± 11.2	--
500	45.3 ± 9.7	43.8 ± 10.6	43.1 ± 10.1	--
Printed capsules measurements (Brika et al., 2020)				
<i>Powder bed density (%) for a recoating speed 80 mm/s</i>	60.0 ± 0.5	59.0 ± 0.7	--	--
Bulk properties				
<i>Apparent density (%)</i>	--	--	--	54.2 ± 0.003
<i>Tapped density (%)</i>	--	--	--	57.8 ± 0.005

A trend can also be seen in the standard deviations of the results, where an increase in the layer thickness and in the recoating speed was accompanied by an increase in the results' variability. This variability can also be related to the inconsistent powder collapsing in the neighboring area of the gap, where powder can accumulate (increased deposited mass) and collapse once the avalanche angle of the powder is reached (loss in deposited mass). Note that for the same layer thicknesses of 30 and 60 μm, the difference between the Ti-6Al-4V

powder bed densities of this study for a recoating speed of 100 mm/s and those obtained by the printed capsule method (Brika et al., 2020) (recoating speed 80 mm/s) was less than 1%.

4.8.2 Powder bed uniformity

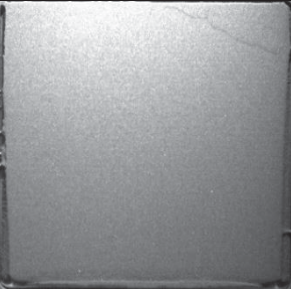
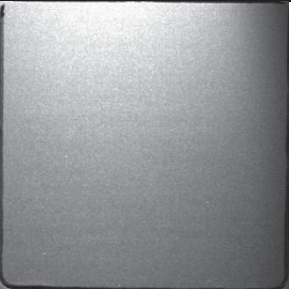

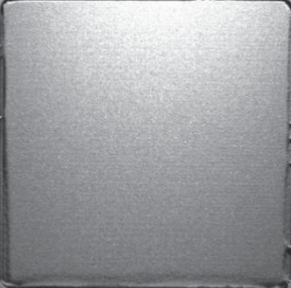
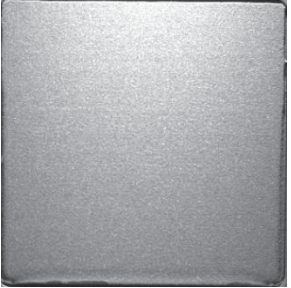

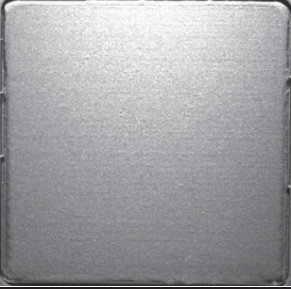
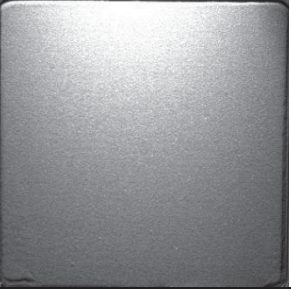






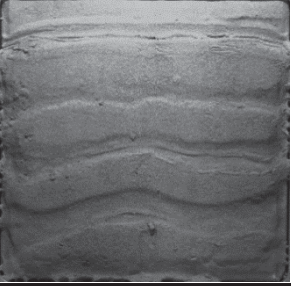
The powder bed uniformity was assessed on the last spread layer of the test sequence. Tableau 4.6 includes pictures captured using a CCD camera installed above the spreading platform to allow a qualitative inspection of the powder bed uniformity.

Based on the powder bed pictures for the three studied layer thicknesses (Tableau 4.6), significant turbulences of the powder bed occur starting at a recoating speed of 400 mm/s. For the lower speeds, no major turbulences or significant differences between the studied cases can be detected based on the qualitative evaluation (Tableau 4.6).

For the quantitative assessment, a representation of the powder bed was captured using a blue light 3D scanner. The point cloud obtained was cleaned, leveled and the distance of each of the points from the plan fitted using the least squares method was measured to build the height deviation map shown in Figure 4.16. The average height deviations for the different layer thicknesses and recoating speeds are reported in Figure 4.17. As shown in the figure, height deviations for the two fastest recoating speeds of 400 and 500 mm/s are significantly greater given the presence of pronounced turbulences of the powder bed. For the recoating speeds of 100, 200 and 300 mm/s, noticeably smaller height deviations were observed, with the impact of the recoating speed on the powder bed uniformity for these configurations being almost negligible.

A high-resolution KEYENCE VR-5000 3D scanner (0.1 μ m resolution) using blue laser scanning technology and a high accuracy CMOS sensor was used to obtain reference values for the powder bed height deviations. The same powder considered in the case study was manually spread (speed unquantified ~80-100 mm/s) using a scraper on a flat coupon with an 8 mm depth recess.

Tableau 4.6 Powder bed images for different layer thicknesses and recoating speeds

<u>Recoating speed</u> (mm/s)	<u>Layer thickness (μm)</u>		
	30	60	100
100			
200			
300			
400			
500			

The powder bed obtained was analyzed with the high-resolution 3D scanner (KEYENCE VR-5000), and the height deviations were within the $\pm 40\mu\text{m}$ range, which is in agreement with the deviations range measured by the scanning system of this testing apparatus (REVOPOINT MINI).

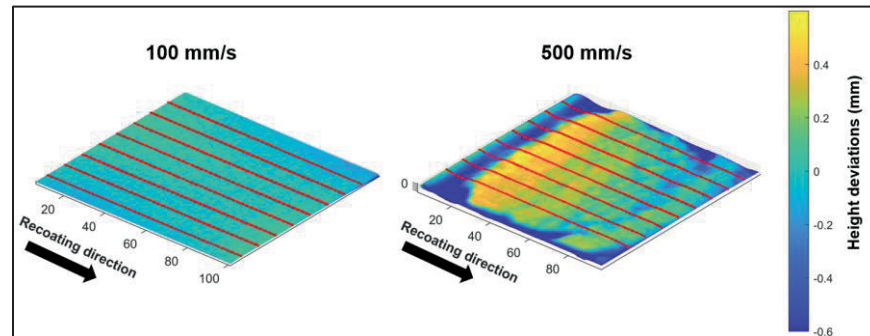


Figure 4.16 Powder bed height deviations for spreading speeds of 100 and 500 mm/s and a layer thickness of $100\mu\text{m}$

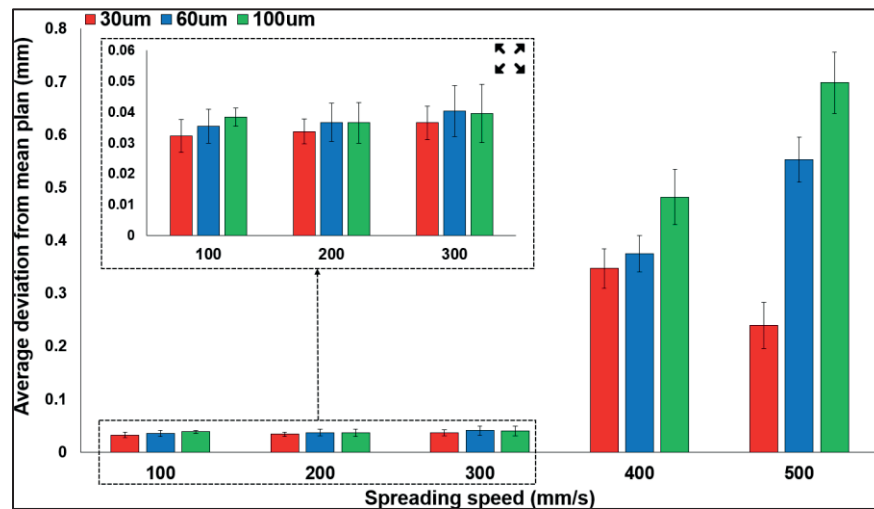


Figure 4.17 Powder bed average height deviations as functions of the layer thickness and the spreading speed

4.8.3 Spreading forces

Torque variations of the recoating arm actuator were measured during the test sequence. For each recoating speed, reference measurements were taken without powder to evaluate the system-induced torque variations. The torque value is divided by the drive pulley radius of

12.75 mm and the width of the spreading blade to evaluate the spreading forces per contact length of 120 mm. The obtained results are reported in Figure 4.18 and Tableau 4.7. A reference value obtained using the shear cell testing mode of an FT4 powder rheometer is also included (Brika et al., 2020). It can be seen that in most cases, the greater the layer thickness and the higher the recoating speed, the higher the spreading forces. The reference (rheometer) value is within the same order of magnitude as the measurements performed with the test apparatus; it should be noted the rheometer tests the powder in compacted state.

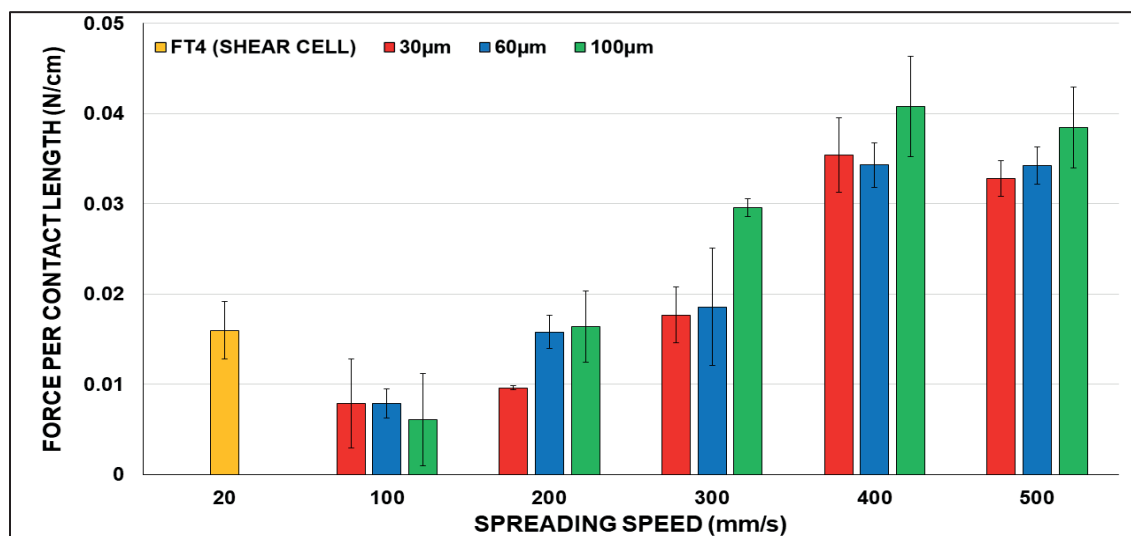


Figure 4.18 Spreading forces as functions of the layer thickness and the recoating speed

Tableau 4.7 Spreading forces as functions of the layer thickness and the recoating speed

Layer thickness, μm	30	60	100	NA
Test bench measurements				
<i>Spreading force per contact length (N/cm) for a recoating speed (mm/s) of:</i>				
100	0.008 ± 0.005	0.008 ± 0.002	0.006 ± 0.005	--
200	0.010 ± 0.001	0.016 ± 0.002	0.016 ± 0.004	--
300	0.018 ± 0.003	0.019 ± 0.006	0.030 ± 0.001	--
400	0.035 ± 0.004	0.034 ± 0.002	0.041 ± 0.006	--
500	0.033 ± 0.002	0.034 ± 0.002	0.038 ± 0.004	--
FT4 rheometer (shear cell) (N/cm)				
<i>for a shearing speed of 20 mm/s</i>	--	--	--	0.016 ± 0.003

4.8.4 Discussion

The differences in the powder bed densities for different layer thicknesses and recoating speeds (Figure 4.15) may be partly attributable to variations in the particle size distributions (PSDs) between the dispensing and spreading platform and the powder collector caused by powder spreading (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Ali, Mahmoodkhani, Shahabad, et al., 2018; Jacob et al., 2018). To verify this hypothesis, powder samples were taken along the spreading path from the dispensing platform to the spreading platform, and finally, to the collector, for three layer thicknesses and five recoating speeds. The PSDs of the collected samples were measured using a laser diffraction particle size analyzer (Beckman Coulter LS XR 13-320).

As an example, the PSDs of the powder deposited on the spreading platform using the same recoating speed of 300 mm/s, but three different layer thicknesses, are shown in Figure 4.19-a and compared to the reference PSD (dispenser). It can be seen that the smaller the layer thickness, the more the PSD on the spreading platform is shifted towards smaller particles, most probably because when the gap between the blade and the platform becomes smaller, the number of larger particles dragged by the blade to the collector becomes greater. The same phenomenon could explain an increase in the powder bed density with a decrease in the layer thickness (Figure 4.15), since finer particles remaining on the spreading platform fill the existing gaps within the powder bed more efficiently (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Ali, Mahmoodkhani, Shahabad, et al., 2018; Jacob et al., 2018). This is also confirmed by the results reported in Figure 4.19-b-c-d showing the PSD variations of the powder samples taken along the spreading direction: the greater the layer thickness, the smaller the number of larger particles dragged from the dispenser to the collector.

The PSDs measured on the spreading platform are also influenced by the recoating speed variations and an example of such an influence can be seen in Figure 4.20 for a constant layer thickness of 100 μm . It can be seen that when the recoating speed increases from 100 to 200 and 300 mm/s, the PSD on the spreading platform shifts towards larger particles (increase in D10, D50 and D90), which can be explained as follows: the higher the spreading speed, the

shorter the available settling time for smaller particles within the gaps of a powder bed. The scraper travel speed has an effect on the particle mass flow in the gap between the scraper and the underlying layer. This increases linearly with the blade speed until a critical speed is reached, where the mass flow rate reaches an asymptotic value representing the maximum deposition rate that can be achieved for a given spacing. At low recoating speeds, the inertial time scale of the spreading is longer than the inertial time scale of gravity, and consequently particles have time to fall and pass through the gap. On the other hand, at high recoating velocities, when the inertial time scale of the spreading is much shorter than the inertial time scale of gravity, particles cannot fall through the gap fast enough, limiting the particle deposition (mass flow) (Haeri et al., 2017; Nan et al., 2018; Nan et al., 2020). The same powder coarsening phenomenon can also explain the decrease in the powder bed density with an increase in the spreading speed reported in Figure 4.15. This trend is inverted when the recoating speeds reaches 400 and 500 mm/s: PSDs on the spreading platform shifts towards finer particles. A decrease in the powder bed density in this case is associated with a lack of powder covering observable in Figure 4.16 (uneven powder bed).

The surface profile of the spread layer can also be correlated with the powder bed density, whereby a tightly packed bed produces a surface with fewer discontinuities, which could explain the results presented for powder bed average height deviations as functions of the layer thickness for spreading speeds of 100, 200, and 300 mm/s in Figure 4.17 (Abd-Elghany & Bourell, 2012; Balbaa et al., 2021; Haferkamp, Haudenschild, et al., 2021; Haferkamp, Liechti, Spierings, & Wegener, 2021b).

The increase in the spreading forces with an increase in the layer thickness (Figure 4.18) can be explained by a greater amount of powder being displaced (charge amount %) and greater particle–particle frictional interactions. Higher recoating speeds increase the particle circulation within the heap in front of the blade, enhancing the convection motion and interaction with particles of the underlying powder bed and increasing the cohesive forces present in the powder cluster (Luis I Escano et al., 2018; Phua, Doblin, Owen, Davies, & Delaney, 2021; Xue, Zheng, Fan, Li, & Bai, 2013). These phenomena favor a random formation of the force arches and intermittent particle blockages reducing the powder

passage cross-section. The formation and breakage of these force arches generate random fluctuations in particle stresses and variable flow conditions during powder bed spreading (H. Chen et al., 2020a; D. Yao et al., 2021). The recoating forces and particles dynamics involved during the spreading highly impact the surface uniformity of the powder bed, whereby the enhanced convective motion of the particle heap in front of the blade and the increased interaction with the previously deposited particles can create disturbances, as observed in Figure 4.18 and Tableau 4.7 for spreading speeds of 400 and 500 mm/s.

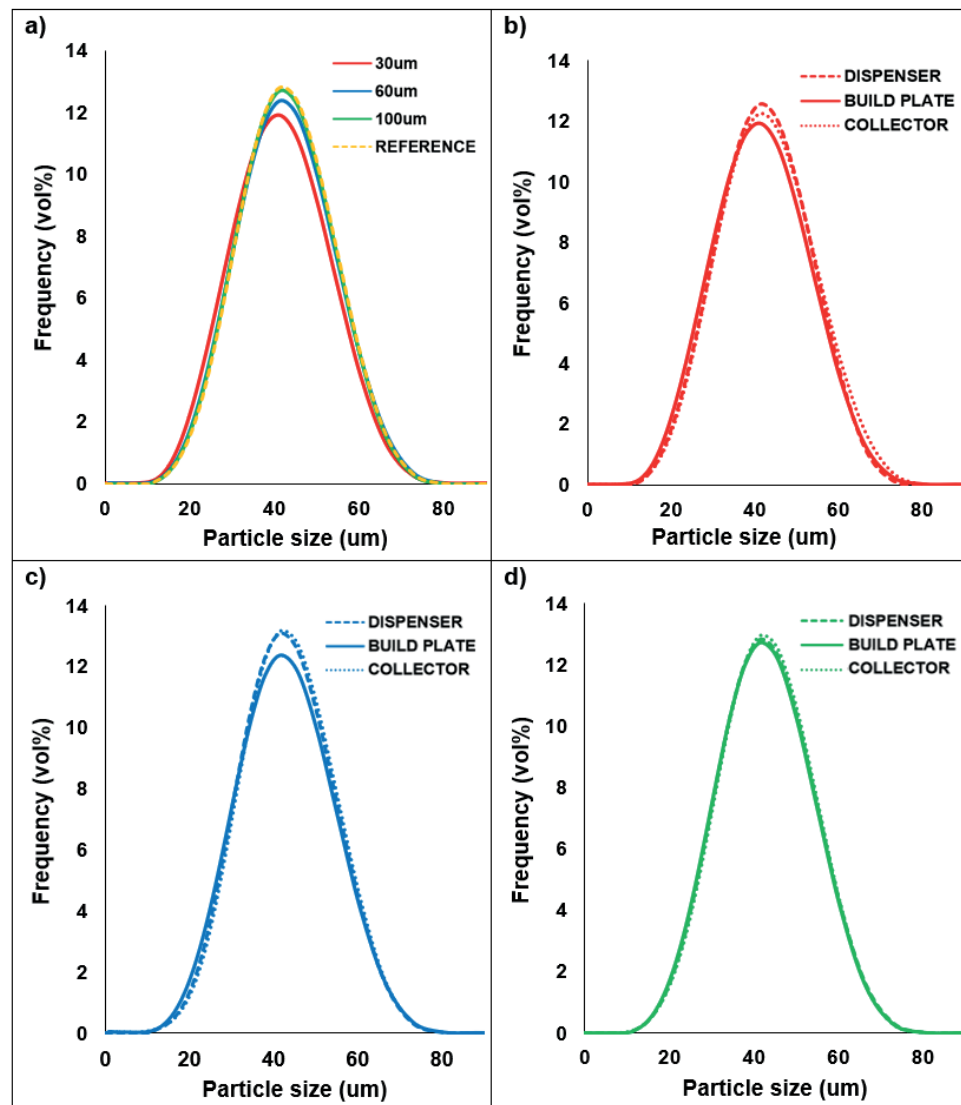


Figure 4.19 PSD variations for a constant recoating speed of 300 mm/s: a) PSD on the spreading platform as functions of the layer thickness; PSD along the spreading path as functions of the layer thickness: b) 30 μ m, c) 60 μ m, d) 100 μ m

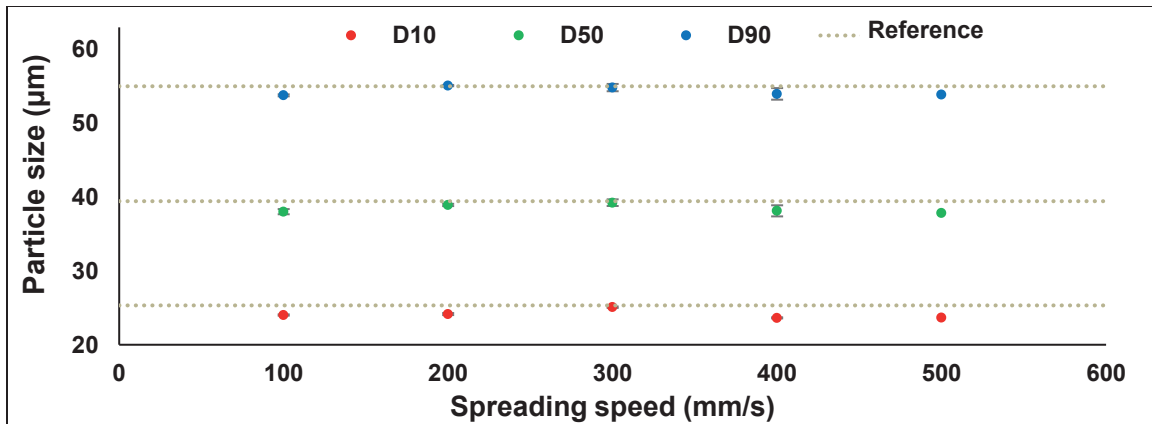


Figure 4.20 PSD variations on the spreading platform as functions of the recoating speed for a layer thickness of 100µm

4.9 Conclusion

In this work, the design, calibration, and validation of a novel testing apparatus (Figure 4.2, Figure 4.3) reproducing the main components involved in the powder spreading operation of commercial PBAM machines is presented. This apparatus offers customizable powder spreading settings (layer thickness, spreading speed and design of the spreading mechanism) and allows measurement of relevant powder spreading metrics (powder bed density, uniformity and spreading forces). Future work using the proposed testing apparatus will be focused on the impact of powders' intrinsic characteristics (chemical composition, particle size and morphology) compounded with the powder spreading conditions on the powder bed density, uniformity and spreading forces. Based on the result of this study, prior to the optimization of laser bed fusion parameters, the powder density and uniformity could be maximized and spreading forces minimized, with the ultimate objective of establishing the best trade-off between process productivity (minimum recoating time) and mechanical and geometric service properties of printed components.

4.10 Funding

The financial support of Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) is gratefully acknowledged (NSERC Discovery Grant RGPIN-2020-05800).

4.11 Acknowledgments

The authors would like to express their appreciation for the support provided by M. Drouin, O. Bourdeau-Rousseau and to thank M. Samoilenko, A. Timercan, M. Letenneur and W. Turnier Trottier for their assistance during this project.

4.12 Annex : Control architecture

The front panel of the apparatus shown on 13 in Figure 4.2 allows the operator to control the different modules of the test bench and define the test settings. Figure 4.21 shows the control panel and Tableau 4.8 lists and describes the elements of the panel.

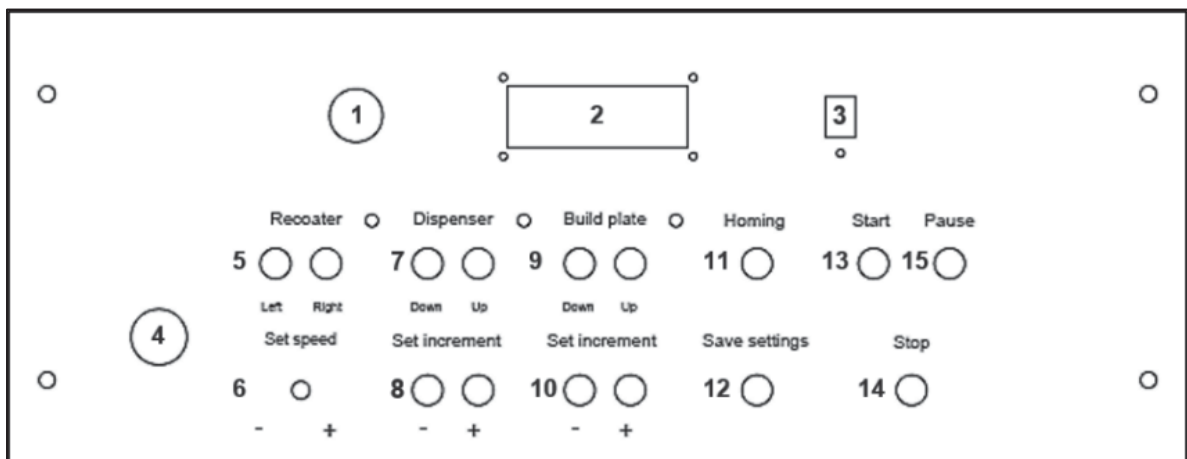


Figure 4.21 Control panel layout

Tableau 4.8 List and description of the control panel elements

N°	Item	Description
1	ON/OFF button	Button to switch on and off the test bench
2	LCD screen	Screen to display, recoating speed, increment setting, temperature, humidity and test status
3	Temperature and humidity sensor	DHT11 sensor to monitor the temperature and humidity during the test
4	Emergency stop button	Button to shut off the test in case of emergency
5	Spreading arm control	Buttons to control the movements of the spreading arm horizontally (right and left)
6	Spreading speed setting	Potentiometer to control the spreading arm speed of advance (Recoating speed)
7	Dispensing platform control	Buttons to control the movements of the dispensing platform vertically (up and down)
8	Dispensing increment control	Define the increment of the dispensing platform displacement (+ and -)
9	Spreading platform control	Buttons to control the movements of the spreading platform vertically (up and down)
10	Spreading platform increment control	Define the increment of spreading platform displacements (+ and -)
11	Homing button	Button to bring back the different moving elements of the test bench to their initial positions (safe positions)
12	Save settings	Button to save the defined settings (recoating speed, dispensing and spreading platforms increment) on the internal memory of the microcontroller
13	Start test button	Button to start the test sequence defined in section 3
14	Stop test button	Button to stop the test sequence (test progress is lost)
15	Pause test button	Button to pause the test sequence (test sequence is on hold until the start button is pressed again)

Figure 4.22 shows a simplified schematic of the electrical connections and communications between the main components of the apparatus. The microcontroller ARDUINO MEGA 2560 is used for the control of the dispensing and the spreading platforms modules displacements, load cells readings, interaction with the control panel components and limit switches, in addition to the communication with the spreading mechanism motor controller DMC31012 to synchronize the displacement sequence of the modules involved in the spreading operation. The CCD camera is connected via network interface card; the DMC31012 uses ethernet connection; the Arduino board, the 3D scanner and the torque sensor are connected via universal serial board to a centralized computer where the dedicated

software packages are installed and used to edit the spreading parameters, display, and record the sensors readings.

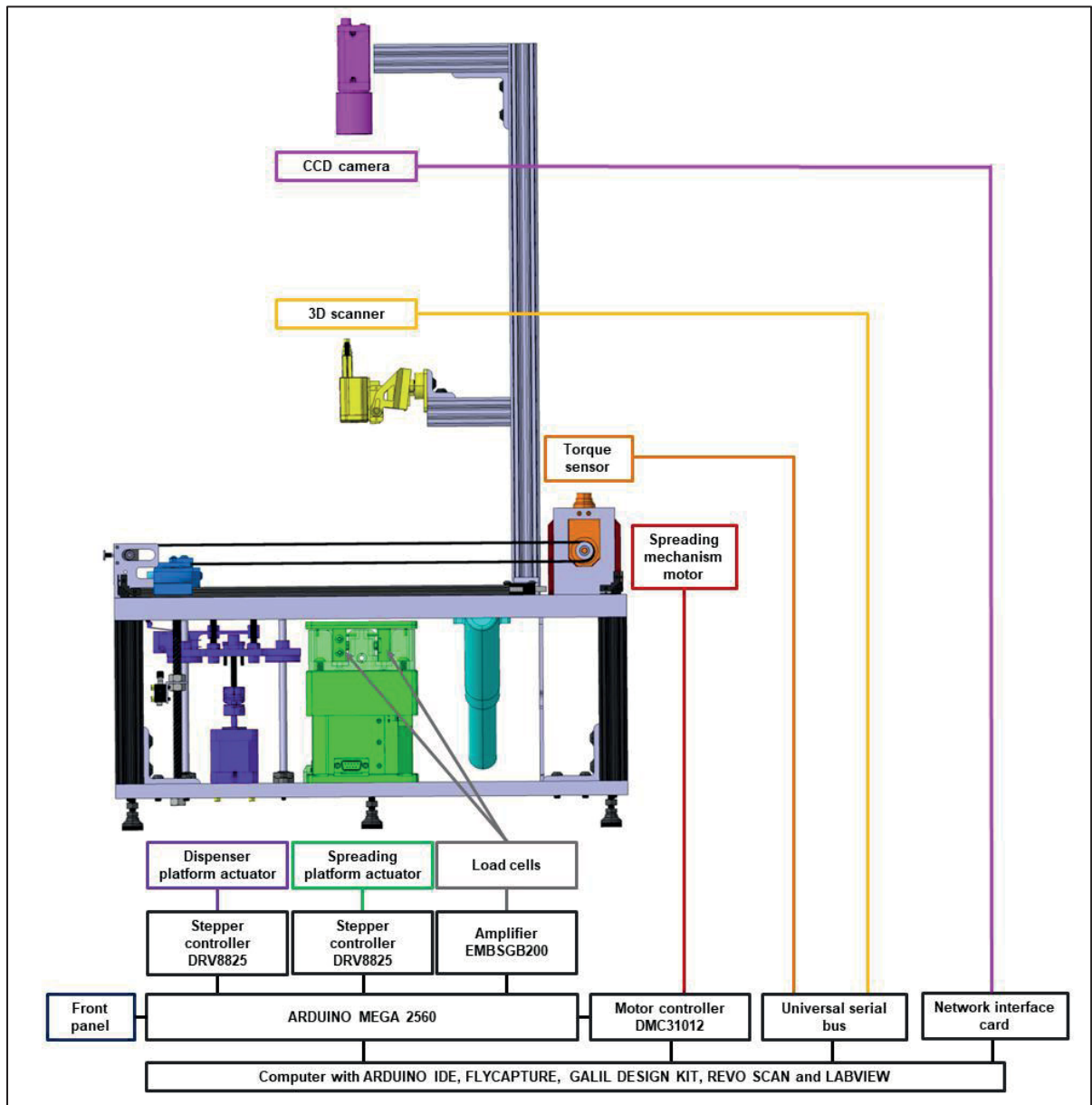


Figure 4.22 Simplified electronic wiring and communication schematic of the apparatus

CONCLUSION

Les technologies de fabrications additives telles que le procédé FLLP sont fortement prometteuses et en pleine expansion puisqu'elles permettent de lever certaines barrières auxquelles se butent les ingénieurs concepteurs et manufacturiers lors du développement de produit. Toutefois, il a été démontré qu'un bon nombre des nouvelles opportunités promises par ces procédés ne pourront être exploitées si un travail additionnel n'est pas réalisé afin d'avoir une meilleure compréhension de la relation entre les propriétés de la poudre et les performances des pièces fabriquées par FLLP. En effet, une revue de l'état actuel des connaissances a permis de mettre en évidence que les performances du procédé FLLP dépendent grandement de la densité et de l'uniformité du lit de poudre qui sont définies par les propriétés intrinsèques des particules et par leur comportement comme un ensemble sous les conditions appliquées lors de l'opération d'étalement FLLP. Par conséquent, une évaluation détaillée des caractéristiques de la poudre et une compréhension approfondie de son comportement mécanique au cours de son étalement deviennent importantes.

Des études de cas approfondies furent proposées pour étudier le lien entre les propriétés intrinsèques des poudres, leurs propriétés rhéologiques et les performances de pièces fabriquées par FLLP. Ces études ont aussi couvert la mise en place d'un protocole de caractérisation d'écoulement de la poudre axé sur le procédé FLLP en utilisant des méthodes de caractérisation conventionnelles;

Dans un premier temps, trois lots de poudre Ti-6Al-4V ont été sélectionnés pour étudier l'impact de la morphologie des particules et de la distribution de taille sur les propriétés rhéologiques des poudres, les performances des pièces fabriquées et la productivité du procédé FLLP. Une figure de mérite, AMS (*Additive Manufacturing Suitability*), fut notamment proposée pour comparer et classer les différentes poudres en termes de leurs performances prévues dans le procédé FLLP en fonction des indices mesurés avec un équipement commercial, le rhéomètre FT4. Il a été démontré qu'une poudre plus sphérique présente un meilleur comportement rhéologique et un tassement de particules plus efficace, favorisant la formation d'un lit de poudre plus dense et produisant des pièces imprimées avec

des densités, un fini de surface et une précision dimensionnelle supérieure. La présence d'une quantité plus importante de particules fines affecte négativement les propriétés précédemment mentionnées en raison d'une friction inter-particulaire plus élevée. La poudre plasma-atomisée hautement sphérique a montré des propriétés mécaniques supérieures, tandis que la poudre moins sphérique atomisée au gaz, a montré la plus grande sensibilité aux variations d'épaisseur de couche. Les différences au niveau des propriétés mécaniques observées dans cette étude étaient beaucoup moins significatives que celles observées dans les propriétés rhéologiques de la poudre, le fini de surface et la précision des pièces imprimées.

Dans un second temps, l'étude fut poussée plus loin pour s'intéresser à l'impact de la morphologie des poudres sur les performances en fatigue des pièces FLLP. Deux lots de poudre Ti-6Al-4V ayant des distributions de taille comparables, mais des particules de sphéricité différente furent considérées. La distribution inhomogène de défauts dans les échantillons fabriqués avec un des lots a rendu la comparaison des deux poudres plus compliquées. L'apparition de tels défauts est attribuée à l'utilisation de paramètres de fabrication sous optimaux, qui les désavantagent par rapport à leurs équivalents fabriqués avec des paramètres optimisés. Pour parvenir à une conclusion définitive sur les performances comparatives des poudres, les deux poudres doivent être imprimées en utilisant des paramètres respectivement optimisés.

Ces études de cas ont démontré que les propriétés intrinsèques des poudres ont un impact sur les performances des pièces FLLP. Néanmoins, la différence entre les performances des différents lots semble s'estomper plus l'étude est poussée : considérant les deux poudres atomisées au plasma et au gaz comparées dans les deux premières publications; les différences au niveau des performances rhéologiques sont de 26%, 17% pour la rugosité de surface, 7% pour la résistance ultime, 4% pour la limite d'élasticité, 3% pour la ductilité pour finalement obtenir des résultats quasi comparables pour les performances en fatigue. Ceci peut s'expliquer par la robustesse du procédé FLLP aux faibles variations entre les lots mais souligne aussi l'importance d'optimiser les paramètres de fusion pour les différents lots

puisque ces différences peuvent être plus significatives et prononcées en utilisant des paramètres de fabrication optimisés pour chacun des lots.

Dans le but de développer une technique de caractérisation des poudres représentative et pertinente pour les procédés FA-LP, la conception, l'étalonnage et la validation d'un nouvel appareil de test reproduisant les principaux composants impliqués dans l'opération d'étalement de poudre des machines FA-LP commerciales sont présentés. Cet appareil permet de personnaliser les paramètres d'étalement de la poudre (épaisseur de couche, vitesse d'étalement et différents mécanismes de raclage) et la mesure des métriques d'étalement de poudre pertinentes (forces de raclage, densité et uniformité du lit de poudre). Sur la base des résultats générés avec le banc d'essai, avant l'optimisation des paramètres de fusion du laser, la densité et l'uniformité de la poudre pourront être maximisées et les forces de raclage minimisées, avec pour objectif ultime d'établir le meilleur compromis entre la productivité du processus (temps d'étalement minimal) et les propriétés mécaniques et géométriques des composants fabriqués.

Les contributions majeures des travaux présentés dans cette thèse sont les suivantes :

- Une étude de cas poussée et exhaustive sur des lots de poudres sélectionnés, commençant par la caractérisation des propriétés intrinsèques et les propriétés rhéologiques, continuant avec la fabrication de pièces FLLP en considérant différentes épaisseurs de couche, différentes orientations de fabrication, différents post-traitements pour finalement étudier la densité du lit de poudre, la densité des pièces, le fini de surface, la précision géométrique, la microstructure, les propriétés mécaniques statiques et en fatigue.
- Proposition d'une figure de mérite inédite pour classer et prédire les performances des poudres dans les procédés FA-LP en se basant sur des indices obtenus avec le rhéomètre commercial FT4 Freeman technology.
- Développement d'un banc d'essai automatisé et instrumenté, permettant d'étudier les performances d'étalement des poudres dans des conditions représentatives et pertinentes pour les procédés FA-LP

RECOMMANDATIONS

À la lumière des travaux présentés dans cette thèse, il est possible d'identifier certains aspects qui devront être approfondis et explorés.

Amélioration de la figure de mérite *AMS*

Les travaux présentés dans la première publication présentent un exemple de méthodologie à adopter pour investiguer le lien entre les propriétés rhéologiques et les performances des pièces FLLP. Une figure de mérite, *AMS* (additive manufacturing suitability), fut notamment proposée pour comparer et classer les différentes poudres en termes de leurs performances prévues dans le procédé FLLP en fonction des indices mesurés avec le rhéomètre FT4. Cette figure de mérite associe présentement des poids d'importance égaux aux différents indices. Des études comparables à celle menée dans le cadre de la première publication avec plus de poudres permettront de parfaire cette figure de mérite en affectant notamment des poids d'importance spécifiques aux différents indices mesurés avec le rhéomètre FT4.

Optimisation des paramètres de fabrication pour chaque lot de poudre

Dans l'étude de cas décrite dans le chapitre 2, dans le but de simplifier l'étude, de limiter les variables et les sources de variations, les mêmes paramètres de fusion furent utilisés pour fabriquer les pièces avec les trois poudres sélectionnées. Une autre approche pourrait être adoptée en optimisant les paramètres de fusion pour chacune des poudres, en spécifiant un seuil de densité minimum à atteindre tout en maximisant la productivité (vitesse de balayage, épaisseur de couche). Ainsi une comparaison tant au niveau des performances des pièces que de la productivité et des coûts associés sera possible.

Perfectionnement et poursuite du développement du banc d'essai

Des études de cas supplémentaires devront être menées avec le banc d'essai développé en considérant plus de poudres (différents alliages, différentes distributions de taille, différentes morphologies...) et plus de configurations d'étalement (type de racleur, plage de vitesses,

incrément de déplacement des plateformes, conditions environnantes...) pour valider le potentiel et la pertinence d'un tel dispositif.

Des améliorations au niveau de la conception et des composants peuvent être envisagées :

- Modifier le système de collecte de la poudre qui s'échappe dans la fente autour du plateau central. Une poche peut être ajoutée au niveau de la plateforme principale autour du plateau central pour accueillir un réservoir de poudre amovible. Une plaque devra être rajoutée pour couvrir le réservoir et rétablir une surface plane d'étalement.
- Une cellule de charge plus précise peut être montée sur le système (exemple : SARTORIUS-WZA614-NC- 0.1mg de résolution)
- Un profilomètre laser 2D peut être utilisé pour améliorer la précision d'évaluation du profil de surface du lit de poudre (exemple: KEYENCE - LJ-V7060K – Résolution 0.4µm)
- Ajouter un caisson hermétique pour contrôler l'environnement de test en termes d'humidité et de température et pour une protection supplémentaire lors des essais avec les poudres.
- Concevoir un dispositif d'étalement à base de réservoir mobile de poudre
- Concevoir un dispositif d'étalement à base de rouleau rotatif motorisé
- Implémenter une interface graphique pour contrôler le banc, visualiser et traiter les données en temps réel

Lorsqu'applicables, les résultats et les observations obtenus avec le banc d'essai doivent être validés sur les machines FLLP commerciales. L'ajout de capsules pour l'évaluation de la densité de lit de poudre dans les fabrications avec différents matériaux et lots de poudre est recommandé pour la validation des observations faites avec le banc d'essai. Un test avec le système d'évaluation d'uniformité du lit de poudre sur une couche étalée avec la machine commerciale est préconisé.

L'impact de la disposition des pièces sur la plaque de fabrication peut être investigué en mesurant les forces de raclage pour différentes configurations. Une plaque dédiée permettant la fixation de pièces dans différentes dispositions pourrait être envisagée. Le but étant de

trouver les dispositions qui minimisent les forces exercées par le système de raclage sur les pièces.

Modélisation numérique de la dynamique des particules de poudre dans le procédé FLLP

Il serait pertinent de développer un outil de simulation numérique du comportement dynamique des particules de poudre pendant l'opération d'étalement. Cet outil numérique, basé sur la méthode des éléments discrets (DEM), permettrait d'étudier en profondeur l'interaction entre le racleur, les particules de poudre et les pièces en cours de fabrication. Une fois validé, cet outil offrira une grande flexibilité pour étudier l'impact de la morphologie et de la distribution des tailles de particules ainsi que de la vitesse d'étalement et de l'épaisseur de couche sur la densité et l'uniformité du lit de poudre. Le but étant de trouver une combinaison optimisée des paramètres d'entrée (morphologie, distribution de taille, vitesse d'étalement, épaisseur de couche) pour optimiser l'opération d'étalement et d'offrir la possibilité de déterminer les paramètres à utiliser pour atteindre une densité et une uniformité de lit de poudre donnée ou les réglages machines à utiliser pour l'utilisation d'une poudre spécifique. Les résultats de la simulation numérique devront être comparés aux résultats expérimentaux obtenus avec les mesures obtenues avec la machine FLLP et ceux obtenus avec le banc d'essai.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abd-Elghany, K., & Bourell, D. (2012). Property evaluation of 304L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*.
- Abdulhameed, O., Al-Ahmari, A., Ameen, W., & Mian, S. H. (2019). Additive manufacturing: Challenges, trends, and applications. *Advances in Mechanical Engineering*, 11(2), 1687814018822880. doi: 10.1177/1687814018822880. Repéré à <https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1177/1687814018822880>
- Ahmed, M., Pasha, M., Nan, W., & Ghadiri, M. (2020a). A simple method for assessing powder spreadability for additive manufacturing. *Powder Technology*.
- Ahmed, M., Pasha, M., Nan, W., & Ghadiri, M. (2020b). A simple method for assessing powder spreadability for additive manufacturing. *Powder Technology*, 367, 671-679. doi: 10.1016/j.powtec.2020.04.033
- AlFaify, A., Hughes, J., & Ridgway, K. (2019). Controlling the porosity of 316L stainless steel parts manufactured via the powder bed fusion process. *Rapid Prototyping Journal*, 25(1), 162-175.
- Ali, U., Mahmoodkhani, Y., Imani Shahabad, S., Esmailizadeh, R., Liravi, F., Sheydaeian, E., . . . Toyserkani, E. (2018). On the measurement of relative powder-bed compaction density in powder-bed additive manufacturing processes. *Materials & Design*, 155, 495-501. doi: 10.1016/j.matdes.2018.06.030
- Ali, U., Mahmoodkhani, Y., Shahabad, S. I., Esmailizadeh, R., Liravi, F., Sheydaeian, E., . . . Toyserkani, E. (2018). On the measurement of relative powder-bed compaction density in powder-bed additive manufacturing processes. *Materials & Design*, 155, 495-501.
- Amado, A., Schmid, M., Levy, G., & Wegener, K. (2011). Advances in SLS powder characterization. Dans *2011 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin.
- Andreasen, A. M., & Andersen, J. (1930). Relation between grain size and interstitial space in products of unconsolidated granules. *Kolloid-Zeitschrift*, 50(3), 217-228.
- Badrossamay, M., Yasa, E., Van Vaerenbergh, J., & Kruth, J.-P. (2009). Improving productivity rate in SLM of commercial steel powders. *Technical Paper-Society of Manufacturing Engineers*, 1-13.

- Baitimerov, R., Lykov, P., Zhrebtssov, D., Radionova, L., Shultc, A., & Prashanth, K. G. (2018). Influence of powder characteristics on processability of AlSi12 alloy fabricated by selective laser melting. *Materials*, *11*(5), 742.
- Balbaa, M. A., Ghasemi, A., Fereiduni, E., Elbestawi, M. A., Jadhav, S. D., & Kruth, J. P. (2021). Role of powder particle size on laser powder bed fusion processability of AlSi10mg alloy. *Additive Manufacturing*, *37*. doi: 10.1016/j.addma.2020.101630
- Bao, Q., Yang, Y., Wen, X., Guo, L., & Guo, Z. (2021). The preparation of spherical metal powders using the high-temperature remelting spheroidization technology. *Materials & Design*, *199*, 109382. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109382>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127520309187>
- Baskoro, A. S., & Supriadi, S. (2019). Review on plasma atomizer technology for metal powder. Dans *MATEC Web of Conferences* (Vol. 269, pp. 05004). EDP Sciences.
- Baumers, M., Tuck, C., Wildman, R., Ashcroft, I., Rosamond, E., & Hague, R. (2012). Combined build-time, energy consumption and cost estimation for direct metal laser sintering. Dans *From Proceedings of Twenty Third Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium—An Additive Manufacturing Conference* (Vol. 13).
- Beitz, S., Uerlich, R., Bokelmann, T., Diener, A., Vietor, T., & Kwade, A. (2019). Influence of Powder Deposition on Powder Bed and Specimen Properties. *Materials (Basel)*, *12*(2). doi: 10.3390/ma12020297. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/30669274>
- Beitz, S., Uerlich, R., Bokelmann, T., Diener, A., Vietor, T., & Kwade, A. (2019). Influence of powder deposition on powder bed and specimen properties. *Materials*, *12*(2), 297.
- Bhavar, V., Kattire, P., Patil, V., Khot, S., Gujar, K., & Singh, R. (2017). A review on powder bed fusion technology of metal additive manufacturing. *Additive manufacturing handbook*, 251-253.
- Blais, B., Vidal, D., Bertrand, F., Patience, G. S., & Chaouki, J. (2019). Experimental methods in chemical engineering: Discrete element method—DEM. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, *97*(7), 1964-1973.
- Boley, C., Khairallah, S., & Rubenchik, A. (2015). Calculation of laser absorption by metal powders in additive manufacturing. *Applied optics*, *54*(9), 2477-2482.
- Bourell, D. L., Rosen, D. W., & Leu, M. C. (2014). The roadmap for additive manufacturing and its impact. *3D Printing and Additive Manufacturing*, *1*(1), 6-9.

- Brika, S. E., & Brailovski, V. (2020). Influence of Powder Particle Morphology on the Static and Fatigue Properties of Laser Powder Bed-Fused Ti-6Al-4V Components. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 4(4), 107.
- Brika, S. E., Letenneur, M., Dion, C. A., & Brailovski, V. (2020). Influence of particle morphology and size distribution on the powder flowability and laser powder bed fusion manufacturability of Ti-6Al-4V alloy. *Additive Manufacturing*, 31, 100929.
- Brika, S. E., Zhao, Y. F., Brochu, M., & Mezzetta, J. (2017). Multi-objective build orientation optimization for powder bed fusion by laser. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 139(11).
- Budding, A., & Vaneker, T. H. J. (2013). New Strategies for Powder Compaction in Powder-based Rapid Prototyping Techniques. *Procedia CIRP*, 6, 527-532. doi: 10.1016/j.procir.2013.03.100
- Caccioppoli, G., Clausen, B., Bonjour, C., & Pralong, P. (2002). Fabrication of metal powders by ultrasonic atomization. Dans *Matériaux* (Vol. 100, pp. 1-4).
- Califice, A., Michel, F., Dislaire, G., & Pirard, E. (2013). Influence of particle shape on size distribution measurements by 3D and 2D image analyses and laser diffraction. *Powder Technology*, 237, 67-75.
- Campbell, I., Diegel, O., Kowen, J., & Wohlers, T. (2017). Wohlers Report 2017 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry: Annual Worldwide Progress Report: Wohlers Associates.
- Capus, J. M. (2005). *Metal Powders: A Global Survey of Production, Applications and Markets 2001-2010*. Elsevier.
- Carrion, P. E., Soltani-Tehrani, A., Phan, N., & Shamsaei, N. (2019). Powder recycling effects on the tensile and fatigue behavior of additively manufactured Ti-6Al-4V parts. *Jom*, 71, 963-973.
- Carson, J. W., & Wilms, H. (2006). Development of an international standard for shear testing. *Powder Technology*, 167(1), 1-9. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.04.005>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591006001458>
- Charbonneau, C., Bernier, F., Pelletier, R., & Lefebvre, L.-P. (2022). Classification of Particle Shape Using Two-Dimensional Image Analysis. Dans N. Shamsaei & M. Seifi (Éds.), *Progress in Additive Manufacturing 2020* (pp. 25-39). West Conshohocken, PA: ASTM International. doi: 10.1520/STP163720200101. Repéré à <http://www.astm.org/cgi-bin/doiLink.cgi?STP163720200101>

- Chen, G., Zhao, S., Tan, P., Wang, J., Xiang, C., & Tang, H. (2018). A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization. *Powder Technology*, 333, 38-46.
- Chen, H., Chen, Y., Liu, Y., Wei, Q., Shi, Y., & Yan, W. (2020a). Packing quality of powder layer during counter-rolling-type powder spreading process in additive manufacturing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 153. doi: 10.1016/j.ijmachtools.2020.103553
- Chen, H., Chen, Y., Liu, Y., Wei, Q., Shi, Y., & Yan, W. (2020b). Packing quality of powder layer during counter-rolling-type powder spreading process in additive manufacturing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 153, 103553. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2020.103553>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0890695519313185>
- Chen, H., Wei, Q., Wen, S., Li, Z., & Shi, Y. (2017). Flow behavior of powder particles in layering process of selective laser melting: Numerical modeling and experimental verification based on discrete element method. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 123, 146-159. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2017.08.004>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S089069551730130X>
- Chen, H., Wei, Q., Zhang, Y., Chen, F., Shi, Y., & Yan, W. (2019). Powder-spreading mechanisms in powder-bed-based additive manufacturing: Experiments and computational modeling. *Acta Materialia*, 179, 158-171. doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.08.030>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645419305427>
- Chen, Z., Li, Z., Li, J., Liu, C., Lao, C., Fu, Y., . . . He, Y. (2019). 3D printing of ceramics: A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 39(4), 661-687. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221918306782>
- Choi, J.-P., Shin, G.-H., Lee, H.-S., Yang, D.-Y., Yang, S., Lee, C.-W., . . . Yu, J.-H. (2017). Evaluation of powder layer density for the selective laser melting (SLM) process. *Materials transactions*, 58(2), 294-297.
- Clayton, J. (2014). Optimising metal powders for additive manufacturing. *Metal Powder Report*, 69(5), 14-17.
- Clayton, J. (2019). An introduction to powder characterization. Dans *Handbook of pharmaceutical wet granulation* (pp. 569-613). Elsevier.
- Cooke, A., & Slotwinski, J. (2012). doi: 10.6028/nist.Ir.7873

- Cordova, L., Bor, T., de Smit, M., Campos, M., & Tinga, T. (2020a). Measuring the spreadability of pre-treated and moisturized powders for laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, 32. doi: 10.1016/j.addma.2020.101082
- Cordova, L., Bor, T., de Smit, M., Campos, M., & Tinga, T. (2020b). Measuring the spreadability of pre-treated and moisturized powders for laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, 32, 101082.
- Cundall, P. A., & Strack, O. D. (1979). A discrete numerical model for granular assemblies. *geotechnique*, 29(1), 47-65.
- Daña, M., Zetková, I., & Hanzl, P. (2019). The Influence of a Ceramic Recoater Blade on 3D Printing using Direct Metal Laser Sintering. *Manufacturing Technology*, 19(1), 23-28. doi: 10.21062/ujep/239.2019/a/1213-2489/MT/19/1/23
- Denti, L., Sola, A., Defanti, S., Sciancalepore, C., & Bondioli, F. (2019). Effect of Powder Recycling in Laser-based Powder Bed Fusion of Ti-6Al-4V. *Manufacturing Technology Journal*, 19(2), 190-196. doi: 10.21062/ujep/268.2019/a/1213-2489/MT/19/2/190. Repéré à <https://journalmt.com/artkey/mft-201902-0003.php>
<https://doi.org/10.21062/ujep/268.2019/a/1213-2489/MT/19/2/190>
- Dobson, S. D., & Starr, T. L. (2021). Powder characterization and part density for powder bed fusion of 17-4 PH stainless steel. *Rapid Prototyping Journal*, 27(1), 53-58.
- Engeli, R., Etter, T., Hoevel, S., & Wegener, K. (2016). Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 229, 484-491.
- Escano, L. I., Parab, N. D., Xiong, L., Guo, Q., Zhao, C., Fezzaa, K., . . . Chen, L. (2018). Revealing particle-scale powder spreading dynamics in powder-bed-based additive manufacturing process by high-speed x-ray imaging. *Scientific reports*, 8(1), 1-11.
- Escano, L. I., Parab, N. D., Xiong, L., Guo, Q., Zhao, C., Fezzaa, K., . . . Chen, L. (2018). Revealing particle-scale powder spreading dynamics in powder-bed-based additive manufacturing process by high-speed x-ray imaging. *Sci Rep*, 8(1), 15079. doi: 10.1038/s41598-018-33376-0. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/30305675>
- Fan, Z., & Feng, H. (2018). Study on selective laser melting and heat treatment of Ti-6Al-4V alloy. *Results in Physics*, 10, 660-664.
- Foster, B., Reutzler, E., Nassar, A., Hall, B., Brown, S., & Dickman, C. (2015). Optical, layerwise monitoring of powder bed fusion. Dans *Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, TX, Aug* (pp. 10-12).

- Freeman, R. (2007). Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders—a comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technology*, 174(1-2), 25-33.
- Freeman, R., & Fu, X. (2008). Characterisation of powder bulk, dynamic flow and shear properties in relation to die filling. *Powder Metallurgy*, 51(3), 196-201.
- Frishberg, I. V. (2009). Gas-phase method of metal powder production. Dans *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders* (pp. 143-153).
- Furnas, C. (1931). Grading aggregates-I.-Mathematical relations for beds of broken solids of maximum density. *Industrial & Engineering Chemistry*, 23(9), 1052-1058.
- Geisert, S., Fischer, J., Klosch-Trageser, M., & Stolpe, M. (2018). Powder production processes—optimizing parameters for the generation of fine metal powders for additive manufacturing. Dans *Proceedings of Fraunhofer direct digital manufacturing conference*.
- Gong, H., Dilip, J., Yang, L., Teng, C., & Stucker, B. (2017). Influence of small particles inclusion on selective laser melting of Ti-6Al-4V powder. Dans *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 272, pp. 012024). IOP Publishing.
- Gopienko, V. G., & Neikov, O. D. (2009). Production of titanium and titanium alloy powders. Dans *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders* (pp. 314-323).
- Greitemeier, D., Palm, F., Syassen, F., & Melz, T. (2017). Fatigue performance of additive manufactured TiAl6V4 using electron and laser beam melting. *International Journal of Fatigue*, 94, 211-217.
- Gu, D., Xia, M., & Dai, D. (2019). On the role of powder flow behavior in fluid thermodynamics and laser processability of Ni-based composites by selective laser melting. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 137, 67-78. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2018.10.006>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0890695518302827>
- Gu, H., Gong, H., Dilip, J., & Pal, D. (2014). Effects of powder variation on the microstructure and tensile strength of Ti6Al4V parts fabricated by selective laser melting. Dans *2014 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin.
- Gupta, A., & Yan, D. (2016). Particle Size Estimation and Distributions. Dans A. Gupta & D. Yan (Éds.), *Mineral Processing Design and Operations (Second Edition)* (pp. 33-69). Amsterdam: Elsevier. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63589-1.00002-2>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780444635891000022>

- Gusarov, A., Yadroitsev, I., Bertrand, P., & Smurov, I. (2009). Model of radiation and heat transfer in laser-powder interaction zone at selective laser melting. *Journal of heat transfer*, 131(7).
- Haeri, S. (2017). Optimisation of blade type spreaders for powder bed preparation in Additive Manufacturing using DEM simulations. *Powder Technology*, 321, 94-104. doi: 10.1016/j.powtec.2017.08.011
- Haeri, S., Wang, Y., Ghita, O., & Sun, J. (2017). Discrete element simulation and experimental study of powder spreading process in additive manufacturing. *Powder Technology*, 306, 45-54. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.11.002>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591016307720>
- Haferkamp, L., Haudenschild, L., Spierings, A., Wegener, K., Riener, K., Ziegelmeier, S., & Leichtfried, G. J. (2021). The Influence of Particle Shape, Powder Flowability, and Powder Layer Density on Part Density in Laser Powder Bed Fusion. *Metals*, 11(3). doi: 10.3390/met11030418
- Haferkamp, L., Liechti, S., Spierings, A., & Wegener, K. (2021a). Effect of bimodal powder blends on part density and melt pool fluctuation in laser powder bed fusion. *Progress in Additive Manufacturing*, 6, 407-416.
- Haferkamp, L., Liechti, S., Spierings, A., & Wegener, K. (2021b). Effect of bimodal powder blends on part density and melt pool fluctuation in laser powder bed fusion. *Progress in Additive Manufacturing*, 6(3), 407-416. doi: 10.1007/s40964-021-00179-1
- Han, Q., Gu, H., & Setchi, R. (2019). Discrete element simulation of powder layer thickness in laser additive manufacturing. *Powder Technology*, 352, 91-102. doi: 10.1016/j.powtec.2019.04.057
- Hasdemir, B. (2020). *Spreadability and Characterization of Metal Powders for Additive Manufacturing* (Izmir Institute of Technology (Turkey)).
- Hausner, H. H. (1981). Powder characteristics and their effect on powder processing. *Powder Technology*, 30(1), 3-8.
- He, Y., Gardy, J., Hassanpour, A., & Bayly, A. E. (2020). A digital-based approach for characterising spread powder layer in additive manufacturing. *Materials & Design*, 196, 109102. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109102>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127520306377>
- He, Y., Hassanpour, A., & Bayly, A. E. (2020). Linking particle properties to layer characteristics: Discrete element modelling of cohesive fine powder spreading in additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 36. doi: 10.1016/j.addma.2020.101685

- Herbold, E., Walton, O., & Homel, M. (2015). *Simulation of powder layer deposition in additive manufacturing processes using the discrete element method*. Lawrence Livermore National Lab.(LLNL), Livermore, CA (United States).
- Hickey, A. J., & Concessio, N. M. (1997). Descriptors of irregular particle morphology and powder properties. *Advanced drug delivery reviews*, 26(1), 29-40.
- Hohmann, M., Diemar, W., Ludwig, N., & Zenker, W. (1992). Modern Systems for Ceramic-Free Powder Production. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials--1992.*, 1, 27-39.
- Hulme-Smith, C. N., Hari, V., & Mellin, P. (2021a). Spreadability Testing of Powder for Additive Manufacturing. *BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte*, 166(1), 9-13.
- Hulme-Smith, C. N., Hari, V., & Mellin, P. (2021b). Spreadability Testing of Powder for Additive Manufacturing. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 166(1), 9-13. doi: 10.1007/s00501-020-01069-9
- Islam, S. F., Hawkins, S. M., Meyer, J. L., & Sharman, A. R. (2022). Evaluation of different particle size distribution and morphology characterization techniques. *Additive Manufacturing Letters*, 100077.
- Jacob, G., Jacob, G., Brown, C. U., & Donmez, A. (2018). *The influence of spreading metal powders with different particle size distributions on the powder bed density in laser-based powder bed fusion processes*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology.
- Jacob, G., Jacob, G., Brown, C. U., Donmez, M. A., Watson, S. S., & Slotwinski, J. (2017). *Effects of powder recycling on stainless steel powder and built material properties in metal powder bed fusion processes*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology
- Jenike, A. W. (1961). Gravity flow of bulk solids. *Bulletin No. 108, Utah Engineering Experiment Station, Univ. of Utah*.
- Kalms, M., & Bergmann, R. B. (2020). Structure function analysis of powder beds in additive manufacturing by laser beam melting. *Additive Manufacturing*, 36, 101396. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101396>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860420307685>

- Kalms, M., Narita, R., Thomy, C., Vollertsen, F., & Bergmann, R. B. (2019). New approach to evaluate 3D laser printed parts in powder bed fusion-based additive manufacturing in-line within closed space. *Additive Manufacturing*, 26, 161-165. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.01.011>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860418308145>
- Kaplanskii, Y. Y., Korotitskiy, A. V., Levashov, E. A., Sentyurina, Z. A., Loginov, P. A., Samokhin, A. V., & Logachev, I. A. (2018). Microstructure and thermomechanical behavior of Heusler phase Ni₂AlHf-strengthened NiAl-Cr(Co) alloy produced by HIP of plasma-spheroidized powder. *Materials Science and Engineering: A*, 729, 398-410. doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.087>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509318307536>
- Karapatis, N., Egger, G., Gygax, P., & Glardon, R. (1999). Optimization of powder layer density in selective laser sintering. Dans *1999 International Solid Freeform Fabrication Symposium*.
- Karapatis, P. (2002). *A sub-process approach of selective laser sintering*. EPFL.
- Kayacan, M. Y., Özsoy, K., Duman, B., Yilmaz, N., & Kayacan, M. C. (2019). A study on elimination of failures resulting from layering and internal stresses in Powder Bed Fusion (PBF) additive manufacturing. *Materials and Manufacturing Processes*, 34(13), 1467-1475. doi: 10.1080/10426914.2019.1655151
- Kolossov, S., Boillat, E., Glardon, R., Fischer, P., & Locher, M. (2004). 3D FE simulation for temperature evolution in the selective laser sintering process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44(2-3), 117-123.
- Lacks, D. J., & Shinbrot, T. (2019). Long-standing and unresolved issues in triboelectric charging. *Nature Reviews Chemistry*, 3(8), 465-476.
- Lawley, A. (1978). Preparation of metal powders. *Annual Review of Materials Science*, 8(1), 49-71.
- Le, T.-P., Wang, X., Davidson, K. P., Fronda, J. E., & Seita, M. (2021a). Experimental analysis of powder layer quality as a function of feedstock and recoating strategies. *Additive Manufacturing*, 39, 101890.
- Le, T.-P., Wang, X., Davidson, K. P., Fronda, J. E., & Seita, M. (2021b). Experimental analysis of powder layer quality as a function of feedstock and recoating strategies. *Additive Manufacturing*, 39. doi: 10.1016/j.addma.2021.101890

- Lee, Y., Gurnon, A. K., Bodner, D., & Simunovic, S. (2020). Effect of Particle Spreading Dynamics on Powder Bed Quality in Metal Additive Manufacturing. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 9(4), 410-422. doi: 10.1007/s40192-020-00193-1
- Lee, Y., Simunovic, S., & Gurnon, K. A. (2019). *Quantification of Powder Spreading Process for Metal Additive Manufacturing*. Oak Ridge National Lab.(ORNL), Oak Ridge, TN (United States).
- Lee, Y., & Zhang, W. (2015). Mesoscopic simulation of heat transfer and fluid flow in laser powder bed additive manufacturing. Dans *2015 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin.
- Lefebvre, L., Dai, J., Thomas, Y., & Martinez-Rubi, Y. (2019). Metal powder flowability: Effect of humidity and impact on the reproducibility of the measurements. Dans *Proceeding of the additive manufacturing with powder metallurgy conference*.
- Leicht, A., Fischer, M., Klement, U., Nyborg, L., & Hryha, E. (2021). Increasing the productivity of laser powder bed fusion for stainless steel 316L through increased layer thickness. *Journal of Materials Engineering and performance*, 30, 575-584.
- Letenneur, M., Brailovski, V., Kreitchberg, A., Paserin, V., & Bailon-Poujol, I. (2017). Laser powder bed fusion of water-atomized iron-based powders: process optimization. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 1(2), 23.
- Letenneur, M., Kreitchberg, A., & Brailovski, V. (2019). Optimization of laser powder bed fusion processing using a combination of melt pool modeling and design of experiment approaches: Density control. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 3(1), 21.
- Leturia, M., Benali, M., Lagarde, S., Ronga, I., & Saleh, K. (2014). Characterization of flow properties of cohesive powders: A comparative study of traditional and new testing methods. *Powder Technology*, 253, 406-423.
- Lhuissier, P., Bataillon, X., Maestre, C., Sijobert, J., Cabrol, E., Bertrand, P., . . . Salvo, L. (2020). In situ 3D X-ray microtomography of laser-based powder-bed fusion (L-PBF)—A feasibility study. *Additive Manufacturing*, 34, 101271.
- Li, K., Mao, X., Khanlari, K., Song, K., Shi, Q., & Liu, X. (2020). Effects of powder size distribution on the microstructural and mechanical properties of a Co–Cr–W–Si alloy fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 825, 153973. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.153973>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838820303364>

- Li, Z., Li, H., Yin, J., Li, Y., Nie, Z., Li, X., . . . Hao, L. (2022). A Review of Spatter in Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing: In Situ Detection, Generation, Effects, and Countermeasures. *Micromachines (Basel)*, 13(8). doi: 10.3390/mi13081366
- Lin, W., Gonçalves, D. A., Pereira, A. d. S. P., Pereira, M., & Weingaertner, W. L. (2019). Quality analysis method for powder deposited layers applicable to selective laser sintering and selective laser melting processes. *Journal of Laser Applications*, 31(2), 022306.
- Liu, B., Wildman, R., Tuck, C., Ashcroft, I., & Hague, R. (2011). Investigation the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process. *Additive manufacturing research group, Loughborough University*, 227-238.
- Liu, X., Kolehmainen, J., Nwogbaga, I., Ozel, A., & Sundaresan, S. (2020). Effect of particle size on tribocharging. *Powder Technology*, 375, 199-209. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.07.078>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591020307026>
- Lupo, M., Schütz, D., Riedl, E., Barletta, D., & Poletto, M. (2019). Assessment of a powder rheometer equipped with a cylindrical impeller for the measurement of powder flow properties at low consolidation. *Powder Technology*, 357, 281-290. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.08.071>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591019306709>
- Lutter-Günther, M., Horn, M., Seidel, C., & Reinhart, G. (2017). Influence of Particle Size Distribution on Powder Flowability and Part Properties in Laser Beam Melting: Einfluss der Korngrößenverteilung auf Fließfähigkeit und Bauteilqualität beim Laserstrahlschmelzen. Dans *Rapid. Tech—International Trade Show & Conference for Additive Manufacturing, Proceedings of the 14th Rapid. Tech Conference, Erfurt, Germany* (pp. 20-22).
- Ma, Y., Evans, T. M., Philips, N., & Cunningham, N. (2020). Numerical simulation of the effect of fine fraction on the flowability of powders in additive manufacturing. *Powder Technology*, 360, 608-621. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.10.041>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591019308642>
- Mais, B., & Mowbray, G. A. (1998). UMT promises tight control of particle size. *Metal Powder Report*, 53(11), 30-33.
- Makes, A., & Collaborative, A. A. M. S. (2017). Standardization roadmap for additive manufacturing. *February*), *Public Draft*.

- Mani, M., Feng, S., Lane, B., Donmez, A., Moylan, S., & Fesperman, R. (2015). Measurement science needs for real-time control of additive manufacturing powder bed fusion processes.
- Marchetti, L., & Hulme-Smith, C. (2021). Flowability of steel and tool steel powders: A comparison between testing methods. *Powder Technology*, 384, 402-413. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.01.074>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591021001005>
- Masuo, H., Tanaka, Y., Morokoshi, S., Yagura, H., Uchida, T., Yamamoto, Y., & Murakami, Y. (2018). Influence of defects, surface roughness and HIP on the fatigue strength of Ti-6Al-4V manufactured by additive manufacturing. *International Journal of Fatigue*, 117, 163-179.
- Matsumoto, M., Shiomi, M., Osakada, K., & Abe, F. (2002). Finite element analysis of single layer forming on metallic powder bed in rapid prototyping by selective laser processing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 42(1), 61-67.
- McGeary, R. (1961). Mechanical packing of spherical particles. *Journal of the American ceramic Society*, 44(10), 513-522.
- Mehrani, P., Murtomaa, M., & Lacks, D. J. (2017). An overview of advances in understanding electrostatic charge buildup in gas-solid fluidized beds. *Journal of Electrostatics*, 87, 64-78.
- Meier, C., Weissbach, R., Weinberg, J., Wall, W. A., & Hart, A. J. (2018). Critical Influences of Particle Size and Adhesion on the Powder Layer Uniformity in Metal Additive Manufacturing. *arXiv preprint arXiv:1804.06822*.
- Meier, C., Weissbach, R., Weinberg, J., Wall, W. A., & Hart, A. J. (2019). Critical influences of particle size and adhesion on the powder layer uniformity in metal additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, 266, 484-501. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.10.037
- Meier, C., Weissbach, R., Weinberg, J., Wall, W. A., & John Hart, A. (2019). Modeling and characterization of cohesion in fine metal powders with a focus on additive manufacturing process simulations. *Powder Technology*, 343, 855-866. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.11.072>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591018309884>
- Mellin, P., Rashidi, M., Fischer, M., Nyborg, L., Marchetti, L., Hulme-Smith, C., . . . Strondl, A. (2021). Moisture in Metal Powder and Its Implication for Processability in L-PBF and Elsewhere. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 166(1), 33-39. doi: 10.1007/s00501-020-01070-2. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s00501-020-01070-2>

- Mikli, V., Kaerdi, H., Kulu, P., & Besterçi, M. (2001). Characterization of powder particle morphology. *Proceedings of the Estonian Academy of Sciences: Engineering(Estonia)*, 7(1), 22-34.
- Mindt, H., Megahed, M., Lavery, N., Holmes, M., & Brown, S. (2016). Powder bed layer characteristics: the overseen first-order process input. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(8), 3811-3822.
- Mirzababaei, S., & Pasebani, S. (2019). A review on binder jet additive manufacturing of 316L stainless steel. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 3(3), 82.
- Mitterlehner, M., Danninger, H., Gierl-Mayer, C., & Gschiel, H. (2021a). Investigation of the Influence of Powder Moisture on the Spreadability Using the Spreading Tester. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 166(1), 14-22. doi: 10.1007/s00501-020-01067-x
- Mitterlehner, M., Danninger, H., Gierl-Mayer, C., & Gschiel, H. (2021b). Investigation of the Influence of Powder Moisture on the Spreadability Using the Spreading Tester. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 166(1), 14-22.
- Mitterlehner, M., Danninger, H., Gierl-Mayer, C., Frank, J., Tomischko, W., & Gschiel, H. (2022). Novel testing device and routine to characterise the spreadability of powders for powder bed fusion processes – a problem-oriented approach. *Powder Metallurgy*, 65(4), 318-334. doi: 10.1080/00325899.2021.2023414
- Molaei, R., Fatemi, A., & Phan, N. (2018). Significance of hot isostatic pressing (HIP) on multiaxial deformation and fatigue behaviors of additive manufactured Ti-6Al-4V including build orientation and surface roughness effects. *International Journal of Fatigue*, 117, 352-370.
- Monzón, M., Ortega, Z., Martínez, A., & Ortega, F. (2015). Standardization in additive manufacturing: activities carried out by international organizations and projects. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 76, 1111-1121.
- Mostafaei, A., Elliott, A. M., Barnes, J. E., Li, F., Tan, W., Cramer, C. L., . . . Chmielus, M. (2021). Binder jet 3D printing—Process parameters, materials, properties, modeling, and challenges. *Progress in materials science*, 119, 100707. doi: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100707>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642520300712>
- Moylan, S., Cooke, A., Donmez, M. A., Jurens, K., & Slotwinski, J. (2012). A review of test artifacts for additive manufacturing.

- Muniz-Lerma, J. A., Nommeots-Nomm, A., Waters, K. E., & Brochu, M. (2018). A Comprehensive Approach to Powder Feedstock Characterization for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing: A Case Study on AlSi7Mg. *Materials (Basel)*, *11*(12). doi: 10.3390/ma11122386. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/30486411>
- Mussatto, A., Groarke, R., O'Neill, A., Obeidi, M. A., Delaure, Y., & Brabazon, D. (2021). Influences of powder morphology and spreading parameters on the powder bed topography uniformity in powder bed fusion metal additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, *38*. doi: 10.1016/j.addma.2020.101807
- Naboychenko, S. S., Murashova, I. B., & Neikov, O. D. (2009a). Production of rare metal powders. Dans *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders* (pp. 485-537).
- Naboychenko, S. S., Murashova, I. B., & Neikov, O. D. (2009b). Production of refractory metal powders. Dans *Handbook of Non-ferrous Metal Powders* (pp. 436-484).
- Nadiyadi, H., Gajera, H., Bidajwala, R., Abhisek, K., & Dave, K. (2021). Effects of powder bed fusion process parameters on hardness for Inconel 718. *Materials Today: Proceedings*, *38*, 2275-2280. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.06.388>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785320348616>
- Nakamura, H., Kawahito, Y., Nishimoto, K., & Katayama, S. (2015). Elucidation of melt flows and spatter formation mechanisms during high power laser welding of pure titanium. *Journal of Laser Applications*, *27*(3). doi: 10.2351/1.4922383. Repéré à <https://doi.org/10.2351/1.4922383>
- Nan, W., & Ghadiri, M. (2019). Numerical simulation of powder flow during spreading in additive manufacturing. *Powder Technology*, *342*, 801-807. doi: 10.1016/j.powtec.2018.10.056
- Nan, W., Pasha, M., Bonakdar, T., Lopez, A., Zafar, U., Nadimi, S., & Ghadiri, M. (2018). Jamming during particle spreading in additive manufacturing. *Powder Technology*, *338*, 253-262. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.07.030>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591018305278>
- Nan, W., Pasha, M., & Ghadiri, M. (2020). Numerical simulation of particle flow and segregation during roller spreading process in additive manufacturing. *Powder Technology*, *364*, 811-821. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.12.023>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591019311283>
- Neikov, O. D., & Yefimov, N. (2009). *Handbook of non-ferrous metal powders: technologies and applications*. Elsevier.

- Olakanmi, E. (2013). Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 213(8), 1387-1405.
- Oropeza, D., Penny, R. W., Gilbert, D., & Hart, A. J. (2022). Mechanized spreading of ceramic powder layers for additive manufacturing characterized by transmission x-ray imaging: Influence of powder feedstock and spreading parameters on powder layer density. *Powder Technology*, 398, 117053. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.117053>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591021010718>
- Oropeza, D., Roberts, R., & Hart, A. (2021). A modular testbed for mechanized spreading of powder layers for additive manufacturing. *Review of Scientific Instruments*, 92(1), 015114.
- Oropeza, D., Roberts, R., & Hart, A. J. (2021). A modular testbed for mechanized spreading of powder layers for additive manufacturing. *Rev Sci Instrum*, 92(1), 015114. doi: 10.1063/5.0031191. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/33514203>
- Pabst, W., & Gregorova, E. (2007). Characterization of particles and particle systems. *ICT Prague*, 122, 122.
- Pal, S., Gubelj, N., Bončina, T., Hudák, R., Toth, T., Zivcak, J., . . . Drstvenšek, I. (2021a). The effects of locations on the build tray on the quality of specimens in powder bed additive manufacturing. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 112(3-4), 1159-1170. doi: 10.1007/s00170-020-06563-5
- Pal, S., Gubelj, N., Bončina, T., Hudák, R., Toth, T., Zivcak, J., . . . Drstvenšek, I. (2021b). The effects of locations on the build tray on the quality of specimens in powder bed additive manufacturing. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 112(3), 1159-1170. doi: 10.1007/s00170-020-06563-5. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06563-5>
- Parteli, E. J., & Pöschel, T. (2017). Particle-based simulations of powder coating in additive manufacturing suggest increase in powder bed roughness with coating speed. Dans *EPJ Web of Conferences* (Vol. 140, pp. 15013). EDP Sciences.
- Parteli, E. J. R., Schmidt, J., Blümel, C., Wirth, K. E., Peukert, W., & Pöschel, T. (2014). Attractive particle interaction forces and packing density of fine glass powders. *Scientific reports*, 4. doi: 10.1038/srep06227. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84906929044&doi=10.1038%2fsrep06227&partnerID=40&md5=2356fc7580afe99fa188e7a075a8d39a>

- Pasalopoulos, S., Avrampos, P., & Vosniakos, G. C. (2020). Surface quality evaluation of non-sintered powder layers in Selective Laser Sintering by 3D scanning. *Procedia Manufacturing*, 51, 748-754. doi: 10.1016/j.promfg.2020.10.105
- Patil, R. B., & Yadava, V. (2007). Finite element analysis of temperature distribution in single metallic powder layer during metal laser sintering. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47(7-8), 1069-1080.
- Peterson, J. E., & Small, W. M. (1994). Evaluation of Metal Powders Using Arnold Density Meter and Hall Flowmeter. *Powder Metallurgy*, 37(1), 37-41. doi: 10.1179/pom.1994.37.1.37. Repéré à <https://doi.org/10.1179/pom.1994.37.1.37>
- Phua, A., Cook, P. S., Davies, C. H. J., & Delaney, G. W. (2022). Powder spreading over realistic laser melted surfaces in metal additive manufacturing. *Additive Manufacturing Letters*, 3. doi: 10.1016/j.addlet.2022.100039
- Phua, A., Doblin, C., Owen, P., Davies, C. H., & Delaney, G. W. (2021). The effect of recoater geometry and speed on granular convection and size segregation in powder bed fusion. *Powder Technology*, 394, 632-644.
- Piili, H., Happonen, A., Väistö, T., Venkataramanan, V., Partanen, J., & Salminen, A. (2015). Cost estimation of laser additive manufacturing of stainless steel. *Physics Procedia*, 78, 388-396.
- Popov, V. V., Grilli, M. L., Koptuyg, A., Jaworska, L., Katz-Demyanetz, A., Klobčar, D., . . . Goel, S. (2021). Powder Bed Fusion Additive Manufacturing Using Critical Raw Materials: A Review. *Materials*, 14(4), 909.
- Popov, V. V., Katz-Demyanetz, A., Garkun, A., & Bamberger, M. (2018). The effect of powder recycling on the mechanical properties and microstructure of electron beam melted Ti-6Al-4V specimens. *Additive Manufacturing*, 22, 834-843. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.06.003>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860418303300>
- Popovich, A., & Sufiiarov, V. (2016). Metal Powder Additive Manufacturing. Dans *New Trends in 3D Printing*. doi: 10.5772/63337
- Poster, A. R. (1966). Handbook of metal powders.
- Poulin, J.-R., Kreitchberg, A., Terriault, P., & Brailovski, V. (2019). Long fatigue crack propagation behavior of laser powder bed-fused inconel 625 with intentionally-seeded porosity. *International Journal of Fatigue*, 127, 144-156.

- Quintana, O. A., Alvarez, J., McMillan, R., Tong, W., & Tomonto, C. (2018). Effects of Reusing Ti-6Al-4V Powder in a Selective Laser Melting Additive System Operated in an Industrial Setting. *Jom*, 70(9), 1863-1869. doi: 10.1007/s11837-018-3011-0. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s11837-018-3011-0>
- Radchenko, O. K., & Gogaev, K. O. (2022). Requirements for Metal and Alloy Powders for 3D Printing (Review). *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 61(3-4), 135-154. doi: 10.1007/s11106-022-00301-0
- Reddy, R. G., & Antony, L. V. (2003). The thermal plasma processing of fine powders. *Jom*, 55, 19-22.
- Rescaglio, A., Schockmel, J., Francqui, F., Vandewalle, N., & Lumay, G. (2017). How triboelectric charges modify powder flowability. *Annual Transactions of The Nordic Rheology Society*, 25, 17-21.
- Riener, K., Albrecht, N., Ziegelmeier, S., Ramakrishnan, R., Haferkamp, L., Spierings, A. B., & Leichtfried, G. J. (2020). Influence of particle size distribution and morphology on the properties of the powder feedstock as well as of AlSi10Mg parts produced by laser powder bed fusion (LPBF). *Additive Manufacturing*, 34. doi: 10.1016/j.addma.2020.101286
- Rogalsky, A., Rishmawi, I., Brock, L., & Vlasea, M. (2018). Low cost irregular feed stock for laser powder bed fusion. *Journal of Manufacturing Processes*, 35, 446-456.
- Ruffo, M., Tuck, C., & Hague, R. (2006). Empirical laser sintering time estimator for Duraform PA. *International journal of production research*, 44(23), 5131-5146.
- Saboori, A., Aversa, A., Bosio, F., Bassini, E., Librera, E., De Chirico, M., . . . Lombardi, M. (2019). An investigation on the effect of powder recycling on the microstructure and mechanical properties of AISI 316L produced by Directed Energy Deposition. *Materials Science and Engineering: A*, 766, 138360. doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138360>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509319311463>
- Sago, J. A., Newkirk, J. W., & Brasel, G. M. (1997). Rapid mechanical alloying for metal powder production.
- Salehi, H., Barletta, D., Poletto, M., Schütz, D., & Romirer, R. (2017). On the use of a powder rheometer to characterize the powder flowability at low consolidation with torque resistances. *AIChE Journal*, 63(11), 4788-4798.
- Schade, C. T., Murphy, T. F., & Walton, C. (2014). Development of atomized powders for additive manufacturing. Dans *Powder Metallurgy Word Congress*, Accessed on 2nd July.

- Schiochet Nasato, D., & Pöschel, T. (2020). Influence of particle shape in additive manufacturing: Discrete element simulations of polyamide 11 and polyamide 12. *Additive Manufacturing*, 36. doi: 10.1016/j.addma.2020.101421
- Schulze, D. (1996). Measuring powder flowability: a comparison of test methods-part I. *Powder and Bulk Engineering*, 10, 45-61.
- Schulze, D. (2011). Powders and Bulk Solids Flow Properties of Powders and Bulk Solids. Dans.
- Schulze, D. (2021). *Powders and bulk solids*. Springer.
- Schulze, D., & Schulze, D. (2021). Discussion of testers and test procedures. *Powders and bulk solids: behavior, characterization, storage and flow*, 187-234.
- Sehhat, M. H., Sutton, A. T., Yates, Z., & Leu, M. C. (2023). Experimental approach for development of a powder spreading metric in additive manufacturing. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 126(1-2), 371-380. doi: 10.1007/s00170-023-11120-x
- Seifi, M., Gorelik, M., Waller, J., Hrabe, N., Shamsaei, N., Daniewicz, S., & Lewandowski, J. J. (2017). Progress towards metal additive manufacturing standardization to support qualification and certification. *Jom*, 69, 439-455.
- Seifi, M., Salem, A., Beuth, J., Harrysson, O., & Lewandowski, J. J. (2016). Overview of materials qualification needs for metal additive manufacturing. *Jom*, 68, 747-764.
- Sendino, S., Martinez, S., Lartategui, F., Gardon, M., Lamikiz, A., & Gonzalez, J. J. (2022). Effect of powder particle size distribution on the surface finish of components manufactured by laser powder bed fusion. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 124(3-4), 789-799. doi: 10.1007/s00170-022-10423-9
- Seyda, V., Herzog, D., & Emmelmann, C. (2017). Relationship between powder characteristics and part properties in laser beam melting of Ti-6Al-4V, and implications on quality. *Journal of Laser Applications*, 29(2), 022311.
- Seyda, V., Kaufmann, N., & Emmelmann, C. (2012). Investigation of Aging Processes of Ti-6Al-4 V Powder Material in Laser Melting. *Physics Procedia*, 39, 425-431. doi: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2012.10.057>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1875389212025849>
- Shamsdini, S., Ghoncheh, M. H., & Mohammadi, M. (2021). Effect of recoater-blade type on the mechanical properties and microstructure of additively manufactured maraging steels. *Materials Science and Engineering: A*, 812. doi: 10.1016/j.msea.2021.141104

- Shi, Y., Li, Z., Sun, H., Huang, S., & Zeng, F. (2004). Effect of the properties of the polymer materials on the quality of selective laser sintering parts. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, 218(3), 247-252.
- Slotwinski, J. A., Garboczi, E. J., Stutzman, P. E., Ferraris, C. F., Watson, S. S., & Peltz, M. A. (2014). Characterization of metal powders used for additive manufacturing. *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology*, 119, 460.
- Snow, Z. K. (2018). Understanding Powder Spreadability in Powder Bed Fusion Additive Manufacturing.
- Soh, J. L., Liew, C. V., & Heng, P. W. (2006). New indices to characterize powder flow based on their avalanching behavior. *Pharmaceutical development and technology*, 11(1), 93-102.
- Spierings, A. B., Herres, N., & Levy, G. (2011). Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. *Rapid Prototyping Journal*.
- Spierings, A. B., & Levy, G. (2009). Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades. Dans *Proceedings of the Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium* (pp. 342-353). Austin, TX.
- Spierings, A. B., Voegtlin, M., Bauer, T., & Wegener, K. (2016). Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing. *Progress in Additive Manufacturing*, 1, 9-20.
- Spurek, M. A., Haferkamp, L., Weiss, C., Spierings, A. B., Schleifenbaum, J. H., & Wegener, K. (2021). Influence of the particle size distribution of monomodal 316L powder on its flowability and processability in powder bed fusion. *Progress in Additive Manufacturing*, 7(4), 533-542. doi: 10.1007/s40964-021-00240-z
- Strondl, A., Lyckfeldt, O., Brodin, H. k., & Ackelid, U. (2015). Characterization and control of powder properties for additive manufacturing. *Jom*, 67, 549-554.
- Sun, S., Brandt, M., & Easton, M. (2017). Powder bed fusion processes: An overview. *Laser additive manufacturing*, 55-77.
- Sun, Y. Y., Gulizia, S., Oh, C. H., Doblin, C., Yang, Y. F., & Qian, M. (2015). Manipulation and Characterization of a Novel Titanium Powder Precursor for Additive Manufacturing Applications. *Jom*, 67(3), 564-572. doi: 10.1007/s11837-015-1301-3

- Sutton, A. T., Kriewall, C. S., Karnati, S., Leu, M. C., & Newkirk, J. W. (2020). Characterization of AISI 304L stainless steel powder recycled in the laser powder-bed fusion process. *Additive Manufacturing*, 32, 100981. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100981>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221486041930987X>
- Sutton, A. T., Kriewall, C. S., Leu, M. C., & Newkirk, J. W. (2017). Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes. *Virtual and physical prototyping*, 12(1), 3-29.
- Tan, P., Shen, F., Tey, W. S., & Zhou, K. (2021). A numerical study on the packing quality of fibre/polymer composite powder for powder bed fusion additive manufacturing. *Virtual and physical prototyping*, 16(sup1), S1-S18. doi: 10.1080/17452759.2021.1922965. Repéré à <https://doi.org/10.1080/17452759.2021.1922965>
- Tang, H. P., Qian, M., Liu, N., Zhang, X. Z., Yang, G. Y., & Wang, J. (2015). Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting. *Jom*, 67(3), 555-563. doi: 10.1007/s11837-015-1300-4. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1300-4>
- Tian, X., Wu, L., Gu, D., Yuan, S., Zhao, Y., Li, X., . . . He, J. (2022). Roadmap for additive manufacturing: toward intellectualization and industrialization. *Chinese Journal of Mechanical Engineering: Additive Manufacturing Frontiers*, 100014.
- Urlea, V., & Brailovski, V. (2017). Electropolishing and electropolishing-related allowances for IN625 alloy components fabricated by laser powder-bed fusion. *The international journal of advanced manufacturing technology*, 92, 4487-4499.
- Vakifahmetoglu, C., Hasdemir, B., & Biasetto, L. (2021). Spreadability of Metal Powders for Laser-Powder Bed Fusion via Simple Image Processing Steps. *Materials (Basel)*, 15(1). doi: 10.3390/ma15010205. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/35009353>
- Van den Eynde, M., Verbelen, L., & Van Puyvelde, P. (2015). Assessing polymer powder flow for the application of laser sintering. *Powder Technology*, 286, 151-155.
- Vlasea, M. L., Lane, B., Lopez, F., Mekhontsev, S., & Donmez, A. (2015). Development of powder bed fusion additive manufacturing test bed for enhanced real-time process control. Dans *Proceedings of the international solid freeform fabrication symposium, Austin, TX, USA* (pp. 13-15).
- Vock, S., Klöden, B., Kirchner, A., Weißgärber, T., & Kieback, B. (2019). Powders for powder bed fusion: a review. *Progress in Additive Manufacturing*, 4, 383-397.

- Wang, L., Li, E. L., Shen, H., Zou, R. P., Yu, A. B., & Zhou, Z. Y. (2020). Adhesion effects on spreading of metal powders in selective laser melting. *Powder Technology*, 363, 602-610. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.12.048>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591019311532>
- Wang, L., Yu, A., Li, E., Shen, H., & Zhou, Z. (2021). Effects of spreader geometry on powder spreading process in powder bed additive manufacturing. *Powder Technology*, 384, 211-222. doi: 10.1016/j.powtec.2021.02.022
- Wei, C., Ma, X., Yang, X., Zhou, M., Wang, C., Zheng, Y., . . . Li, Z. (2018). Microstructural and property evolution of Ti6Al4V powders with the number of usage in additive manufacturing by electron beam melting. *Materials Letters*, 221, 111-114. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.03.124>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X18304890>
- Wilson, D. I. (2018). What is rheology? *Eye*, 32(2), 179-183. doi: 10.1038/eye.2017.267. Repéré à <https://doi.org/10.1038/eye.2017.267>
- Wohlers, T., Associates, W., Campbell, R. I., Diegel, O., Huff, R., & Kowen, J. (2020). *Wohlers Report 2020: 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry*. Wohlers Associates. Repéré à <https://books.google.ca/books?id=sRG7zQEACAAJ>
- Wohlers, T. T., Campbell, I., Diegel, O., Huff, R., & Kowen, J. (2022). *Wohlers Report 2022 3D Printing and Additive Manufacturing Global State of the Industry*.
- Wycisk, E., Solbach, A., Siddique, S., Herzog, D., Walther, F., & Emmelmann, C. (2014). Effects of defects in laser additive manufactured Ti-6Al-4V on fatigue properties. *Physics Procedia*, 56, 371-378.
- Xiang, Z., Zhang, M., Yan, R., Yin, Q., & Zhang, K. (2021). Powder-spreading dynamics and packing quality improvement for laser powder bed fusion additive manufacturing. *Powder Technology*, 389, 278-291. doi: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.05.036>. Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003259102100437X>
- Xue, K., Zheng, Y., Fan, B., Li, F., & Bai, C. (2013). The origin of granular convection in vertically vibrated particle beds: The differential shear flow field. *The European Physical Journal E*, 36, 1-11.
- Yadroitsev, I., & Yadroitsava, I. (2021). A step-by-step guide to the L-PBF process.
- Yang, L., Hsu, K., Baughman, B., Godfrey, D., Medina, F., Menon, M., & Wiener, S. (2017). *Additive manufacturing of metals: the technology, materials, design and production*. Springer.

- Yao, D., An, X., Fu, H., Zhang, H., Yang, X., Zou, Q., & Dong, K. (2021). Dynamic investigation on the powder spreading during selective laser melting additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, *37*, 101707.
- Yao, X. X., & Zhang, Z. (2022). Laser-particle interaction-based heat source model of laser powder bed fusion additive manufacturing. *Optics & Laser Technology*, *155*. doi: 10.1016/j.optlastec.2022.108402
- Yee, I. (2018). Powder Bed Surface Quality and Particle Size Distribution for Metal Additive Manufacturing and Comparison with Discrete Element Model.
- Yuasa, K., Tagami, M., Yonehara, M., Ikeshoji, T.-T., Takeshita, K., Aoki, H., & Kyogoku, H. (2021). Influences of powder characteristics and recoating conditions on surface morphology of powder bed in metal additive manufacturing. *The international journal of advanced manufacturing technology*, *115*(11-12), 3919-3932. doi: 10.1007/s00170-021-07359-x
- Yukimasa, T., & Takemori, S. (1989). A review of metal powder production. *Metallurgical Review of MMIJ*, *6*(2), 38-53.
- Zavala, J. M. R. (2012). Particle shape quantities and influence on geotechnical properties— A review. *Lulea University of Technology*.
- Zhang, B., & Coddet, C. (2015). Selective Laser Melting of Iron Powder: Observation of Melting Mechanism and Densification Behavior Via Point-Track-Surface-Part Research. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, *138*(5). doi: 10.1115/1.4031366. Repéré à <https://doi.org/10.1115/1.4031366>
- Zhang, J., Tan, Y., Bao, T., Xu, Y., Xiao, X., & Jiang, S. (2020). Discrete Element Simulation of the Effect of Roller-Spreading Parameters on Powder-Bed Density in Additive Manufacturing. *Materials (Basel)*, *13*(10). doi: 10.3390/ma13102285. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/32429173>
- Zhang, J., Tan, Y., Bao, T., Xu, Y., Xiao, X., & Jiang, S. (2020). Discrete Element Simulation of the Effect of Roller-Spreading Parameters on Powder-Bed Density in Additive Manufacturing. *Materials*, *13*(10), 2285. Repéré à <https://www.mdpi.com/1996-1944/13/10/2285>
- Zhang, J., Tan, Y., Xiao, X., & Jiang, S. (2022). Comparison of roller-spreading and blade-spreading processes in powder-bed additive manufacturing by DEM simulations. *Particuology*, *66*, 48-58. doi: 10.1016/j.partic.2021.07.005
- Zhou, J., Zhang, Y., & Chen, J. (2009). Numerical simulation of laser irradiation to a randomly packed bimodal powder bed. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, *52*(13-14), 3137-3146.

- Ziaee, M., & Crane, N. B. (2019). Binder jetting: A review of process, materials, and methods. *Additive Manufacturing*, 28, 781-801.
- Ziegelmeier, S., Christou, P., Wöllecke, F., Tuck, C., Goodridge, R., Hague, R., . . . Wintermantel, E. (2015). An experimental study into the effects of bulk and flow behaviour of laser sintering polymer powders on resulting part properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 215, 239-250.
- Ziri, S., Hor, A., & Mabru, C. (2021). Effect of powder size and processing parameters on surface, density and mechanical properties of 316L elaborated by Laser Powder Bed Fusion.