Fabrication directe de pièces aéronautique en TA6V et IN718

Julie Maisonneuve

▶ **To cite this version:**

Julie Maisonneuve. Fabrication directe de pièces aéronautique en TA6V et IN718. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008. Français. NNT : 2008ENMP0006 . tel-03173887

HAL Id: tel-03173887

https://pastel.hal.science/tel-03173887

Submitted on 18 Mar 2021

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

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

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale SMI n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Julie MAISONNEUVE

le 27 novembre 2008

FABRICATION DIRECTE DE PIECES AERONAUTIQUES EN TA6V ET IN718 : PROJECTION ET FUSION SELECTIVE PAR LASER

Directeur de thèse : **Christophe COLIN**
Co-encadrement de la thèse : **Yves BIENVENU**

Jury

M. André PINEAU, Ecole des Mines de Paris	Président
M. Philippe BERTRAND, ENISE Saint Etienne	Rapporteur
Mme. Elisabeth GAUTIER, Ecole des Mines de Nancy	Rapporteur
M. Jean-Yves GUEDOU, Snecma	Examinateur
M. Guy REUMONT, Polytech'Lille	Examinateur
M. Gilles SURDON, Dassault Aviation	Examinateur
M. Christophe COLIN, Ecole des Mines de Paris	Examinateur
M. Yves BIENVENU, Ecole des Mines de Paris	Examinateur

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux
Evry

Un grand merci …

Je tiens tout d'abord à remercier M. J.P.Trottier et M. E. Busso de m'avoir donné les moyens de réaliser cette thèse au centre des Matériaux.

Je souhaite remercier M. Yves Bienvenu de m'avoir accueillie dans son groupe de recherche et d'avoir encadré cette thèse.

Je remercie également les interlocuteurs du projet PROFIL dans lequel se sont inscrits ces travaux de thèse : M. Gilles Surdon (Dassault Aviation), M. Jean-François Fromentin (Snecma), Mme Laetitia Kirschner (EADS), M. Philippe Corre (EUROCOPTER), M. Gérard Saussereau (MBDA) et M. Pascal Aubry (GIP Gérailp).

J'exprime ma reconnaissance à M. André Pineau (Ecoles des Mines de Paris) pour avoir accepter de présider le jury de thèse. Un grand merci à Mme Elisabeth Gautier (Ecole des Mines de Nancy) et à M. Phillippe Bertrand (ENISE) qui m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de ces travaux. Merci à M. Jean-Yves Guedou (Snecma), M. Guy Reumont (Polytech'Lille) et M. Gilles Surdon (Dassault Aviation) d'avoir été les examinateurs de ces travaux. Merci à tous pour vos précieux conseils et commentaires.

Un grand merci à mon directeur de thèse Christophe Colin pour tout ce qu'il m'a appris pendant ces trois ans de thèse, pour ses précieux conseils, la confiance qu'il m'a accordée et pour son sens de la rigueur.

Je souhaite également remercier les membres du Centre des matériaux qui ont contribué à l'aboutissement de cette étude et qui ont permis que ces trois années soient riches d'enseignements.

Un grand merci aux thésards du centre avec qui j'ai partagé de bons moments, en particulier mes compères du C133… J'ai une pensée toute particulière pour Momo et Sisi : merci les filles pour votre bonne humeur permanente et pour tous nos fous rires !

Je remercie également tous mes potos d'avoir été là, comme vous êtes, tout simplement : Isa, Marie, Stef, Féfé, Vivi, Isa, Elody, Karyne, … et tous ceux que j'oublie.
Merci à tous ceux qui m'ont fait l'honneur d'être présents à ma soutenance.

Et enfin, merci à toi mon Chris pour ta présence, ton soutien sans limite, ton infinie patience et ton humour pendant toutes ces années.

Julie

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE 13

1 LA FABRICATION DIRECTE 18

1.1 PRINCIPE, INTERETS ECONOMIQUES ET TECHNOLOGIQUES DE LA FABRICATION RAPIDE 19
1.1.1 Avantages des technologies de fabrication directe 20
1.1.2 Limites des technologies de fabrication directe 21
1.1.3 Applications des technologies de fabrication directe 22
1.2 LES TECHNIQUES DE FABRICATION RAPIDE 25
1.2.1 Procédés lit de poudre 25
1.2.1.1 Le frittage sélectif par laser : Selective Laser Sintering SLS 25
1.2.1.2 La fusion sélective par laser : Selective Laser Melting SLM 25
1.2.1.3 La fusion sélective par faisceaux d'électrons : EBM (procédé Arcam) 29
1.2.2 Projection laser : Direct Metal Deposition DMD 29
1.2.3 Autres procédés de fabrication directe 32
1.2.3.1 Le dépôt fil : FDM 32
1.2.3.2 Imprimante 3D : 3D-printing 33
1.2.3.3 La stéréolithographie : SLA 33
1.2.3.4 Empilement de feuilles : LOM 34
1.3 CONCLUSION DU CHAPITRE 35

2 MATERIAUX D'ETUDE 37

2.1 LE TITANE ET SES ALLIAGES 38
2.1.1 Les alliages de titane 38
2.1.1.1 Structure et propriétés du titane pur 38
2.1.1.2 Effets des éléments d'addition 40
2.1.1.3 Classification des alliages de titane 43
2.1.1.4 Les différentes phases des alliages de titane 47
2.1.1.5 Influence de la microstructure sur les propriétés d'emploi 48
2.1.2 Le TA6V 49
2.1.2.1 Microstructure du TA6V 50
2.1.2.2 Propriétés mécaniques du TA6V 60
2.1.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés du TA6V 63
2.2 LE NICKEL ET SES ALLIAGES 67
2.2.1 Les superalliages base nickel 67
2.2.1.1 Effets des éléments d'addition 67
2.2.1.2 Phases rencontrées dans les superalliages base nickel 70
2.2.1.3 Propriétés physiques et mécaniques des superalliages base nickel 72
2.2.2 L'Inconel 718 72
2.2.2.1 Métallurgie de l'Inconel 718 73
2.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques de l'Inconel 718 80
2.2.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés de l'Inconel 718 82
2.3 ETUDE DES POUDRES UTILISEES EN FABRICATION DIRECTE 84
2.3.1 Poudre de projection laser en TA6V (TLS Technik) 84
2.3.1.1 Analyse métallurgique et morphologique 84
2.3.1.2 Analyse de la granulométrie 85
2.3.1.3 Analyse thermique différentielle 86
2.3.2 Poudre de projection laser d' IN718 (Sulzer Metco) 87
2.3.2.1 Analyse métallurgique et morphologique 87
2.3.2.2 Analyse de la granulométrie 87
2.3.2.3 Analyse thermique différentielle 88
2.3.3 Poudre de fusion sélective par laser d'AlSi10Mg (TLS Technik) 89
2.3.3.1 Analyse métallurgique et morphologique 89
2.3.3.2 Analyse de la granulométrie 90

2.3.3.3 Analyse thermique différentielle 90
2.3.4 *Recyclage des poudres* 91
2.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 92

3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LA FABRICATION DIRECTE 94

3.1 TECHNIQUES D'ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE 95
3.2 MICROSTRUCTURES GENEREES EN PROJECTION LASER 97
3.2.1 *Histoire thermique d'un mur lors de sa construction* 97
3.2.1.1 Définition de l'émissivité 97
3.2.1.2 Principe du pyromètre laser 97
3.2.1.3 Instrumentation d'un mur pendant sa construction 99
3.2.2 *Analyse métallurgique des murs projetés en TA6V* 104
3.2.2.1 Indices métallurgiques 104
3.2.2.2 Microstructure et macrostructure du TA6V projeté laser 108
3.2.2.3 Défauts caractéristiques 119
3.2.2.4 Sélection des optima de projection 120
3.2.3 *Analyse métallurgique des murs projetés en Inconel 718* 127
3.2.3.1 Microstructure 127
3.2.3.2 Défauts caractéristiques 132
3.2.3.3 Sélection des optima de projection 134
3.3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LES PROCEDES LIT DE POUDRE 139
3.3.1 *Indices métallurgiques* 140
3.3.2 *Microstructures* 141
3.3.2.1 Microstructures du TA6V obtenues par procédés lit de poudre SLM et EBM 141
3.3.2.2 Microstructures de l'Inconel 718 obtenues par SLM 144
3.3.2.3 Microstructures de l'AlSi10Mg obtenues par SLM 147
3.3.3 *Défauts caractéristiques* 149
3.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 150

4 COMPREHENSION DES PHENOMENES THERMIQUES MIS EN JEU LORS DE LA PROJECTION LASER .. 153

4.1 PRINCIPE DE L'INTERACTION LASER-MATIERE 154
4.1.1 *Interaction laser-poudre* 156
4.1.1.1 Principe de l'interaction laser-poudre : les différentes contributions 156
4.1.1.2 Approximation de la température des particules : projection laser du TA6V 159
4.1.2 *Modélisation de l'interaction laser-poudre* 160
4.1.2.1 Evolution de la vitesse d'une particule au cours de sa phase de chute 162
4.1.2.2 Bilan thermique d'une particule 162
4.1.2.3 Méthode de résolution 163
4.1.2.4 Résultats 164
4.1.2.5 Limites du modèle 168
4.1.2.6 Synthèse : évolution de la température des particules durant leur chute 169
4.2 BILAN THERMIQUE DU PROCEDE DE PROJECTION LASER 170
4.2.1 *Détermination des pertes thermiques par la prise en compte d'indices métallurgiques* 170
4.2.1.1 Evaluation de la profondeur affectée thermiquement : Approche par l'équation de Rosenthal 170
4.2.1.2 Evaluation du rendement énergétique du procédé 171
4.2.1.3 Evaluation des températures moyennes atteintes par les diverses zones métallurgiques : calcul des pertes thermiques par conduction 172
4.2.1.4 Etablissement des pertes thermiques par convection et rayonnement 174
4.2.1.5 Applications à deux paramétries 174
4.3 CONCLUSION DU CHAPITRE 176

5 ETUDE PARAMETRIQUE DE LA PROJECTION LASER 178

5.1 DESCRIPTION DU PROCEDE 179
5.1.1 *Paramètres du procédé* 179
5.1.1.1 Paramètres d'entrée 179
5.1.1.2 Paramètres de sortie 180

5.1.2 *Réglage du poste de travail* ... 182
5.2 ETUDE PARAMETRIQUE DU SECOND ORDRE ... 184
5.2.1 *Influence de l'incrément de montée en Z* ... 184
5.2.2 *Optimisation de la configuration de travail* ... 187
5.2.2.1 Influence de la défocalisation laser ... 187
5.2.2.2 Influence de la défocalisation poudre ... 189
5.2.2.3 Influence de la distance de travail ... 191
5.2.3 *Influence de la buse de projection* ... 193
5.2.4 *Influence des temporisations* ... 194
5.2.5 *Influence du substrat* ... 197
5.2.6 *Influence de la granulométrie de la poudre* ... 197
5.3 ETUDE PARAMETRIQUE DU PREMIER ORDRE ... 200
5.3.1 *Etude paramétrique du 1er ordre sur géométrie 1D : le cordon* ... 200
5.3.1.1 Approche expérimentale ... 201
5.3.1.2 Modèle phénoménologique ... 206
5.3.2 *Etude paramétrique du 1er ordre sur géométrie 2D : le mur* ... 208
5.3.2.1 Approche expérimentale ... 208
5.3.2.2 Modèle phénoménologique ... 210
5.4 CONCLUSION DU CHAPITRE ... 214

6 TRAITEMENTS THERMIQUES ET CARACTERISATION MECANIQUE ... 216

6.1 OPTIMISATION DES TRAITEMENTS THERMIQUES ... 217
6.1.1 *Démarche de l'étude* ... 217
6.1.2 *Optimisation des traitements thermiques du TA6V* ... 218
6.1.2.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées ... 220
6.1.2.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées ... 223
6.1.3 *Optimisation des traitements thermiques de l'Inconel 718* ... 225
6.1.3.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées ... 226
6.1.3.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées ... 231
6.1.4 *Traitements thermiques de l'AlSi10Mg* ... 231
6.2 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE ... 232
6.2.1 *Caractérisation mécanique du TA6V* ... 234
6.2.1.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication ... 234
6.2.1.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques ... 236
6.2.2 *Caractérisation mécanique de l'Inconel 718* ... 244
6.2.2.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication ... 244
6.2.2.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques ... 245
6.2.3 *Caractérisation mécanique de l'AlSi10Mg* ... 251
6.3 CONCLUSION DU CHAPITRE ... 254

7 APPLICATIONS INDUSTRIELLES ... 256

7.1 REALISATION DE DEMONSTRATEURS PAR FABRICATION DIRECTE ... 257
7.2 EXPERTISE METALLURGIQUE DE PIECES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE ... 258
7.2.1 *Pièces obtenues par fusion selective par laser* ... 258
7.2.1.1 Porte moteur F7X en AlSi10Mg ... 258
7.2.1.2 Support d'équipement en TA6V ... 263
7.2.2 *Pièces obtenues par projection laser* ... 267
7.2.2.1 Ferrure Tigre projetée en TA6V ... 268
7.2.2.2 Ferrure Tigre projetée en IN718 : Expertise d'une âme brute de fabrication ... 273
7.3 FAISABILITE DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE ... 275
7.3.1 *Démarche utilisée pour la fabrication directe de pieces saines* ... 275
7.3.2 *Etude économique de la fabrication directe* ... 277
7.4 CONCLUSION DU CHAPITRE ... 280

CONCLUSION GENERALE ... 282

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
AM	Additive Manufacturing
ARCAM (=EBM)	Fusion sélective par faisceaux d'électrons
ATD	Analyse Thermique Différentielle
BSE	BackScattered Electrons : mode électrons rétro-diffusés au MEB
BT	Basse Température
CAO	Conception Assistée par Ordinateur
CFAO	Conception Fabrication Assistée par Ordinateur
CLFA	Centre Laser Franco-Allemand
CMM	Composites à matrice métallique
CN	Commande Numérique
CVE	Dépôt fil par faisceaux d'électrons
DLM	Direct Laser Manufacturing
DLW	Dépôt fil par laser
DMD	Direct Metal Deposition : projection laser
DR	Double Revenu de l'IN718
DRX	Diffraction des Rayons X
EBM (=ARCAM)	Electron Beam Melting
EBSD	Electrons BackScattered Diffraction
EDM	Electrical Discharge Machining ou électro-érosion
EDS	Spectrométrie X à sélection d'énergie
FDM	Fused Deposition Modelling
HIP	Hot Isostatic Pressing
HSM (=UGV)	High Speed Milling
HT	Haute Température
IR	Infra-Rouge
IS	Intervalle de Solidification
LENS	Laser Engineering Net shaping
Limoges (machine)	Banc expérimental de projection du Gérailp
LM	Layered Manufacturing
LOM	Laminated Object Manufacturing
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique en Transmission
MIM	Metal Injection Molding
MO	Microscopie Optique
OPTOMEC	Machine industrielle de projection laser
PFL	Point Focal Laser en DMD
PFP	Point Focal Poudre en DMD
PROFIL	PROjection et FrIttage Laser
PVDm	Paramétrie Puissance -Vitesse de balayage -Débit massique en projection laser
R	Revenu en température lors des traitements thermiques
RMS	Remise en solution lors des traitements thermiques
RP	Rapid Prototyping
SE	Secondary Electrons : mode électrons secondaires au MEB
SGC	Solid Groung Curing
SL	Sens long = sens parallèle aux couches
SLA	Stereo-Lithography Apparatus
SLM	Selective Laser Melting : fusion sélective par laser

SLS	Selective Laser Sintering : frittage laser
SMD	Dépôt fil par arc électrique
ST	Sens travers = sens perpendiculaire aux couches
STL	STereoLithography file
TRC	Diagramme Transformation-Refroidissement-Continu
TTT	Diagramme Temps-Température-Transformation
UGV (=HSM)	Usinage Grande Vitesse
UV	Ultra-Violet
WDS	Wavelength Dispersive Spectrometer : spectromètre à dispersion de longueur d'onde au moyen de la microsonde de Castaing
ZAT	Zone Affectée Thermiquement
ZR	Zone Refondue
STQ	Solution heat treated and quentched
TCP	Topologically compact Phases
FRS	Fenêtre de Remise en Solution
ε	Emissivité

Liste des paramètres

Abrev.	Signification	unité
N	Nombre de couches consolidées ou fusionnées	-
$\Delta Z_{déposé}$	Hauteur de poudre prélevée dans le bac de distribution puis déposée dans le bac de fabrication en SLM	µm
$\Delta Z_{raclé}$	Hauteur de la couche de poudre après raclage dans le bac de fabrication en SLM	µm
$\Delta Z_{compacté}$	Hauteur de la couche de poudre après compactage dans le bac de fabrication en SLM	µm
$\Delta Z_{à\ laser}$	Hauteur de la couche de poudre avant lasage, après avoir été déposée, raclée puis compactée par le système de mise en couche de SLM, et enfin positionnée à la défocalisation laser souhaitée (ΔZ_o)	µm
ΔZ_o	Défocalisation du faisceau laser en fusion sélective par laser	µm
ΔZ_{cons}	Hauteur de la couche de poudre après lasage dans le bac de fabrication en SLM	µm
x	Distance parcourue par les particules de poudre durant leur trajet de la sortie de la buse au bain liquide	mm
Vo	Vitesse des particules en sortie de buse	mm/min
t_{vol}	Temps de vol des particules de poudre pour parcourir x	
WD	Distance de travail : distance entre la sortie de la buse et la surface de travail	mm
t_{bal}	Temps d'interaction du faisceau laser avec le bain liquide et les particules de poudre qui ont atteint le bain	s
t_{th}	Temps de thermalisation	s
S_e	Section efficace des particules de poudre	mm^2
T_{mp}	Température moyenne atteinte par les particules de poudre lors de leur trajet buse-bain liquide	°C
D_p	Diamètre moyen des particules de poudres	µm
r_p	Rayon des particules de poudre	µm
ΔH_f	Enthalpie de fusion	$J.g^{-1}$
k	Coefficient de conduction thermique du gaz	$W.m^{-1}.K^{-1}$
h	Coefficient de convection entre les particules de poudre et le gaz	-

λ	Longueur d'onde	µm
Ra	Rugosité moyenne ou rugosité arithmétique	µm
Rt	Rugosité maximale : écart maximum entre le creux le plus profond et la bosse la plus haute	µm
P ou P_f	Puissance délivrée par le faisceau laser	W
V	Vitesse de balayage du faisceau laser en DMD	mm/min
Ev	Ecart vecteur : écart entre deux cordons lasés successifs	µm
Dm	Débit massique de poudre en DMD	g/min
ρ	Masse volumique	g/cm^3
T_f	Température de fusion	°C
ΔH_f	Chaleur latente de fusion	$J.g^{-1}$
T_{eb}	Température d'ébullition	°C
Z	Numéro atomique	
r_c	Rayon de covalence	Å
Ei	Energie d'ionisation (M en M+)	$kJ.mol^{-1}$
T_f	Température de fusion	°C
T_β	Transus β	°C
M	Masse molaire	$g.mol^{-1}$
ΔHs	Chaleur de sublimation (S→V)	$J.g^{-1}$
ΔHv	Chaleur de vaporisation (L→V)	$J.g^{-1}$
ΔHf	Chaleur latente de fusion (S→L)	$J.g^{-1}$
ΔHtr	Chaleur latente de transition ($\alpha \rightarrow \beta$)	$J.g^{-1}$
Cps	Capacité calorifique massique du solide	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Cpl	Capacité calorifique massique (à Tf)	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
α	Coefficient de dilatation linéaire (à 20°C)	K^{-1}
λ	Conductivité thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
γ_{LV}	Tension de surface du liquide (à Tf)	$N.m^{-1}$
η	Viscosité dynamique du liquide (à Tf)	$N.s.m^{-2}$
Ω	Résistivité électrique	µΩ.cm
K	Susceptibilité magnétique	-
ν	Coefficient de Poisson	-
E	Module d'Young	GPa
G	Module de torsion	GPa
$Rp_{0.2}$	Limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique (=YS)	MPa
Rm	Résistance maximale à la traction (=UTS)	MPa
A%	Allongement à la rupture	%
σ_D	Limite d'endurance en traction à 10^7 cycles en %Rm	%
K_{IC}	Ténacité	$MPa.m^{1/2}$
$\Delta V/V$	Changement de volume lors d'un changement de phase	%
Al_{eq}	Pourcentage pondéral d'éléments alphagènes équivalent à une teneur en Al dans les alliages de titane	%
Mo_{eq}	Pourcentage pondéral d'éléments bêtagènes équivalent à une teneur en Mo dans les alliages de titane	%
Ms	Martensite Start : début de la transformation martensitique	°C
Mf	Martensite Finish : fin de la transformation martensitique	°C
K	Diffusivité thermique $K = \lambda/\rho.Cps$	$m^2.s^{-1}$
HV	Dureté Vickers	
Izod	Résistance à l'impact (Charpy)	J
Md	Température à partir de laquelle la phase bêta a une composition en éléments bêtagènes telle qu'elle peut être retenue de façon métastable à l'ambiante	°C
Z%	Striction à rupture (=RA)	%

d_{10}	Diamètre des particules pour 10% de fréquence cumulée d'une distribution de poudre	µm
d_{50}	Diamètre des particules pour 50% de fréquence cumulée d'une distribution de poudre	µm
d_{90}	Diamètre des particules pour 90% de fréquence cumulée d'une distribution de poudre	µm
T_S	Température de solidus	°C
T_L	Température de liquidus	°C
T_e	Température eutectique	°C
V_p	Vitesse des particules de poudre	$m.s^{-1}$
D_{gp}	Débit du gaz porteur des particules de poudre	$l.min^{-1}$
M_p	Masse des particules de poudre	g
Vgp	Vitesse du gaz porteur	$m.s^{-1}$
E_{ap}	Energie absorbée par les particules de poudre	J
ϕ_L	Diamètre du faisceau laser	µm
ϕ_P	Diamètre du faisceau des particules de poudre	µm
P_{ap}	Partie de la puissance laser qui est absorbée par les particules de poudre	W
P_{rp}	Partie de la puissance laser qui est réfléchie par les particules de poudre	W
P_{dp}	Partie de la puissance laser qui est dissipée par les particules de poudre	W
$P_{échauf}$	Partie de P_{ap} qui sert à élever la température voire fondre les particules de poudre	W
P_{pertes}	Partie de P_{ap} qui est dissipée par convection et rayonnement par les particules de poudres lors de leur vol	W
P_{trans}	Partie de la puissance laser qui est transmise au niveau du mur/substrat	W
P_{rm}	Partie de la puissance laser qui est réfléchie par le mur et le substrat	W
P_{utile}	Partie de la puissance laser transmise au mur et effectivement utilisée pour sa construction	W
T_{moy}	Température moyenne atteinte par le bain liquide	°C
T_{pic}	Température maximale atteinte par le bain liquide	°C
$a_{\%}$	Atténuation du faisceau laser par le nuage de particules de poudre	%
E_f	Energie fournie par le laser	J
β	Coefficient d'atténuation de l'énergie (Beer-Lambert)	
Nb	Concentration volumique des particules	μm^{-3}
m	Masse de poudre	g
Rm	Rendement massique	%
Rmg	Rendement massique géométrique	%
T_{amb}	Température ambiante	°C
A	Absorbance	%
U	Vitesse du gaz protecteur	$m.s^{-1}$
α	Demi-angle de divergence du faisceau laser	°
Re	Nombre de Reynolds	
C_d	Coefficient de traînée	
ρ_g	Masse volumique du gaz	$kg.m^{-3}$
μ	Viscosité dynamique du gaz	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
h	Coefficient de convection	$W.m^{-1}.K^{-1}$
k	Conduction thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
ΔZ	Incrément de montée en Z de la buse en projection laser	µm
T_o	Température de recuit	°C
T_o^{isoth}	Température de recuit isotherme	°C

$T_o^{anisoth}$	Température de recuit anisotherme	°C
d_{bain}	Longueur caractéristique du bain liquide	mm
Happ	Hauteur apparente des couches	µm
eapp	Epaisseur apparente des couches	mm
R	Réflectivité	%
η	Rendement énergétique du procédé DMD	%
S	Surface du mur qui rayonne	mm^2
El_{constr}	Energie linéique de contruction	$J.mm^{-1}$
T_{ZAT}	Température de la ZAT	°C
H_{ZAT}	Hauteur de la ZAT	µm
H_{ZR}	Hauteur de la Zone Refondue	µm
H_{DIL}	Hauteur de la zone de dilution	µm
V_{trempe}	Vitesse de trempe du bain liquide	$°C.s^{-1}$
V_{recuit}	Vitesse de recuit des couches	$°C.s^{-1}$
Dv	Débit volumique de poudre	$cm^3.min^{-1}$
El	Energie linéique	$J.mm^{-1}$
Em	Energie massique	$J.g^{-1}$
Ml	Masse linéique	$g.mm^{-1}$
I	Intensité laser ou densité de puissance	$W.mm^{-2}$
Es	Energie surfacique	$J.mm^{-2}$
$Defoc_L$	Défocalisation laser en DMD	mm
$Defoc_P$	Defocalisation poudre en DMD	mm
t_{fab}	Temps de fabrication	min
t_{tempo}	Temps de temporisation	s
t_{proj}	Temps de projection	min
V_{const}	Vitesse de construction	$mm.min^{-1}$
R_{th}	Rendement théorique	%
Dg	Débit de gaz protecteur	$l.min^{-1}$
δ	Demi-angle de convergence du faisceau des particules de poudre	°
D%	Taux de dilution	%
Sapp	Surface apparente du cordon	mm^2
Vol_{bain}	Volume du dernier bain liquide	mm^3
Γ	Beam expender	
θ	Angle de mouillage	°
θ	Orientation d'une couche à l'autre	°
θ	Angle de diffraction	°
a, b, c	Paramètres cristallins	Å
HRC	Dureté Rockwell	
D_o	Taille de grains initiale	µm
Md	Température de trempe dans le domaine $\alpha+\beta$ à partir de laquelle β est métastable	°C
ε	Emissivité	-
$V_{montée}$	Vitesse de montée en température	$°C.s^{-1}$
S_{sup}	Surface supérieure du dernier bain liquide	mm^2
S_{lat}	Surface latérale du dernier bain liquide	mm^2
Nu	Coefficient de Nusselt	-
Pr	Nombre de Prandtl	-
σ	Constante de Stefan-Boltzmann	
Δt_f	Durée du changement d'état	s
Tg	Température du gaz	°C
A_L	Absorbance du liquide	%
A_S	Absorbance du solide	%

INTRODUCTION GENERALE

Contexte de l'étude

Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit ont été menés dans le cadre du projet PROFIL (PROjection et FrIttageLaser) qui concerne deux technologies de fabrication directe : la projection laser (DMD) et la fusion sélective par laser (SLM), également appelée par abus de langage « frittage laser ».

Ce projet de 4 ans est mené en collaboration avec Snecma, Dassault Aviation, EADS, Eurocopter, MBDA, Phenix Systems, le GIP-Gérailp qui dispose des moyens laser, et le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris.

Le projet PROFIL fait suite aux travaux menés depuis 1998 dans le cadre du groupe GIFAS « Stéréo-Métal ». Ce groupe de travail a mis en évidence le potentiel qu'offraient deux procédés émergeants, la projection et la fusion sélective par laser, pour la fabrication directe de pièces métalliques.

Les technologies de fabrication directe (Direct Laser Manufacturing, DLM) ont été développées depuis les années 90 à partir des techniques de prototypage rapide (Rapid Prototyping, RP). Ce sont des technologies en plein essor qui proposent de nouvelles perspectives pour la production de pièces pour l'industrie. Elles représentent en effet une alternative intéressante aux procédés conventionnels de fabrication pour répondre à des exigences technico-économiques croissantes des entreprises qui cherchent à maintenir leur compétitivité en diminuant les coûts et délais de fabrication.

L'objectif de la fabrication directe est de réaliser de façon rapide, flexible et automatisée, des pièces fonctionnelles qui répondent à des exigences en termes de géométrie, d'état de surface et de propriétés d'emploi. On cherche à optimiser ces procédés de façon à ce que les propriétés d'une pièce issue de la fabrication directe soient équivalentes à celles de la même pièce issue de procédés classiques d'élaboration.

Le point commun à toutes les technologies de fabrication directe est l'utilisation du modèle en trois dimensions issu de la conception assistée par ordinateur (CAO) de la pièce à réaliser. La pièce est alors construite couches par couches à partir des donnés du modèle CAO par ajout de matière (technologies additives : Additive Manufacturing, AM) ou bien par suppression progressive de matière (technologies soustractives).
Le matériau est apporté sous forme de poudre, de liquide ou de fil, et est consolidé au moyen d'un laser, d'un faisceau d'électrons, d'un plasma ou bien d'un arc électrique. Ces technologies offrent la possibilité d'utiliser une large gamme de matériaux : métaux, céramiques, polymères, matériaux composites et matériaux à gradient de composition. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés, dans le cadre du projet PROFIL, à deux technologies additives que sont la projection laser (DMD) et la fusion sélective par laser (SLM).

Le but du projet PROFIL est de développer ces deux technologies de fabrication directe de manière à les amener du stade expérimental à un stade pré-industriel en vue d'élaborer des pièces, pour l'industrie aéronautique civil et militaire, en bonne matière, avionnables, près des cotes (near-net shape) et sans avoir recours à des outillages. Les matériaux mis en œuvre dans ce projet sont principalement le TA6V et l'Inconel 718.

Ainsi, le projet s'articule autour de plusieurs axes, décrits sur l'organigramme présenté Figure 1, qui visent à développer les deux technologies de fabrication directe vers leur industrialisation.

Après le développement des moyens de fabrication, une série d'études amont a été entreprise afin d'appréhender les deux procédés et de définir des conditions de construction optimales. Une étude paramétrique a ensuite été menée afin d'identifier l'influence des paramètres les plus significatifs. L'ensemble de ces études a permis de déterminer des optima de construction en vue de l'élaboration de pièces (ou démonstrateurs) et d'éprouvettes mécaniques.

Des éprouvettes ont donc été construites pour être caractérisées mécaniquement en traction et fatigue oligocyclique à l'ambiante. Une étape d'adaptation des traitements thermiques a été menée afin d'optimiser les propriétés mécaniques.

Des démonstrateurs en bonne matière à l'échelle 1 ont été fabriqués afin d'évaluer la faisabilité et l'intérêt de ces deux procédés. Certains ont été expertisés métallurgiquement et d'autres utilisés pour des essais structuraux. Des moyens de fabrication hors PROFIL ont été également évalués pour la production d'éprouvettes et de démonstrateurs de manière à effectuer une étude comparative des différentes machines disponibles sur le marché. L'ensemble de ces données a alimenté l'étude technico-économique de ces procédés.

L'évaluation de la qualité des pièces fabriquées, que ce soit dans le cadre de la production des éprouvettes et des démonstrateurs ou bien lors de l'étape d'optimisation des procédés, a été évaluée par examens métallurgique, dimensionnelle, surfacique et éventuellement par la mise en place de CND adaptés aux défauts rencontrés.

En parallèle, une modélisation du procédé de projection laser a été menée. Une modélisation par différence finies a permis de d'évaluer l'interaction laser/poudre en amont du bain liquide et d'établir un bilan thermique dans un mur en construction. Une modélisation par éléments finis a été entreprise afin de prévoir la microstructure (phases et taille de grains) de la pièce, d'estimer les contraintes résiduelles et de prévoir les déformations des pièces à l'issue de la fabrication (pièces fines, élancées et peu bridées) ou à l'issue de post-traitements thermiques (pièces massives ou fines fortement bridées). L'objectif de la modélisation est de faciliter le choix d'une stratégie de construction adaptée à la pièce, de déterminer les traitements thermiques adaptés aux matériaux concernés et aux spécifications de tenue en service de la pièce et enfin de définir une stratégie de définition et conception des pièces à fabriquer.

Plan de la thèse

Les travaux menés dans le cadre de cette thèse visent à répondre à un certain nombre de tâches du projet PROFIL.

Nous avons tout d'abord examiné de façon non exhaustive dans le chapitre 1 les procédés de fabrication directe, en particulier la projection et la fusion sélective par laser. Nous détaillerons les avantages et les limitations de ces technologies ainsi que leurs applications.

Le chapitre 2 vise à étudier les deux principaux alliages utilisés dans le cadre du projet PROFIL : le TA6V et l'Inconel 718. Cette synthèse bibliographique permettra d'appréhender les conséquences des conditions thermiques particulières mises en jeu lors de la fabrication directe sur la métallurgie des deux alliages. Ainsi, l'étude bibliographique sera focalisée tout particulièrement sur les changements de phase des deux alliages intervenant d'une part lors de la solidification et d'autre part lors des recuits et des refroidissements ultérieurs. L'influence de l'oxygène sur les propriétés des deux alliages sera également étudiée car la contamination en oxygène est un des risques induits par la fabrication directe. Les poudres utilisées pour la fabrication en DMD et SLM seront également caractérisées en termes de répartition granulométrique, taille moyenne, morphologie, état métallurgique, intervalle de solidification et clauses de réception puis recyclage.

Le chapitre 3 relate l'étude de la microstructure du TA6V, de l'Inconel 718 et de l'AlSi10Mg et les phénomènes métallurgiques engendrés par les technologies de fabrication directe telle que la projection laser (DMD), la fusion sélective par laser (SLM) et par faisceau d'électrons (EBM). Une instrumentation du procédé de projection laser a permis de caractériser l'histoire thermique d'un mur lors de sa construction et

ainsi d'appréhender les changements de phases qui s'y produisent. Les éprouvettes expertisées métallurgiquement dans ce chapitre ont été fabriquées avec les moyens du projet PROFIL ou bien ont été sous-traitées auprès de fabricants extérieurs. Une tentative de comparaison des gammes paramétriques utilisées pas ces deux procédés (DMD et SLM) sera réalisée. L'établissement de critères énergétiques s'avère en effet très utile pour la compréhension de la thermique et des changements microstructuraux engendrés par ces procédés.

Les microstructures hors d'équilibre obtenues de façon systématique aussi bien en projection laser (DMD) qu'en fusion sélective par laser (SLM) résultent de conditions thermiques particulières. L'objectif du chapitre 4 est de comprendre les phénomènes thermiques mis en jeu lors de la projection laser afin de pouvoir les contrôler et ainsi maîtriser les microstructures. Pour cela, il convient d'évaluer l'interaction du faisceau laser avec la matière, qu'il s'agisse du substrat ou du mur en construction ou bien des particules de poudre. A partir de ces considérations, le bilan thermique du procédé de projection laser sera établi de façon à estimer le rendement énergétique du procédé et à expliquer les microstructures (phases) et macrostructures (grains) présentées dans le chapitre précédent.

L'objet du chapitre 5 est d'apprécier l'influence des paramètres du procédé de projection laser sur les caractéristiques géométrique et métallurgique de la pièce produite ainsi que sur des critères économiques tels que le rendement massique (rendement de fusion). Dans un premier temps, l'influence des paramètres dit du second ordre permettra d'établir des conditions de travail qui optimisent les paramètres de sortie du procédé. Puis, l'étude de l'influence des paramètres prépondérants, dit du premier ordre, conduira à l'établissement de cartographies de procédé qui permettront de sélectionner des optima de projection en termes de caractéristiques métallurgique, géométrique et économique.

Comme nous l'avons vu précédemment, les microstructures obtenues par fabrication directe résultent de conditions thermiques particulières. Sachant que les microstructures conditionnent directement les propriétés mécaniques, il convient d'une part de les maîtriser via un choix judicieux des paramètres procédé, et d'autre part de proposer des traitements thermiques appropriés si en l'état le cahier des charges n'est pas satisfait. La recherche de traitements thermiques adaptés fait alors l'objet du chapitre 6. De plus, les optima de projection et de fusion sélective par laser seront caractérisés en traction, et dans une moindre mesure en fatigue oligocyclique, à l'état brut de fabrication et traités thermiquement.

Le chapitre 7 expose les applications industrielles des deux procédés de fabrication directe étudiés dans le cadre du projet PROFIL. Les démonstrateurs fabriqués avec les moyens PROFIL et sous-traités à des fabricants extérieurs seront expertisés en vue, pour certains d'entres eux, de pratiquer des essais structuraux ultérieurement qui permettront d'établir une comparaison des propriétés de pièces obtenues par fabrication directe avec celles de pièces obtenues par des techniques conventionnelles. Aussi, une démarche générale sera proposée pour l'obtention de pièces saines. A l'issue de la fabrication, les pièces renfermant encore plus de 3% de porosité, seront soumises à un post-traitement HIP. Enfin, l'aspect technico-économique de la fabrication directe sera également abordé au terme de ce chapitre.

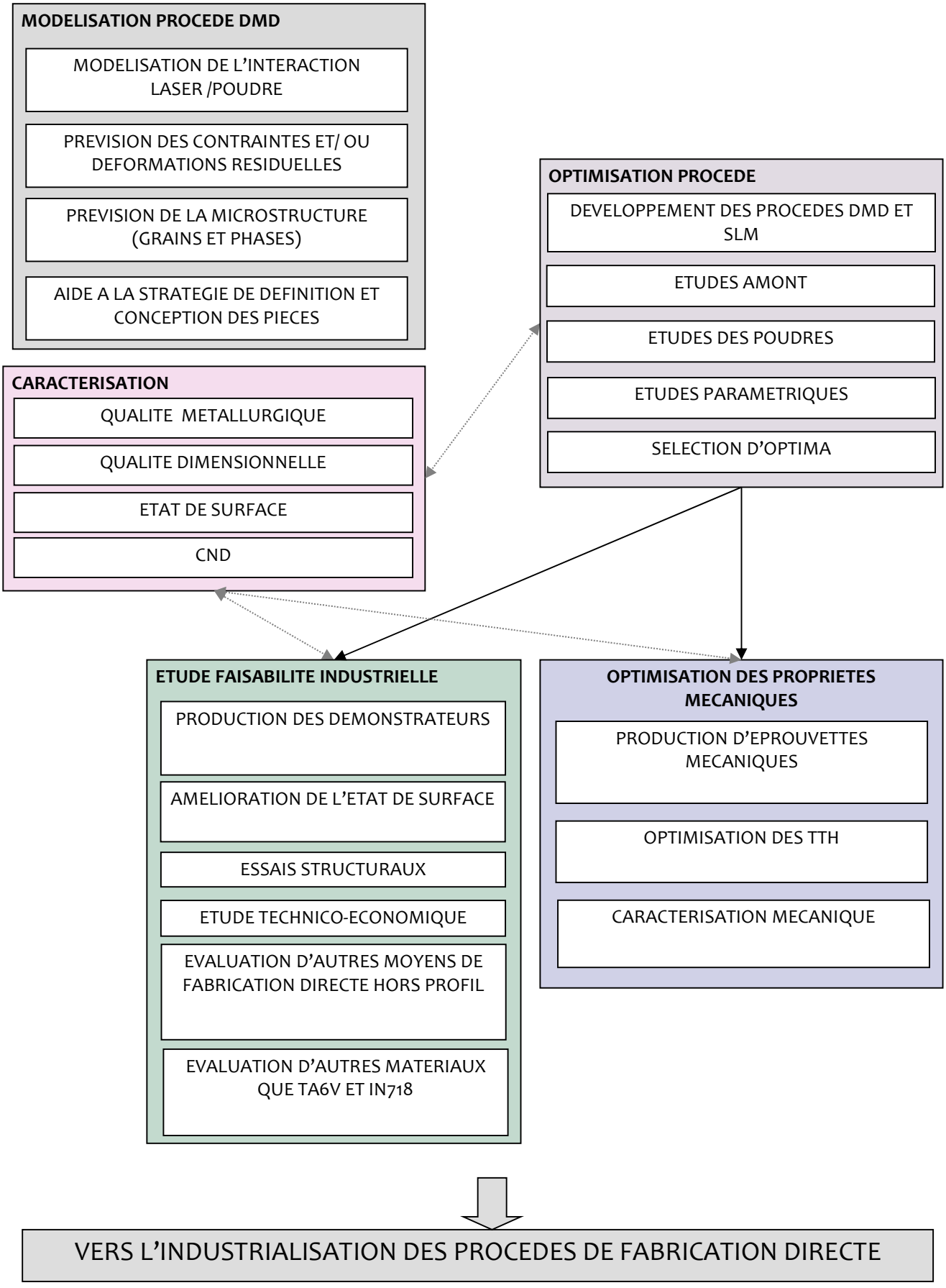


Figure 1 - Organigramme du projet PROFIL

1 LA FABRICATION DIRECTE

INTRODUCTION GENERALE **13**

1 LA FABRICATION DIRECTE **18**

1.1 PRINCIPE, INTERETS ECONOMIQUES ET TECHNOLOGIQUES DE LA FABRICATION RAPIDE 19
1.1.1 Avantages des technologies de fabrication directe *20*
1.1.2 Limites des technologies de fabrication directe *21*
1.1.3 Applications des technologies de fabrication directe *22*
1.2 LES TECHNIQUES DE FABRICATION RAPIDE 25
1.2.1 Procédés lit de poudre *25*
1.2.1.1 Le frittage sélectif par laser : Selective Laser Sintering SLS 25
1.2.1.2 La fusion sélective par laser : Selective Laser Melting SLM 25
1.2.1.3 La fusion sélective par faisceaux d'électrons : EBM (procédé Arcam) 29
1.2.2 Projection laser : Direct Metal Deposition DMD *29*
1.2.3 Autres procédés de fabrication directe *32*
1.2.3.1 Le dépôt fil : FDM 32
1.2.3.2 Imprimante 3D : 3D-printing 33
1.2.3.3 La stéréolithographie : SLA 33
1.2.3.4 Empilement de feuilles : LOM 34
1.3 CONCLUSION DU CHAPITRE 35

Ce chapitre présente une vue d'ensemble non exhaustive des procédés de fabrication directe additive, notamment la projection laser et la fusion sélective par laser qui sont les deux procédés évalués dans le cadre du projet PROFIL. Nous détaillerons les avantages et les limitations de ces technologies ainsi que leurs applications.

1.1 PRINCIPE, INTERETS ECONOMIQUES ET TECHNOLOGIQUES DE LA FABRICATION RAPIDE

Les technologies de fabrication directe (Direct Laser Manufacturing, DLM) ont été développées depuis les années 90 à partir des techniques de prototypage rapide (Rapid Prototyping, RP) [COR03, DUR03, DUB00, NIC99, CHU03]. Ces technologies sont en plein essor tant elles ouvrent de nouvelles perspectives pour la production de pièces pour l'industrie. Elles représentent en effet une alternative intéressante aux procédés conventionnels de fabrication pour répondre à des exigences technico-économiques croissantes des entreprises qui cherchent continuellement à réduire leurs coûts et délais de fabrication.

L'objectif de la fabrication directe est de réaliser de façon rapide, flexible et automatisée, des pièces fonctionnelles qui répondent à des exigences en termes de géométrie (near net shape) et d'état de surface à l'instar du prototype, mais également à des exigences en termes de propriétés d'emploi qui doivent être équivalentes à celles de la même pièce issue des procédés classiques d'élaboration comme l'usinage grande vitesse à commande numérique, la fonderie, la forge ou le MIM (Metal Injection Molding).

Le point commun à toutes les technologies de fabrication directe est l'utilisation du modèle en trois dimensions en conception assistée par ordinateur (CAO) de la pièce à réaliser, généralement au format STL (STereoLithography file) qui constitue le standard en la matière [CHU03]. Ce modèle est tranché en sections 2D par un programme informatique adapté (Figure 2). La pièce est ainsi construite couches par couches à partir des donnés du modèle CAO (Layered Manufacturing, LM) par ajout de matière (technologies additives : Additive Manufacturing, AM) ou bien par suppression progressive de matière (technologies soustractives) comme par exemple l'Usinage à Grande Vitesse, UGV (ou High Speed Milling, HSM) ou bien l'électro-érosion, EDM (Electrical Discharge Machining). Nous ne nous intéresserons ici qu'aux technologies additives.

Le matériau est apporté sous forme de poudre, de liquide ou de fil, et est consolidé au moyen d'un laser, d'un faisceau d'électrons, d'un plasma ou bien d'un arc électrique (Figure 2). Ces technologies offrent la possibilité d'utiliser une large gamme de matériaux : métaux, céramiques ou polymères. Il est également envisageable de construire des pièces en matériaux à gradient de composition ou bien en matériaux composites.

Les techniques de fabrication directe additives peuvent être subdivisées en deux catégories (Figure 3) : les procédés sans fusion où la matière est simplement frittée, agglomérée ou polymérisée, et les procédés avec fusion où la matière est élevée au delà de la température de liquidus assurant ainsi une liaison métallurgique forte entre les couches, ce qui est une condition requise pour l'obtention de propriétés mécaniques élevées.

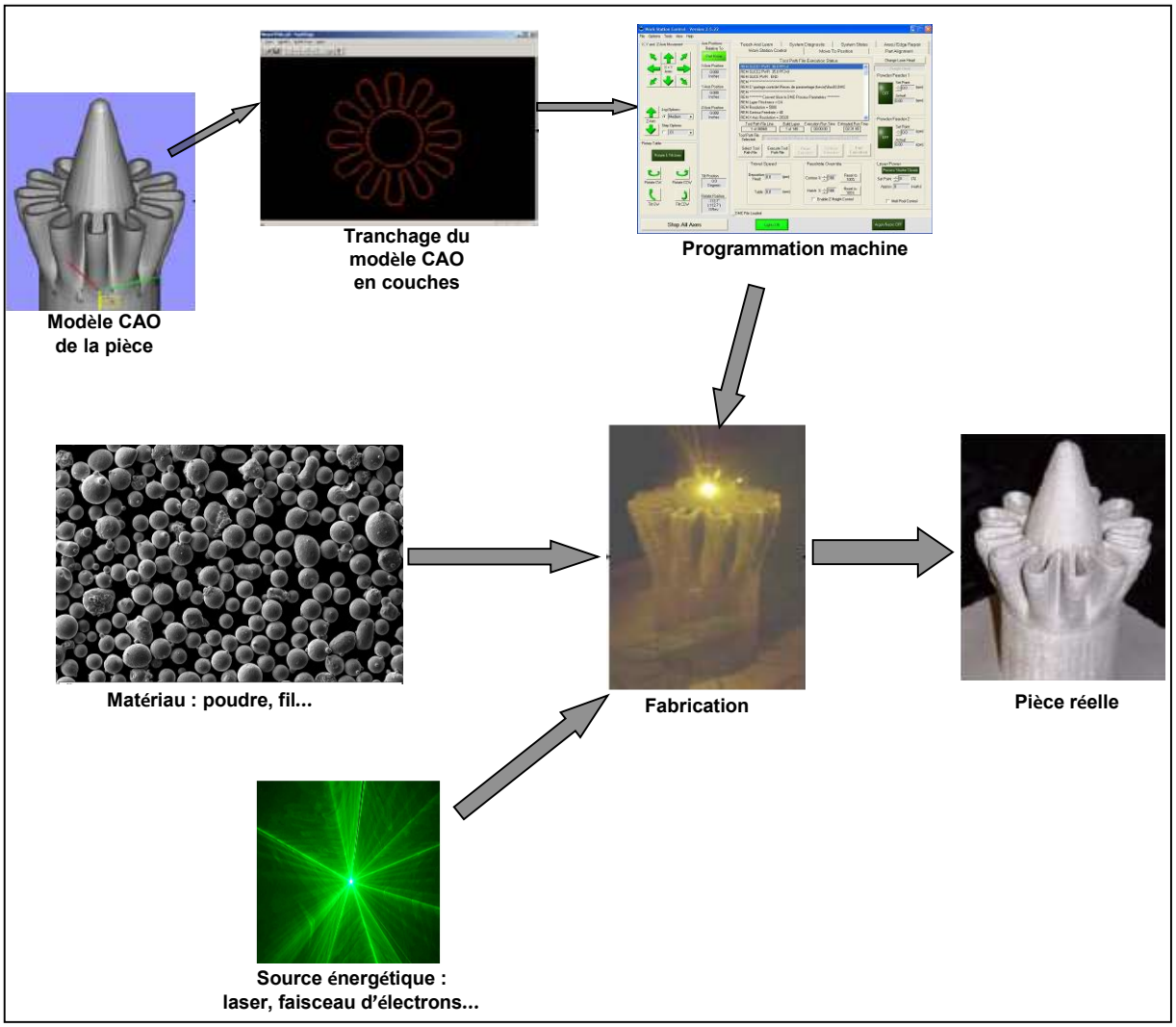


Figure 2 - Schéma de principe des technologies de fabrication directe additives par couches successives
(certaines images sont issues de [HED06])

1.1.1 AVANTAGES DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE

Les technologies de fabrication directe présentent certains avantages par rapport aux techniques conventionnelles d'élaboration de pièces [VOI06]. Les enjeux industriels sont en effet d'ordre économique et technologique :

- La **diminution des coûts de fabrication** et frais fixes qui est une conséquence de la suppression des outillages, de la réduction des étapes de production et des besoins machines ainsi que de la réduction de la consommation matière du fait d'une part de l'élaboration de produits près des cotes ou tout au moins au stade d'ébauche (pas ou peu de déchets d'usinage) et d'autre part du rendement matière élevé (pas ou peu de pertes de matière pendant la construction).

- La **réduction des délais de fabrication** rendue possible par le nombre limité d'étapes de fabrication et l'automatisation du procédé [BON02]. Il n'est généralement pas nécessaire de repositionner plusieurs fois la pièce comme en usinage, évitant ainsi une intervention humaine. Le temps de fabrication de deux semaines pour une technologie comme le MIM (nécessitant des opérations de déliantage, de façonnage et de frittage) est réduit à quelques heures pour un procédé de fabrication rapide comme le SLM (selective laser melting : fusion sélective par laser) [OVE03]. Les temps de production totale d'une pièce en fabrication directe varient entre 4h et 40h selon le procédé, les fournisseurs (rapidité de la mise en couche de la machine utilisée, stratégie de construction adoptée, épaisseur de couche, etc.) les dimensions (volume de matière consolidée) et la complexité de la pièce [KRU05, CAS05].

- La **flexibilité en conception et en fonctionnalité** qui offre la possibilité d'une production personnalisée permet la conception de nouvelles pièces dont la construction demeurait impossible par les procédés conventionnels. Il est alors envisageable de fabriquer une prothèse personnalisée à partir des données fournies par l'imagerie médicale d'un patient ou bien de réaliser des moules avec une structure complexe de canaux de refroidissement internes. Il est également possible de créer une pièce comprenant des éléments creux là où les technologies conventionnelles ne permettent de réaliser que des structures pleines. Ceci ouvre la perspective d'une part de concevoir des pièces plus légères et d'autre part de construire en une seule étape des objets généralement constitués de plusieurs pièces, supprimant ainsi tout assemblage ultérieur bien souvent à l'origine d'un abattement des propriétés de l'ensemble. De plus, dans l'éventualité d'un changement au niveau de la géométrie ou des fonctionnalités de la pièce, il suffit d'apporter cette modification sur le fichier CAO sans avoir à transformer l'outillage comme dans le cas des technologies conventionnelles de fabrication.

- L'obtention de **propriétés mécaniques** peuvent être équivalentes voire supérieures à celles obtenues par des procédés conventionnels [BON02, LIU06, PAU07, SAN06, VLC06, chapitre 6].

- La possibilité d'élaborer des pièces dans une **large gamme de matériaux**. Un des enjeux de la fabrication directe est notamment de parvenir à élaborer des objets en matériaux à gradient de composition ou bien en matériaux composites comme les CMM (Composites à Matrice Métallique) de manière à pouvoir attribuer des propriétés différentes aux diverses parties de la pièce afin d'optimiser sa réponse en fonction des sollicitations auxquelles elle est soumise. Un exemple d'utilisation de ces matériaux à gradient de composition ou de propriétés sont les moules pour lesquels les canaux de refroidissement internes doivent présenter une conductivité thermique élevée, la surface du moule d'injection doit pouvoir résister aux sollicitations mécaniques, à la corrosion et à l'abrasion et le reste du moule doit supporter les contraintes thermiques élevées auxquelles il est soumis [BER05].

1.1.2 LIMITES DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE

Ces technologies présentent cependant certains inconvénients :
- Les **précisions géométriques** sont mal maîtrisées ce qui nous a parfois conduit dans le cadre du projet PROFIL à élaborer des ébauches des démonstrateurs (même forme de pièce mais dont le volume est augmenté d'une surépaisseur) de façon à ce qu'elles puissent être reprises en usinage (chapitre 7).

- La **rugosité** est encore très élevée : elle atteint au minimum pour des paramètres procédés optimisés environ 10 µm pour Ra et 100 µm pour Rt. Dans le cas de certaines applications, la rugosité de surface peut néanmoins s'avérer être un avantage, notamment dans le cas des implants médicaux dont la biocompatibilité requière un état de surface contrôlé.

- La **porosité** reste un point critique : il s'agit de manques de fusion, de manque de matière, de problèmes d'adhésion entre la construction et le substrat ou bien entre les couches, ou encore de porosités sphériques liées à des gaz occlus. Certaines applications industrielles requièrent cependant un certain taux de porosité, soit dans un souci de gain de poids (moules d'injection), soit pour des raisons de biocompatibilité (structures poreuses favorisant la croissance des cellules osseuses). Il s'agit néanmoins d'une porosité contrôlée qui nécessite une maîtrise de la technologie.

- Les caractéristiques métallurgiques de la pièce demeurent mal contrôlées de par l'histoire thermique complexe qu'elle connaît lors de sa construction. De fortes **hétérogénéités microstructurales** au sein des pièces sont en effet observées (chapitres 3 et 7).

- La présence d'une **oxydation** superficielle et parfois même interne. Pour limiter voire éliminer la formation d'oxydes, une atmosphère de gaz neutre tel que l'argon, l'hélium ou l'azote est utilisée soit localement (flux de gaz protecteur apporté au plus près de la zone de déposition ou de fusion de la matière) soit dans une enceinte de protection. Certains procédés qui nécessitent d'opérer dans une enceinte sous vide (procédé ARCAM de fusion sélective par faisceau d'électrons) permettent de limiter au maximum la contamination en éléments néfastes (oxygène, azote ou carbone), notamment pour des matériaux réactifs comme les alliages de titane.

- Ces procédés comportent des limitations au niveau des **géométries constructibles** en termes de complexité et de volume de pièce. En effet, la déficience ou bien l'absence de soutènements de la pièce lors de sa réalisation engendre un angle limite de construction (environ 20° pour le TA6V et entre 5 et 10° pour l'IN718 en projection laser). Les développements en cours dont le but est d'accéder à des angles de contre-dépouille plus importants résident en l'élaboration de supports de construction. Ces supports, intégrés au fichier CAO de la pièce, sont généralement des structures creuses comme des grilles, qui présentent l'avantage de pouvoir être ôtées relativement facilement et de limiter la consommation matière. Dans le cas des procédés lit de poudre (SLM, SLS, ARCAM ou stéréolithographie) où la pièce est construite au sein d'un bac de poudre ou de liquide, les problèmes de soutènements sont moindres qu'en projection laser mais subsistent pour des angles de construction importants. Une autre limitation majeure réside dans le volume du bac ou du plateau de fabrication qui restreint les dimensions de la pièce constructible.

- Les **contraintes thermiques** générées lors de la fabrication des pièces peuvent être importantes du fait de l'histoire thermique de la pièce : elle subit de façon répétitive des montées à des températures relativement hautes suivies de refroidissements rapides avec des vitesses de trempe pouvant atteindre 1000°C/s. Ceci conduit à l'établissement de contraintes résiduelles au sein des pièces qui peuvent être relaxées et conduire à des distorsions lors de post-traitements (traitements thermiques, HIP ou usinage). Il a également été observé des délaminations entre couches et de la fissuration liées à ces contraintes résiduelles [NIC99].

- Le **rendement massique** des procédés n'est pas nécessairement très élevé. Lorsque l'apport de matière est réalisé sous forme de fil, le rendement est de 100% puisqu'il n'y a pas de pertes de matière si ce n'est une évaporation des éléments d'alliage les plus volatiles sous le faisceau laser. Il n'en va pas de même pour les procédés qui utilisent des poudres. La projection laser a un rendement qui varie d'environ 20 à 100% (chapitre 5) selon le type de machine, le type de buse, la configuration de travail et les paramètres d'entrée du procédé. Pour les procédés lit de poudre, une grande partie de la poudre n'est pas fusionnée puisqu'il convient de remplir entièrement le bac de fabrication dans lequel est contenue la pièce (Figure 6). Se pose alors le problème du **recyclage des poudres**, qui pour certains matériaux en proie à la pollution par des éléments de l'atmosphère (oxygène, azote, carbone), s'avère délicat. Nous aborderons l'aspect du recyclage des poudres lors de l'étude de celles-ci dans le chapitre 2.

Afin de pallier certains de ces inconvénients, des opérations de post-traitements peuvent être envisagées sur les pièces construites par fabrication directe :
- Des traitements thermiques optimisés permettant d'une part de relaxer les contraintes résiduelles en limitant les distorsions et d'autre part d'améliorer les propriétés mécaniques de la pièce (chapitre 6).
- Une compaction isostatique à chaud (Hot Isostatic Pressing, HIP) de manière à supprimer la porosité de la pièce (chapitre 7). Le retrait et les distorsions engendrés par ce traitement sont alors à prendre en compte, d'autant plus si la porosité est importante et distribuée de manière anisotrope.
- Un traitement de finition pour améliorer l'état de surface de la pièce. Il peut s'agir de polissage électro-chimique ou mécano-chimique pour réduire la rugosité. On peut également avoir recours à un usinage complet de la pièce lorsqu'il s'agit d'une ébauche ou bien à un usinage partiel des parties fonctionnelles d'une pièce près des cotes (en vue d'un assemblage avec d'autres pièces). L'usinage s'avère parfois nécessaire pour l'élimination de certains supports de construction trop rigides ou trop massifs pour pouvoir être éliminés manuellement.

1.1.3 APPLICATIONS DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE

L'utilisation des technologies de fabrication directe concerne principalement la production de pièces uniques (prototypes, pièces de rechange) ou bien des petites séries. Ces procédés ne sont en effet à l'heure actuelle peu rentables pour des pièces de grande série, de géométries relativement simples qui peuvent être réalisées aisément par les procédés conventionnels de fabrication [KRU05]. Les pièces demeurent encore relativement onéreuses car leur coût comprend l'amortissement de la machine de fabrication directe dont le prix reste élevé (chapitre 7). Certaines de ces technologies sont également envisagées pour la réparation de pièces usagées comme par exemple la projection laser qui est par exemple parfois utilisée pour le rechargement des sommets d'aubes de turbines.

Les applications industrielles de ces technologies se situent dans les secteurs suivants :

- le domaine aéronautique et aérospatial qui constituent l'application même de cette étude,
- le secteur médical pour la réalisation d'implants du fait de la possibilité d'obtenir une pièce à porosité et rugosité de surface contrôlées [HOL06, COU05, PAR06],
- l'horlogerie-joaillerie de par l'obtention de formes complexes associées à une faible voire une absence de pertes de matière, ce qui est particulièrement appréciable lors de l'utilisation de métaux onéreux,
- l'industrie automobile [COR03],
- la production de moules d'injection de pièces polymères [KLO03, COU05, YAD07],
- l'industrie mécanique,
- l'outillage rapide et le micro-outillage [VAN05],
- le secteur nucléaire [YAD07],
- ou bien le « design » d'art.

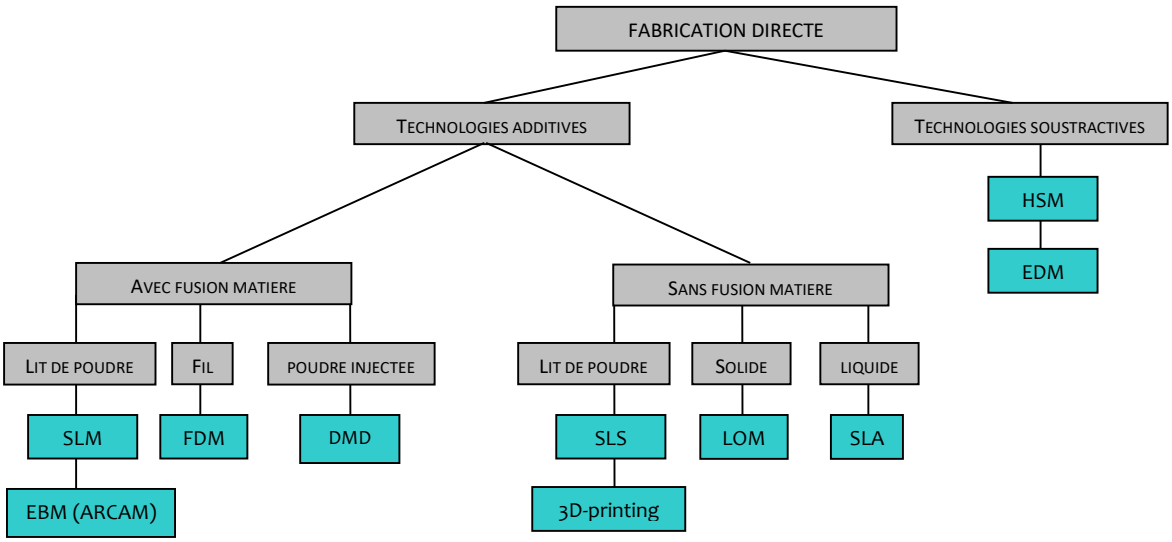


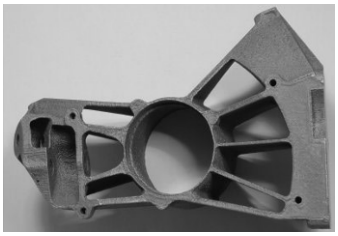
Figure 3 - Schéma résumant les différentes techniques de fabrication directe par couches successives (inspiré de [SAN06], [TAY03], [KAR02], [NIC99], [KRE95])

Caractéristiques	DMD LENS™ 850R OPTOMEC	SLS EOSINT M 270 EOS	SLM PM 250 Phenix Systems	EBM ARCAM EBM S12
Volume de l'enceinte de fabrication (mm^3)	900 x 1500 x 900	250 x 250 x 215	250 x 250 x 300	200 x 200 x 350
Source énergétique	Laser Nd :YAG	Laser CO_2	Laser fibre	Faisceau d'électrons
Puissance max de la source	3000W	200W	200W	8000W
Diamètre de la source au point focal	600µm	500µm	50µm	<100µm
Matériau d'apport	Faisceau de poudre	Lit de poudre	Lit de poudre	Lit de poudre
Atmosphère	Chambre hermétique d'argon circulant	Chambre hermétique d'argon circulant	Chambre hermétique d'argon circulant	Vide
Hauteur moyenne de couches (µm)	500	20	50	50-500
Matériaux courants	Acier inoxydable (304L, 316L, 17-4), acier outil (H13), titane (TA6V), super alliages (INCO718, 625, 600 et 690), tungstène, cuivre, aluminium	Aciers outils, aciers inoxydables, titane, cobalt, chrome, bronze, …	Titane, superalliages, aciers outils, aciers inoxydables, CrCo	H13, titane, CoCr
Applications	prototypes, implants médicaux, aéronautique,…	Outillages rapides, moules d'injection prototypes, médical, aéronautique, petites séries…	Moules, prototypes, aéronautique,…	Moules, prototypes, implants médicaux, aéronautique, automobile, …

Tableau 1- Comparaison de quelques procédés de fabrication directe de pièces métalliques

Pièce avec canaux de refroidissement interne fabriquée par le procédé SLM sur machine Phénix Systems en acier inoxydable 904L

Pièce de démonstration en acier inoxydable 904L fabriquée par le procédé SLM sur machine Phénix Systems



Pièce pour l'industrie automobile fabriquée par le procédé ARCAM en TA6V : dimensions 280x180x120 mm^3, temps de fabrication = 28 heures

Prothèse de hanche en TA6V fabriquée par le procédé LENS OPTOMEC

Figure 4 - Exemple de pièces fabriquées par des procédés de fabrication directe

1.2 LES TECHNIQUES DE FABRICATION RAPIDE

1.2.1 PROCEDES LIT DE POUDRE

Les procédés SLS (Selective Laser Sintering) et SLM (Selective Laser Melting) utilisant un lit de poudre relèvent d'un principe similaire : la pièce est consolidée par une source énergétique (faisceau laser ou faisceau d'électrons) au sein d'un lit de poudre en apportant successivement la matière couche par couche. Les mécanismes de consolidation peuvent être la fusion totale, le frittage en phase liquide ou plus rarement en phase solide, ou bien une consolidation résultante d'une réaction chimique [KRU07]. Ces procédés sont davantage adaptés à la production de pièces de tailles relativement faibles du fait du volume réduit de l'enceinte de fabrication (Tableau 1) et de géométries complexes (Figure 4).

1.2.1.1 Le frittage sélectif par laser : Selective Laser Sintering SLS

Dans le cas du frittage sélectif par laser SLS (Selective Laser Sintering), les couches successives de matière consolidée sont réalisées par fusion localisée d'un lit de poudre par un faisceau laser Nd:YAG ou CO_2.

L'ajout progressif de matière est réalisé grâce à un système de mise en couche (rouleau, couteau racleur ou brosse) sous atmosphère protectrice si nécessaire. Bien que les angles de construction soient supportés par le lit de poudre, des supports de construction sont généralement utilisés pour soutenir les contre-dépouilles importantes.

La fusion est partielle dans le cas du SLS et le mécanisme de consolidation peut être assimilé à du frittage en phase liquide, le matériau fondu jouant le rôle de liant pour le matériau non fondu [SAN03]. Des mélanges de poudre peuvent être utilisés et dans ce cas le matériau qui possède le plus bas point de fusion joue le rôle de liant (encore appelé fondant). Parfois, l'utilisation d'une résine permet de jouer le rôle de liant entre les particules de poudres métalliques [LIU06b]. La consolidation a lieu parfois par réaction chimique : par exemple, la réaction de l'aluminium Al avec l'azote N_2 de l'enceinte de protection induit la formation d'un liant AlN [KRU07].

Les propriétés mécaniques obtenues par frittage laser (fusion partielle) sont limitées par un taux de porosité généralement important. La pièce ainsi fabriquée doit alors subir un post-traitement de densification, de HIP ou d'infiltration pour assurer sa parfaite densité [DAS99, KAR02]. Soulignons que le HIP est adapté aux pièces à porosités fermées alors que l'infiltration s'applique aux pièces à porosités ouvertes.

Ce procédé est appliqué à diverses classes de matériaux [KRU07] : aux céramiques (alumine, mullite, zircone…) [KLO03, COU05], aux thermoplastiques (polystyrène, polyamide, PET…) [SHE03, MAZ07], à certains métaux comme les alliages de cuivre [GU06, GU07, ZHU07], de nickel, de titane et certains aciers [SIM06, SAN06, VAN06, AND07], aux composites et CMM [KRU07]. Les sociétés 3D systems et EOS commercialisent ce type de dispositifs.

1.2.1.2 La fusion sélective par laser : Selective Laser Melting SLM

La fusion sélective par laser (Selective Laser Melting) possède un principe de fonctionnement identique à celui du SLS (Figure 6a). Néanmoins dans le cas du SLM, la fusion est totale et l'utilisation d'un liant (ou fondant) est inutile. Par abus de langage, cette technologie est parfois nommée « frittage laser » alors que le phénomène mis en jeu pour la consolidation est véritablement la fusion complète du matériau.

La pièce construite présente, dans le cas d'une paramétrie optimisée, des propriétés mécaniques élevées et un taux de porosité quasi-nulle. Bien que la pièce soit soutenue par le lit de poudre dans lequel elle est construite, la réalisation de pièces comportant des contre-dépouilles importantes nécessite l'utilisation de supports.

Cette technologie permet d'accéder à de très bons niveaux de finition et à des géométries fines (niveau de détails autour de ≈ 150 µm). Plusieurs machines SLM sont disponibles sur le marché : Trumpf, MCP, MATSUURA , Concept Laser, EOS et Phénix Systems.

Les matériaux métalliques classiquement utilisés dans cette technologie sont :

- les alliages de titane [FIS03, KOZ06],
- les alliages de nickel [OSA06],
- les alliages d'aluminium,
- les alliages de cuivre [GU06, VAN05, YAD07],
- les alliages de tungstène [YAD07],
- les alliages de cobalt,
- certains aciers comme le H13, 904L, 316L et 17-4PH [KRU04, GOO03, OSA06, YAD07],
- les matériaux à gradient de composition sont également en cours de développement [YAD07].

Dans le cas du projet PROFIL, la machine PM250 Phénix Systems utilisée (Figure 6 a et b) est équipée d'une enceinte thermique étanche dans laquelle circule un courant d'argon avec contrôle du taux d'oxygène de manière à limiter l'oxydation superficielle et interne de la pièce en construction.

Le bac de fabrication peut être monté en température jusqu'à 800-900°C, ce qui permet d'optimiser la construction de la pièce d'une part en facilitant l'étalement des poudres sur le plateau de fabrication et d'autre part en limitant les contraintes résiduelles générées dans la pièce lors de la construction qui sont bien souvent à l'origine de distorsions et/ou de fissurations [BEN07].

La pièce est construite sur un plateau de diamètre 250 mm fixé sur un piston, lui-même situé dans le bac de fabrication (Figure 5 et Figure 6). Le bac de distribution est également équipé d'un piston qui permet d'approvisionner la quantité de poudre nécessaire à la formation des couches successives.

La poudre prélevée dans le bac de distribution est étalée et compactée de façon homogène par un système de mise en couche (rouleau céramique ou métallique et éventuellement revêtu d'un dépôt dur) sur le plateau de fabrication (Figure 5). L'excédent de poudre est repoussé dans un bac récupérateur appelé cendrier (Figure 5).

La couche de poudre nouvellement mise en place est alors fusionnée de façon sélective suivant le profil de la pièce et la stratégie de construction pré-établie. La construction d'une couche s'effectue en quatre étapes : la déposition, le raclage, le compactage et la densification ou consolidation (Figure 7) [BEN07].

Les paramètres d'entrée du frittage laser dans le cas de la machine Phénix Systems sont relatifs à [BEN07, LAB06, COU05] (Tableau 2) :

- la configuration de la machine en termes de type de laser, de système optique, d'enceinte de fabrication et du système de mise en couche (Figure 5),
- les propriétés de la poudre,
- les paramètres opératoires qui sont la puissance du laser P, la vitesse de balayage V, l'écart entre deux cordons successifs encore appelé écart vecteur Ev, la défocalisation laser ΔZ_0 (point focal dans le lit de poudre) et la hauteur de couche avant « lasage » $\Delta Z_{\text{à laser}}$,
- les stratégies de fabrication.

L'objectif des stratégies de fabrication est d'optimiser la géométrie, la densité, la rugosité et les propriétés métallurgiques et mécaniques de la pièce. Dans le plan XY de balayage du faisceau, les cordons de matière fusionnée par couche peuvent être consolidés par zone de construction de manière à limiter l'échauffement local de la pièce responsable d'instabilités de construction et de contraintes résiduelles. Des temporisations (temps d'arrêt du laser) peuvent être également introduites dans un but similaire. Selon l'axe de construction Z, l'orientation des cordons peut être modifiée de façon à réaliser par exemple une alternance de cordons à 0° puis à 90° d'une couche à l'autre dans le but de limiter les manques de matière lors des recouvrements entre cordons et de favoriser l'isotropie des propriétés du matériau. Enfin, l'utilisation de paramétries différentes pour l'enveloppe et le cœur de la pièce visent à réduire la rugosité de surface.

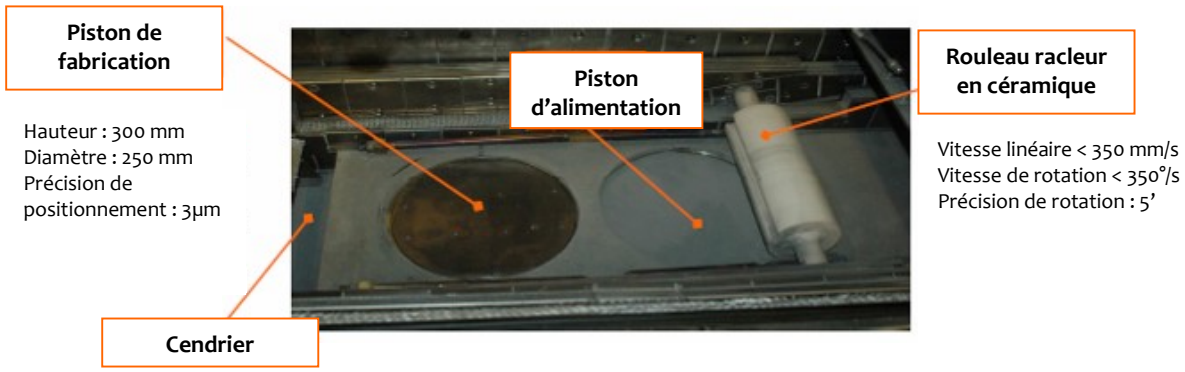


Figure 5 – Intérieur de l'enceinte de fabrication de la machine PM250 de Phénix Systems [AUB07]

MACHINE	POUDRE	PARAMETRES OPERATOIRES	STRATEGIES DE FABRICATION
Laser	**Nature du matériau**	**P Puissance laser**	**Construction par zones (XY)**
YAG, fibre			
Diamètre du faisceau	**Granulométrie**	**V Vitesse de balayage**	**Orientation θ d'une couche à l'autre**
Répartition énergétique	**Répartition**		
Système optique	**Taille moyenne**	**Ev Ecart vecteur**	
Beam expander			**Stratégie cœur/enveloppe**
Tête galvanométrique	**Morphologie**	**ΔZ_0 Défocalisation laser**	
Atmosphère protectrice			**Temporisation**
Nature	**Propriétés optiques**	**Paramètres des couches**	
Pureté	**Absorbance**	**ΔZ prélevé puis déposé**	
Débit		**$\Delta Z_{\text{à laser}}$ (compacté)**	
Température de l'enceinte	**Propriétés physiques**	**ΔZ_0 (au dessus du plan focal)**	
Système de mise en couche	**Coulabilité**	**$\Delta Z_{\text{consolidé}}$**	
Rouleau racleur	**Densité apparente**	**Tc Taux de compactage**	
Piston d'alimentation	**Densité tassée**		
Piston de fabrication	**Densité versée…**		
Cendrier (recyclage poudre)			
Plateau de fabrication (rugosité)			

Tableau 2 – Paramètres d'entrée du procédé de fusion sélective par laser [LAB06]: cas des machines Phénix Systems (PM100 et PM250)

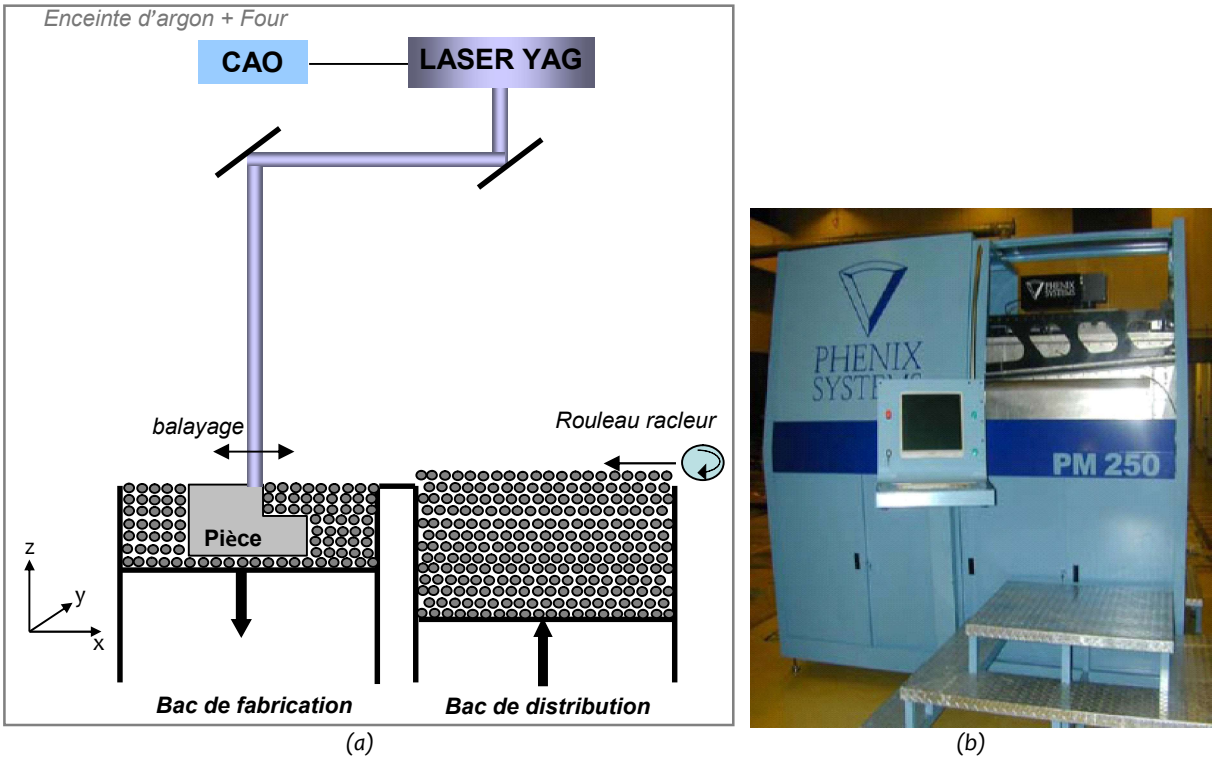


Figure 6 – (a) Schéma de principe du procédé de fusion sélective par laser : cas de la machine Phénix Systems, (b) Machine Phénix PM250

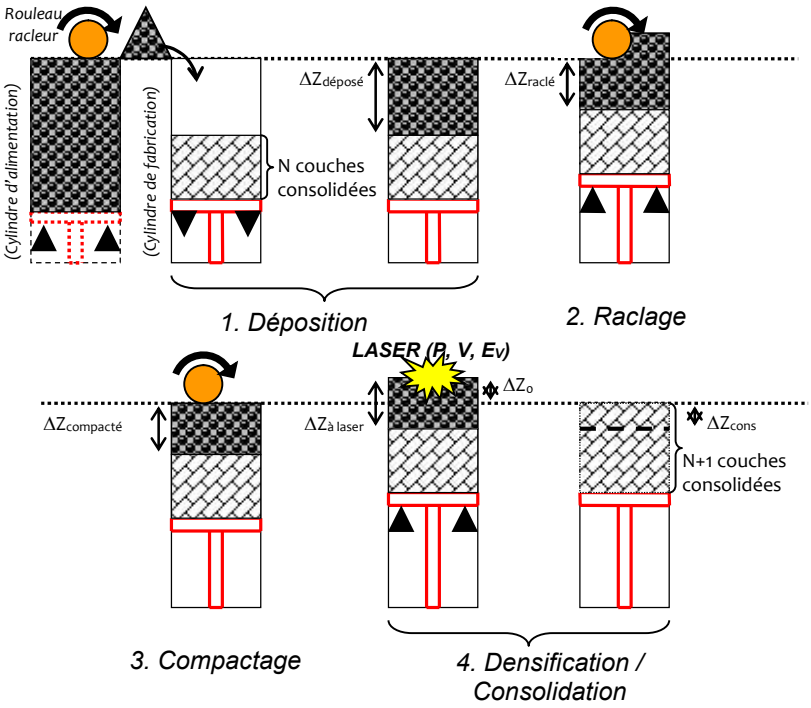


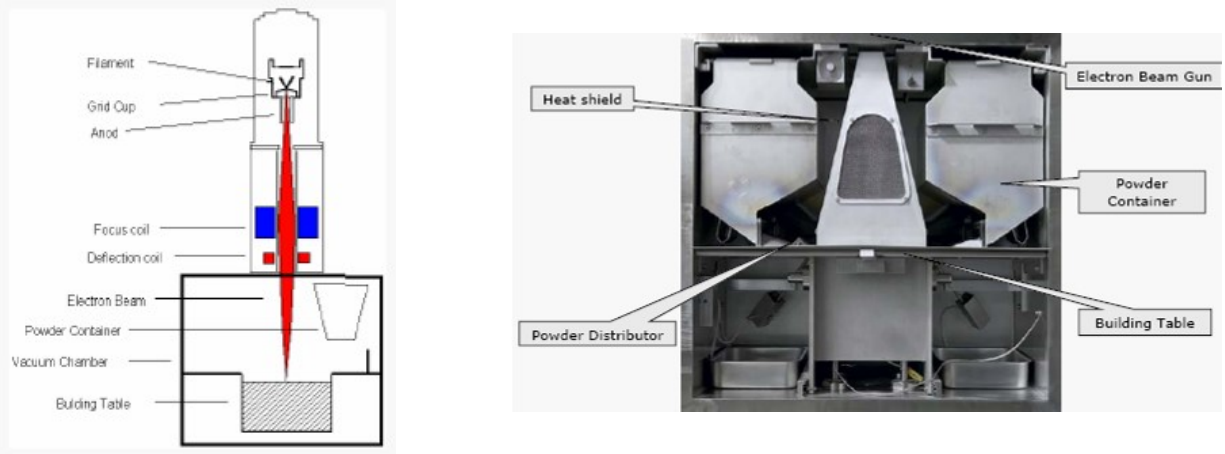
Figure 7 – Schéma de principe de la fabrication d'une couche : déposition, raclage, compactage et densification [BEN07]

1.2.1.3 La fusion sélective par faisceaux d'électrons : EBM (procédé Arcam)

Cette technologie de la société suédoise ARCAM est similaire aux procédés SLS et SLM (Tableau 1). Les couches successives sont fusionnées dans un lit de poudre, cependant la source énergétique est différente : il s'agit d'un faisceau d'électrons, qui nécessite intrinsèquement l'utilisation d'une enceinte de travail sous vide (Figure 8 a). Le système de mise en couche s'apparente à un entonnoir par lequel la poudre est déversée dans le bac de fabrication (Figure 8 b).

Une des particularités de cette technologie est que la pièce peut être construite directement dans le lit de poudre sans avoir recours à un substrat ou à un plateau de fabrication.

Le principal avantage de cette technologie réside dans le fait que la fabrication soit réalisée sous vide : la contamination et l'oxydation des pièces sont fortement limitées par rapport aux autres procédés travaillant sous gaz neutre.



(a) Schéma de principe *(b) Installation ARCAM*

Figure 8 - Principe de la machine ARCAM de fusion par faisceau d'électrons

1.2.2 PROJECTION LASER : DIRECT METAL DEPOSITION DMD

Le procédé de projection laser, procédé dérivé du rechargement laser, est une technologie additive dans laquelle le matériau sous forme de poudre est fusionné par un laser Nd:YAG ou CO_2. Certains auteurs apportent simultanément le matériau sous forme de poudre et sous forme de fil via une buse adaptée [WAN05, WAN06]. Ce procédé permet la fabrication de pièces à géométrie simple (angle de construction limité du fait de l'absence de soutènement), de moyennes et grandes dimensions (environ un mètre au maximum).

Le faisceau laser crée un bain fondu sur un substrat et le faisceau de poudre est alors focalisé de manière à ce que les particules de poudre dans leur grande majorité atteignent le bain fondu après avoir éventuellement interagi en amont avec le faisceau. Selon les dispositifs, chaque couche est déposée par déplacement soit de la table XY sur laquelle est fixé le substrat, soit de la buse elle-même, à partir des données du fichier CAO de la pièce (Figure 9). Un contrôle de procédé est parfois utilisé pour stabiliser la construction [BI06b].

Le type de buse utilisée dépend de l'encombrement de l'ensemble pièce/machine : il peut s'agir d'une buse latérale, coaxiale ou multipoints (Figure 10). Dans le cas des deux dernières buses, l'axe du faisceau laser et l'axe du faisceau de poudre sont coaxiaux et dirigés selon l'axe Z de construction (Figure 11 a).

Plusieurs dispositifs commerciaux existent : la TrumaForm DMD505 de la société Trumpf, la technologie LENS de la société Optomec [HED06] et le système LasForm de la société Aeromet qui n'est actuellement plus commercialisé [KOB06].

Les matériaux les mieux maîtrisés en projection laser sont les suivants :

- le titane et ses alliages [ZHA01, KOB00, WU03],
- les alliages de nickel comme l'Inconel 718 et le Waspaloy [HUA05b, PIN06],
- les alliages de cobalt (CrCo),
- les alliages d'aluminium,
- certains aciers comme le H13, le 316L [MAJ05, PIN05, GRI99],
- les CMM (Composites à Matrice Métallique) [LI99, HIL06, WAN07, GU06b] et les matériaux à gradient de composition [BAN04, WAN06, LIN06] sont en cours de développement.

Les essais de projection laser dans le cadre du projet PROFIL sont réalisés sur deux machines différentes : une machine industrielle LENS^{TM}850R de la société OPTOMEC acquise dans le cadre du projet PROFIL ainsi qu'un banc expérimental de projection que l'on nommera par la suite machine « Limoges » (Figure 12). La différence fondamentale entre ces deux moyens de projection est que la machine OPTOMEC, contrairement à la machine Limoges, est équipée d'une enceinte de protection hermétique remplie de gaz neutre. Dans le cas de la machine Limoges, la protection gazeuse est assurée par l'apport local de gaz par l'intermédiaire de la buse coaxiale (Figure 11). Lors des essais réalisés dans PROFIL, le gaz utilisé est l'argon pour la machine Optomec et l'hélium pour la machine Limoges. La protection gazeuse locale ou globale vise à limiter, voire supprimer l'oxydation superficielle ainsi que la contamination en oxygène des pièces, phénomène particulièrement critique dans le cas du TA6V. Les paramètres de projection laser seront amplement décrits au cours du chapitre 5 concernant l'étude paramétrique de ce procédé.

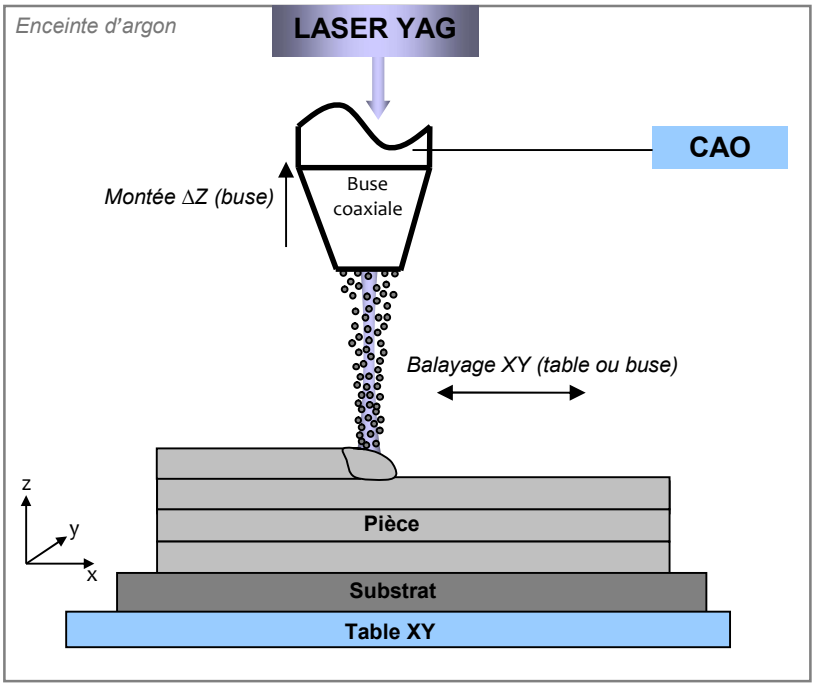


Figure 9 - Schéma de principe du procédé de projection laser : cas de la machine Optomec utilisée au Gérailp

Pour les deux machines de projection, la buse utilisée est une buse coaxiale constituée de trois cônes gigognes au travers de laquelle sont amenés le faisceau laser et le faisceau de poudre (Figure 11). On entend par buse coaxiale l'alignement du Point Focal Laser (PFL) et du Point Focal Poudre (PFP) sur l'axe de symétrie de la buse. L'alimentation en poudre de la buse s'effectue par trois tuyaux antistatiques espacés de 120° et reliés directement au distributeur de poudre. Cette triple injection de poudre permet de la répartir uniformément dans l'espace inter-cônes, entre le premier cône qui est fixe et le second qui est réglable. La poudre portée par un gaz neutre (helium ou argon) passe entre les deux premiers cônes et se trouve alors répartie autour du faisceau laser selon un cône et dont le diamètre au Point Focal Poudre (PFP) varie avec le débit massique de poudre (Dm) utilisé. La focalisation du faisceau de poudre généré par cette buse conduit à d'excellents rendements de projection pouvant atteindre pour certaines conditions de paramétrie quasiment 100% (chapitre 5). Une buse similaire a due être tronquée (la hauteur des cônes a été

raccourcie de 14 mm) pour pouvoir être utilisée également sur la machine Optomec qui est à l'origine équipée d'une buse coaxiale à 4 points d'injection dont le rendement est assez faible (environ 20%). Le cône externe 2 a été ôté pour la machine Optomec car il n'y a pas besoin d'apport local de gaz. Pour la machine Limoges, la buse est équipée d'un système de refroidissement à circulation d'eau qui permet d'éviter tout échauffement. Un flux de gaz protecteur (argon ou hélium) est apporté par la buse, d'une part par son centre au niveau du passage du faisceau laser (protection interne), et d'autre part entre le deuxième et le troisième cône (protection externe).

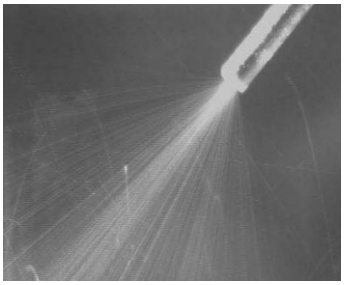
Le substrat sur lequel la pièce est construite est fixé sur une table XY. Celle-ci permet de reproduire la trajectoire (précision de 10µm) dans le cas de la machine Limoges alors que c'est la buse qui se déplace en XY dans le cas de la machine Optomec. La buse de la machine Limoges est par ailleurs supportée par un portique qui permet son déplacement en Z à 10µm près.

La machine Optomec est équipée de deux distributeurs de poudre attenants délivrant un débit volumique de poudre de 0,1 à 5 cm^3/min. La machine Limoges est quant à elle reliée à un seul distributeur de poudre de type racleur/aspirateur Plasma Technik Twin 10 de Sulzer Metco à plateau tournant permettant de délivrer un débit volumique de 0,1 à 1 cm^3/min (Figure 12 a).

Les deux machines sont équipées d'une tête optique de focalisation transportant l'énergie apportée par le laser sur le poste de travail via une fibre optique de 600µm de diamètre. Le système de focalisation est constitué d'une lentille de collimation et d'une lentille de focalisation de 200 mm de focale.

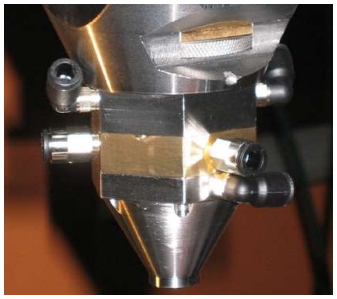
Les lasers Nd :YAG Trumpf utilisés sont d'une part un laser HD 4006 de 4kW pour la machine Limoges et d'autre un laser de 3kW pour la machine Optomec. Le diamètre du faisceau laser au point focal est estimé à 600 µm.

La machine Optomec est pourvue d'un contrôle procédé "on line" qui permet la régulation de la puissance laser afin de maintenir constante la surface du bain, et donc son volume et sa température. Il contribue ainsi à réduire fortement les défauts cumulatifs survenant lors de la construction (en particulier aux points de rebroussement). Il est possible d'instrumenter la machine Limoges d'un pyromètre IR fixé sur la table XY.



Buse latérale

Buse coaxiale 4 points Optomec



Buse coaxiale Gérailp Limoges

Figure 10 - Types de buses latérales et coaxiales [AUB06]

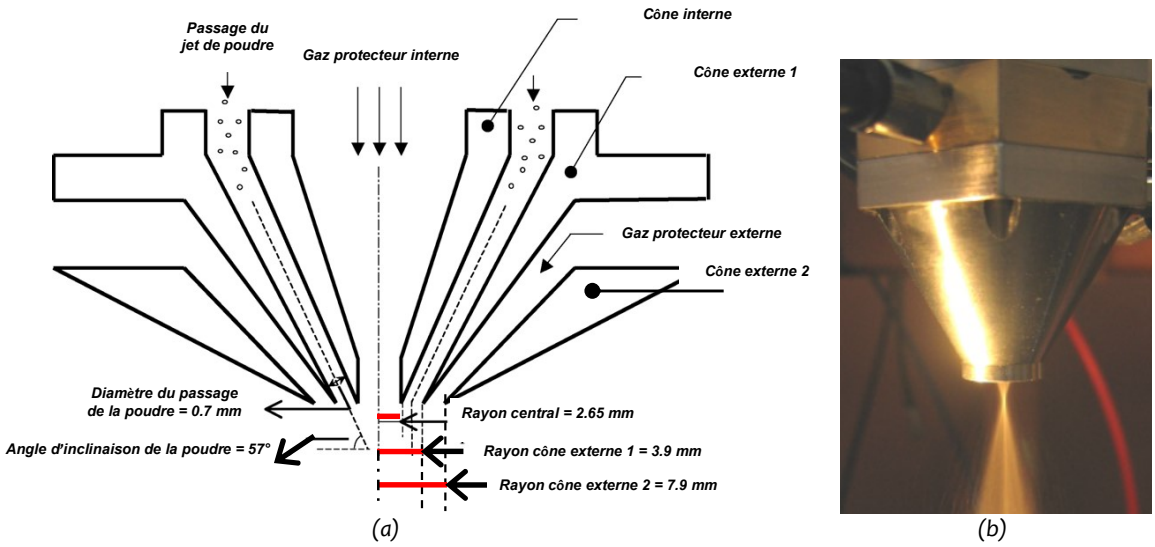


Figure 11 - Schéma de principe (a) et image (b) de la buse coaxiale utilisée au Gérailp (en l'état pour la machine Limoges et tronquée pour la machine Optomec)

Figure 12 – Machines de projection laser utilisées dans le cadre du projet PROFIL : Montage expérimental dit machine Limoges (a) et machine LENS 850R OPTOMEC (b)

1.2.3 AUTRES PROCEDES DE FABRICATION DIRECTE

1.2.3.1 Le dépôt fil : FDM

Ce procédé est développé depuis 1988 sous le nom de Fused Deposition Modelling (FDM). Un fil de matériau polymère ou métallique est délivré par une buse distributrice et fondue sur un substrat (Figure 13). La machine 3 axes à commande numérique sur laquelle est fixée la buse permet de générer couche par couche la forme de la pièce à partir de ses données CAO. Le fil peut être fondue au moyen d'une tête chauffante (cas des polymères), d'un laser (DLW), d'un faisceau d'électrons (CVE) [TAM06] ou bien d'un arc électrique (SMD) selon qu'il s'agisse d'un matériau polymère (polyamides, polypropylènes, ABS, PEEK, etc.) ou d'un matériau métallique. L'avantage de cette technologie est l'économie réalisée sur le coût matière du fait de l'absence de rebut (rendement massique de 100%). La vitesse de déposition et l'état de surface de la pièce sont meilleurs que dans le cas du procédé d'injection de poudre comme la projection laser [SYE05]. La précision dimensionnelle est de l'ordre de 100 µm et la rugosité atteinte est de l'ordre de 3,5 µm pour les polymères. Ce procédé est commercialisé par la société Stratasys.

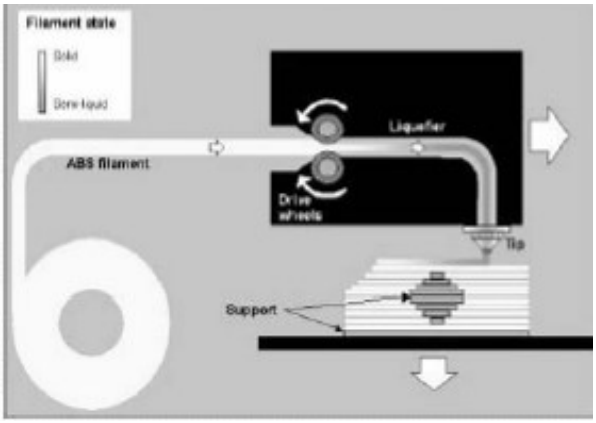


Figure 13 – Schéma de principe du procédé FDM

1.2.3.2 Imprimante 3D : 3D-printing

Il s'agit d'une technologie indirecte de fabrication de pièces 3D commercialisée par 3D-printing prométal et par Z-Corp. La consolidation des couches s'effectue par injection locale d'un liant liquide sur un lit de poudre métallique (Figure 14). La pièce ainsi formée après durcissement du liant est placée dans un four et chauffée afin d'éliminer celui-ci (opération de déliantage). La pièce, qui présente alors un taux de porosité de 60%, est infiltrée avec un autre métal à plus bas point de fusion (bronze…) par capillarité. Ce procédé permet de réaliser des prototypes mais également des pièces fonctionnelles pour certaines applications.

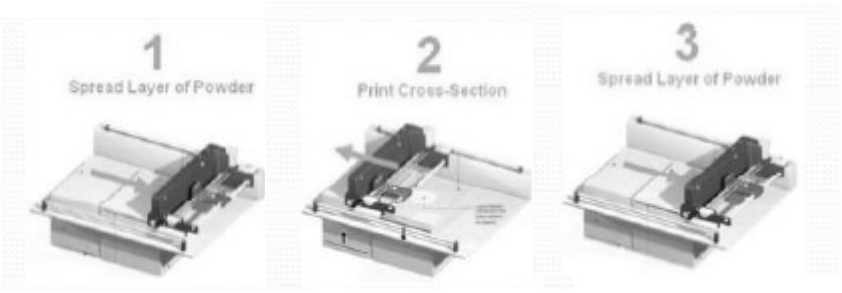


Figure 14 – Schéma de principe du procédé 3D-Printing

1.2.3.3 La stéréolithographie : SLA

La stéréolithographie (Stereo-Lithography Apparatus, SLA) est une technologie commercialisée à l'origine par 3D Systems qui permet d'élaborer des pièces 3D en résine (Figure *15*).

La pièce est formée couche par couche d'après un modèle CAO en balayant dans un monomère liquide un faisceau laser ultraviolet helium-cadmium (HeCd : λ = 325 nm et diamètre au point focal = 200 µm) ou bien un laser argon ionisé (Ar+ : λ = 351 et 363 nm). Le laser provoque la polymérisation de cette résine liquide photosensible.

Un plateau de fabrication est ainsi disposé dans une cuve remplie de résine (époxy ou acrylate). La première couche de résine liquide est polymérisée par balayage du faisceau laser puis le plateau descend dans le bac de résine d'une distance égale à la hauteur de couche de façon à polymériser les couches de résine suivantes. La hauteur des couches varie de 50 à 200 µm environ et la rugosité Ra est de l'ordre de 2,5 µm. La pièce ainsi construite est extraite du bac de résine liquide pour être égouttée. Des supports peuvent éventuellement être ajoutés lors de la construction en cas de contre-dépouilles trop importantes.

L'avantage de cette technologie est qu'elle est relativement précise en dimension (≈25 µm) et qu'elle permet de réaliser des formes complexes avec éventuellement des formes cachées. Elle est ainsi utilisée pour la réalisation de prototypes, d'assemblages, de petites séries de pièces et pour l'élaboration de modèles « maîtres » pour le moulage de précision (par exemple moules en cire perdue).

La stéréolithographie présente en revanche certaines limitations : d'une part les matériaux d'emploi concernent uniquement les résines photosensibles, un post-traitement en four est souvent nécessaire pour pallier l'absence de polymérisation dans certaines zones de la pièce et d'autre part l'utilisation de supports s'avère généralement nécessaire.

Il existe d'autres procédés connexes à la stéréolithographie dont le principe de fonctionnement est très similaire comme le Solid Ground Curing (SGC), ou stéréolithographie par masquage, commercialisé par la société Cubital qui permet également de construire une pièce en résine photosensible au moyen d'une lampe UV. La lampe expose la résine liquide au travers d'un masque qui bloque les rayons UV aux endroits où elle ne doit pas être polymérisée. La présicion de cette technique est cependant assez médiocre (100-200 µm). Un autre procédé similaire basé sur la technologie Polyjet commercialisé par la société 2Objet consiste à polymériser la résine à l'état solide par une lampe UV. La construction de la pièce par couches successives est réalisée par dépose sélective de résines : les supports et la pièce n'étant pas constitués de la même résine. La précision du procédé est de l'ordre de 20-40 µm.

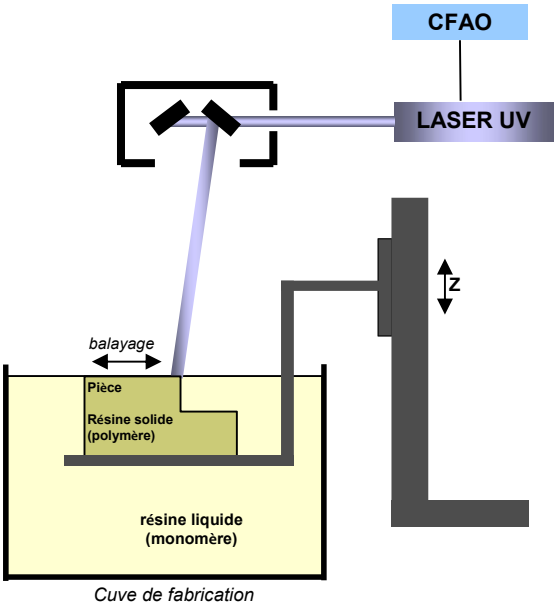


Figure 15 - Schéma de principe du procédé de stéréolithographie

1.2.3.4 Empilement de feuilles : LOM

Le procédé LOM (Laminated Object Manufacturing), inventé en 1985, est développé par la société Helisys Inc et est actuellement commercialisé par 3D-Systems. Il permet essentiellement de fabriquer des prototypes fonctionnels à défauts de structures étant donné que les propriétés mécaniques des pièces réalisées sont médiocres. Le principe de cette technologie réside dans la découpe au laser CO_2 de fines couches de papier ou de matériau plastique, métallique ou céramique [TAY03] dont l'épaisseur varie de 50 à 500 µm, qui sont ensuite empilées pour créer l'objet escompté (Figure 16). La rugosité (Ra) est de l'ordre de 2,5 µm.

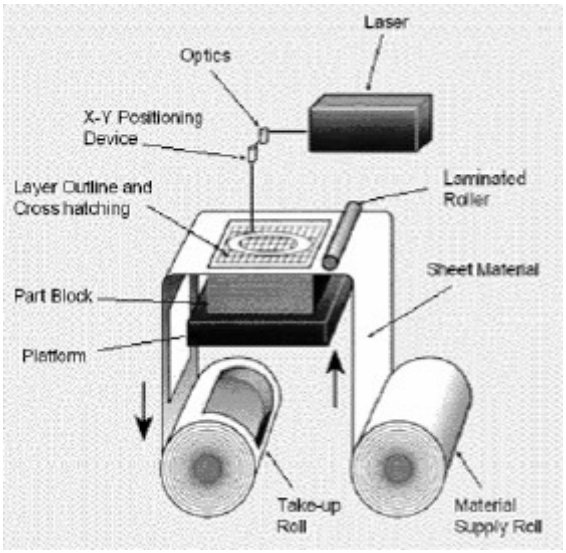


Figure 16 – Schéma de principe du procédé LOM

1.3 CONCLUSION DU CHAPITRE

Les technologies de fabrication directe sont des procédés qui offrent des perspectives intéressantes pour l'élaboration de pièces finies prêtes à l'emploi dans des domaines variés tel que l'aéronautique, l'industrie automobile ou bien le secteur médical.

Les principaux enjeux visés sont la réduction des coûts et délais de fabrication par rapport aux technologies conventionnelles du fait notamment de l'absence d'outillage et de la réduction des étapes de fabrication. De plus, ces technologies apportent une flexibilité de conception tant elles rendent possible la fabrication de nouveaux « design » de pièces qui ne sont pas nécessairement réalisables par les méthodes classiques. La fabrication additive permet en outre d'ajouter de nouvelles fonctions à des pièces déjà existantes.

Les premières études menées dans la littérature et dans le cadre de ce projet montrent que les propriétés mécaniques sont prometteuses et atteignent parfois celles du matériau élaboré conventionnellement.

En outre, une large gamme de matériaux peut être utilisée en fabrication directe et il est même envisageable de construire des pièces en matériau à gradient de composition et en matériau composite à matrice métallique (CMM).

Dans l'état actuel de la maîtrise de ces procédés, certains inconvénients limitent encore leur utilisation dans l'industrie. En effet, certaines caractéristiques des pièces comme la précision géométrique, l'état de surface, la santé métallurgique et les distorsions résiduelles sont encore mal maîtrisées. De plus, dans le cas de la fusion sélective par laser, la taille relativement réduite de l'enceinte de fabrication limite les dimensions des pièces constructibles par cette technologie. En projection laser, l'absence de soutènement par le lit de poudre comme c'est le cas en SLM, limite les géométries constructibles.

L'objectif de cette étude est donc de mieux appréhender le fonctionnement de ces procédés afin d'optimiser la qualité des pièces produites et d'envisager d'éventuels post-traitements de manière à pallier leurs défauts.

2 MATERIAUX D'ETUDE

2 MATERIAUX D'ETUDE 37

2.1 LE TITANE ET SES ALLIAGES 38
2.1.1 *Les alliages de titane* 38
2.1.1.1 Structure et propriétés du titane pur 38
2.1.1.2 Effets des éléments d'addition 40
2.1.1.3 Classification des alliages de titane 43
2.1.1.4 Les différentes phases des alliages de titane 47
2.1.1.5 Influence de la microstructure sur les propriétés d'emploi 48
2.1.2 *Le TA6V* 49
2.1.2.1 Microstructure du TA6V 50
2.1.2.2 Propriétés mécaniques du TA6V 60
2.1.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés du TA6V 63
2.2 LE NICKEL ET SES ALLIAGES 67
2.2.1 *Les superalliages base nickel* 67
2.2.1.1 Effets des éléments d'addition 67
2.2.1.2 Phases rencontrées dans les superalliages base nickel 70
2.2.1.3 Propriétés physiques et mécaniques des superalliages base nickel 72
2.2.2 *L'Inconel 718* 72
2.2.2.1 Métallurgie de l'Inconel 718 73
2.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques de l'Inconel 718 80
2.2.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés de l'Inconel 718 82
2.3 ETUDE DES POUDRES UTILISEES EN FABRICATION DIRECTE 84
2.3.1 *Poudre de projection laser en TA6V (TLS Technik)* 84
2.3.1.1 Analyse métallurgique et morphologique 84
2.3.1.2 Analyse de la granulométrie 85
2.3.1.3 Analyse thermique différentielle 86
2.3.2 *Poudre de projection laser d' IN718 (Sulzer Metco)* 87
2.3.2.1 Analyse métallurgique et morphologique 87
2.3.2.2 Analyse de la granulométrie 87
2.3.2.3 Analyse thermique différentielle 88
2.3.3 *Poudre de fusion sélective par laser d'AlSi10Mg (TLS Technik)* 89
2.3.3.1 Analyse métallurgique et morphologique 89
2.3.3.2 Analyse de la granulométrie 90
2.3.3.3 Analyse thermique différentielle 90
2.3.4 *Recyclage des poudres* 91
2.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 92

Ce chapitre vise à étudier les deux principaux alliages étudiés dans le cadre du projet PROFIL : le TA6V et l'Inconel 718. Cette synthèse bibliographique permettra d'appréhender les conséquences des conditions thermiques particulières mises en jeu lors de la fabrication directe sur la métallurgie des deux alliages. Ainsi, l'étude bibliographique sera focalisée tout particulièrement sur les changements de phase des deux alliages intervenant d'une part lors de la solidification et d'autre part lors des recuits et des trempes ultérieures. L'influence de l'oxygène sur les propriétés des deux alliages sera également étudiée car la contamination en oxygène est un des risques induits par la fabrication directe.

2.1 LE TITANE ET SES ALLIAGES

2.1.1 LES ALLIAGES DE TITANE

Le titane et ses alliages sont largement utilisés dans l'industrie pour leur faible densité, leurs propriétés mécaniques élevées depuis des températures cryogéniques jusqu'à 550°C ainsi que pour leur résistance à la corrosion dans de nombreux milieux chimiques (solutions salines, dérivés chlorés, acide nitrique, etc.).
Les domaines de l'aéronautique et du spatiale sont historiquement une des premières applications du titane et de ses alliages du fait de leur haute résistance spécifique, leurs bonnes propriétés en fatigue et fluage ainsi que leur ténacité. Dans le domaine aéronautique, ils sont largement utilisés pour l'élaboration de pièces ayant des températures d'utilisation inférieures à 500°C, notamment pour certaines pièces du moteur dans les étages moyennes et basses températures. Dans le domaine de l'aérospatiale, ces alliages sont utilisés pour leurs bonnes propriétés aux températures cryogéniques [IVA95] : Ils constituent certains éléments du moteur Vulcain d'Ariane 5. Le titane et ses alliages sont également utilisés pour leur résistance à la corrosion dans l'industrie chimique (comme l'industrie du papier), le génie civil, les applications maritimes et militaires (sous-marins, plateformes offshore) ainsi que la production d'énergie (réacteurs nucléaires, géothermie). Ils ont aussi d'importantes applications dans le secteur médical du fait de leur biocompatibilité et de leur module d'Young pouvant être assez bas et donc proche de celui des tissus osseux. Les propriétés de supraconductivité des alliages contenant du niobium permettent l'utilisation du titane pour la fabrication des bobines supraconductrices des appareils IRM. Les alliages contenant du nickel sont utilisés dans les applications nécessitant des matériaux à mémoire de forme. D'autres secteurs comme la bijouterie ou encore les équipements sportifs utilisent le titane et ses alliages. Une des applications récentes du titane est l'industrie automobile qui entreprend de l'intégrer aux véhicules de tourisme en vue d'un allègement des structures [DES90]. Les applications du titane sont néanmoins limitées par son médiocre comportement en frottement (aptitude au feu titane) auquel des traitements de surface adéquats peuvent remédier.

2.1.1.1 Structure et propriétés du titane pur

Le titane pur est un métal léger dont la densité (ρ = 4,5 g/cm^3) est comprise entre celle de l'aluminium (ρ = 2,7 g/cm^3) et celle de l'acier (ρ = 7,9 g/cm^3). Son point de fusion élevé (Tf = 1670°C) permet son utilisation à haute température. Le Tableau 3 présente une comparaison de quelques propriétés du titane avec celles d'autres métaux. Les propriétés thermo-physiques et mécaniques sont présentées dans le Tableau 4.

Le titane pur est le siège d'une transformation allotropique à 882°C (Figure 17). Il peut exister sous deux formes cristallines distinctes [BAR77], [COM91] :

- A basse température (jusqu'à 882°C), il possède une structure hexagonale α pseudo-compacte définie par ses deux paramètres de maille a, arête de l'hexagone de base, et c la distance entre les deux plans de base. Ces deux paramètres cristallins sont respectivement égaux à 2,95 Å et 4,682 Å pour un rapport c/a = 1,587. Ce rapport est sensiblement inférieur à la valeur théorique de 1,633, ce qui signifie que le titane est donc particulièrement compact dans la direction perpendiculaire au plan hexagonal de base. Le plan de base n'est donc pas le seul plan de grande densité et joue parmi d'autres plans (plans pyramidaux) son rôle de plan de glissement. La multiplicité des systèmes de déformations (glissement ou macle) est assez complexe, ce qui explique la ductilité relativement importante du titane α par rapport à d'autres métaux hexagonaux (Zn et Mg par exemple) [SER65].

- A haute température (T> 882°C), le titane est présent sous la phase β qui possède une structure cubique centrée de paramètre cristallin a = 3,32 Å. Au delà de 1670°C, la phase β est liquide et entre

en ébullition à 3285°C. Contrairement à la phase α, relativement plastique par rapport aux autres métaux hexagonaux du fait de la valeur singulière de ses paramètres cristallins, la phase β est quant à elle plastique du fait de sa nature cubique. Au delà de 882°C (transus β), lors d'une trempe énergétique dans le domaine β, le titane subit une transformation allotropique de type martensitique. La martensite obtenue, désignée par α', est une phase saturée en éléments interstitiels et hors d'équilibre, apte au durcissement par retour à l'équilibre structural. Elle possède une structure hexagonale dont le paramètre de maille a est identique à celui de la phase α. En revanche le paramètre c est légèrement inférieur. Cette martensite dans le cas du titane pur est douce, ductile et donc relativement peu dure par rapport à la phase α.

La transformation allotropique β→α du titane pur présente les caractéristiques d'une transformation du type martensitique : cette transformation athermique a lieu sans diffusion d'atomes et il existe une correspondance entre certains plans et certaines directions cristallographiques de ces deux phases α et β (hérédité cristallographique). Il est notamment observé une correspondance entre les plans $\{110\}_\beta$ et $\{0001\}_\alpha$ (plans d'accolement) et entre les directions cristallographiques $<111>_\beta$ et $<11\text{-}20>_\alpha$ [COR06]. Du fait du caractère adiffusionnel de la réaction, il est impossible de stabiliser la phase β par trempe pour le titane pur. Quelque soit les conditions de refroidissement, cette transformation s'effectue par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique, éventuellement suivie lorsque que le refroidissement est lent d'une croissance thermiquement activée de la phase α (mécanisme de type bainitique). Les lamelles ou plaquettes de α obtenues par refroidissement lent ou par transformation isotherme ont les mêmes correspondances cristallographiques que la martensite obtenue par trempe. Le titane est ainsi constitué soit d'une structure aiguillée entièrement martensitique α', soit d'une structure lamellaire de type bainitique (structure en vannerie) avec une légère diffusion des éléments interstitiels (O, N, C) perpendiculairement aux plaquettes, [TRI88].

Matériaux	Densité (g/cm^3)	T_f température de fusion (°C)	T_{eb} température d'ébulition (°C)	Conductivité thermique à T_{amb} ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Capacité calorifique massique moyenne à T_{amb} ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	ΔHf Chaleur latente de fusion ($J.g^{-1}$)	α Coefficient de dilatation linéaire à T_{amb} ($10^{-6}.K^{-1}$)
Titane	**4,51**	**1668**	**3285**	**11,4**	**523**	**365**	**8,6**
Cuivre	**8,96**	**1084,6**	**2562**	**398**	**385**	**205**	**16,5**
Aluminium	**2,7**	**660,3**	**2519**	**247**	**897**	**388**	**23,1**
Acier non-allié	**7,9**	**1460**	**2500**	**52**	**490**	**205**	**11,5**

Tableau 3- Tableau comparatif des propriétés du titane et d'autres métaux [SMI92]

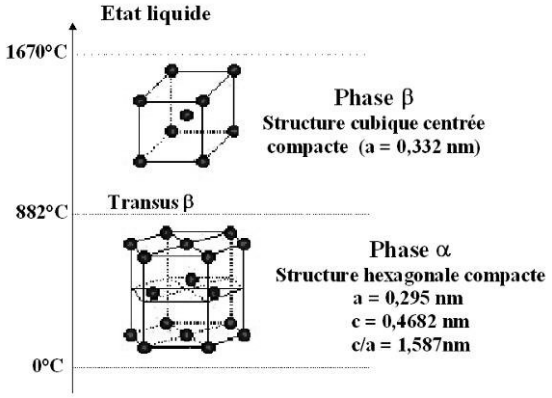


Figure 17 - Structure cristallographique du titane pur

	Propriétés	Valeurs
Z	Numéro atomique	22
r_c	Rayon de covalence	1.32 Å
Ei	Energie d'ionisation (M en M^+)	659 $kJ.mol^{-1}$
T_{eb}	Température d'ébullition	3260-3285-3313 °C
T_f	Température de fusion	1670 °C
T_β	Transus β	882 °C
ρ	Masse volumique	4510 $kg.m^{-3}$ à 20 °C 4110 $kg.m^{-3}$ à T_f
M	Masse molaire	47.9 $g.mol^{-1}$
ΔHs	Chaleur de sublimation (S→V)	10040 $J.g^{-1}$ à 0K 9800 $J.g^{-1}$ à 298K
ΔHv	Chaleur de vaporisation (L→V)	8890 $J.g^{-1}$
ΔHf	Chaleur latente de fusion (S→L)	322-365 $J.g^{-1}$
ΔHtr	Chaleur latente de transition (α→β)	70-89 $J.g^{-1}$
Cps	Capacité calorifique massique (à 20°C)	518-522-528 $J.kg^{-1}.K^{-1}$
Cpl	Capacité calorifique massique (à T_f)	700-786 $J.kg^{-1}.K^{-1}$
α	Coefficient de dilatation linéaire (à 20°C)	8.3-8.9 . $10^{-6}.K^{-1}$
λ	Conductivité thermique	18-21.6 $W.m^{-1}.K^{-1}$
γ_{LV}	Tension de surface du liquide (à T_f)	1.65 $N.m^{-1}$
η	Viscosité dynamique du liquide (à T_f)	5.2 .$10^{-3}$$N.s.m^{-2}$
Ω	Résistivité électrique	47.8-54 μΩ.cm (à 20 °C) 172 μΩ.cm (à T_f)
K	Susceptibilité magnétique	1.25-3.40 10^{-6}
ν	Coefficient de Poisson	0.33
E	Module d'Young	110 GPa
G	Module de torsion	40 GPa
$Rp_{0.2}$	Limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique	260 MPa
Rm	Résistance maximale à la traction	350 MPa
A	Allongement à la rupture	40%
σ_D	Limite d'endurance en traction à 10^7 cycles en %Rm	≥50%
K_{IC}	Ténacité	50 $MPa.m^{1/2}$
ΔV/V	Changement de volume au passage de β → α	- 1,4%

Tableau 4 - Propriétés du titane pur [LAM90, GOL61, HOS05, COR06]

2.1.1.2 Effets des éléments d'addition

Pour son utilisation industrielle, le titane est essentiellement utilisé sous forme alliée. Le titane peut former des solutions solides avec un certain nombre d'éléments d'addition en substitution ou en insertion dans le réseau du titane pur. L'ajout d'éléments d'addition permet de stabiliser le domaine de la phase α ou celui de la phase β en faisant apparaître un domaine biphasé α+β et en déplaçant le transus β (ce dernier est maximal pour les alliages de type α et décroît continûment jusqu'aux alliages de type β). Les effets des éléments d'alliage sur la stabilité des phases α et β sont cumulatifs [SER65]. Ils influencent d'une part les propriétés de résistance à la corrosion (modification de la chimie de surface) et d'autre part les propriétés mécaniques (solution solide ou morphologie de la microstructure). Ils agissent également sur les cinétiques de germination et de croissance des deux phases.

Les éléments d'alliage sont répertoriés en quatre catégories en fonction de leur influence sur la forme du diagramme d'équilibre (Figure 18), [COM97, BAR77, BRO82, TRI91, SER65] :

- Les éléments alphagènes favorisent la présence de la phase α en augmentant sa cinétique de précipitation et en élevant le transus. Parmi les éléments alphagènes de substitution, on peut citer l'aluminium, le galium et le germanium. Le principal élément alphagène est l'aluminium, entrant dans la composition de la plupart des alliages de titane, car il renforce l'alliage par durcissement par solution solide et contribue également à l'allégement de l'alliage. Les éléments non métalliques comme l'oxygène, le carbone et l'azote sont des éléments alphagènes d'insertion.

- **Les éléments bêtagènes isomorphes** abaissent le transus sans changer la forme du diagramme d'équilibre. Ces éléments cristallisent dans le système cubique centré et possèdent un rayon atomique très proche de celui du titane β, entraînant une miscibilité complète en phase β à haute température. Les principaux bêta-isomorphes sont le molybdène, le vanadium, le niobium et le tantale.

- **Les éléments bêtagènes eutectoïdes** abaissent le transus en donnant naissance à des composés intermétalliques avec le titane (Par exemple : chrome, cobalt, cuivre, fer, manganèse, nickel, plomb, silicium). D'autres éléments bêtagènes présentent une solubilité en phase β car ils donnent lieu à une démixion à l'état solide : c'est le cas du tungstène.

- **Les éléments neutres** ont une influence négligeable sur le transus β et ne favorisent pas la formation d'une des deux phases. Ils sont cependant couramment utilisés car ils possèdent une large solubilité dans les phases α et β et contribuent ainsi au durcissement par solution solide. Il s'agit essentiellement de l'étain et du zirconium.

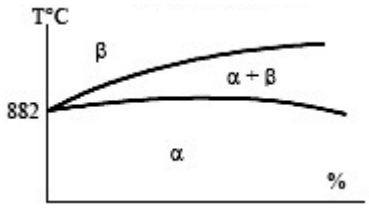
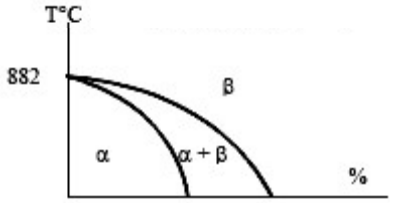
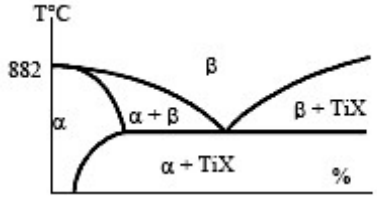
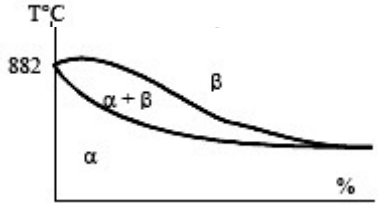
	Diagrammes	Insertion	Substitution
Alphagènes		O, N, B, C	Al
Bêtagènes Isomorphes			Mo, V, Nb, Ta
Bêtagènes Eutectoïdes		H	Mn, Fe, Cr, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
Neutres			Sn, Zr

Figure 18 - Classification des éléments d'alliage du titane [COM97]

Les éléments d'alliage peuvent également générer une modification des propriétés d'usage [HIL06, BAR77, COL00, HAD77]:

- **L'hydrogène** n'a pas d'influence directe sur les propriétés mécaniques, cependant sa précipitation sous forme d'hydrures provoque une baisse de la ductilité. L'hydrogène est moins soluble dans la phase α (19 ppm dans le T40) que dans la phase β (800 à 1000 ppm dans le TA6V).

- **L'oxygène, le carbone et l'azote** ont pour effet d'augmenter la dureté (durcissement par solution solide) et les caractéristiques de résistance mécanique au détriment de la ductilité (rupture fragile) et de l'allongement à la rupture. Ces éléments interstitiels déforment le réseau de façon anisotrope, entraînant une modification du mouvement des dislocations et du glissement [VLC06]. Une augmentation de 0,1 à 0,2wt.% de carbone augmente la résistance à la traction de 80 MPa et diminue la ductilité de 5% [JAF58 tiré de JOV06]. Leur teneur est donc maintenue à des niveaux relativement bas et sont considérés comme des impuretés au delà d'une certaine teneur (2000 ppm pour l'oxygène, 1000 ppm pour l'azote, et 1000 ppm pour le carbone). Le carbone peut former des carbures de titane TiC qui améliore la résistance mécanique et la résistance à l'usure.

- **L'aluminium** durcit la phase α et a tendance à augmenter le rapport c/a lorsqu'il est en solution dans la phase α. Il améliore la résistance mécanique à chaud et la tenue au fluage. En revanche, la plasticité à chaud et à froid diminue avec l'augmentation de la teneur en aluminium. De plus, pour une teneur en aluminium supérieure à 5-6% en poids, la phase ordonnée fragilisante Ti_3Al, appelée également α_2, apparaît. Pour des teneurs en aluminium supérieures à 7%, l'emploi de vitesses de refroidissement très rapides ne permet pas d'éviter la formation de phase α_2.

- **Le vanadium** en solution dans la phase α réduit le rapport c/a. Il est par conséquent utilisé pour réduire la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium (rappelons que le titane hexagonal doit sa plasticité particulière à son rapport c/a faible). Le vanadium abaisse la tenue à l'oxydation et est limité à 20% en masse. Une teneur de 15 % en masse de vanadium est nécessaire pour stabiliser totalement la phase β métastable par trempe, laquelle est alors susceptible de durcir par revenu.

- **L'étain** durcit la phase α. Il améliore la tenue au fluage et le compromis résistance-ductilité aux températures cryogéniques. Sa teneur est limitée à 6% en masse.

- **Le zirconium** durcit les phases α et β. Il améliore le compromis résistance-ductilité de tous les alliages $\alpha+\beta$. Sa teneur est limitée à 8% en masse.

- **Le molybdène** augmente la résistance, la ductilité et le fluage à moyenne température. Il améliore la tenue à l'oxydation. Sa teneur est limitée à 20% en masse.

- **Le chrome** améliore la résistance mais abaisse la ductilité. Il augmente légèrement la résistance à l'oxydation. En pratique, sa teneur est limitée à 4% en masse dans les alliages $\alpha+\beta$, néanmoins 12% en masse sont acceptables avant la formation d'un composé eutectoïde TiX.

- **Le fer** améliore le compromis résistance-ductilité-fluage à moyenne température. Il abaisse considérablement le transus β et permet ainsi de travailler plus bas en température. Sa teneur est limitée à 2% en masse.

- **Le silicium** augmente la résistance mécanique et la tenue au fluage par précipitation de siliciures. Toutefois, sa teneur est limitée à 1% en masse pour éviter de trop importantes chutes de ductilité.

- **Le cuivre** peut précipiter sous forme Ti_2Cu et améliore ainsi la résistance à la traction et la soudabilité.

2.1.1.3 Classification des alliages de titane

La nature et la teneur en éléments d'alliage vont conditionner la nature et la proportion des phases présentes à l'équilibre (Figure 21). Les alliages de titane sont ainsi classés en trois grandes familles selon leur état microstructural à l'ambiante.

On distingue ainsi les alliages α, $\alpha+\beta$ et β [COM95, LAM90, HAD77, BAR77] :

– **Les alliages α :** constitués de 100% de phase α

Ces alliages sont à l'état hexagonal compact. Le principal élément d'addition est l'aluminium. La phase β ne peut être retenue à température ambiante rendant ces alliages insensibles aux traitements thermiques. La principale variable microstructurale dans les alliages alpha est la taille de grains. Ils sont moins résistants à la corrosion que le titane pur mais possèdent une meilleure résistance mécanique. Leur structure monophasée leur confère une bonne soudabilité et une bonne stabilité sous contrainte à chaud. Ils sont résistants, tenaces et présentent une bonne ductilité dans le domaine des températures cryogéniques (-253°C) et jusqu'à 500 °C [SER65]. L'absence de transition ductile-fragile les rend apte à l'utilisation aux températures cryogéniques [LAM90]. Ils sont difficiles à déformer à froid et sont généralement plus résistants à l'oxydation que les alliages $\alpha+\beta$. Ils rentrent dans la famille des alliages de titane résistants au fluage (faible allongement jusque vers 650 °C).

– **Les alliages β :** constitués de 100% de phase β

Ces alliages sont cubiques centrés à toutes températures. La composition en éléments bêtagènes est telle que la phase β est thermodynamiquement stable à température ambiante c'est-à-dire qu'aucune transformation $\beta \rightarrow \alpha+\beta$ ne peut se produire lors de traitements thermomécaniques. Ces alliages présentent une bonne soudabilité et sont résistants à chaud pour des courtes sollicitations. Leur mise en forme à froid est supérieure à celle des alliages $\alpha+\beta$. Ils s'avèrent toutefois fragiles pour des températures inférieures à -50°C.

– **Les alliages $\alpha+\beta$:**

Ces alliages sont composés d'une microstructure mixte contenant de 10 à 50% en volume de phase β à température ambiante et pouvant présenter des formes diverses variant de la structure équiaxe à la structure aciculaire ou une combinaison de ces deux dernières. Ils présentent des caractéristiques intermédiaires entre les deux familles précédentes. Ils possèdent une bonne réponse aux traitements thermiques et sont stables sous contrainte à chaud. Ils sont cependant moins résistants au fluage que les alliages α et présentent une moins bonne soudabilité.

Ils sont sous-divisés en différentes catégories :

Quasi α (β <5%Vol.) : Ces alliages contiennent une grande proportion de stabilisants alphagènes et une faible concentration d'éléments bêtagènes. Une faible quantité de β peut être retenue à température ambiante sous forme métastable indiquant qu'il s'agit d'alliages à faible trempabilité. Ils possèdent une meilleure résistance mécanique que les alliages α en gardant des propriétés à chaud intéressantes.

$\alpha+\beta$ (5%Vol.<β<20%Vol.) : Les concentrations en éléments alphagènes et bêtagènes sont suffisantes pour induire un large domaine biphasé jusqu'à température ambiante. La haute trempabilité de ces alliages est à l'origine du fait que la phase β peut se décomposer en α lors d'un refroidissement lent ou en martensite α' suite à une trempe. Une grande diversité de microstructures et donc une large gamme de caractéristiques mécaniques peuvent être obtenues en fonction du traitement thermique.

quasi β (β>20%Vol.) : Ils diffèrent des alliages $\alpha+\beta$ par leur capacité à retenir une phase β métastable par trempe (Ms < Tamb). On peut néanmoins obtenir une structure martensitique par sollicitation mécanique à température ambiante. La teneur élevée en éléments bêtagènes provoque l'abaissement de Ms en dessous de la température ambiante et le ralentissement de la cinétique de germination de α. Une phase β métastable peut être alors retenue à température ambiante sans qu'une trempe énergétique soit nécessaire. Ils offrent une gamme de microstructures et de propriétés encore plus vastes que les alliages $\alpha+\beta$ mais sont moins stables en température. On distingue deux types d'alliages. Les alliages β riches d'une part, qui sont

susceptibles de retenir une phase métastable (α' ou βm) à l'ambiante par refroidissement très rapide, qui se transformera en α+β par traitement thermique contenant 20 à 25% en volume de β. Les alliages β métastables d'autre part, qui sont susceptibles de retenir de la phase β métastable à l'ambiante par refroidissement moyennement rapide, qui se transformera en α+β suite à un traitement thermique contenant 25 à 35% en volume de β. Les alliages β métastables sont également susceptibles de former la phase fragilisante ω lors d'un revenu.

La Figure 21 représente l'évolution des températures de début Ms et de fin Mf de transformation martensitique dans un diagramme pseudo-binaire en fonction de la quantité en éléments bêtagènes. Ce type de diagramme permet de prévoir les constituants après retour à l'ambiante suite à une trempe dans le domaine β ou α+β, ou encore suite à un refroidissement à l'équilibre.

La Figure 20 présente les microstructures d'équilibre et les propriétés d'emploi de quelques alliages de titane [TRI91]. Le Tableau 5 présente la composition chimique et les propriétés mécaniques des alliages de titane.

Sachant que certains éléments d'alliage stabilisent la phase α (éléments alphagènes), d'autres stabilisent la phase β (éléments bêtagènes) soit en étant miscibles en toutes proportions (β-isomorphes), soit en formant des eutectoïdes (β-eutectoïdes), et que certains de ces éléments sont moins actifs que d'autres, le classement des alliages de titane peut être alors défini en évaluant le poids respectif des éléments alphagènes et bêtagènes (Figure 19) [HER04], [COM97]. Cette classification s'effectue grâce à deux sommes pondérées :

- $Al_{éq}$ représentant le pourcentage pondéral en éléments alphagènes équivalent à une teneur en Al,
- $Mo_{éq}$ représentant le pourcentage pondéral en éléments bêtagènes équivalent à une teneur en Mo.

$$Al_{eq}(\%massique) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10.(O_2 + C + 2.N)$$

$$Mo_{eq}(\%massique) = Mo + \frac{V}{1,5} + \frac{Cr}{0,6} + \frac{Fe}{0,35} + \frac{Cu}{1,3} + \frac{Nb}{3,6}$$

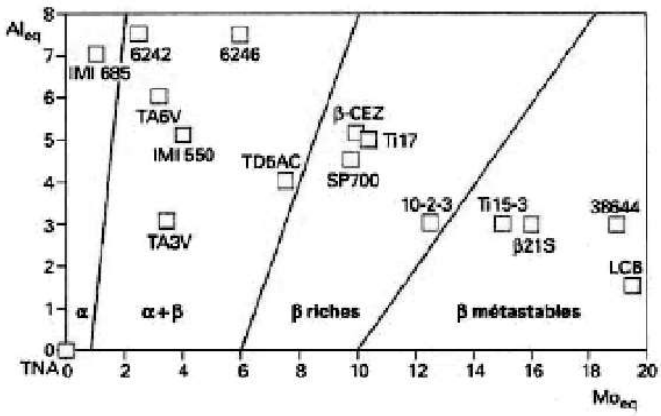


Figure 19 - Diagramme $Al_{éq}$ – $Mo_{éq}$: définition des catégories d'alliages [COM97]

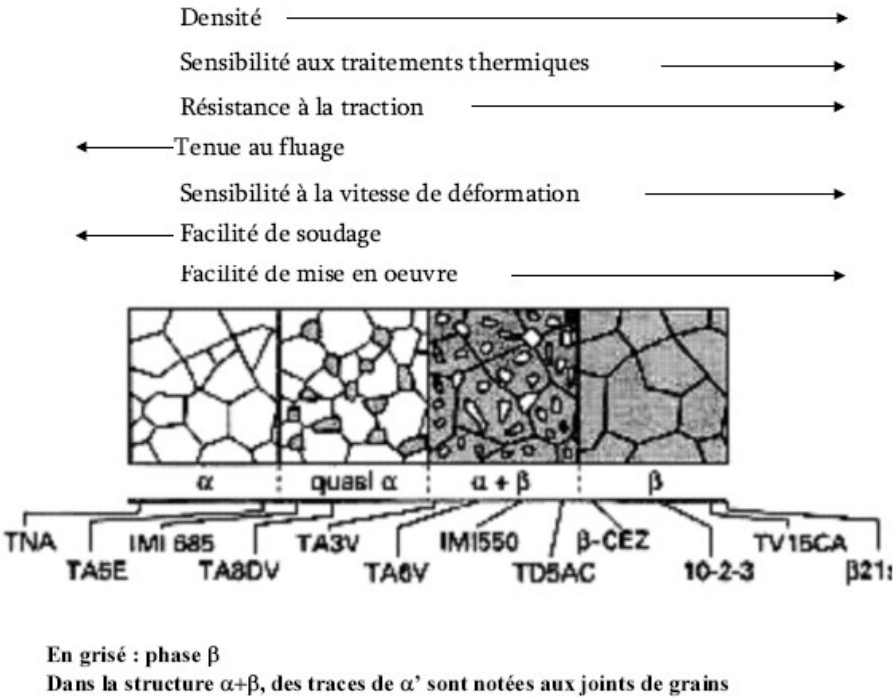


Figure 20 - Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane et leurs propriétés d'emploi associées [TRI91]

Designation	Tensile strength (min) MPa	ksi	0.2% yield strength (min) MPa	ksi	Impurity limits, wt % N (max)	C (max)	H (max)	Fe (max)	O (max)	Nominal composition, wt % Al	Sn	Zr	Mo	Others
Unalloyed grades														
ASTM Grade 1	240	35	170	25	0.03	0.10	0.015	0.20	0.18	...	...	...	...	...
ASTM Grade 2	340	50	280	40	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	...	...	...	...	...
ASTM Grade 3	450	65	380	55	0.05	0.10	0.015	0.30	0.35	...	...	...	...	...
ASTM Grade 4	550	80	480	70	0.05	0.10	0.015	0.50	0.40	...	...	...	...	...
ASTM Grade 7	340	50	280	40	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	...	...	...	...	0.2 Pd
Alpha and near-alpha alloys														
Ti-0.3Mo-0.8Ni	480	70	380	55	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25	...	...	...	0.3	0.8 Ni
Ti-5Al-2.5Sn	790	115	760	110	0.05	0.08	0.02	0.50	0.20	5	2.5	...	...	...
Ti-5Al-2.5Sn-ELI	690	100	620	90	0.07	0.08	0.0125	0.25	0.12	5	2.5	...	...	...
Ti-8Al-1Mo-1V	900	130	830	120	0.05	0.08	0.015	0.30	0.12	8	...	...	1	1 V
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	900	130	830	120	0.05	0.05	0.0125	0.25	0.15	6	2	4	2	...
Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo	790	115	690	100	0.02	0.03	0.0125	0.12	0.10	6	...	...	1	2 Nb, 1 Ta
Ti-2.25Al-11Sn-5Zr-1Mo	1000	145	900	130	0.04	0.04	0.008	0.12	0.17	2.25	11.0	5.0	1.0	0.2 Si
Ti-5Al-5Sn-2Zr-2Mo(a)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.0125	0.15	0.13	5	5	2	2	0.25 Si
Alpha-beta alloys														
Ti-6Al-4V(b)	900	130	830	120	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20	6.0	...	...	...	4.0 V
Ti-6Al-4V-ELI(b)	830	120	760	110	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13	6.0	...	...	...	4.0 V
Ti-6Al-6V-2Sn(b)	1030	150	970	140	0.04	0.05	0.015	1.0	0.20	6.0	2.0	...	...	0.75 Cu, 6.0 V
Ti-8Mn(b)	860	125	760	110	0.05	0.08	0.015	0.50	0.20	...	...	...	...	8.0 Mn
Ti-7Al-4Mo(b)	1030	150	970	140	0.05	0.10	0.013	0.30	0.20	7.0	...	...	4.0	...
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo(c)	1170	170	1100	160	0.04	0.04	0.0125	0.15	0.15	6.0	2.0	4.0	6.0	...
Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr(a)(c)	1125	163	1055	153	0.04	0.05	0.0125	0.30	0.13	5.0	2.0	2.0	4.0	4.0 Cr
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr(a)(b)	1030	150	970	140	0.03	0.05	0.0125	0.25	0.14	5.7	2.0	2.0	2.0	2.0 Cr, 0.25 Si
Ti-3Al-2.5V(d)	620	90	520	75	0.015	0.05	0.015	0.30	0.12	3.0	...	...	...	2.5 V
Beta alloys														
Ti-10V-2Fe-3Al(a)(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.015	2.5	0.16	3.0	...	...	...	10.0 V
Ti-13V-11Cr-3Al(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.025	0.35	0.17	3.0	...	...	...	11.0 Cr, 13.0 V
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al(a)(c)	1170	170	1100	160	0.05	0.05	0.015	2.5	0.17	3.0	...	...	8.0	8.0 V
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr(a)(b)	900	130	830	120	0.03	0.05	0.020	0.25	0.12	3.0	...	4.0	4.0	6.0 Cr, 8.0 V
Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn(b)	690	100	620	90	0.05	0.10	0.020	0.35	0.18	...	4.5	6.0	11.5	...

(a) Semicommercial alloy; mechanical properties and composition limits subject to negotiation with suppliers. (b) Mechanical properties given for annealed condition; may be solution treated and aged to increase strength. (c) Mechanical properties given for solution treated and aged condition; alloy not normally applied in annealed condition. Properties may be sensitive to section size and processing. (d) Primarily a tubing alloy; may be cold drawn to increase strength.

Tableau 5 – Composition et propriétés mécaniques des alliages de titane [BRO82] tiré de [LEE04]

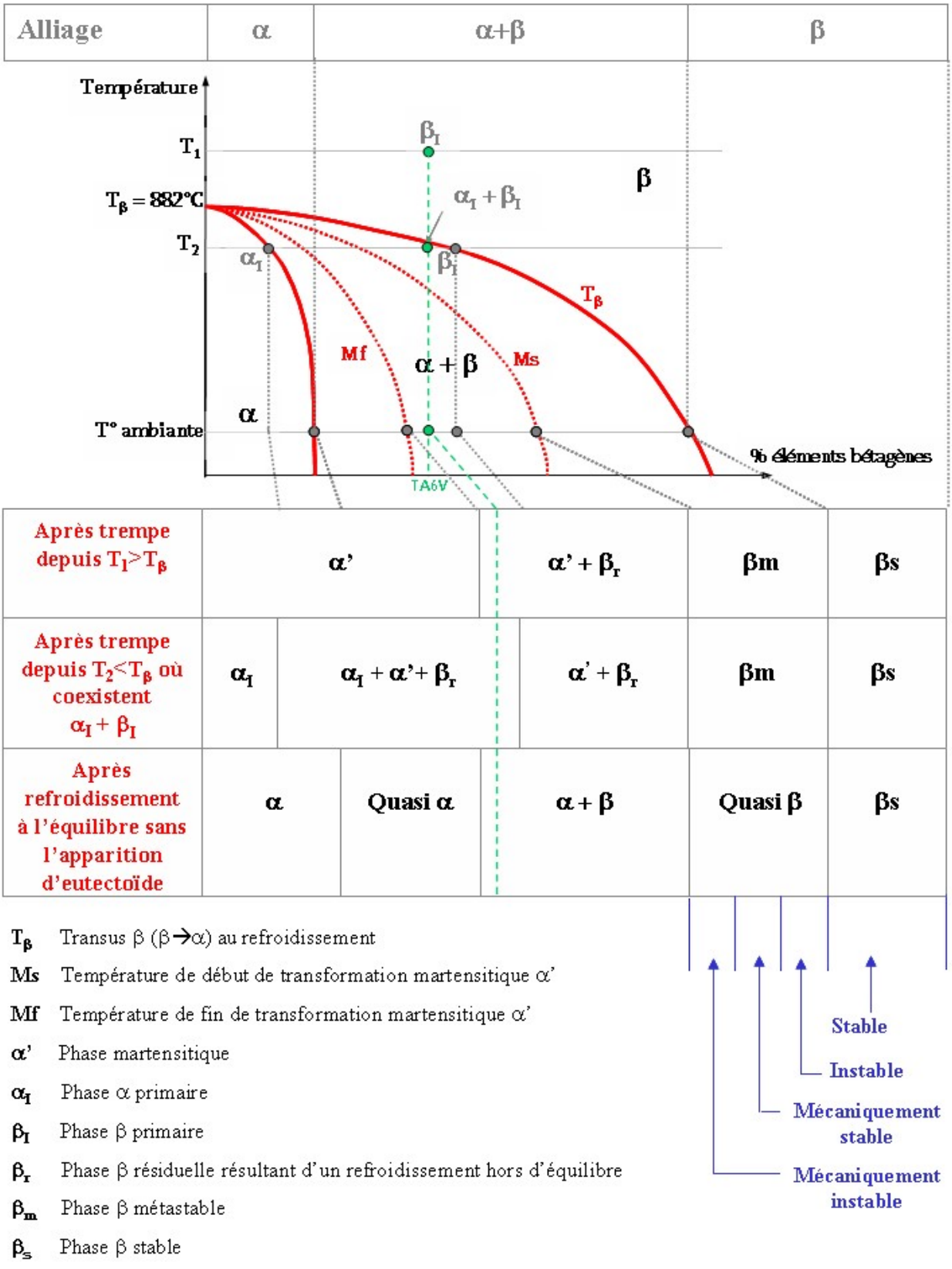


Figure 21 - Les grandes familles d'alliages de titane et ses structures potentielles expliquées schématiquement à partir d'un diagramme température-teneurs en éléments bêtagènes

2.1.1.4 Les différentes phases des alliages de titane

La principale transformation de phase des alliages de titane est la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ qui a lieu lors du refroidissement soit par un phénomène de germination et croissance donnant naissance à la phase α, soit par un mécanisme martensitique dont la phase α' est issue, selon l'alliage et le traitement thermique considérés. Diverses phases sont susceptibles d'être rencontrées dans les alliages de titane (Figure 21) [COM95, LAM90] :

- **Phase α** : phase hexagonale pseudo-compacte, pouvant se présenter sous forme aciculaire, en lamelles ou globulaire,
- **Phase β** : phase cubique centrée obtenue pour des températures supérieures au transus β et qui est susceptible d'être retenue à l'ambiante en fonction de l'alliage et du traitement thermique,
- **Phase β métastable** (βm) : phase β retenue à l'ambiante avec sa composition chimique haute température. Les traitements thermiques ultérieurs peuvent induire sa transformation soit en phase α_{II} à haute température, soit en phase ω à basse température. Les alliages contenant suffisamment d'éléments bêtagènes pour abaisser la température Ms de début de transformation martensitique sous la température ambiante sont susceptibles de retenir la phase β métastable à l'ambiante (Tableau 6),
- **Phase β stable (βs)** : phase β retenue à l'ambiante sous sa forme stabilisée et qu'il est impossible de transformer par traitement thermique et thermo-mécanique,
- **Phase β résiduelle (βr)** : phase β résiduelle résultant d'un refroidissement hors d'équilibre d'un alliage dont la composition nominale coupe la ligne Ms mais pas celle de Mf,
- **Phase β transformée (βt)** : cette terminologie est utilisée pour décrire les phases issues de la transformation de la phase bêta par refroidissement ou par vieillissement. Il peut s'agir de la structure lamellaire $\alpha+\beta$ ou de la structure aciculaire α',
- **Phase β primaire (β_I)** : phase β présente à l'équilibre à haute température pendant le traitement thermique ou thermomécanique,
- **Phase α primaire (α_I)** : phase α présente avant traitement thermique et qui n'est pas transformée lors d'un maintien en température dans le domaine $\alpha+\beta$. La présence de cette phase alpha primaire influe sur la précipitation de la phase alpha lors du traitement thermique ou thermo-mécanique ultérieur,
- **Phase α secondaire (α_{II})** : phase α résultant de la transformation de βm ou βt au cours du traitement thermique,
- **Phase martensitique α'** : phase hexagonale martensitique, sursaturée et hors d'équilibre possédant la même structure cristallographique que α mais ayant la même composition chimique que la phase β mère. Elle est issue de la transformation sans diffusion de la phase β lors d'une trempe rapide. Elle est difficilement distinguable de la phase α aciculaire car elle possède la même morphologie et des paramètres de maille quasiment identiques. Bien que le paramètre cristallin c de la structure hexagonale de la phase α' soit légèrement plus petit que celui de la phase α, cette différence n'est pas significative au point de pouvoir distinguer clairement les deux phases en DRX (Diffraction des Rayons X),
- **Phase martensitique α''** : phase orthorhombique martensitique, sursaturée et hors d'équilibre provenant selon les auteurs soit de la décomposition spinodale de la phase β_m lors de revenus en température [ZEN05], soit de la transformation de la phase β_m lors de la trempe depuis le domaine $\alpha+\beta$ [LEE90, KAH86]. Cette phase apparaît dans les alliages contenant une concentration élevée en éléments réfractaires comme Mo, V, Ta ou Nb qui sont des éléments bêtagènes,
- **Phase α_2** : composé intermétallique de structure hexagonale (DO_{19}) de type Ti_3Al résultant de la mise en ordre de l'aluminium. Cette phase apparaît pour des maintiens en températures intermédiaires entre 450 et 700°C et est durcissante et fragilisante. Sa formation est favorisée par l'oxygène et les éléments équivalents (azote, carbone,etc.) en insertion dans l'alliage,
- **Phase γ** : composé intermétallique de structure $L1_0$ de type TiAl,
- **Phase ω** : phase de structure hors d'équilibre dont la structure cristallographique est controversée. Elle précipite soit lors du refroidissement rapide de βm ou sous l'effet de pressions isostatiques élevées (ω athermique), soit au cours d'un vieillissement basse température entre 200 et 500°C (ω isotherme). Elle apparaît sous forme de précipités nanométriques généralement cohérents avec la matrice et visibles uniquement au MET. La structure $\beta+\omega$ très dure et très fragilisante est rencontrée majoritairement dans les alliages β métastables et évolue vers la structure d'équilibre

βt au cours du vieillissement. Dans les alliages où elle est susceptible d'apparaître, les traitements thermiques doivent être réalisés à suffisamment haute température ou pendant des temps suffisamment longs pour que cette phase puisse être éliminée. La présence d'aluminium limite voire évite la formation de cette phase indésirable.

Eléments	Mo	V	Nb	Ta	Mn	Fe	Cr	Co	W	Ni	Cu
%min pour βm	10	15	36	45	6,4	3,5	6,3	7	22,5	9	13

Tableau 6 – Pourcentage massique d'un élément bêtagène nécessaire à la conservation de la phase bêta métastable à la température ambiante [SER65]

2.1.1.5 Influence de la microstructure sur les propriétés d'emploi

La rapidité du refroidissement influe directement sur la finesse et sur la morphologie des phases ainsi que sur la taille de grains [COM99]. Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane sont fortement dépendantes de la microstructure. Ainsi, les propriétés d'usage telles que la résistance, la ductilité, la ténacité, la fatigue et le fluage sont étroitement liées à la microstructure, notamment à la forme et à la taille de la phase α ainsi qu'à la taille des grains. Le tableau suivant résume l'influence des diverses morphologies de la phase alpha et de la taille de grains sur les propriétés des alliages de titane (Tableau 7).

Influence de la taille de la phase α

Les alliages de titane peuvent présenter plusieurs types de microstructures : lamellaire (appelée également alpha aciculaire ou structure de Widmanstätten selon la taille des lattes de la phase alpha), équiaxe ou bien une microstructure mixte composée à la fois de la phase alpha lamellaire et équiaxe.

La microstructure équiaxe est obtenue uniquement par traitement thermo-mécanique dans le domaine α+β [COM91, COM95]. On distingue également la phase α « étirée » résultante d'un traitement thermo-mécanique unidirectionnel comme le laminage ou l'extrusion [LAM90].

La structure lamellaire est obtenue par un phénomène de germination et croissance selon des plans cristallographiques préférentiels lors d'un traitement thermique dans le domaine β (traitement super-solvus) [LAM90]. La structure lamellaire peut également présenter d'une part de la phase alpha qui a précipité au niveau des joints de grains (joints de grains alpha) et d'autre part des colonies de lattes alpha qui sont constituées de lattes alignées selon la même orientation cristallographique [EYL90].

La microstructure mixte résulte d'un traitement thermique à haute température dans le domaine α+β : la phase alpha primaire (équiaxe) n'est pas totalement remise en solution et subsiste lors du retour à l'ambiante ; la phase bêta quant à elle se transforme en alpha lamellaire lors du refroidissement.

Les deux types de microstructure, lamellaire et équiaxe, ont toutes deux des avantages et des inconvénients en termes de propriétés mécaniques. D'une façon générale, la microstructure lamellaire présente une meilleure ténacité alors que la microstructure équiaxe possède une meilleure résistance mécanique. Ceci est principalement dû à la taille de grains qui est plus importante dans le cas de la structure lamellaire. La structure mixte composée de phase α aciculaire et équiaxe permet d'obtenir de bonnes propriétés en fluage avec un compromis au niveau des propriétés de fatigue et de résistance à la traction [LAM90].

Une augmentation de la taille de la phase α équiaxe modifie les propriétés mécaniques :
– La ductilité est réduite,
– La ténacité décroît : ceci est dû d'une part à la baisse de résistance et de ductilité mais aussi au fait que la propagation de la fissure est moins perturbée par un nombre plus faible d'interfaces α/β,
– La tenue en fatigue diminue (même explication que pour la ténacité),
– La résistance au fluage augmente : cette propriété est régie par la phase α (coefficient d'auto-diffusion 1000 fois plus faible que celui de la phase β) et les vitesses de fluage, notamment dans le régime stationnaire, sont inversement proportionnelles à la taille de la phase α.

Pour une microstructure lamellaire, une augmentation de la taille des lamelles α a la même incidence sur les propriétés décrites ci-dessus. On constate en outre que la morphologie lamellaire accroît la ténacité car le chemin de propagation des fissures est plus tortueux [GER68]. La structure lamellaire se distingue également par sa résistance au fluage et par sa résistance à la propagation de fissures en fatigue [LAM90] mais présente cependant une résistance et surtout une ductilité inférieure à celles de la structure équiaxe [COM91].

Influence de la taille de grains

D'une façon générale, la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille de grains (Loi de Hall-Petch). Or, la microstructure équiaxe présente des grains plus fins que la microstructure lamellaire car l'obtention de la microstructure équiaxe s'effectue par un traitement à relativement basse température (dans le domaine $\alpha+\beta$) par rapport au traitement haute température (dans le domaine β) nécessaire à l'obtention de la microstructure lamellaire. De plus, la ductilité tend à augmenter lorsque la taille de grains diminue. De ce fait, la microstructure équiaxe présente une résistance et une ductilité supérieure de par sa finesse de taille de grains.

Caractéristiques	Résistance à la traction	Ductilité	Fatigue oligo-cyclique	Résistance à l'initiation de fissures	Résistance à la propagation de fissures	fluage	Ténacité	formabilité	Résistance à la corrosion sous contrainte
Alpha aciculaire	-	-	-	-	+	+	+		+
Alpha équiaxe	+	+	+	+	-		-	+	
Alpha étiré		-	-	-	+		+		
Colonie de alpha	-	-	-	-	+		+		
Joints de grains alpha		-	-	-	+		+		
Ex-grains β grossiers	-	-	-	-		+	+		
Ex-grains β fins	+	+		+	-		-		

Tableau 7 - Influence de la morphologie de la phase alpha et de la taille des grains sur les propriétés d'emploi des alliages de titane [WEL94 tiré de BON02, LAM90]

2.1.2 LE TA6V

Le TA6V (Ti-6Al-4V) est un alliage $\alpha+\beta$ qui représente plus de la moitié des ventes des alliages de titane dans le monde. Il s'agit du principal alliage de titane utilisé en aéronautique actuellement. Son bon compromis résistance/densité (jusqu'à 1160 MPa en Rm pour une densité de 4,42g/cm^3) lui a valu d'être retenu pour la fabrication de nombreuses pièces structurales fortement sollicitées qui sont traditionnellement forgées et usinées. La composition nominale du TA6V est de 6 wt.% d'aluminium et de 4 wt.% de vanadium (Tableau 8).

Eléments	**Al**	**V**	**Fe max.**	**C max.**	**O max.**	**N max.**	**H max.**	**Ti**
Composition wt.%	**5,5-6,5**	**3,5-4,5**	**0,25**	**0,08**	**0,13**	**0,05**	**0,012**	**Bal.**

Tableau 8 - Composition pondérale de l'alliage TA6V selon la norme ASTM F136

Le transus du TA6V se situe autour de 980 °C. Cette température peut varier en fonction de la concentration en impuretés (voir paragraphe 2.1.2.3) et des vitesses de montée en température [IVA86, IVA93] et de refroidissement. Ainsi, le transus β du TA6V vaut 1050 °C lors d'une montée en température rapide de 100 °C/s [IVA86, ROB07]. Pour l'alliage quasi-alpha Ti 6242, le transus bêta passe de 990°C (extrapolé à vitesse nulle) à 1140°C pour une vitesse de 100°C/s [IVA93]. La température de fusion du TA6V se situe autour 1660°C et sa température d'ébullition autour de 3285 °C.
Le Tableau 9 présente quelques propriétés du TA6V.

	Propriétés	Valeurs
T_{eb}	Température d'ébullition	3285 °C
T_S	Température de solidus	1640 °C
T_L	Température de liquidus	1660 °C
IS	Intervalle de solidification	20 °C
T_β	Transus β	980-995 °C
ρ	Masse volumique	4420-4430 kg.m^{-3} à 20 °C 4200 kg.m^{-3} à T_f
M	Masse molaire	46,7 g.mol^{-1}
Cps	Capacité calorifique massique	440-610 J.kg^{-1}.K^{-1}(à 20°C) 645 J.kg^{-1}.K^{-1}(à 800°C)
Cpl	Capacité calorifique massique (à T_f)	986 J.kg^{-1}.K^{-1}
α	Coefficient de dilatation linéaire	8-9 . 10^{-6}.K^{-1}(à 20°C) 11 . 10^{-6}.K^{-1}(à 800°C)
λ	Conductivité thermique	5,8-6,8-7,1 W.m^{-1}.K^{-1} (à 20°C) 16 W.m^{-1}.K^{-1}(à 800°C)
K	Diffusivité thermique K = λ/ρ.Cps	2.15.10^{-6} m^2.s^{-1} (à 20°C)
γ_{LV}	Tension de surface du liquide (à T_f)	1.38 N.m^{-1}
Ω	Résistivité électrique	168-171 μΩ.cm (à 20 °C) 190 μΩ.cm (à 700°C)
ν	Coefficient de Poisson	0.34
E	Module d'Young	100-130 GPa (à 20°C) 90 GPa (à 300°C) 62 GPa (à 600°C)
$Rp_{0.2}$	Limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique	990-1050 MPa
Rm	Résistance maximale à la traction	1050-1140 MPa
A	Allongement à la rupture	15%
σ_D	Limite d'endurance en traction à 10^7 cycles en %Rm	49%
HRC	Dureté	36
Izod	Résistance à l'impact (Charpy)	19-20,3 J
ΔV/V	Variation de volume lors du passage du transus β (β→ α)	- 1,4%

Tableau 9 - Propriétés physiques et mécaniques du TA6V [ZHA01b, JAR00, LAM90]

2.1.2.1 Microstructure du TA6V

Le TA6V peut présenter diverses microstructures en fonction des traitements thermiques et thermo-mécaniques qu'il a subis et également en fonction de sa composition en éléments interstitiels tel que l'oxygène. Ainsi on distingue la structure équiaxe, aciculaire ou lamellaire selon la taille des lattes de la phase alpha ou bien encore la structure mixte. L'obtention de la microstructure équiaxe résulte de l'application d'une déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ sur une microstructure lamellaire : les lamelles α sont alors brisées puis recristallisées en nodules sphériques. La microstructure lamellaire est obtenue par traitement thermique dans le domaine bêta et la structure mixte par traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$.

Lors du refroidissement de l'alliage, divers changements de phase sont susceptibles d'intervenir en fonction de la vitesse de trempe et selon que l'alliage soit traité dans le domaine β ou $\alpha+\beta$. Le TA6V présente ainsi une variété de phases : il s'agit des phases α, β, α', α'', β_m, β_r, α_2 et ω [ZEN05, BOY94]. La Figure 24 résume les microstructures et les propriétés mécaniques résultantes de revenus d'une heure réalisés à 1065, 955, 900 et 850°C suivis d'une trempe à l'eau, à l'air ou d'un refroidissement dans un four [DAJ91, ASM88 tiré de TIL02, LAM90].

Le Tableau 10 présente la fraction volumique des phases obtenues par traitements thermiques suivis d'une trempe à l'eau ou d'un refroidissement au four sur un TA6V obtenu par fonderie [JOV06].

Température (°C) de TTH	Trempé eau			Refroidissement four		
	% α	% β	% α'	% α	% β	% α'
1100	-	1,3	98,7	95	5	-
1050	-	5	95	97	3	-
1000	-	7,8	92,2	90	10	-
950	42,2	≈8	≈50-57,8	95	5	-
900	63,1	≈10	≈26,9	95	5	-
850	80	≈10	≈10	95	5	-

Tableau 10- Fraction volumique (%) des phases α, β et α' obtenues après traitements thermiques dans les domaines β et α+β suivis d'une trempe à l'eau ou d'un refroidissement au four sur un TA6V obtenu par fonderie

Au delà de la température Tβ, seule la phase β est présente. Elle est de structure cubique centrée de paramètre cristallin a= 3,192 Å. Ce paramètre est inférieur à celui du titane pur du fait de la contraction induite par le vanadium dont le paramètre de maille est plus petit que celui du titane [ZEN05, BAR77].

En dessous du transus, la phase β se transforme en phase α hexagonale, de paramètres de maille a_α = 2,92Å et c_α = 4,67Å et de composition différente de la phase bêta mère. Lors d'une trempe énergétique, la phase β subit une transformation martensitique conduisant à la formation de la phase α'. Cette phase hexagonale a la même composition que la phase β dont elle est issue. Ses paramètres cristallins sont très proches de ceux de la phase α : $a_{\alpha'}$ est pratiquement identique à a_α alors que $c_{\alpha'}$ est légèrement plus petit que c_α. Cependant, cette différence minime au niveau du paramètre de maille c ne permet pas de distinguer ces deux phases par DRX bien que la présence de la phase martensitique tend à élargir les pics de diffraction et à les décaler légèrement vers les grands angles [ZEN05, JOV06, LEE90].

La phase bêta peut être retenue à l'ambiante sous sa forme métastable β_m pour des concentrations en vanadium de 15 wt.% (Tableau 6) ou bien pour des températures de trempe suffisamment basses pour qu'on ne repasse pas le point Ms lors du refroidissement [LEE85, LEE90, SER65].

Certains auteurs [LEE85, LEE90] rapportent la transformation de la phase bêta métastable en phase martensitique douce orthorhombique α'' (paramètres de maille : a=3,03 Å, b=4,92 Å et c=4,66 Å) lors d'une trempe énergétique depuis le domaine α+β pour des températures de trempe autour de 800°C. De plus, la phase bêta métastable ayant une teneur en vanadium avoisinant les 10 wt.% est particulièrement instable et se décompose aisément en martensite α'' à la trempe. L'apparition de cette phase génère une diminution notable de dureté (Figure 35b). La température de trempe pour laquelle apparaît cette phase semble dépendre de la contamination en oxygène du TA6V (Figure 35b) [KAH86]. La tranformation β→α'' peut également être induite par l'application d'une contrainte sur la phase bêta métastable (stress-induced transformation) [LEE90]. La phase α'' peut également apparaître lors de revenus en température suite à la décomposition de la phase α' tel que α'→α''+β [ZEN03]. Cette phase α'' évolue vers la phase α lors d'un vieillissement naturel à l'ambiante pour des temps longs [ZEN05]. Cette phase orthorhombique peut apparaître suite à un traitement thermique dans le domaine bêta lorsque le TA6V est hydrogéné, l'hydrogène étant un élément bêtagène [QAZ03].

Castro et Séraphin décrivent l'apparition de phase α_2 (Ti_3Al) dans le TA6V lors de revenus effectués entre 750 et 850°C et pour des vitesses de trempe modérées (trempe à l'huile et à l'air) [CAS66].

La phase ω est une phase hexagonale qui peut apparaître à partir de la phase bêta métastable soit par trempe à hautes températures (ω athermique), soit par vieillissement de la phase bêta à basses températures entre 200 et 500°C (ω isotherme) [SER65, FAN94, COM95]. L'observation expérimentale de cette phase reste rare. En effet, la concentration en éléments alphagènes, notamment l'aluminium, présents dans la phase bêta du TA6V semble être suffisante pour éviter la formation de la phase ω fragilisante [WIL67, WIL71 tiré de FAN94]. Cependant, certains auteurs signalent l'apparition de cette phase lorsque la concentration en vanadium équivalent dans la phase β est telle que la transformation β→ω est

thermodynamiquement favorable vis à vis de la transformation martensitique. Par exemple, une composition de 13% en vanadium et 1,6% en fer, soit plus de 20% de vanadium équivalent, conduit à la formation de ω lors de la trempe [FAN94].

La Figure 22 décrit la nature, la composition et la fraction volumique de la seconde phase (β_m, α' ou α'') en fonction de la température de trempe [LEE90].

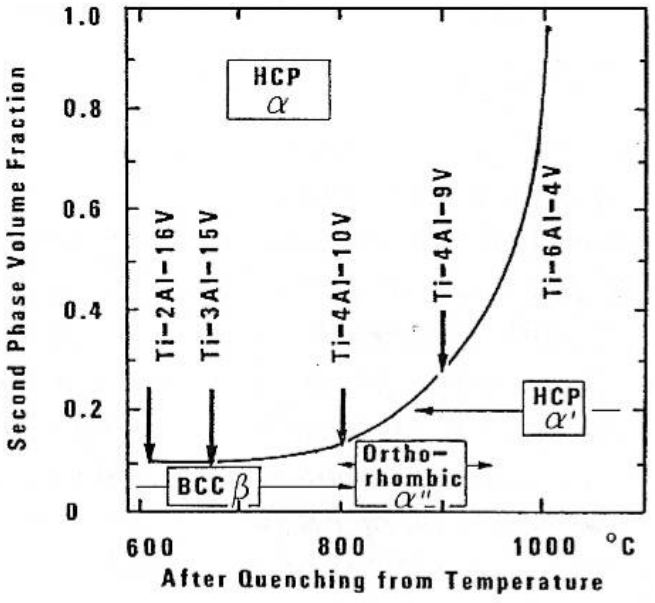


Figure 22 - Nature, composition et fraction volumique de la seconde phase du TA6V en fonction de la température de trempe [LEE90]

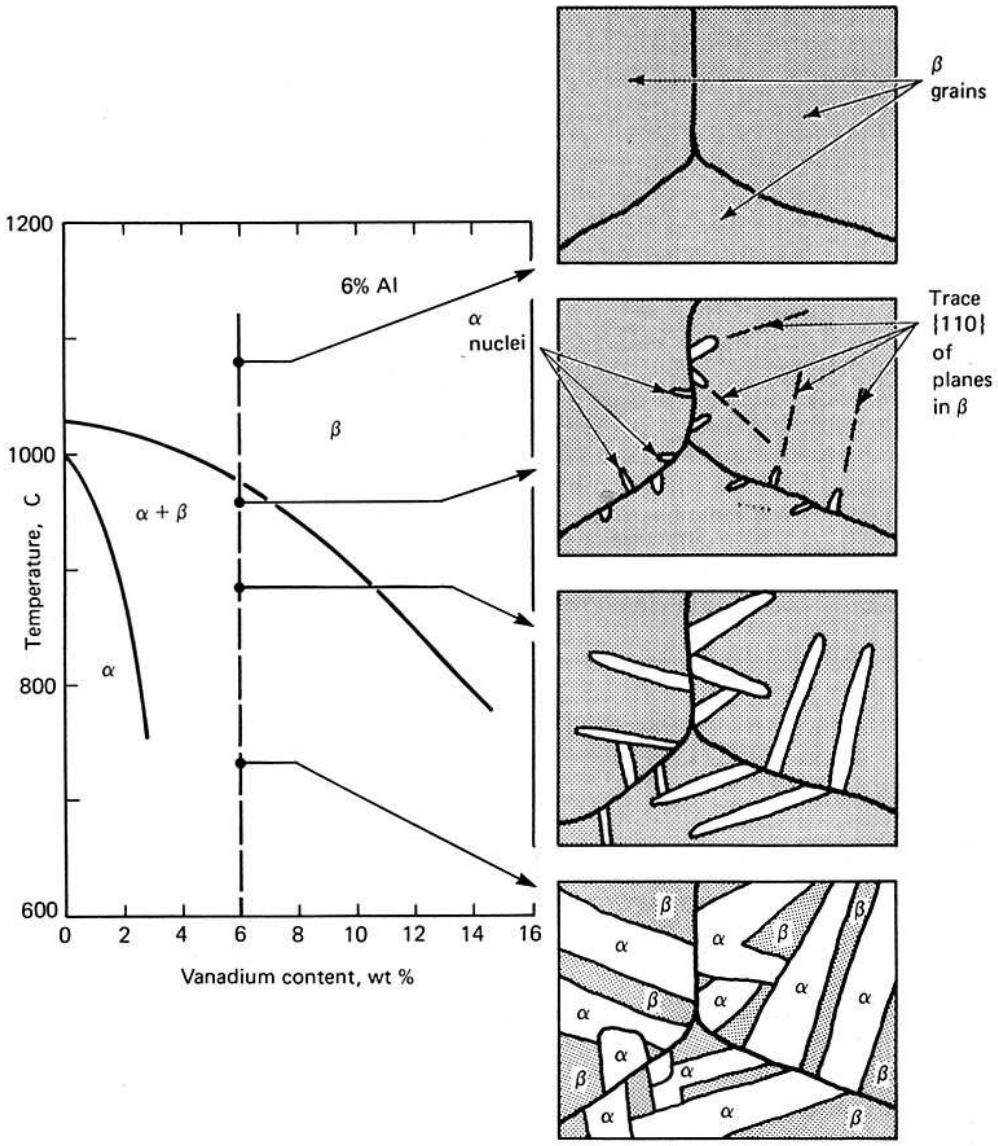


Figure 23 - Formation de la microstucture de Widmanstätten dans le TA6V [BRO82]

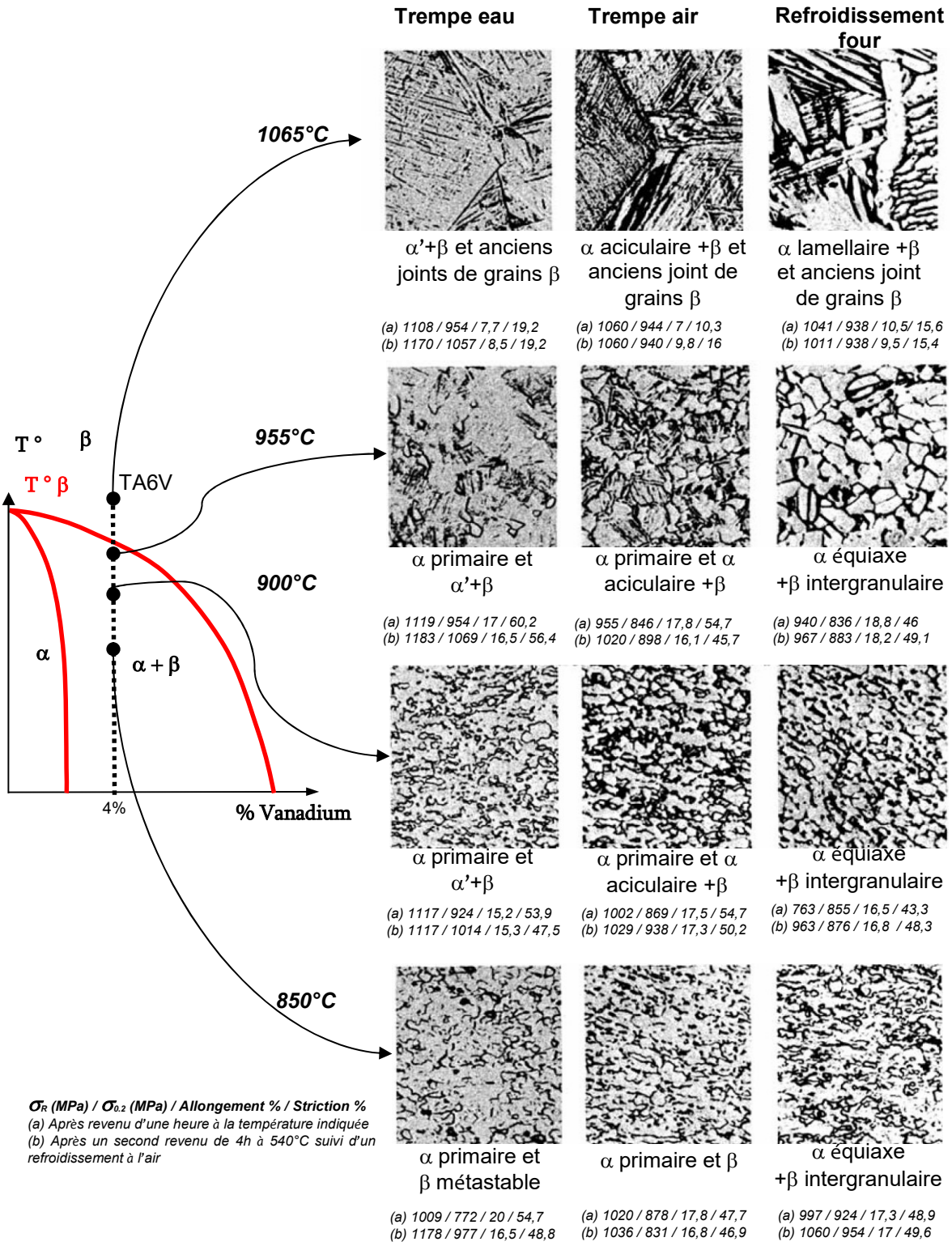


Figure 24 - Microstructures et propriétés mécaniques associées obtenues par un revenu d'une heure à 1065, 955, 900 ou 855°C et suite à une trempe à l'eau, à l'air ou à un refroidissement au four - Echantillons attaqués (10HF, 5HNO3, 85 H2O) et observés x25

Transformation de phases suite à un traitement thermique dans le domaine β

Lors de la chauffe (Tamb → T>Tβ)

Lors de la mise en solution en montée de température, les phases en présence évoluent vers la phase bêta. Ivasishin et al. ont montré que la transformation de la phase alpha en bêta avait lieu par diffusion même pour des vitesses de chauffe élevées de 1000°C/s [IVA86, GRI82 tiré de IVA86]. Cependant, les éléments d'addition répartis à l'origine dans les phases alpha et bêta peuvent être distribués de façon inhomogène même après un traitement dans le domaine bêta avec un degré d'inhomogénéité qui varie avec les vitesses de chauffe et de refroidissement [IVA86].

Lors du refroidissement (T>Tβ→Tamb)

La Figure 25 présente les microstructures du TA6V obtenues suite à une remise en solution (RMS) dans le domaine bêta, c'est-à-dire au-dessus du transus bêta, suivie d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante pour des vitesses de trempe allant jusqu'à 100°C/h [LEM70] : la microstructure est aciculaire pour des vitesses de trempe rapides, puis présente une structure en vannerie, une structure cellulaire à grains fins et enfin une texture en faisceau à mesure que la vitesse de trempe diminue.

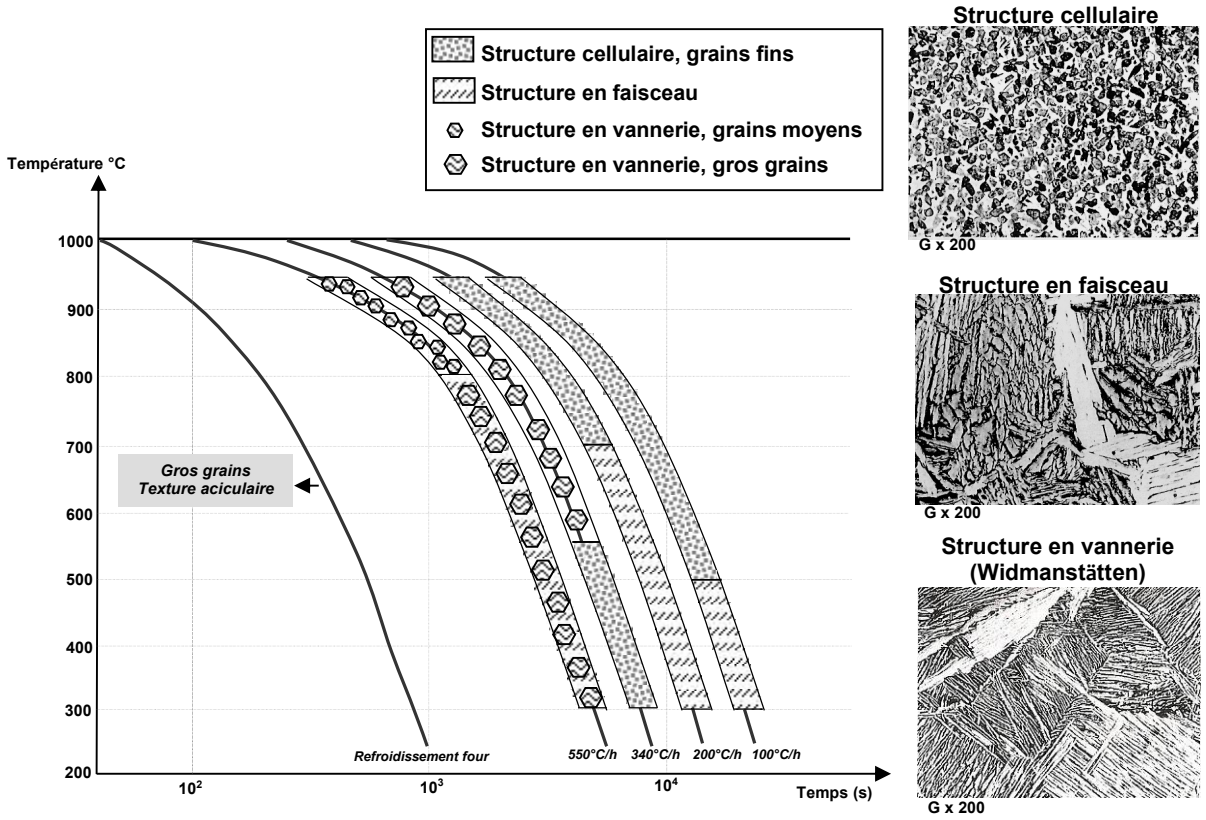


Figure 25 – Microstructure du TA6V obtenue par refroidissement contrôlé depuis le domaine β [LEM70]

La Figure 27 présente les transformations de phase du TA6V ayant lieu lors du refroidissement continu depuis le domaine bêta pour des vitesses de trempe rapides de 525 à 1,5°C/s.

Pour une **vitesse de trempe V_{trempe} supérieure à 410°C/s**, la phase β se transforme en martensite α' composée de lattes de forme aciculaire orientées à 90° les unes par rapport aux autres (Figure 28) [AHM98, ZEN05, LEE90]. Cette transformation débute à la température Ms et finit à la température Mf. Les températures Ms et Mf vont varier avec la composition de l'alliage comme l'indique la Figure 21 [SER65] mais pour un alliage donné, la température Ms est généralement considérée comme étant indépendante de la vitesse de trempe, ce qui n'est pas le cas de la température Mf (Figure 30b).

Les valeurs de Ms et Mf citée dans la littérature sont très variables. En effet, la valeur de la température Ms pour le TA6V varie selon les auteurs : 575°C pour [AHM98], 780°C pour [HOC70], 950°C pour [SER65], environ 900°C pour [COM95] (Figure 30b) et environ 330°C pour [LEM70]. Mf est estimée à 650°C par [HOC70] et entre 650 et 800°C selon les vitesses de refroidissement pour [COM95] (Figure 30b) alors que [BRO82] et [SER65] indiquent que Mf est en dessous de la température ambiante pour le TA6V.

Ivasishin et al. ont montré que Ms pouvait varier en fonction du traitement thermique subi par un alliage de titane $\alpha+\beta$ [IVA86] (Figure 26). Pour un maintien isotherme de 30 min, la température Ms augmente avec la température de traitement puis reste constante pour des températures supérieures au transus bêta lorsque la phase bêta possède sa composition haute température. Néanmoins, pour des traitements anisothermes avec des vitesses de chauffe rapides de 100°C/s, la température du point Ms n'est pas constante même pour des traitements dans le domaine bêta. Elle passe par un maximum correspondant à la position du transus bêta qui s'est déplacé vers les hautes températures du fait de la vitesse de chauffe élevée, puis Ms redescend à la même valeur que celle obtenue suite à un maintien isotherme à une température de traitement supérieure à 1220°C. Ceci s'explique par le fait que la rapidité du traitement thermique anisotherme engendre des différences de composition au sein de la phase bêta car les éléments d'alliage s'y trouvent mal répartis suite à la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ à la chauffe, conduisant à l'apparition de zones bêta appauvries en éléments bêtagènes.

La phase bêta résiduelle n'est pas visible sur les micrographies suite à la trempe mais sa présence est parfois confirmée par MET et par DRX [JOV06, CAS66]. D'autres auteurs en revanche ne montrent pas de phase bêta résiduelle pour des trempes à des températures supérieures ou proches du transus bêta (>920°C) [LEE90, ZEN05]. Certains auteurs justifient la présence de phase bêta résiduelle βr à l'ambiante par le fait que Mf soit en dessous de la température ambiante pour le TA6V [BRO82, SER65] expliquant ainsi que la transformation de bêta en martensite ne soit jamais totale lors de trempes depuis les hautes températures.

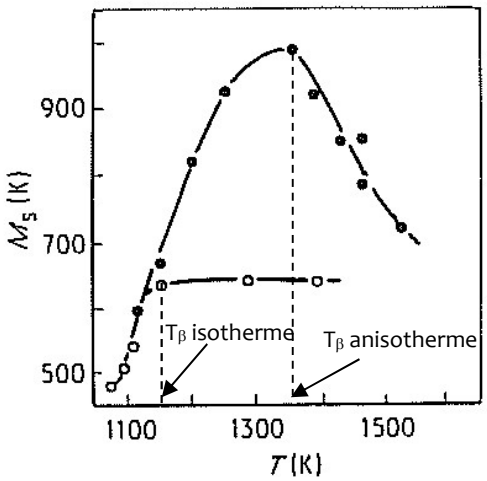


Figure 26 – Influence de la température de traitement thermique sur la position du point Ms pour un traitement isotherme (30 min) ou un traitement anisotherme rapide (vitesse de chauffe = 100°C/s) suivis d'une trempe rapide. Alliage de titane $\alpha+\beta$ VT23 (Ti - 5,3wt.% Al - 2,3wt.% Mo - 4wt.% V - 1wt.%Fe – 1wt.%Cr)

Pour des vitesses de trempe plus lentes, comprises entre **410 et 20°C/s**, une phase α hexagonale compacte, notée α_m, se forme par transformation massive de la phase β préférentiellement aux joints de grains des ex-grains β pour des vitesses de trempe assez rapides, puis au niveau des lattes de martensite adjacentes aux joints de grains pour des vitesses de trempe intermédiaires et enfin au niveau des lattes de martensite intragranulaire pour des vitesses de trempe plus lentes (Figure 28). Cette phase α_m et la phase α' ont une composition chimique similaire, ce qui est typique des transformations massives [PLI78, PLI80, AHM98]. La fraction volumique de cette phase α_m est d'autant plus importante que la vitesse de trempe est lente. De plus, la température à laquelle la transformation massive débute augmente lorsque la vitesse de trempe

diminue [PLI78]. Cette transformation massive est également constatée pour des vitesses de trempe relativement élevées dans les alliages Ti-Al [HU02, PRA03].

Pour des vitesses de trempe inférieures à 20°C/s, la phase β se transforme en phase α par diffusion en volume donnant naissance à une microstructure de Widmanstätten (ou en vannerie) α+β (Figure 23 et **Figure 28**). La phase α germe au niveau des joints de grains β sous forme de liseré. Puis, du fait de la faible énergie interfaciale au niveau de certains plans cristallographiques, la phase α croît selon ces plans sous forme de lattes plus ou moins longues entourées de phase β [AHM98]. La taille des lattes de la structure de Widmanstätten augmente lorsque la vitesse de trempe diminue (Figure 29 a) [GIL01].

En résumé, l'alliage TA6V trempé depuis le domaine β présente :

- **Pour V_{trempe}>410°C/s, une microstructure très majoritairement martensitique α' et une faible fraction de phase bêta résiduelle β_r,**
- **Pour 20°C/s<V_{trempe}<410°C/s, une microstructure mixte composée de martensite α', de phase massive α_m et d'une faible fraction de phase β résiduelle,**
- **Pour 550°C/h<V_{trempe}<20°C/s, une microstructure de Widmanstätten α+β dont la formation est contrôlée par la diffusion en volume et dont la taille des lattes de la phase alpha augmente lorsque la vitesse de trempe diminue,**
- **Pour 200°C/h<V_{trempe}<550°C/h, une microstructure cellulaire α+β,**
- **V_{trempe}<200°C/h, une microstructure en faisceau α+β.**

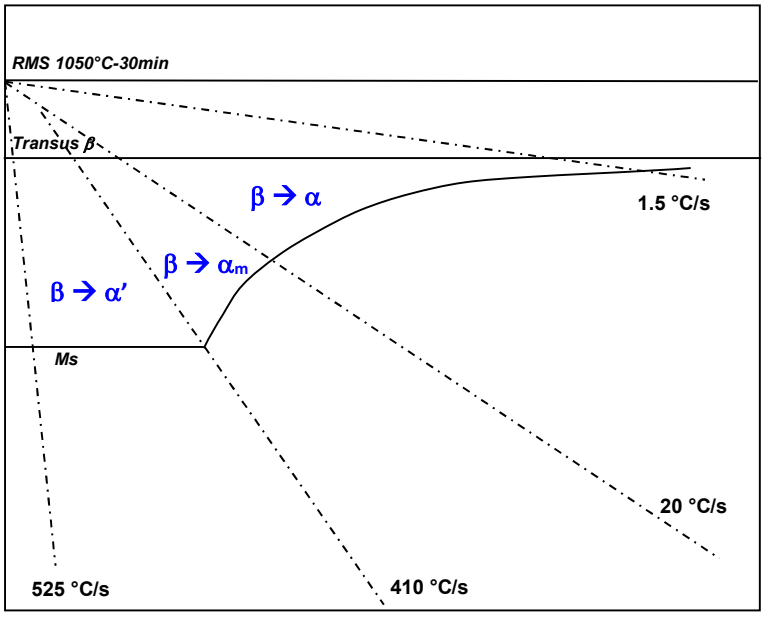
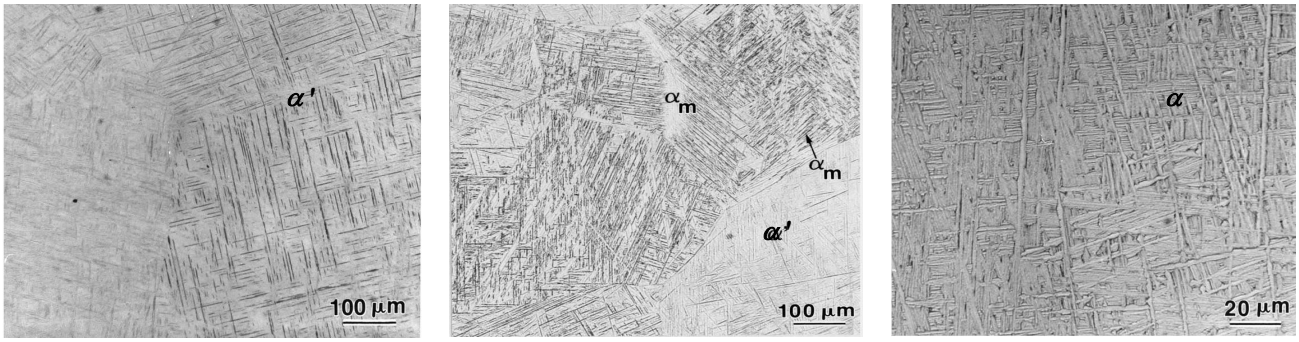


Figure 27 - Diagramme schématique de refroidissement continu du TA6V pour des vitesses de trempe rapides de 525°C/s à 1,5°C/s après une remise en solution (RMS) à 1050°C pendant 30 minutes [AHM98]



Vitesse de trempe de 525°C/s : transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha'$

Vitesse de trempe de 275°C/s : transformation massive $\beta \rightarrow \alpha_m$

Vitesse de trempe de 15°C/s : transformation contrôlée par la diffusion en volume $\beta \rightarrow \alpha$ (microstructure de Widmanstätten en vannerie)

Figure 28 - Micrographie optique des microstructures du TA6V obtenues depuis une trempe dans le domaine β avec différentes vitesses de trempe [AHM98]

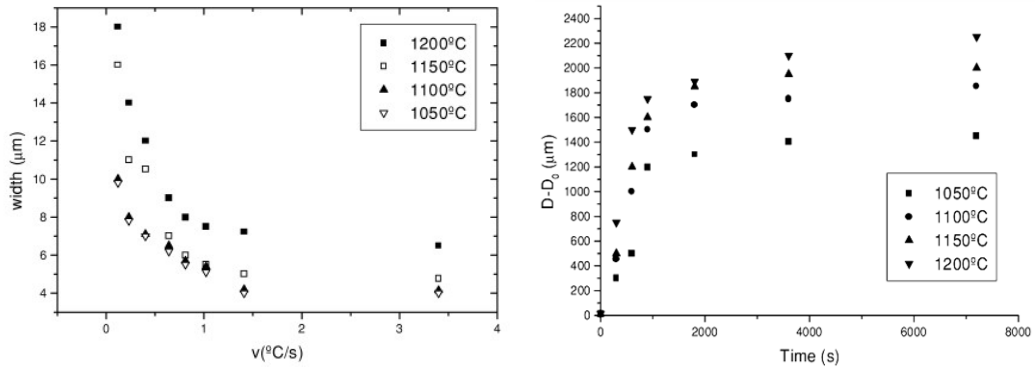
Influence des vitesses de chauffe et de refroidissement sur la taille de la microstructure

La vitesse de chauffe jusqu'au domaine β et la température ainsi que le temps de remise en solution ont une influence sur la taille de grains du TA6V [GIL91, GIL 95, GIL01, SEM01, IVA02].

Ainsi pour une remise en solution d'une heure à 1050°C du titane pur, soit 168°C au dessus de T_β, la taille de grains est multipliée par 6 pour des grains initialement de 50µm (D_0) ; pour un traitement à 700°C pendant 2h dans le domaine α+β, la taille de grains ne varie quasiment pas (les grains passent de 50 à 60µm) [GIL95].

Pour une température de remise en solution de 1050°C, la taille de grains (D) du TA6V augmente très rapidement pendant les 15-20 premières minutes de traitement puis la vitesse de croissance de grains diminue jusqu'à devenir pratiquement nulle lorsque les grains atteignent une taille d'environ 1mm (Figure 29 b). En effet, lorsque la taille des grains augmente, le nombre de joints de grains diminue entraînant une diminution de la force motrice pour la croissance des grains [GIL01]. La taille de grains augmente également à mesure que la vitesse de chauffe jusqu'au domaine β diminue et que la température de remise en solution augmente [IVA02, SEM01].

F.X.Gil et al. ont montré que la taille des ex-grains β avait une influence sur la taille des lattes de la microstructure de Widmanstätten lors du refroidissement depuis le domaine β car l'augmentation de la taille de grains β entraîne une diminution de la température de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Par exemple la température de début de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ pour des grains β de 600µm est 250°C plus basse que pour des grains β de 100µm [GIL01].



(a) *(b)*

Figure 29 - (a) Influence de la vitesse de trempe et de la température de remise en solution depuis le domaine β sur la taille des lattes de la microstructure de Widmanstätten du TA6V (traitement sous argon) –
(b) Influence du temps et de la température de remise en solution sur la taille des grains du TA6V (Remise en solution à 1050, 1100, 1150 et 1200 °C sous argon) [GIL01]

Traitements dans le domaine α+β

Lors de la chauffe (Tamb → T<Tβ)

La phase alpha tend à se transformer partiellement en phase bêta lors de revenus en température. La phase alpha n'ayant pas été décomposée lors du revenu est notée alpha primaire α_I.

La martensite α' se décompose en α + β lors des traitements de revenu (Figure 30a) [GIL96, ZEN05]. La transformation α'→α+β résulte de la précipitation des phases α et β par un processus de germination et croissance contrôlé par diffusion [GIL96, ZEN05]. Pour des températures de revenu assez basses (<600°C), la décomposition de la martensite est incomplète. La décomposition devient complète pour des températures de revenu supérieures à 800°C pour lesquelles la dureté du matériau après retour à l'ambiante peut atteindre 410HV. La Figure 31 montre l'évolution de la microdureté fonction de la température et du temps de revenu réalisés sous atmosphère d'argon sur le TA6V majoritairement martensitique α' avant traitement : l'élévation de dureté traduit la décomposition de la phase martensitique, laquelle est d'autant plus avancée que la température et le temps de revenu sont élevés [GIL96].

Il est parfois relaté dans la littérature la transformation de la martensite α' en martensite orthorhombique α'' lors des revenus en température [ZEN05]. La transformation α'→α''+β est thermodynamiquement défavorable [ZEN05]. L'origine de l'apparition de cette phase α'' est la décomposition spinodale de la phase β_m qui se transforme lors des revenus en une phase bêta riche en vanadium β_{Vriche} et une phase bêta pauvre en vanadium $\beta_{Vpauvre}$ tel que α'→ α+β→ α+ β_{Vriche} + $\beta_{Vpauvre}$ → α+α''+ β_{Vriche} [BOY94 tiré de ZEN05]. L.ZENG et al.[ZEN05] observent la phase α'' après un recuit à 550°C pendant 4h précédé d'une remise en solution (920°C/20min puis trempe à l'eau).

Il a également été rapporté dans la littérature [ZEN05] que cette phase mixte α''+β issue de la transformation α'→α''+β pouvait également se décomposer en phase α lors d'un vieillissement naturel à l'ambiante pendant des temps longs (de l'ordre de l'année) tel que α''+β→ α.

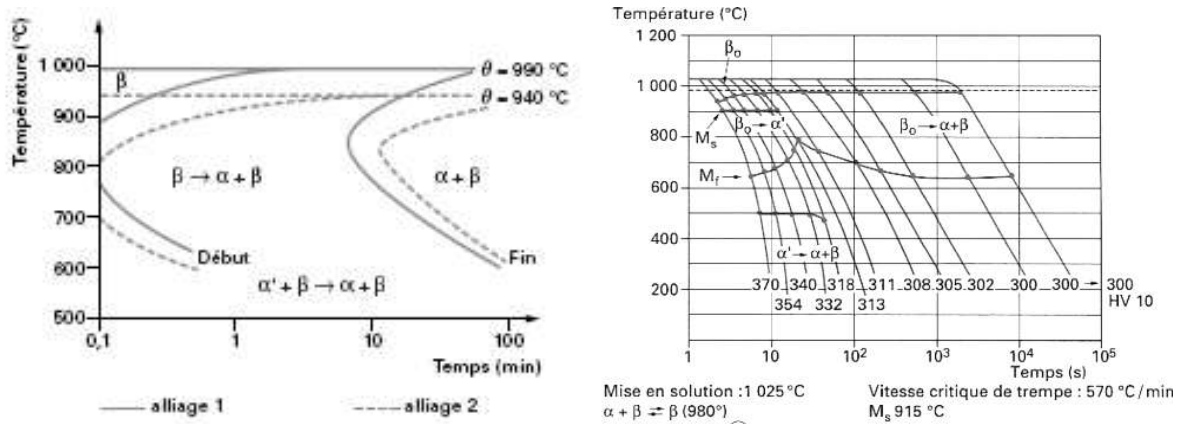


Figure 30 – (a) Diagramme TTT de deux alliages de type Ti-6Al-4V de compositions légèrement différentes [DES04] ; (b) diagramme TRC du TA6V [COM95]

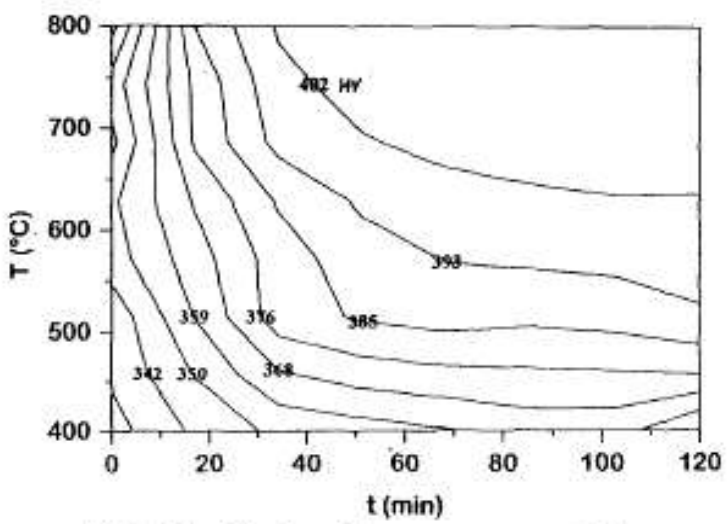


Figure 31 - Evolution de la microdureté (HV 1000gf) en fonction du temps et de la température de revenu du TA6V : décomposition de la phase martensitique α' [GIL96]

Lors du refroidissement (T<Tβ → Tamb)

Lors de la chauffe, une partie seulement de la phase alpha a été remise en solution car le traitement est effectué en dessous du transus bêta. Cette phase α primaire notée α_I sera donc présente suite au retour à température ambiante. La vitesse de refroidissement n'a pas d'influence sur la phase alpha primaire, par contre elle va conditionner la transformation subie par la phase bêta [CAS66]. La phase bêta va se transformer lors du refroidissement depuis le domaine α+β soit en phase α', soit en phase α'' [LEE90, KAH86], soit en phase alpha aciculaire, soit en phase alpha lamellaire à mesure que la vitesse de refroidissement diminue.

La température à laquelle est effectuée la trempe va déterminer la nature de la seconde phase [LEE90] (Figure 22). La fraction volumique de phase α' ou α aciculaire va diminuer avec la diminution de la température de trempe [JOV06]. La transformation de la phase bêta n'a plus lieu si la température de trempe est inférieure à Md, température à partir de laquelle la phase bêta a une composition en éléments bêtagènes telle qu'elle peut être retenue de façon métastable à l'ambiante. Cette température Md est estimée à 720°C pour le TA6V [HOC70, CAS77]. Le fait de retenir la phase βm à l'ambiante dépend essentiellement de la composition en éléments bêtagènes de la phase β du TA6V à Md et de la vitesse de trempe (Tableau 6). Ainsi 15wt.% de vanadium permettent de conserver la composition de la phase bêta à Md du TA6V après une trempe (retour à l'ambiante).

2.1.2.2 Propriétés mécaniques du TA6V

Les traitements thermiques réalisés sur le TA6V permettent d'obtenir une gamme importante de propriétés mécaniques élevées (Figure 24). Les grains du TA6V ne peuvent être modifiés par un quelconque traitement thermique, seul un traitement thermo-mécanique peut diminuer la taille de grains par recristallisation [IVA99, SER65, COM95].

Propriétés mécaniques en traction

Les éléments d'alliage ont également une influence sur le module d'Young. De façon générale, les éléments de substitution ou d'insertion stabilisant la phase alpha tendent à augmenter le module d'Young alors que les éléments bêtagènes le réduisent [CON81 tiré de LEE90].

La morphologie des phases a relativement peu d'importance sur le module d'Young comparé à l'influence de la nature des phases, en particulier la nature et l'instabilité de la seconde phase (β_m, α' ou α'') [LEE90].

La transformation de la phase bêta métastable en martensite orthorhombique α'' entraîne une diminution notable du module d'Young [LEE90]. La Figure 32a représente l'évolution du module d'Young en fonction de la température de trempe : un minimum est observé aux alentours de 800°C, température de transformation de la phase bêta métastable en martensite orthorhombique α''. Le module de la phase α est de 113 GPa (très proche de celui de la phase α') tandis que le module de la phase mixte β+α'' est de 74 GPa, ce qui explique la baisse de module d'Young pour des températures de revenu avoisinant les 800°C [LEE90].

Contrairement à la plupart des matériaux, les traitements thermiques auxquels le TA6V est soumis ont une forte influence sur son module d'Young [LEE90]. La Figure 32b et la Figure 32c montrent l'influence de la température et du temps de revenu sur le module d'Young. Le module d'élasticité s'accroît avec le temps de revenu et l'amplitude de cet accroissement dépend de la température de revenu mais aussi de la température de remise en solution effectuée avant le revenu. L'influence des revenus sur le module d'élasticité commence aux basses températures (dès 200°C) bien que la diffusion des éléments interstitiels et de substitution dans les phases β et α soit négligeable. Des contraintes résiduelles présentes au sein des phases métastables βm, α' ou α'' peuvent induire ces changements de propriétés élastiques [LEE90].

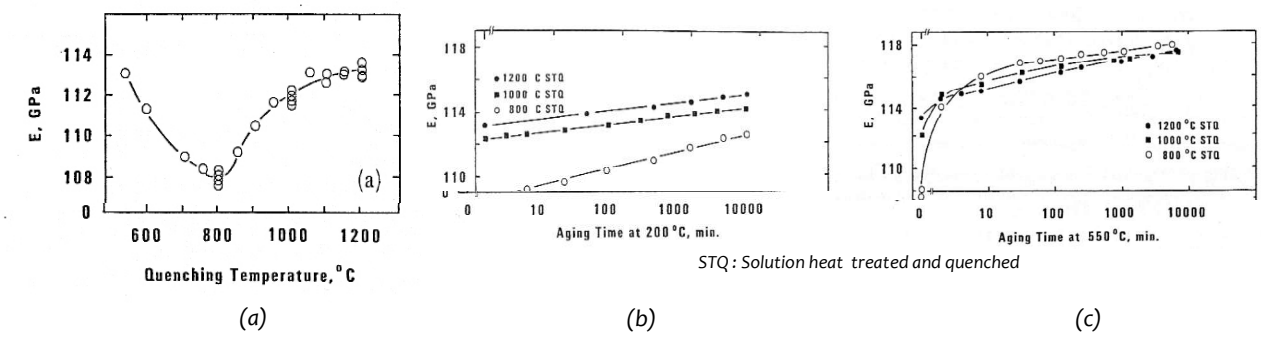


Figure 32 - Evolution du module d'Young du TA6V (contenant 0,24 wt.% d'oxygène) en fonction de la température de trempe (a) ainsi que du temps et de la température de revenu (b et c)[LEE90]

Bien qu'elle ait peu d'influence sur le module d'Young, la morphologie des phases joue sur les propriétés de résistance à la traction, de résistance à la rupture et de fatigue [PET83].

La présence de phases hors d'équilibre dans le TA6V telles que α' ou β métastable entraîne une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance maximale à la traction [DAJ91, LAM90]. Ainsi, suite à un traitement thermique dans le domaine bêta, la résistance maximale à la traction ainsi que la limite d'élasticité ont tendance à augmenter lorsque la vitesse de trempe croît [GIL01]. Elles augmentent de façon modérée pour des vitesses de trempe permettant d'obtenir la microstructure de Widmanstätten puis croissent rapidement lorsque la vitesse de trempe est suffisamment élevée pour engendrer la transformation martensitique de la phase bêta (Figure 33a). La ductilité a tendance à diminuer lorsque la vitesse de trempe augmente (Figure 24, Figure 33b). En effet, un accroissement de la température de remise en solution avant trempe conduit à une diminution de la ductilité associée à une augmentation de la dureté [COM95].

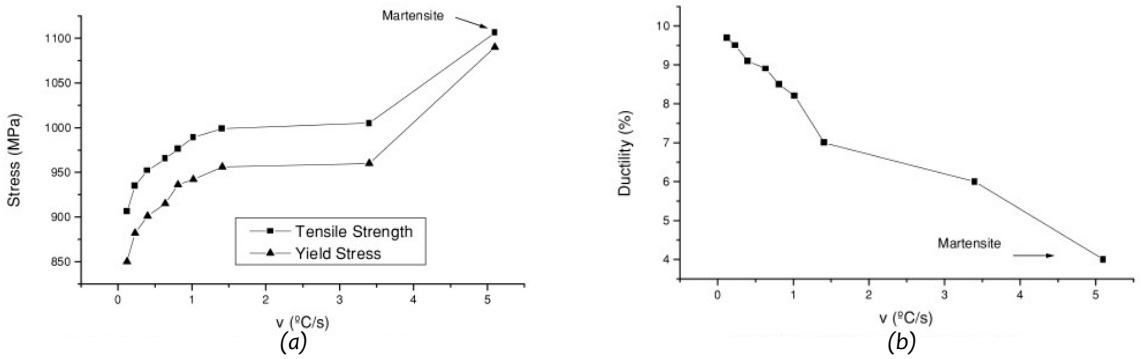


Figure 33 – Evolution (a) de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction (b) de la ductilité du TA6V en fonction de la vitesse de trempe depuis le domaine β [GIL01]

Pour un traitement thermique de revenu dans le domaine α+β, la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction augmentent légèrement avec la température de revenu jusqu'à 600°C, atteignent un maximum à 700°C puis décroissent jusqu'au transus bêta (Figure 34) [HAD77]. L'allongement augmente assez fortement avec la température de revenu jusqu'à atteindre un maximum à 700°C, puis décroît rapidement jusqu'au transus [HAD77, JOV06]. La restauration de la ductilité jusqu'à une température de revenu de 700°C, s'accompagnant d'une diminution de la dureté, peut s'expliquer par l'élimination lors du revenu des contraintes résiduelles provoquées par la trempe à 1050°C réalisée préalablement [HAD77]. Ce sont des contraintes d'origine thermique ou stérique résultantes de la variation relative de volume liée à la transformation β→ α' [HAD77]. Ces contraintes ne sont cependant pas suffisantes pour déclencher un phénomène de recristallisation. Aux alentours de 700°C, la phase bêta commence à apparaître suite à la décomposition de la phase α'. L'alliage présente un maximum de ductilité accompagné d'une baisse de dureté. La diminution de l'allongement à rupture pour des températures de revenu supérieures à 700°C s'explique par l'augmentation de phase bêta qui se transforme en martensite lors de la trempe à l'air après revenu [HAD77]. D'autres auteurs constatent une baisse de résistance pour des revenus autour de 820°C et l'explique par la précipitation de phase α'' [COM95].

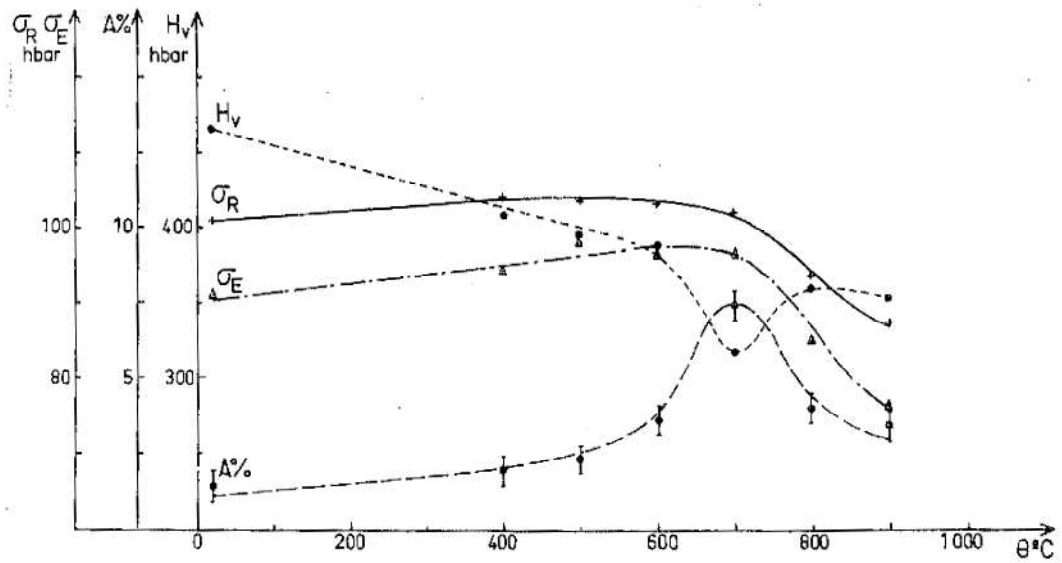


Figure 34 - Influence de la température de revenu dans le domaine α+β (15h suivis d'une trempe à l'air) après une trempe depuis le domaine bêta (1050°C-2h puis trempe à l'huile) sur les propriétés mécaniques du TA6V.

Dureté des phases du TA6V

La dureté du TA6V dépend fortement des phases en présence, de la vitesse de trempe, de la température de revenu [JOV06], du taux d'interstitiels [KAH86] et des contraintes résiduelles [HAJ77]. Les éléments interstitiels (O, C, N) étant plus solubles dans la phase α que dans la phase β, la martensite α' est plus douce que les phases d'équilibre $\alpha+\beta$, et la décomposition de la martensite $\alpha' \rightarrow \alpha+\beta$ conduit à un pic de durcissement [DES04] (Figure 31). La précipitation fine de la phase α, résultant du vieillissement et de la transformation $\alpha' \rightarrow \alpha+\beta$ ou $\beta m \rightarrow \alpha+\beta$, durcit la matrice. Néanmoins, le durcissement par les éléments interstitiels a plus de potentialités que le durcissement structural car il conduit à de plus forts durcissements [DES04].

Des contradictions concernant les duretés relatives des phases ont été rencontrées dans la littérature et le fait que la dureté soit influencée par des facteurs multiples peut peut-être expliquer cela. Ainsi, certains auteurs décrivent la martensite α' comme étant une phase plus douce que la phase α [CAS66, GIL96, DES04] alors que d'autres auteurs [JOV06, HAD77, KAH86] s'accordent à dire que la dureté est maximale après une trempe dans le domaine bêta lorsque la microstructure est martensitique, puis lors de revenus en température, la dureté décroît jusqu'à atteindre un minimum à 700°C et enfin augmente jusqu'au transus bêta (Figure 34). Le durcissement semble lié à la quantité et à l'instabilité des phases obtenues par trempe [SER65]. La baisse de dureté qui apparaît pour des températures de revenu jusqu'à 700°C s'explique par la relaxation des contraintes résiduelles provoquées par la trempe précédant le revenu [HAD77]. Puis, une baisse importante de dureté peut intervenir pour des revenus autour de 800°C : cette diminution semble due à la transformation de la phase bêta métastable en martensite orthorhombique α'' apparaissant lors de la trempe à l'issue de revenus aux alentours de 700-800°C [KAH86, LEE90]. La température pour laquelle intervient le minimum de dureté, c'est-à-dire la température d'apparition de la phase orthorhombique α'', varie en fonction de la teneur en oxygène : elle est décalée vers les hautes températures pour des concentrations croissantes en oxygène (Figure 35b) [KAH86].

2.1.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés du TA6V

Le titane est très réactif vis à vis des milieux oxydants car l'oxygène possède une grande affinité avec le titane : l'énergie de liaison Ti-O de 2,12 eV est comparable à celle de la liaison Ti-Ti de 2,56 eV [LIU88]. Cet élément d'insertion a de fait une solubilité élevée dans les alliages de titane.

L'oxygène dissous dans les alliages de titane a une influence sur la composition et la proportion de leurs phases ainsi que sur leurs propriétés mécaniques [KAH86, PIT04, GAO07, LEE90].

La teneur en oxygène admissible par le TA6V pour les applications aéronautiques est comprise entre 0,16 et 0,20 wt.% [EYL90] (entre 0,08wt.% et 0,4wt.% pour [DAS99, IVA02b tiré de GAO07]). Des concentrations élevées sont proscrites car elles entraînent une fragilisation du matériau. Cependant, des concentrations contrôlées en oxygène sont un moyen d'atteindre des résistances élevées [KAH86]. L'oxygène modifie également les propriétés de mise en forme du TA6V [PRA01].

Sous une exposition à l'air et à haute température, les alliages de titane tendent à former par diffusion de l'oxygène une couche en surface de quelques microns composée uniquement de phase α très riche en oxygène, connue sous le nom de α-case [PAT01, PIT04, SER65, BRO95]. La formation de cette couche intervient pour des teneurs en oxygène relativement élevées (la concentration pour laquelle apparaît la couche d'alpha-case dépend de la composition de l'alliage). L'épaisseur de cette couche est dépendante du temps et de la température d'exposition à l'oxygène de l'air. Cette couche de phase α très riche en oxygène est fragilisante et très abrasive. Elle s'avère néfaste du point de vue des propriétés en fatigue car elle est le siège de points d'initiation de fissures [PAT01, PIT04].

Une mise en ordre de l'oxygène intervient pour une concentration de 5-6wt.% : on observe alors à température ambiante la présence de structures ordonnées TiO_2, Ti_3O et Ti_6O [FEA94].

Influence de l'oxygène sur la dureté et les propriétés mécaniques en traction

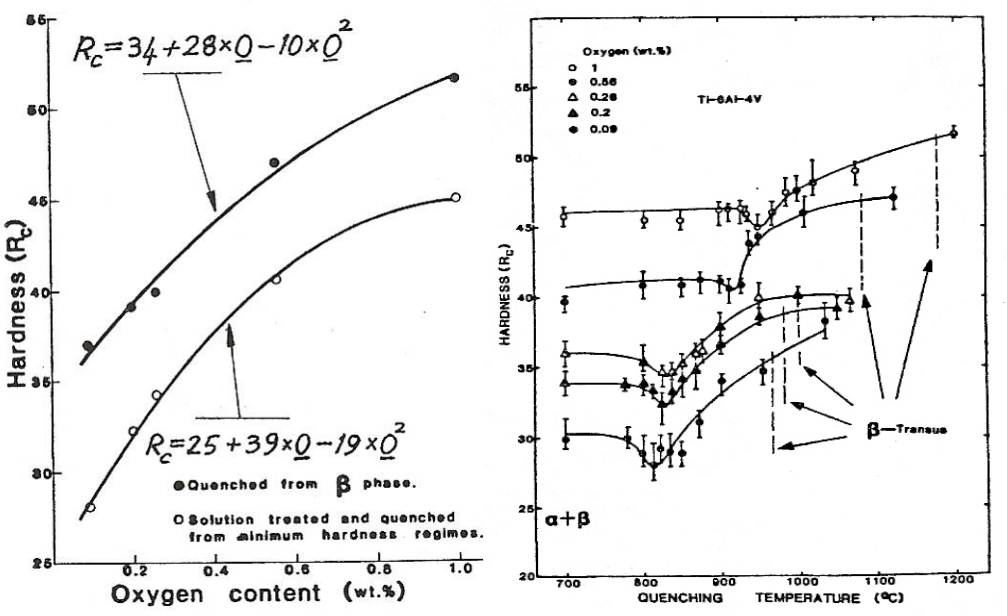
Un taux d'oxygène croissant entraîne une augmentation de la dureté, du module d'Young et de la résistance à la traction ainsi qu'une diminution de la plasticité ou ductilité [GAO07, PIT04, KAH86]. Rappelons que le durcissement par les éléments interstitiels engendre des durcissements plus importants que le durcissement structural obtenu par une fine précipitation de la phase alpha. La quantité d'oxygène ayant diffusé dans le titane peut être estimé par microdureté [PIT04]. La dureté augmente à mesure que la concentration en oxygène augmente aussi bien lorsque l'alliage est trempé dans le domaine bêta (fraction de β = 100% à haute température transformé en α' lors de la trempe) ou dans le domaine $\alpha+\beta$ (fraction de β = 50%) (Figure 35) : le pouvoir durcissant par solution solide est le même que l'alliage présente une microstructure entièrement martensitique α' ou bien biphasée avec une fraction équivalente de alpha et de bêta [KAH86].

La teneur en oxygène a également une influence sur le module d'Young [LEE90] (Figure 36). Il varie linéairement avec la teneur en oxygène quelque soit le traitement thermique, selon l'équation suivante [LEE90] :

$$E(GPa) = Eo(TTH) + 13{,}5[O]$$

Avec [O] la concentration atomique en oxygène dissous et Eo le module d'Young extrapolé pour une concentration atomique nulle, qui est fonction du traitement thermique appliqué. La pente de la courbe est indépendante du traitement thermique.

L'augmentation de la teneur en oxygène induit également une augmentation de la résistance maximale à la traction ainsi qu'une diminution de la ténacité (Figure 37).



(a) *(b)*

Figure 35 – Evolution de la dureté Rockwell Rc du TA6V en fonction (a) de la concentration massique en oxygène O après une trempe dans le domaine bêta et dans le domaine $\alpha+\beta$ (fraction de bêta = 50%) (b) de la température de trempe [KAH86]

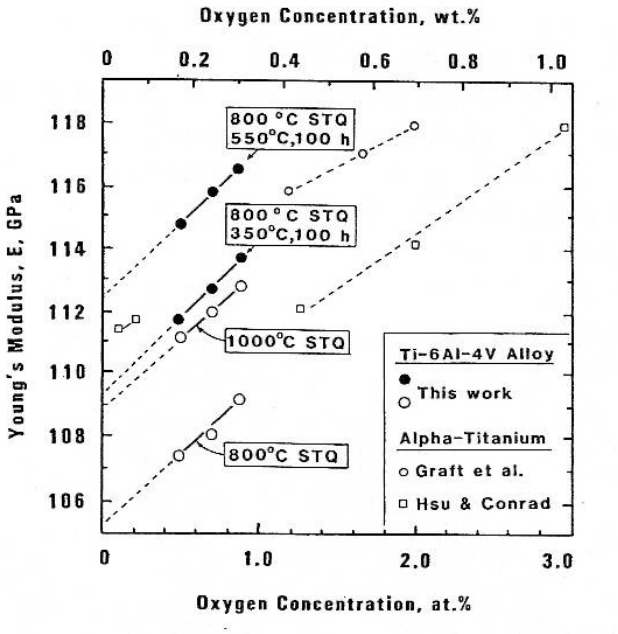


Figure 36 - Evolution du module d'Young du TA6V en fonction de la teneur en oxygène [LEE90]

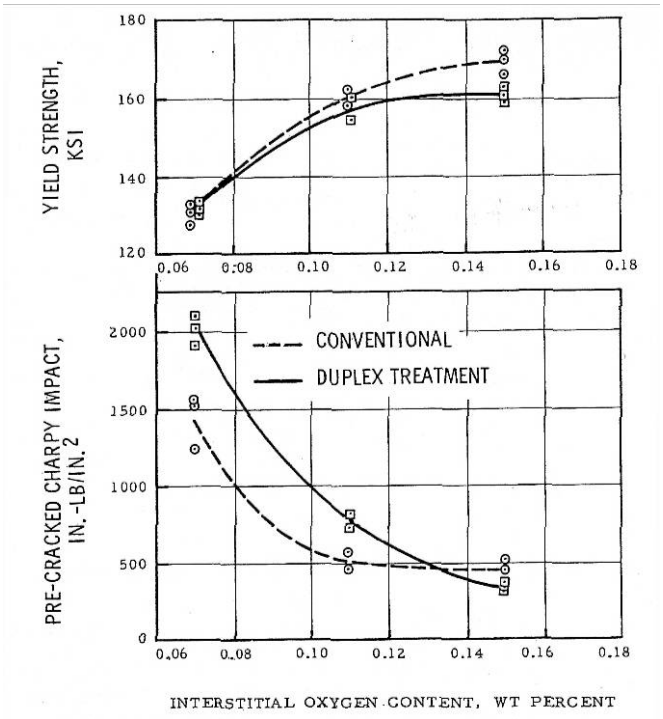


Figure 37 - Influence de l'oxygène sur la résistance maximale à la traction et la ténacité du TA6V traité conventionnellement (remis en solution 950°C/30 min + trempe eau + revenu 530°C/8h) ou traité « duplex » (remis en solution 1000°C/30min + refroidissement au four puis air + traitement conventionnel) [GER68]

Influence de l'oxygène vis à vis de la proportion des phases α et β

L'oxygène a une influence sur la proportion des phases alpha et bêta car il affecte considérablement la température de transus β [PRA01, KAH86] :

$$T\beta = 937 + 242{,}7 \cdot [O]$$ avec [O] la concentration massique d'oxygène (%)

La température de transus peut ainsi varier de 995°C pour 0,09 wt.% d'oxygène à 1180°C pour 1 wt.% d'oxygène (Figure 38).

La phase alpha est ainsi stabilisée à haute température et la proportion de phase bêta diminue à mesure que la concentration en oxygène augmente (Figure 39). De plus, l'absorption d'oxygène dans la phase bêta réduit sa stabilité et favorise la transformation de bêta en alpha lors des revenus [BOY94].

La présence d'oxygène en insertion, au même titre que des éléments équivalents (carbone, azote), a pour conséquence d'abaisser la solubilité de l'aluminium dans le titane alpha et favorise ainsi la formation de la phase ordonnée Ti_3Al [LAM90]. La formation de cette phase entraîne une forte augmentation de la limite d'élasticité mais possède l'inconvénient de fragiliser le matériau [SER65].

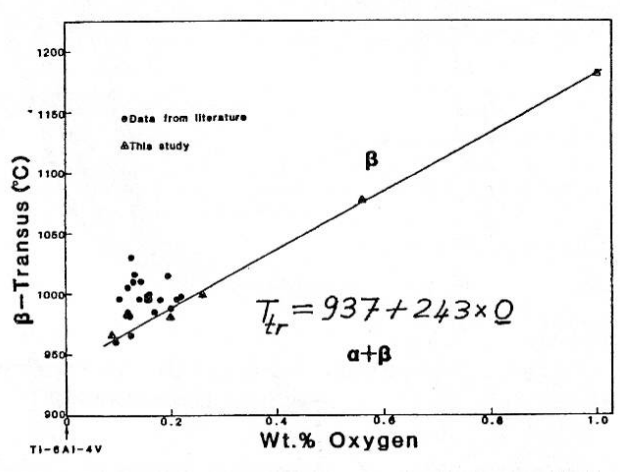


Figure 38 - Influence de la teneur en oxygène sur la température du transus bêta du TA6V [KAH86]

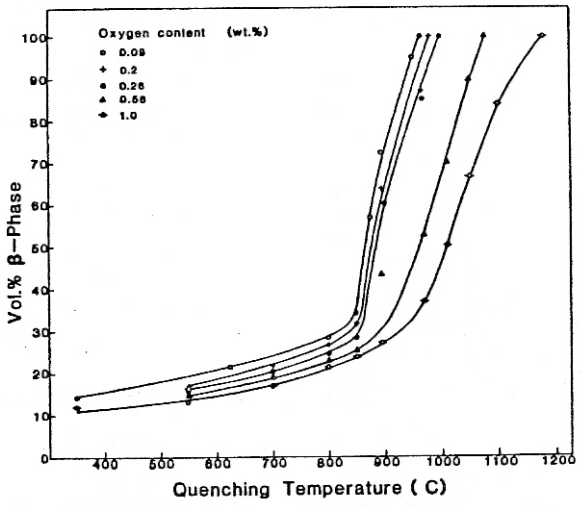


Figure 39 - Influence de la teneur en oxygène sur la fraction volumique de phase bêta du TA6V [KAH86]

2.2 LE NICKEL ET SES ALLIAGES

2.2.1 LES SUPERALLIAGES BASE NICKEL

Les superalliages constituent une large gamme de matériaux à base fer, nickel ou cobalt qui sont utilisés dans le domaine de l'aéronautique, du nucléaire, du médical, de l'industrie chimique, de l'industrie du papier, etc. Ils sont adaptés pour des applications à relativement hautes températures (700°C), sous contraintes relativement sévères et pour lesquelles une stabilité de surface est requise (résistance à la corrosion et à l'oxydation). Ils combinent en effet de hautes caractéristiques mécaniques dans un large domaine de température (tenue mécanique supérieure à celle des autres matériaux métalliques) et une excellente tenue à la corrosion et à l'oxydation (Figure 40). Ils surpassent les aciers inoxydables en termes de résistance mécanique notamment à hautes températures (>650°C). La résistance mécanique élevée des alliages base nickel tient tout d'abord à leur structure cubique à faces centrées, structure compacte qui procure une meilleure résistance à des températures proches du point de fusion. Ensuite, le coefficient de dilatation du nickel est relativement faible, ce qui permet de conserver des tolérances dimensionnelles sévères même à hautes températures. Enfin, les éléments majoritaires de l'alliage comme le Ni et le Cr assurent une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion. En effet, le chrome réagit avec l'oxygène lors de l'exposition en milieu oxydant et génère ainsi la formation d'une couche protectrice en surface de Cr_2O_3 [MOL97, EZU03, GEN07]. La Figure 42 présente les alliages base nickel forgés les plus courants.

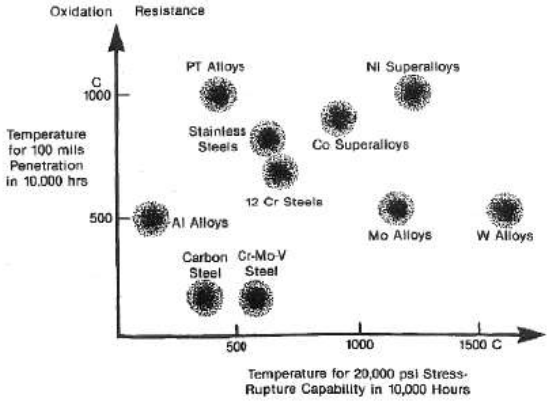


Figure 40- Performances relatives des alliages métalliques [SIM87]

2.2.1.1 Effets des éléments d'addition

Les principaux éléments rentrant dans la composition des superalliages base nickel, hormis le nickel et le chrome qui sont les constituants majoritaires, peuvent être le cobalt, le fer, le molybdène, le tungstène, le tantale, etc. (Figure 41). Leurs influences sur les propriétés des alliages base nickel sont résumées dans le Tableau 11.

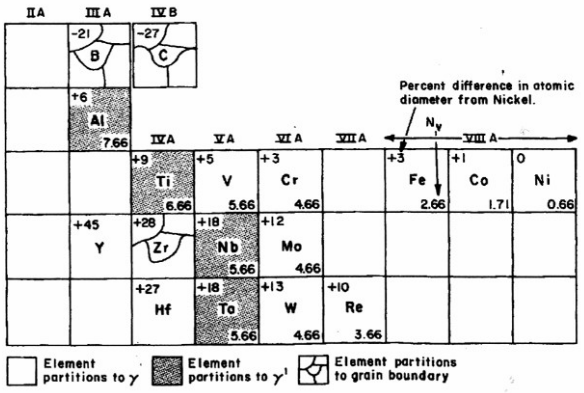


Figure 41 - Principaux éléments entrant dans la composition des superalliages base nickel [SIM87]

Influence	Eléments
Renforcement par solution solide	**Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta**
Stabilisant de la matrice γ	**Co**
Type de carbures **MC** **M_7C_3** **$M_{23}C_6$** **M_6C**	 **W, Ta, Ti, Mo, Nb** **Cr** **Cr, Mo, W** **Mo, W**
Carbonitrures de type M(CN)	**C, N**
Précipitation γ'-Ni_3(Al, Ti)	**Al, Ti**
Précipitation γ''-Ni_3Nb	**Nb**
Augmente le solvus de γ'	**Co**
Abaisse le solvus de γ'	**Cr**
Résistance à la sulfuration	**Cr**
Résistance à la corrosion	**Al, Cr, Ta**
Résistance à la corrosion à chaud	**La, Th**
Amélioration de la ductilité	**B, Zr**
Ségrégation aux joints de grains	**B, C, Zr**

Tableau 11 - Influence des éléments d'alliage sur les propriétés d'usage des superalliages base nickel [BRA88, MAN90, BET74]

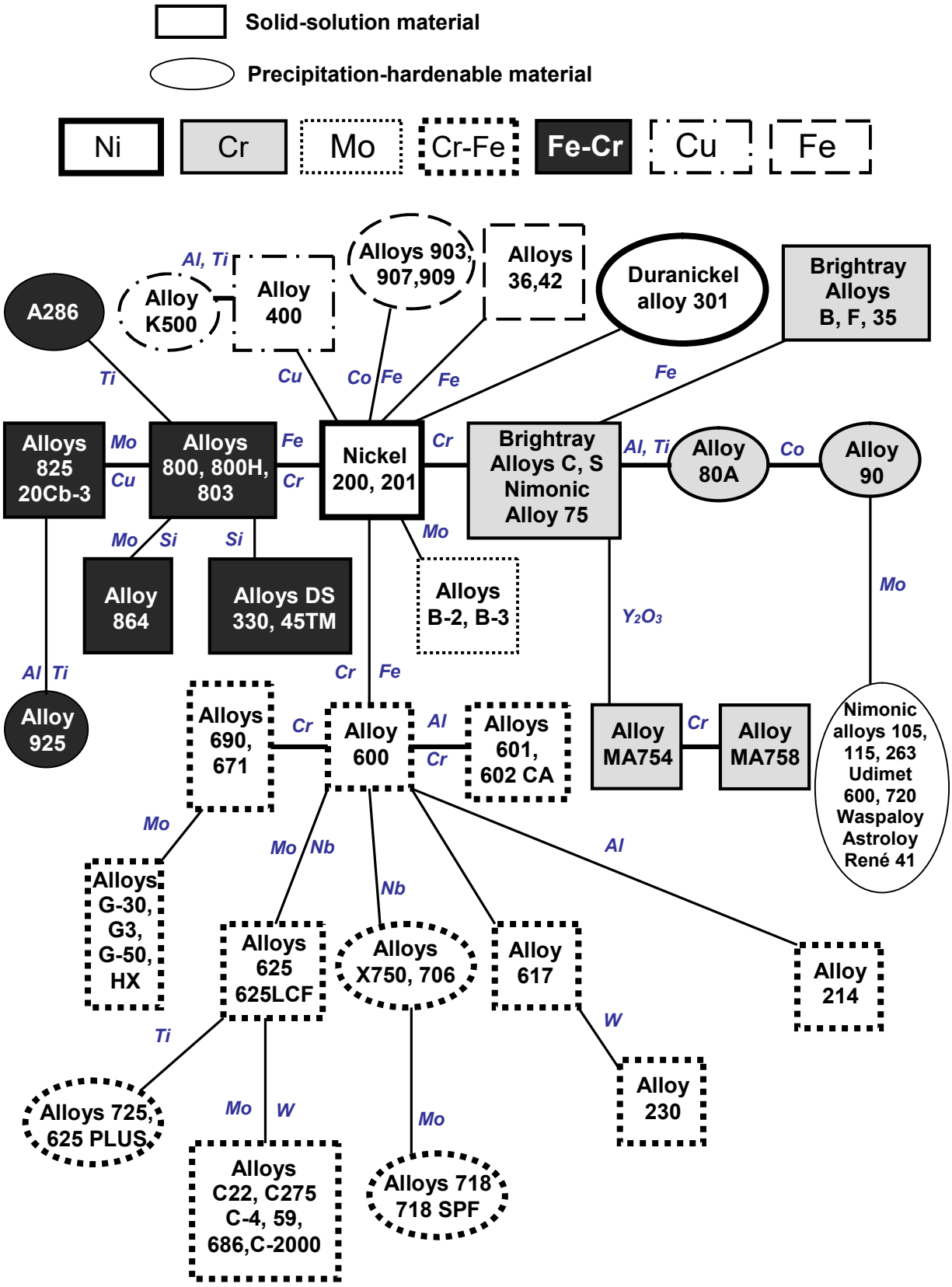


Figure 42 - Principaux alliages forgés base nickel [DAV01]

2.2.1.2 Phases rencontrées dans les superalliages base nickel

Les superalliages base nickel sont constitués d'une matrice austénitique cubique face centrée et d'une variété de secondes phases. Ils sont renforcés par durcissement structural, d'une part par solution solide et d'autre part par une fine précipitation intragranulaire de secondes phases intermétalliques ordonnées composées d'aluminium, de titane et de niobium qui génèrent une amélioration de la résistance mécanique et une élévation de la dureté. La précipitation intergranulaire de carbures et de borures permet également de renforcer l'alliage aux joints de grains. Les différentes phases généralement rencontrées dans les superalliages base nickel sont détaillées ci-dessous [BRA88, MON96, SIM87, MAN90, DES04].

La matrice γ

La matrice gamma est une phase austénitique de type cubique face centrée (a=3,6Å) qui contient un pourcentage important d'éléments en solution solide tel que le cobalt, le fer, le chrome, le molybdène, le titane, le tantale et le tungstène.

Les phases durcissantes γ' et γ''

La phase **γ'-$(Ni,Co)_3(Al,Ti)$** est une phase cubique face centrée (paramètre de maille a = 3,56 Å) qui est un intermétallique durcissant de la plupart des superalliages de nickel ou fer-nickel. Sa structure cristallographique est quasiment similaire à celle de la matrice, ce qui confère aux particules γ' une faible énergie d'interface limitant ainsi leur tendance à coalescer. Elle peut se présenter sous forme de sphères, de cubes ou bien encore sous forme de lattes. Sa taille, qui varie avec le temps et la température de traitement, va conditionner le durcissement. Les éléments d'alliage vont modifier sa cohérence avec la matrice γ, sa morphologie et sa stabilité. Certains alliages soumis à un traitement thermique ou à l'exposition en température en service forment la phase γ' sous forme d'un fin film au niveau des joints de grains qui tend à améliorer la résistance à la rupture.

La phase **γ''-Ni_3Nb** est une phase métastable de type quadratique centrée (a=3,624 Å, c=7,406 Å) qui apparaît uniquement dans les alliages fer-nickel contenant du niobium. Il s'agit de la principale phase durcissante de l'Inconel 718. Cette phase métastable présente sous forme de disques peut évoluer vers une phase plus stable lors d'une exposition longue en température : il s'agit de la phase δ. Des zones appauvries en phase γ'' peuvent être à l'origine d'une baisse de ductilité. Ce problème peut être résolu par des traitements thermiques adéquats. Les alliages dont le durcissement est lié à la fine précipitation de la phase γ'' comme l'Inconel 718 présentent des résistances à la traction et des propriétés en fluage excellentes à basses températures mais l'exposition relativement longue à des températures avoisinant les 675°C peut générer la transformation de la phase γ'' en sa phase stable δ, engendrant une baisse de la résistance de l'alliage.

Les carbures

Le carbone, dont la teneur dans les bases nickel se situe autour de 0,05-0,2wt.% (soit 500 à 2000ppm), précipite sous forme de carbures avec des éléments réfractaires M. L'élément M peut être du chrome, du niobium, du titane, du tantale, du tungstène, du molybdène, de l'hafnium, du thorium ou du zirconium.
Lors du refroidissement de l'alliage, les carbures primaires de type MC (cubique : a =4,30-4,70 Å) précipitent de façon hétérogène au niveau intergranulaire, intragranulaire et parfois même dans la zone interdendritique. Lors des traitements thermiques ultérieurs ou en fonctionnement après la mise en service, les carbures primaires peuvent évoluer vers des carbures dits secondaires plus stables de type M_6C (cubique face centrée : a=10,85-11,75 Å) qui sont répartis de façon aléatoire, de type $M_{23}C_6$ (cubique face centrée : a=10,50-10,70 Å) et plus rarement de type M_7C_3, majoritairement représentés par les précipités Cr_7C_3 (hexagonale : a=13,98 Å, c=4,523 Å), situés préférentiellement aux joints de grains.
Les carbures de type $M_{23}C_6$ se forment à relativement basses températures (760-980°C) suite à la dégénération des carbures primaires MC ou bien à partir du carbone en solution solide dans la matrice gamma. Ils peuvent également être formés à partir des carbures de type M_6C. Ils sont préférentiellement situés au niveau des joints de grains. Ces carbures ont un effet significatif sur la résistance à la rupture et sur les propriétés en fluage car ils limitent le glissement des joints de grains lorsqu'ils sont présents sous forme globulaire aux joints de grains. Cependant, la rupture peut parfois être initiée par la décohésion interfaciale des $M_{23}C_6$ ou par rupture de ces carbures. Les propriétés de l'alliage sont notablement dégradées lorsque ces carbures précipitent sous forme d'un film aux joints de grains. Les carbures doivent ainsi être fins et

uniformément répartis pour empêcher le glissement des joints de grains tout en conservant une bonne ductilité. La formation des carbures $M_{23}C_6$ a lieu selon la réaction suivante :

$$MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$$

Les carbures de type M_6C sont créés à plus haute température que les $M_{23}C_6$ (815-980°C). Ils peuvent, comme les carbures primaires MC, se former directement lors de la solidification [SUN97]. Ce sont des carbures similaires aux $M_{23}C_6$ mais qui sont formés pour des teneurs élevées en molybdène et/ou en tungstène. Les M_6C sont plus stables en température que les $M_{23}C_6$. Les carbures M_6C peuvent se présenter sous forme de lattes de Widmanstätten ou bien sous forme de blocs selon la température à laquelle ils se forment. Sous forme de lattes de Widmanstätten, ils améliorent la résistance à la traction mais dégrade la ductilité. La formation des carbures M_6C a lieu selon la réaction suivante :

$$MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$$

Les carbures génèrent intrinsèquement un léger durcissement mais leur rôle principal est de stabiliser les joints de grains. Généralement, les divers types de carbures coexistent dans un même alliage base nickel.

Les borures

Le bore est un élément important dans les superalliages base nickel pour les propriétés en fluage. Il précipite sous forme de borures, qui sont des phases tétragonales (a=5,60-6,20 Å, c=3,00-3,30 Å) de type M_3B_2, dans les alliages de nickel ou fer-nickel composés de plus de 0,03 wt.% de bore soit 300 ppm. L'élément M peut être du molybdène, du tantale, du niobium, du nickel, du fer et du vanadium. Ce sont des précipités réfractaires qui se présentent sous forme de blocs ou bien de demi-lunes situés préférentiellement aux joints de grains.

Les nitrures

Les nitrures sont des phases cubiques (a=4,240 Å) de type MN qui sont observées dans les alliages contenant du titane, du niobium ou du zirconium. Ils sont insolubles à des températures inférieures à la température de fusion. Ils sont facilement reconnaissables de par leur forme très géométrique (carrée à rectangulaire) et leur couleur jaune à orangé. Des carbonitrures de type MCN sont également observés dans les superalliages.

Les phases TCP (Topologically Compact Phases)

Les phases secondaires TCP sont des phases indésirables qui peuvent se former à la solidification, pendant le traitement thermique ou en service. Les alliages fer-nickel sont particulièrement sensibles à la formation de ces phases. Une des conséquences de la précipitation de ces phases est l'appauvrissement de la matrice en éléments réfractaires initialement présents en solution solide, conduisant à la diminution de résistance de l'alliage. Elles sont fragiles et généralement nocives et engendrent une baisse des propriétés mécaniques de l'alliage, notamment de la ductilité. Elles apparaissent lors du refroidissement de l'alliage, préférentiellement au niveau des carbures situés aux joints de grains et peuvent être éliminées par un traitement d'homogénéisation adéquat. Dans les alliages fer-nickel, elles apparaissent rarement en service du fait de leur température d'utilisation inférieure à 760°C.

- **μ** : phase rhomboédrique (a=4,75 Å, c=25,77 Å) généralement observée dans les alliages contenant un fort taux de molybdène ou de tungstène. Elle est formée à haute température et se présente sous forme de plaquettes irrégulières de Widmanstätten,
- **Phases de Laves** : ce sont des phases hexagonales (a=4,75-4,95 Å, c=7,70-8,15 Å) qui apparaissent à haute température et qui se présentent sous forme de globules généralement allongés. Au même titre que la phase μ, leur formation dans les alliages fer-nickel est favorisée par le niobium (Fe_2Nb), le titane (Fe_2Ti), le molybdène (Fe_2Mo) et le silicium alors qu'elle est limitée par le bore et le zirconium,
- **σ** : phase tétragonale (a=8,80-9,10 Å, c=4,50-4,80 Å) riche en éléments réfractaires et peu observée dans les alliages base nickel. Elle apparaît sous forme de globules allongés ou de plaquettes pour des traitements thermiques entre 540 et 980°C. Compte tenu du fait que sa structure cristallographique est proche de celle des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, elle précipite généralement proche de ces carbures. Sa morphologie allongée et sa dureté élevée en font une source importante d'initiation et de propagation de fissures. Elle est à l'origine de ruptures fragiles au niveau de l'interface plaquette-matrice. Sa formation peut être limitée en contrôlant la teneur en chrome et en molybdène du superalliage base nickel,

- **δ-Ni_3Nb** : phase orthorhombique (a=5,106-5,11 Å, b=4,21-4,251 Å, c=4,52-4,556 Å) observée dans les alliages fer-nickel riche en niobium. Il s'agit de la forme stable de la phase métastable γ''. Elle se présente sous forme aciculaire (plaquettes de Widmanstätten) ou sous forme globulaire selon la température à laquelle elle est formée. Cette phase conduit généralement à une diminution de la dureté de l'alliage,
- **η-Ni_3Ti** : phase hexagonale compacte (a = 5,093 Å, c= 8,276 Å) que l'on rencontre dans les alliages base nickel avec un ratio titane/aluminium élevé. Elle peut précipiter au niveau des joints de grains sous forme cellulaire ou bien au niveau intragranulaire sous forme de lattes de Widmanstätten. La phase η apparaît préférentiellement dans les alliages fer-nickel renforcés par la phase γ'.

2.2.1.3 Propriétés physiques et mécaniques des superalliages base nickel

Les alliages de nickel sont renforcés par plusieurs mécanismes : le durcissement par solution solide ainsi que la limitation du glissement intergranulaire par la précipitation des carbures et le durcissement de la matrice par la fine précipitation des phases durcissantes. Le contrôle de la taille des grains austénitiques et de la taille des secondes phases ainsi que la limitation de la précipitation des phases fragilisantes σ, μ et phases de Laves contribuent également à renforcer l'alliage [BRA88, SIM87, MAN90].

La matrice de nickel γ est renforcée par des atomes lourds de gros diamètre en solution solide comme le cobalt, le fer, le chrome, le molybdène, le tungstène, le vanadium, le titane et le tantale. Ces éléments ont un rayon atomique supérieur de 1 à 13% au rayon atomique du nickel. Il s'ensuit une distorsion anisotrope du réseau cristallographique de la matrice de nickel qui induit un durcissement. Ces éléments contribuent néanmoins à accroître la densité de l'alliage. A haute température (>0,6T_{fusion}), le molybdène et le tungstène assurent encore un durcissement efficace du fait de leur diffusion lente dans la phase austénitique.

Les carbures intragranulaires contribuent faiblement au durcissement de l'alliage. En revanche, leur précipitation au niveau des joints de grains permet d'une part de contrôler la taille de grains et d'autre part de réaliser un ancrage mécanique des joints qui limite leur glissement. Ils contribuent ainsi à l'amélioration des propriétés en fluage et de la résistance à la rupture des superalliages.

Le renforcement le plus efficace de la matrice gamma est assuré par la précipitation des phases intermétalliques durcissantes γ' et γ''. Leur renforcement par solution solide ainsi que l'augmentation de leurs fractions volumiques induisent une augmentation du durcissement de la matrice. Leur taille va également avoir un effet sur le durcissement. En effet, au delà d'une certaine température, les phases durcissantes tendent à grossir, donnant lieu à une diminution du durcissement.

2.2.2 L'INCONEL 718

L'Inconel 718, ou NC19FeNb selon la norme AFNOR, est un superalliage base nickel développé depuis 1959 qui fait partie de la famille des superalliages Ni-Fe-Cr. Il s'agit du superalliage le plus fréquemment utilisé : il représente entre 25 et 45% du volume de production des superalliages de fonderie et corroyés, soit l'équivalent de 10000 tonnes [PIN08, EZU03]. Il se différencie des autres superalliages par sa teneur massique importante en Nb et Fe. Cette teneur en fer permet de limiter son prix de revient. Cet alliage est encore aujourd'hui le plus utilisé des superalliages, notamment dans le secteur de l'aéronautique où il est employé dans la construction des turboréacteurs et particulièrement dans les parties chaudes du moteur. Dans le domaine aérospatial, il est utilisé dans la construction des lanceurs spatiaux du fait de ses bonnes propriétés aux températures cryogéniques. Il est également couramment employé dans l'industrie marine, automobile, nucléaire et de la pétrochimie.

La composition massique de l'Inconel 718 est détaillée dans le Tableau 12.
Le nickel est l'élément majoritaire de l'alliage 718, principal constituant de la matrice austénitique γ. Il entre dans la composition de certaines secondes phases (γ', γ'' et δ) et assure la tenue du matériau à haute température.

Le fer est en forte concentration dans cet alliage. Outre l'abaissement du coût du matériau, il induit un ralentissement de la cinétique de précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' du fait de sa faible mobilité

dans la matrice γ. Cette cinétique de précipitation amoindrie des phases γ' et γ'' confère à l'alliage une bonne soudabilité. Au même titre que le manganèse et le silicium, le fer améliore la mise en œuvre du matériau. Le fer tend néanmoins à diminuer la résistance à l'oxydation et favorise la formation des phases de Laves (Fe_2Ti, Fe_2Nb et Fe_2Mo).

Le chrome, également majoritaire dans l'Inconel 718, assure la résistance à l'oxydation par formation d'une couche d'oxyde protectrice Cr_2O_3. Le chrome se trouve essentiellement en solution solide dans la matrice γ mais peut favoriser la formation des phases σ et μ lors de la coulée ou d'un vieillissement de longue durée du superalliage.

Le niobium est bénéfique pour réduire la tendance de l'alliage à fissurer à chaud. Cette quantité de niobium nécessaire pour accroître sa soudabilité augmente avec un ratio nickel/fer élevé [BET74].

Le niobium, le titane et l'aluminium sont des constituants primordiaux de l'alliage 718 puisqu'ils sont les principaux éléments durcissants. Ils sont en effet présents en solution solide dans la matrice et entrent dans la composition des phases durcissantes γ' et γ''.

Les autres éléments tels que le molybdène et le tantale renforcent la matrice par solution solide. Le molybdène améliore également la tenue à l'oxydation mais favorise la formation de phases TCP telles que la phase de Laves Fe_2Mo.

Le carbone permet la précipitation des carbures qui assurent un ancrage mécanique des joints de grains.
L'ajout de phosphore dans l'Inconel 718 favorise la tenue des joints de grains et les propriétés en fluage.

Eléments	Ni	Fe	Cr	Mo	Co	Al	Ti	Nb	Si	Mn	B	Ta	Cu	C
Composition wt.%	50-55	Bal.	17-21	2,8-3,3	<1	0,2-0,8	0,65-1,15	4,75-5,5	<0,35	<0,35	<0,006	0,1	0,3	<0,08

Tableau 12 - Composition massique de l'Inconel 718 [MAN90, PAT01b, spécification ASM5663 tiré de SCH91]

2.2.2.1 Métallurgie de l'Inconel 718

Phases de l'Inconel 718

L'Inconel 718 est composé d'une matrice austénitique cubique à faces centrées et d'une variété de secondes phases [ALE04, BRA88, MAN90, PIN08, PON01, SIM87].

Matrice γ

La matrice γ de l'Inconel 718 est une solution solide cubique à faces centrées d'éléments d'alliage placés en substitution dans le nickel. Le fer et le chrome assurent un durcissement de solution solide à basse température par distorsion du réseau de nickel de base. A haute température, c'est le molybdène et le niobium qui jouent ce rôle. L'alliage 718 présente de faibles caractéristiques mécaniques dans cet état métallurgique. La précipitation des phases durcissantes par traitements thermiques confère de bien meilleures propriétés à l'alliage. C'est un alliage qui est renforcé par la précipitation de la phase γ'' et dans une moindre mesure de la phase γ'.

Précipités durcissants γ' et γ''

La phase γ'-Ni_3(Ti, Al) métastable participe peu au durcissement structural. Sa fraction volumique est comprise entre 5 et 11% dans l'alliage 718. Les précipités sont des sphères de 20 à 60 nm de diamètre (Figure 44 a). La phase γ''-Ni_3Nb participe pour une très grande part au durcissement structural et joue donc un rôle capital dans l'obtention de propriétés mécaniques élevées. Cette phase ordonnée métastable présente un écart de cohérence avec la matrice important qui est responsable du durcissement : l'écart à la cohérence est de 0,6% selon la direction cristallographique a et de plus de 2% selon la direction cristallographique c [PIN08]. Cet écart à la cohérence différent selon les deux directions cristallographiques confère à la phase γ'' sa forme particulière. En effet, elle se présente sous forme de disques minces de diamètre 20 à 30 nm environ et de 5 à 10 nm d'épaisseur. Au delà de 40nm, la phase γ'' perd sa cohérence avec la matrice

[PIN08]. Du fait de l'écart à la cohérence avec la matrice relativement importante, la précipitation de la phase γ'' peut s'accompagner de plasticité de transformation qui conduit à la relaxation d'éventuelles contraintes résiduelles [PIN08]. Sa fraction volumique, comprise entre 15 et 20%, est directement liée aux traitements thermiques subis par l'alliage. Sa répartition dans l'alliage est homogène bien qu'elle possède une tendance à précipiter au niveau des joints de grains qui sont des lieux de ségrégation du niobium [GAO95]. Le mode de déformation est fortement lié à la taille des précipités. En effet, des précipités de petite taille (inférieure à une taille critique) vont être cisaillés par les dislocations alors que des précipités au-dessus de la taille critique vont être contournés par les dislocations, conduisant ainsi à une déformation plus homogène.

Pour des valeurs de composition et de température précises, la précipitation durcissante peut apparaître sous une morphologie compacte γ'+γ'' [COZ73] (Figure 44b). Cette structure compacte est un assemblage de six précipités γ'' constituant une "boîte" cubique autour d'un précipité γ'. Les conditions d'apparition de cette phase compacte sont d'une part conditionnées par un rapport (Ti+Al)/Nb (%at) minimal compris entre 0,9 et 1 et d'autre part par une température de traitement qui doit être suffisamment haute pour permettre la germination de la phase γ' cubique de taille critique 200 Å, suivie de la germination de la phase γ'' sur les six faces du cube. Cette phase compacte augmente l'efficacité du durcissement car le franchissement des obstacles est plus difficile que pour une phase durcissante conventionnelle. Elle assure également une meilleure stabilité de l'alliage en température du fait de sa faible vitesse de croissance.
Le ratio de la fraction volumique de la phase γ'' sur celle de la phase γ' semble indépendant des traitements thermiques et peut être considéré comme constant et égal à 3 [LI02].

Phase δ - Ni_3Nb

La phase δ, non cohérente avec la matrice, est la forme stable de la phase γ'' de structure Ni_3Nb. Elle précipite dans l'Inconel 718 du fait de la forte teneur en niobium. La plage de précipitation de cette phase se situe entre 700°C et son solvus (environ 1010°C) et sa vitesse de précipitation est maximale autour de 900°C [AZA04, SIM87]. Elle apparaît préférentiellement aux joints de grains par germination puis croissance d'aiguilles de 100 nm environ (type Widmanstätten) orientées vers l'intérieur des grains le long des plans denses de la matrice {111} [SUN88] (Figure 44c). Elle peut également se présenter sous forme globulaire de type galet de 200 à 300 nm de diamètre et 1 à 2 µm d'épaisseur pour certaines conditions de traitements thermomécaniques. Etant donné que la phase δ possède la même composition chimique que la phase durcissante γ'', sa croissance s'effectue au détriment de la phase γ'' alentour qui fournit le niobium. Bien que la phase δ soit plus stable thermodynamiquement que la phase γ'', la précipitation de la phase γ'' précède celle de δ lors des revenus en température car elle se forme à plus basse température que la phase δ. La présence de fautes d'empilement dans la matrice γ ou dans la phase γ'' favorise la formation de la phase δ [SUN88]. Autour des précipités de δ, la matrice est le plus souvent sous forme d'une solution solide de nickel pauvre en niobium, dépourvue de précipités γ'' [BUR91, SPI99]. Ces zones « dénudées » sont également observées autour des carbures [SUN97]. Ces zones présentent alors des caractéristiques mécaniques faibles. Une augmentation de la fraction volumique de la phase δ de 3 à 10% provoque une diminution de la limite d'élasticité de 10% mais n'altère pas la résistance à la traction [DES04]. Ceci constitue un avantage pour la mise en oeuvre de l'alliage mais un inconvénient pour son comportement en service à hautes températures. Cependant, bien qu'elle ne participe pas au durcissement de l'alliage [AZA04], la précipitation contrôlée de la phase δ confère à l'alliage 718 une amélioration de ses propriétés mécaniques. Ainsi, la présence de phase δ sous forme de fines plaquettes au niveau des joints de grains constitue un frein au grossissement des grains à hautes températures [DES94, AZA04]. En l'absence de phase delta, d'autres précipités comme les carbures situés aux joints de grains peuvent également jouer ce rôle. La phase δ apporte également une bonne tenue au fluage par blocage des joints de grains [QIA03, BRA88, SJO91 tiré de AZA04].

Les carbures, nitrures et oxydes

Les carbures sont présents au niveau inter et intragranulaire dans la structure de l'alliage 718. Ceux situés au niveau des joints de grains participent à l'ancrage des grains et empêchent les phénomènes de recristallisation. Les carbures primaires de type MC sont majoritaires dans l'Inconel 718 [SUN97]. Il s'agit généralement de carbures de type (Ti, Nb)C mais d'autres éléments comme le molybdène et le tantale peuvent également s'associer au carbone. Ils sont de morphologie globulaire de diamètre 1 à 5 µm et apparaissent très tôt lors de la solidification (Figure 44h). Ils limitent le grossissement des grains lorsqu'ils

sont intergranulaires et améliorent la tenue au fluage à hautes températures. Cependant, la précipitation des carbures au niveau des joints de grains influence considérablement le comportement à rupture de l'alliage, favorisant une rupture intergranulaire [SUN97]. Les carbures primaires MC sont stables jusqu'à 1250°C, c'est-à-dire jusqu'à des températures proches du solidus, ce qui rend leur remise en solution difficile voire impossible sans risque de « brûler » l'alliage. Les carbures M_6C apparaissent quant à eux entre 980 et 815 °C pour des temps de maintien assez longs et précipitent préférentiellement aux joints de grains. Les éléments métalliques associés au carbone sont essentiellement le niobium ou le nickel.

La précipitation des nitrures est conditionnée par la teneur en azote de l'alliage [MIT94]. Ils se forment dès les premières étapes de la solidification. Les premiers nitrures à apparaître sont les nitrures de titane, TiN, qui précipitent dans le liquide avant la solidification de la matrice gamma. Ils peuvent germer à partir d'oxydes pré-existants dans le liquide. Ces nitrures sont extrêmement stables et leur remise en solution s'effectue à une température supérieure au solidus de l'alliage. Ils servent de sites de germination aux carbures primaires de type MC, conduisant ainsi à la formation de carbonitrures de titane et/ou de niobium (Figure 44g) [MIT01, MIT94, BAE86, BUR91, SUN97]. Ils possèdent une structure cubique et se présentent sous forme de cube de 1 à 10 µm.

Des oxydes peuvent se former dans l'Inconel 718, soit lors de la solidification, soit en service. Les oxydes se formant en phase liquide lors de la solidification sont des oxydes d'aluminium et de niobium de type Al_2O_3 et Nb_2O_5. Des oxydes de nickel et de chrome de type NiO et Cr_2O_3 peuvent se former à l'état solide en présence d'oxygène lors d'une exposition en température [AND92, GEN07]. Ces deux oxydes peuvent réagir et former un spinelle $NiCr_2O_4$. Les carbures de niobium NbC peuvent s'oxyder et donner naissance à l'oxyde Nb_2O_5 dès 600°C et pour des temps relativement courts de 30 minutes à 1 heure (Figure 44i) [ALE04]. L'oxydation des carbures de niobium s'accompagne d'un doublement de leur volume. Les carbures de niobium germant fréquemment au niveau d'un nitrure de titane TiN formé à très haute température dans le liquide, cet accroissement de volume lors de l'oxydation des NbC entraîne le clivage du nitrure de titane adjacent, ce qui constitue des sites privilégiés d'initiation de fissures en fatigue [PIN08, ALE04]. En métallurgie des poudres, des oxydes de type TiO_2 et Al_2O_3 peuvent également être observés dans l'Inconel 718 [APP03b]. Ils sont responsables d'un abaissement de la ductilité [APP03, 03b, 06, 06b].

Les phases de Laves

Les phases fragiles telles que σ, µ et les phases de Laves ne sont pas admises dans les alliages de qualité aéronautique : l'élaboration et les traitements thermomécaniques sont contrôlés de façon à exclure la formation de ces phases [ORA91].

Cependant, les phases de Laves apparaissent généralement à la solidification mais peuvent également se former à l'état solide. Elles sont présentes dans le matériau brut de fonderie sous forme de particules larges et globulaires au niveau de la région interdendritique ou au niveau des joints de grains (Figure 44d) [RAD88]. Elles résultent de ségrégations chimiques lors du refroidissement [BOU80] et sont ainsi enrichies en Mo, Si et Nb par rapport à la matrice gamma.

La ségrégation chimique et donc la quantité de phases de Laves formées augmentent lorsque la vitesse de solidification et de refroidissement diminue [CAR89, BOU89, BAR62, GOR70 tiré de BOU80].

Leur fraction volumique est d'autant plus grande que la composition en niobium de l'alliage est importante. C.CHEN et al. ont ainsi montré qu'une teneur minimale en niobium accompagnée de l'addition de carbone dans l'Inconel 718 permettait d'éviter la formation des phases de Laves [CHE91].

Les phases de Laves sont généralement représentées sous la forme $(Ni, Fe, Cr)_2 (Nb, Mo, Ti)$ [SCH91, BAE86]. Elles peuvent être de deux types : globulaire ou bien eutectique, également appelé lamellaire, lorsqu'elles forment un eutectique avec la matrice γ (Figure 44e et f) [MIT94, BOU89]. La composition en niobium des phases de Laves varie de 14 à 56 wt.% dans la littérature [BOU80, BOU89, KNO89, EIS65, SCH91, BUR91, VIN85, JAN05]. G.K.BOUSE distingue les phases de Laves globulaires et eutectiques par leurs compositions en niobium : elles sont composées respectivement de 29,5 et 25,8 wt.% en niobium bien que l'auteur considère que la composition des phases de Laves eutectiques soit surestimée et qu'elle se situe plutôt autour de 22 wt.% (Tableau 13) [BOU89].

Les principaux mécanismes de fragilisation induits par les phases de Laves de l'alliage 718 brut de coulée sont d'une part la rupture fragile de ces phases et d'autre part l'appauvrissement de la matrice en niobium, principal élément durcissant de l'alliage, puisqu'il rentre dans la composition des phases de Laves. Elles peuvent être également à l'origine d'un phénomène de liquation lors de remontées rapides en température [SCH91, BOU89]. Les phases de Laves sont responsables d'une diminution de la résistance et de la ductilité en traction, de la ténacité et des propriétés en fatigue et en fluage [JAN05, SCH91]. Lorsqu'elles forment un réseau continu au niveau des joints de grains, elles constituent des sites préférentiels de propagation de fissures en fatigue. Lorsqu'elles sont situées au niveau de l'espace interdendritique, elles tendent à diminuer les propriétés en traction à l'ambiante [SCH91]. Les phases de Laves semblent également responsables de l'établissement de contraintes résiduelles de compression lors du soudage de l'Inconel 718 [BIS04].

Les phases de Laves peuvent être dissoutes par un traitement d'homogénéisation à haute température, toutefois inférieure à leur solidus afin d'éviter la liquation. La température de ce traitement est d'autant plus élevée que la composition en niobium et la taille des phases de Laves sont importantes [JAN05]. Un traitement à 1095°C pendant une heure permet généralement de dissoudre la majorité des phases de Laves. Cependant un traitement à 1140°C pendant 3 heures est recommandé pour atteindre leur remise en solution totale. Enfin pour obtenir une répartition homogène du niobium suite à la dissolution des phases de Laves, le traitement à 1140°C doit être conduit pendant 10 heures [CAR89]. Les phases de Laves globulaires semblent moins enclines à la remise en solution [MIT94, EIS65 tiré de BOU80]. Le solidus des phases de Laves semble dépendre de leur fraction volumique et donc de leur composition (Figure 43). En effet, pour de faibles fractions volumiques, les phases de Laves ont une composition proche de celle de la matrice γ et leur solidus est proche de celui de l'alliage [BOU80].

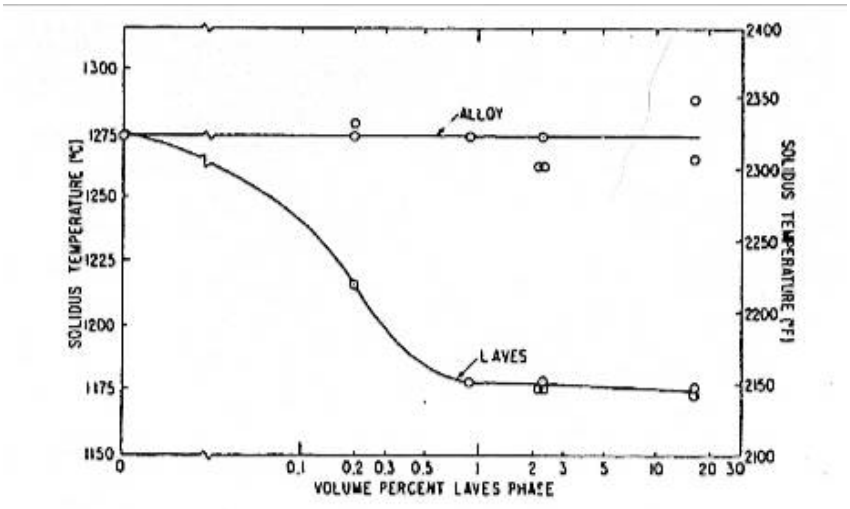
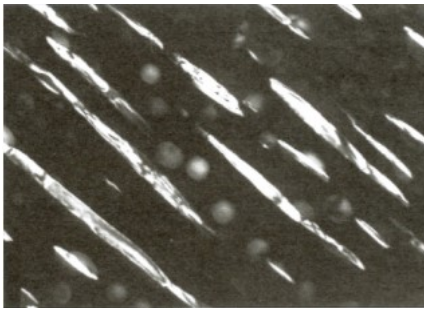


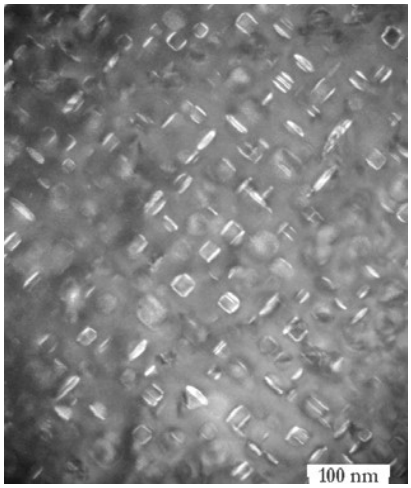
Figure 43 - Solidus de l'alliage 718 et solidus des phases de Laves en fonction de leur fraction volumique [BOU80]

Elément (wt.%)	Ti	Nb	Mo	Cr	Fe	Ni	Si	Al
Laves globulaires	1.2	29.5	5.6	13.5	12.6	39	0.1	0.2
Laves eutectiques	1.7	25.8	4.6	12.8	12.2	44.2	0.1	0.3
Matrice γ	0.7	2.4	2.6	20	20.5	54	0	0.5

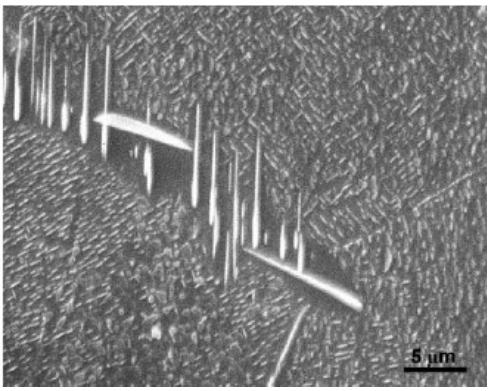
Tableau 13 - Composition massique des phases de Laves globulaires et eutectiques ainsi que celle de la matrice γ [BOU89]



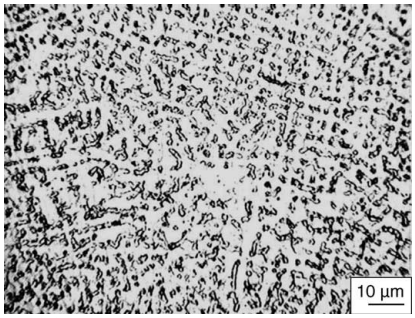
(a) Morphologie globulaire de la phase γ'' et γ' (G=100000) [MON96]



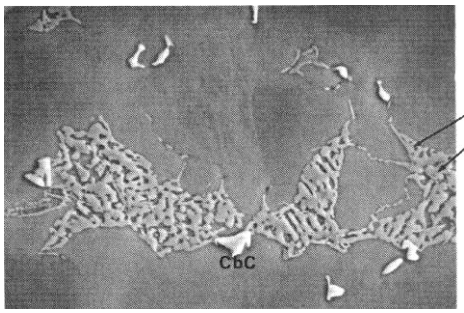
(b) Morphologie de la phase compacte γ'+γ'' [PON01]



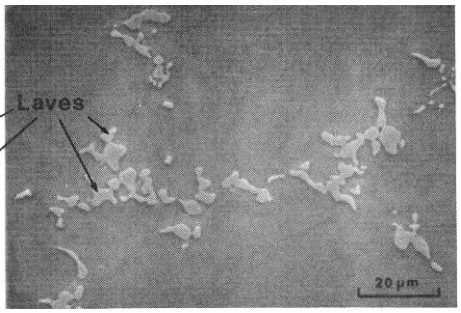
(c)Morphologie lamellaire de la phase δ-Ni_3Nb située aux joints de grains [AZA04]



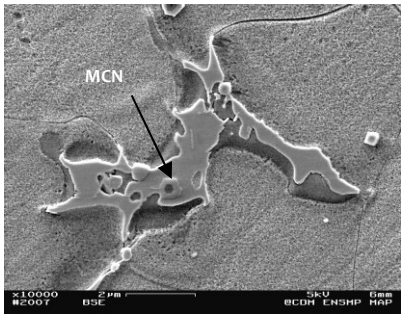
(d) Précipitation de phases de Laves au niveau de la région interdendritique [JAN05]



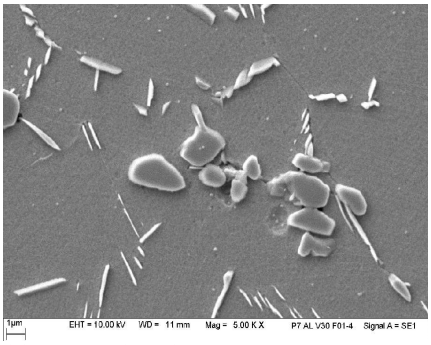
(e) Phase de Laves de type eutectique [BOU89]



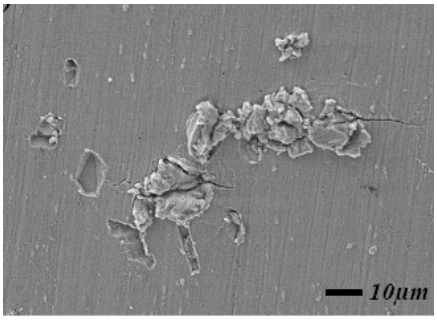
(f) Phase de Laves de type globulaire [BOU89]



(g) Carbonitrure au sein d'une phase de Laves de type globulaire



(h) Carbures (Ti,Nb)C globulaires et phase delta lamellaire [PER07]



(i) Oxyde de niobium émergeant en surface de l'IN718 suite à l'oxydation d'un carbure de niobium : site d'initiation de fissures en fatigue [ALE04]

Figure 44 – Morphologie des secondes phases rencontrées dans l'Inconel 718

Solidification de l'Inconel 718

Le diagramme TTT (Figure 45) présente les domaines d'existence des phases de l'Inconel 718 après une remise en solution d'une heure à 950°C suivie d'un refroidissement. Les conditions de refroidissement conditionnent la microstructure de l'alliage 718 (Figure 45). La taille de grains, l'énergie de déformation emmagasinée sous forme élastique par les dislocations suite aux traitements thermo-mécaniques ainsi que la température de remise en solution peuvent modifier le diagramme TTT de l'Inconel 718 en décalant les courbes vers la gauche ou la droite [SIM87].

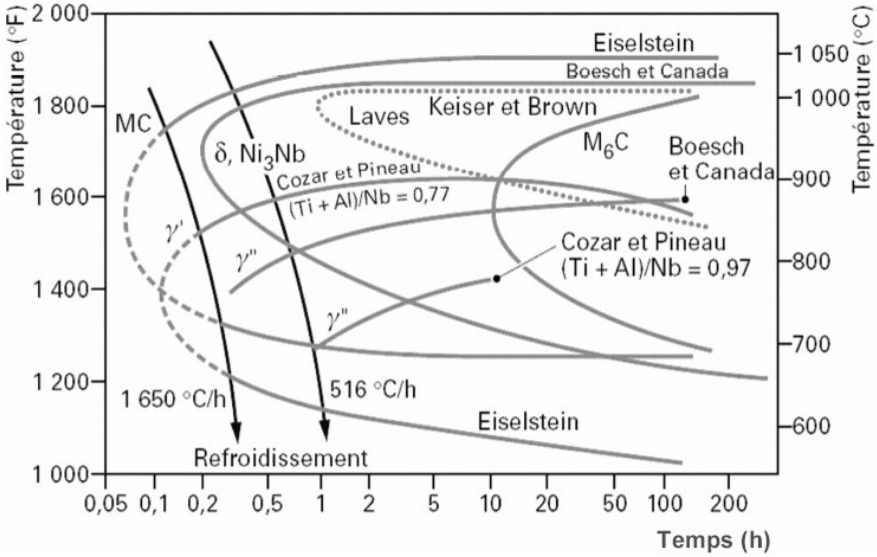


Figure 45 - Diagramme TTT (Température-Temps-Transformation) de l'Inconel 718 illustrant l'intervalle de température et la cinétique de précipitation des phases MC, M_6C, de Laves, δ, γ'et γ'' [SIM87, DES04]

Le chemin de solidification depuis le domaine liquide est le suivant [RAD89, MIT94, CAR89, CIE89] :

- Les oxydes puis les nitrures se forment dans le liquide à très haute température :
  L→ L + oxydes et/ou L → L + nitrures
- Les dendrites γ se forment en rejetant le niobium, molybdène, titane, silicium et carbone dans le liquide interdendritique alors qu'elles s'enrichissent en aluminium, chrome, fer et nickel à mesure que la température diminue :
  L→ L+ γ
- Vers 1250°C (Figure 46 et Figure 47), les carbures primaires de type MC (NbC, TiC ou carbonitrures) se forment principalement dans la zone interdendritique :
  L → L+ MC
- A la température eutectique située autour de 1160°C (Figure 46 et Figure 47), la formation de l'eutectique binaire intervient dans la région interdendritique riche en niobium:
  L → γ + Laves
- La formation de la phase delta a lieu vers 1080°C [DAH93] dans les zones enrichies en niobium c'est-à-dire autour des phases de Laves,
- La formation des phases γ'' puis γ' intervenant respectivement entre 720 et 900°C et entre 620 et 750°C (Figure 46) est conditionnée par la vitesse de refroidissement.

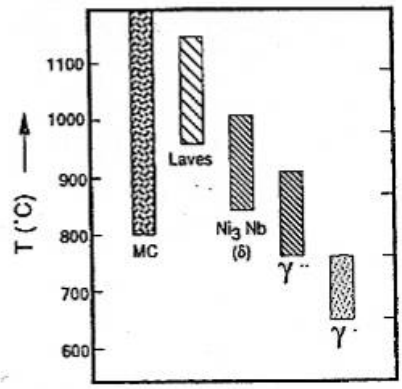


Figure 46 - Domaine de stabilité des secondes phases de l'Inconel 718 [BOU89 tiré de DAH93]

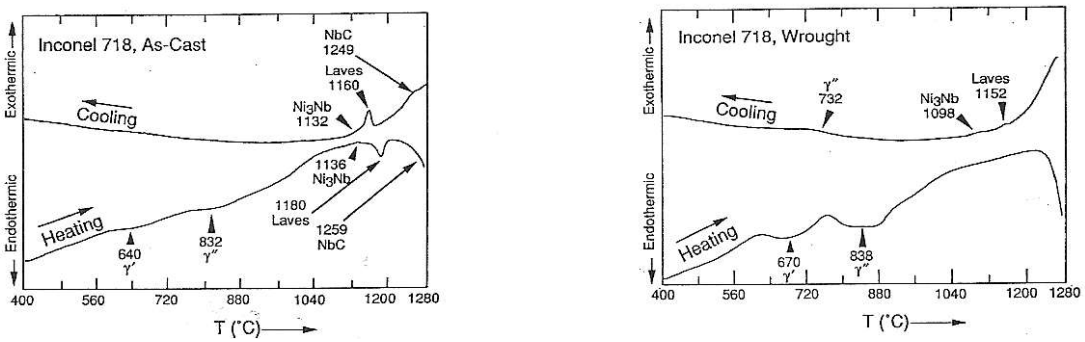


Figure 47 - Courbes d'analyse thermique différentielle réalisées à 40°C/min sous argon sur un échantillon d'Inconel 718 (a) brut de fonderie et (b) corroyé [DAH93]

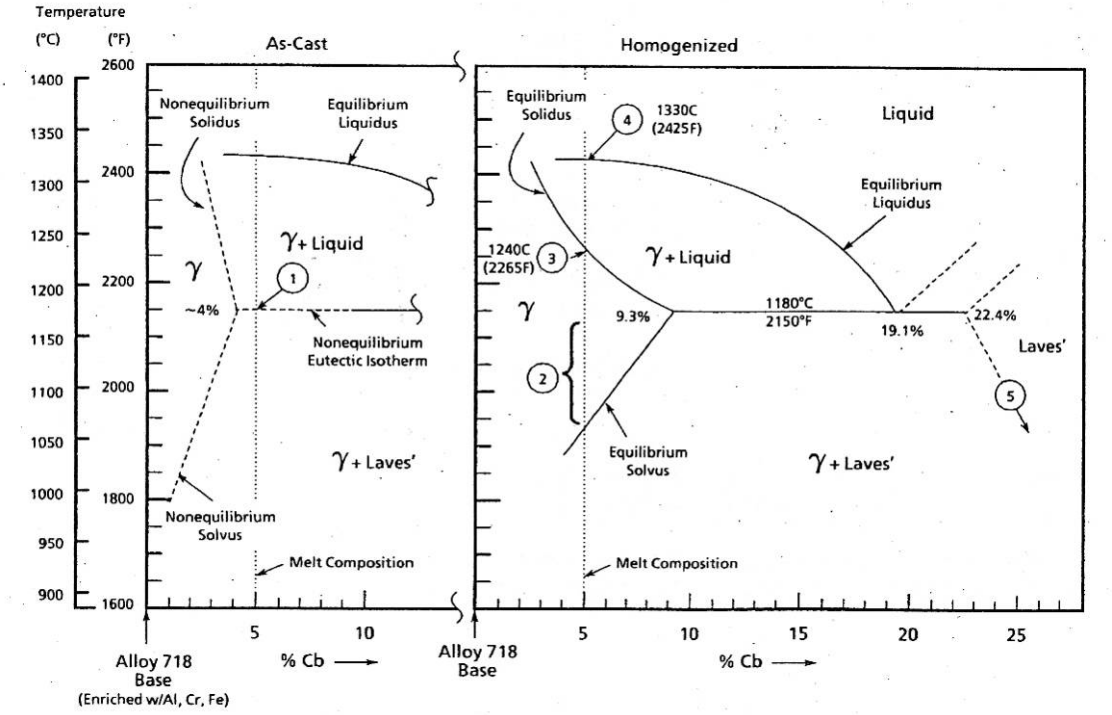


Figure 48 - Pseudo-diagramme binaire de l'Inconel 718 pour un alliage brut de fonderie et homogénéisé par traitement thermique à la suite de la fonderie [BOU89]

Liquation de l'Inconel 718 lors de revenus en température

Lors de revenus en température, un phénomène de liquation est parfois observé dans des zones dont le point de fusion est plus bas que celui de l'alliage homogénéisé. Il peut s'agir de zones où certains éléments ont ségrégé lors de la solidification (au niveau des joints de grains par exemple) puis ont précipité sous forme de carbures, phases de Laves ou phase δ. Ainsi, les phases de Laves présentes dans un matériau brut de fonderie peuvent donner lieu à un phénomène de liquation lors d'une montée en température supérieure à leur température de solidus, situé entre 1140°C [NIS78 tiré de BAE86] et 1198°C [KNO89] selon les auteurs (Tableau 14). En fonction de la température de traitement, la liquation des phases de Laves peut être plus ou moins complète et peut même concerner une partie de la matrice alentour. La zone liquide ainsi formée est riche en niobium. Lors du refroidissement, cette zone liquide se solidifie d'abord en matrice γ riche en niobium, puis en phase eutectique γ/Laves (Figure 44e). La matrice gamma qui a été fondue puis solidifiée est donc légèrement plus riche en niobium que le reste de la matrice. Dans la région qui a subi la liquation, des carbures de type MC peuvent être également observés : ce sont des carbures initialement présents qui ne sont pas ou partiellement remis en solution lors du revenu. Le phénomène de liquation peut de la même façon être provoqué par la fusion de la phase delta [CAN96], des carbures MC ou bien des carbonitrures au contact de la phase γ [BOU89, RAD90, BAE86, KNO89]. Ce phénomène de liquation est observé dans la zone affectée thermiquement créée lors du soudage de l'Inconel 718 [CAN96] ou durant tout procédé qui engendre un cyclage thermique rapide à relativement haute température de l'alliage 718 dans lequel une ségrégation chimique est présente.

Température (°C)	Liquidus	Solidus	Eutectique γ/Laves	Eutectique γ/NbC
[KNO89]	1362	1320	1198	1252
[EIS65]	1260	1227	1177	-
[CIE89]	1351	1297	1185	1257
[BOU80]	1330	1240	1165	-
[CAO91]	1315	1230	1165	1262
[DAH93]	1351	1243	1180	1259

Tableau 14 – Températures de changement d'état et de liquation dans l'Inconel 718 selon différents auteurs

2.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques de l'Inconel 718

L'Inconel 718 présente de bonnes propriétés mécaniques sur une large gamme de température allant des températures cryogéniques à des températures intermédiaires (700°C) :

- une limite d'élasticité et une résistance maximale en traction pour une large gamme de température,
- une importante ductilité et ténacité,
- un bon comportement en fluage,
- une aptitude à la superplasticité,
- une excellente tenue à l'amorçage en fissuration,
- une excellente tenue à la corrosion généralisée sèche et humide,
- un bon comportement à la relaxation sous irradiation.

Au delà de 700°C environ, les propriétés en traction et fluage de l'Inconel 718 se détériorent rapidement du fait d'un survieillissement de l'alliage à haute température. En effet, les propriétés mécaniques sont affectées d'une part par la diminution de la fraction volumique et par l'augmentation de la taille des précipités durcissants, et d'autres part par la transformation de la phase métastable γ'' en phase stable δ [PAU69].

Cet alliage se distingue également par son excellente soudabilité résultante de la lenteur de la cinétique de précipitation de la phase durcissante γ'' [DAH93] : l'apport de chaleur imposée lors du soudage n'induit pas de durcissement ni de fissuration post-soudage [BRA88]. Néanmoins, lors du soudage, l'Inconel 718 est

sujet à la formation d'une zone affectée thermiquement ainsi qu'à la microfissuration résultante du phénomène de liquation [WAG65 tiré de BAE86].

Le durcissement le plus efficace de l'Inconel 718 est provoqué par la précipitation de la phase γ''. La fraction volumique de ces précipités, mais également leur taille, leur morphologie et leur répartition, conditionnent les propriétés mécaniques du matériau. En pratique, les traitements de durcissement par précipitation des superalliages consistent à réaliser une mise en solution subsolvus (partielle) ou supersolvus (complète), suivie d'une trempe contrôlée et d'un ou plusieurs revenus. Un compromis des propriétés mécaniques pour l'application visée peut être recherché en jouant sur la température de mise en solution au voisinage du solvus afin d'obtenir des microstructures à mi-chemin entre gros grains et grains fins. Une structure à gros grains est réputée posséder un bon comportement en fluage alors qu'une structure à grains fins est privilégiée pour son bon comportement en traction. Par ailleurs, dans le cas des traitements supersolvus, la résistance à la rupture et la tenue en fatigue sont plus faibles que dans le cas des traitements subsolvus. En ce qui concerne la résistance à la fissuration, l'effet de l'augmentation de la taille du grain est compensé par l'accroissement de la fraction volumique de précipités secondaires. Dans le cas où des phases indésirables du type phases de Laves sont présentes suite à l'élaboration, un traitement d'homogénéisation à haute température (mais toutefois sous le seuil de brûlure de l'alliage) est nécessaire de façon à les éliminer.

Les traitements thermiques conventionnels de l'Inconel 718 consistent généralement en une remise en solution subsolvus réalisée à 955°C pendant 1h qui permet la précipitation de la phase delta aux joints de grains de manière à contrôler la taille de grains. L'arrêt de la remise en solution s'effectue par une trempe à l'air et parfois à l'eau qui permet d'obtenir une matrice supersaturée en éléments d'addition à température ambiante. Des temps de remise en solution plus longs sont généralement évités pour limiter la formation de phases de Laves [SIM87]. La remise en solution est suivie d'un traitement de durcissement constitué d'un double revenu : un premier maintien à 720°C pendant 8h puis un refroidissement contrôlé en continu dans le four de 50°C/h jusqu'à 620°C suivi d'un maintien à cette température pendant 8h et d'un arrêt à l'air. Les traitements de détensionnement de l'Inconel 718 ne sont pas conseillés car ils provoquent un vieillissement de l'alliage [BRA88]. Les traitements thermiques appliqués à l'Inconel 718 vont modifier, outre la nature et la fraction volumique des phases en présence, les paramètres de maille de ces dernières [SLA00].

Le Tableau 15 et la Figure 49 présentent certaines propriétés physiques et mécaniques de l'Inconel 718.
Les propriétés en traction minimales de l'Inconel 718 requises pour les applications aéronautiques sont définies par la norme ASM 5662G (tiré de [APP03b]) : la limite d'élasticité $Rp_{0.2}$ doit être comprise entre 1035 et 1167 MPa, la résistance maximale à la traction entre 1275 et 1400 MPa et l'allongement à rupture entre 12 et 21% (alliage corroyé traité thermiquement de façon conventionnelle).

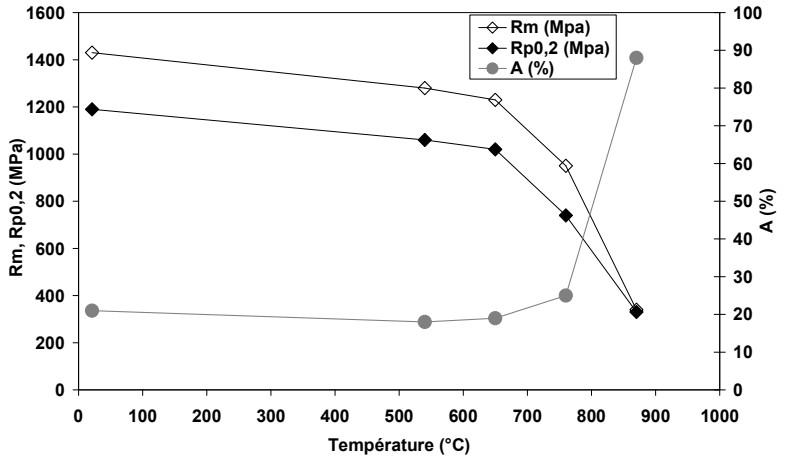


Figure 49- Propriétés mécaniques en traction de l'Inconel 718 (barre) en fonction de la température [BRA88]

	Propriétés	Valeurs
T_{eb}	Température d'ébulition	2910 °C *
T_s	Température de solidus	1260 °C
T_L	Température de liquidus	1335 °C
IS	Intervalle de solidification	75 °C
ρ	Masse volumique	8190 kg.m^{-3} à 20 °C
M	Masse molaire	58,71 g.mol^{-1} *
ΔHf	Chaleur latente de fusion (S→L)	300 J.g^{-1} 292 J.g^{-1} pour le Ni pur
ΔHs	Chaleur latente de sublimation (S→V)	7300 J.g^{-1} à 20°C *
ΔHv	Chaleur latente de vaporisation (L→V)	6375 J.g^{-1} à T_{eb} *
Cps	Capacité calorifique massique	435 J.kg^{-1}.K^{-1}(à 20°C) 620 J.kg^{-1}.K^{-1}(à 800°C)
Cpl	Capacité calorifique massique (à T_f)	620J.kg^{-1}. K^{-1} *
α	Coefficient de dilatation linéaire	13.10^{-6}.K^{-1}(à 20°C) 16.10^{-6}.K^{-1}(à 900°C)
λ	Conductivité thermique	11,8 W.m^{-1}.K^{-1} (à 20°C) 25 W.m^{-1}.K^{-1}(à 800°C)
γ_{LV}	Tension de surface du liquide (à T_f)	1,778 N.m^{-1} *
η	Viscosité dynamique du liquide (à T_f)	4,9 10^{-3} N.s.m^{-1} *
Ω	Résistivité électrique	120 μΩ.cm (à 20 °C) 125 μΩ.cm (à 700°C)
Tc	Température de Curry	- 112 °C
ν	Coefficient de Poisson	0,28
E	Module d'Young	211 GPa (à 20°C) 185 GPa (à 300°C) 165 GPa (à 600°C) 117 GPa (à 1000°C)
σ_D	Limite d'endurance en traction à 10^7 cycles en %Rm	55-60%
HRC	Dureté	36
ΔVm/V	Variation de volume au passage de S → L	4,5% *

** Propriétés du Ni pur à défaut*

Tableau 15 - Propriétés physiques et mécaniques de l'Inconel 718 [ZHA01b, BOU91, MAN90]

2.2.2.3 Influence de l'oxygène sur les propriétés de l'Inconel 718

L'oxygène contenu dans l'alliage 718 a une influence notable sur ses propriétés. En effet, la proportion de phases de Laves créée lors de la solidification va augmenter à mesure que la teneur en oxygène dissous dans l'alliage augmente [XIE91]. Pour des teneurs inférieures à 20ppm, l'oxygène ne semble pas modifier les températures de solidus et de liquidus [XIE91]. L'oxygène n'a pas non plus d'influence sur la précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' [APP06b]. Il n'a pas été observé d'influence de l'oxygène sur les propriétés en traction de l'Inconel 718 ni à l'ambiante, ni à 650°C pour des teneurs inférieures à 20ppm [XIE91]. Pour des teneurs en oxygène plus importantes (jusqu'à 275ppm), l'ensemble des propriétés de traction ($Rp_{0,2}$, Rm, A% et Z%) ne sont pas modifiées à l'ambiante. Quelque soit la température de l'essai (de l'ambiante à 850°C), la limite d'élasticité et la résistance maximale à la traction ne sont pas affectées par la concentration en oxygène de l'alliage (de 140 à 275 ppm d'oxygène). En revanche, la ductilité du matériau (définie par l'allongement A% et par la striction Z%, encore désignée par RA%) diminue de façon considérable lorsque la température augmente pour des teneurs en oxygène au-delà de 180 ppm d'oxygène (Figure 50).

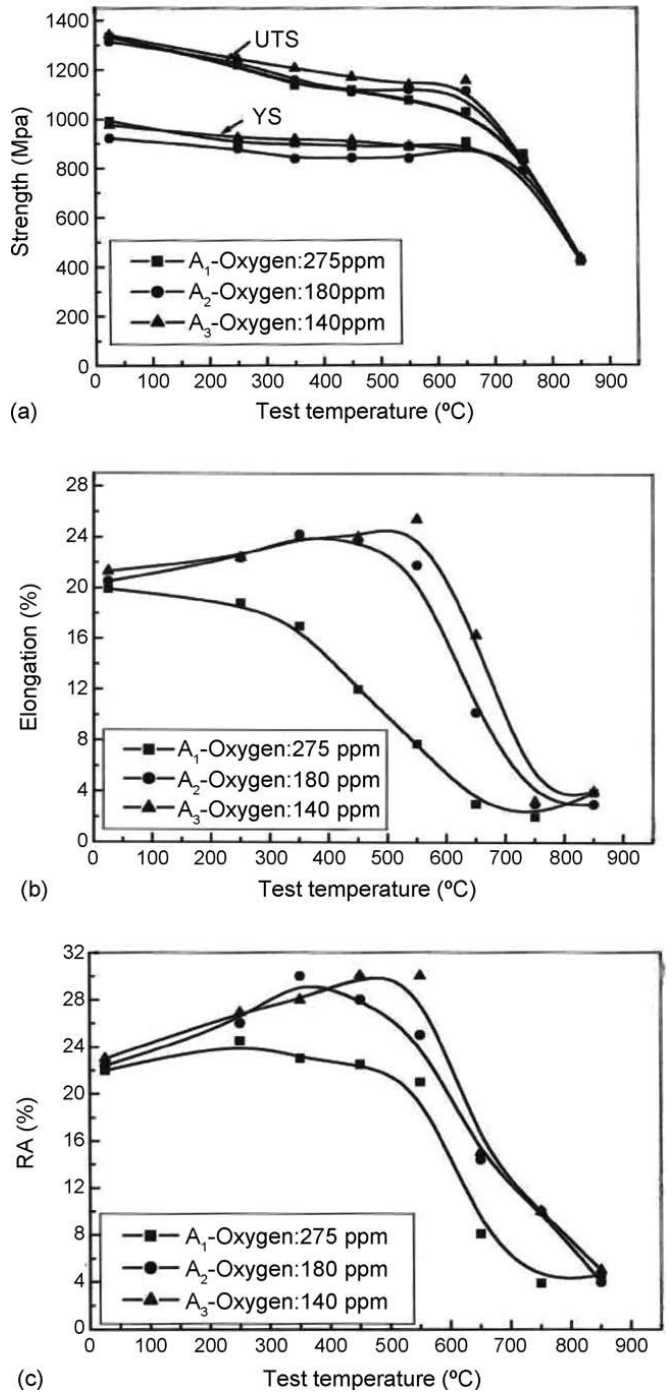


Figure 50 - Influence du taux d'oxygène dans l'Inconel 718 (obtenu par métallurgie des poudres) sur ses propriétés en traction de l'ambiante à 850°C : (a) résistance, (b) allongement et (c) striction [APP06b]

2.3 ETUDE DES POUDRES UTILISEES EN FABRICATION DIRECTE

Dans le cas des procédés de fabrication directe étudiés lors du projet PROFIL, à savoir la projection laser et la fusion sélective par laser, le matériau d'apport est sous forme de poudre. C'est pourquoi, les poudres utilisées durant ce projet ont été caractérisées de manière à déterminer leur morphologie, leur taille, leur composition et leur température de changement de phase et d'état. Les caractéristiques des poudres utilisées sont connues pour influer notablement sur la qualité des pièces fabriquées :

- Les propriétés thermo-physiques et optiques de la poudre ont une influence sur l'interaction laser-matière et donc sur le rendement du procédé dans le cas de la projection, et sur la fusion du lit de poudre dans le cas de la fusion sélective par laser,
- La taille moyenne des poudres influe quant à elle sur la rugosité des pièces ainsi que sur l'épaisseur des parois obtenues. Dans le cas de la fusion sélective par laser, l'homogénéité de la couche de poudre déposée lors de l'étape de mise en couche est fortement liée à la taille des poudres. L'influence sur la qualité de la construction de la répartition granulométrique et de la taille moyenne des poudres de TA6V utilisées fera l'objet d'une des études présentées au chapitre 5,
- La répartition granulométrique joue sur l'homogénéité du faisceau de poudre en projection laser et sur l'homogénéité et la compacité de la couche de poudre en fusion sélective par laser,
- La morphologie de la poudre agit sur la qualité de son écoulement dans le distributeur de projection laser. Pour garantir un bon écoulement, les poudres utilisées sont exclusivement sphériques. Cette morphologie est obtenue par la technique d'atomisation au gaz ou par électrode tournante,
- L'éventuelle contamination en impuretés de la poudre a des conséquences sur les propriétés in fine de la pièce fabriquée. En effet, cette pollution peut entraîner la formation d'inclusions ou de porosité qui sont à l'origine d'un abattement des propriétés mécaniques. Compte tenu de l'effet de l'oxygène sur les propriétés du TA6V et de l'Inconel 718 (présenté plus en amont dans ce même chapitre), la contamination des poudres en oxygène (après réception et après un éventuel recyclage entre deux fabrications) va bien entendu participer à la teneur en oxygène dissous de la pièce fabriquée.

Les poudres ont été observées au microscope électronique à balayage (MEB) et ont été analysées à la microsonde de Castaing de manière à caractériser la nature et la composition des phases en présence. Une analyse thermique différentielle (ATD) a également été entreprise afin de déterminer la température de changement de phase et d'état. Une analyse par granulométrie laser (sous-traitée auprès des sociétés Horiba ou Eurotungstène selon les poudres) effectuée sur chacune des poudres permet de contrôler la répartition granulométrique indiquée par le fournisseur. Certains auteurs caractérisent également les propriétés physiques de la poudre comme sa coulabilité, sa densité apparente versée et tassée, etc. [AND07, BEN07, LAB06]. Ces propriétés sont particulièrement importantes dans le cas des procédés lit de poudre comme la fusion sélective par laser (SLM).

Ces analyses ont été réalisées sur les deux principales poudres utilisées en projection laser (DMD), d'une part une poudre de TA6V fournie par TLS Technik tamisée entre 45 et 75 µm et d'autre part une poudre d'Inconel 718 fournie par Sulzer Metco (référence Amdry 1718) tamisée par l'élaborateur entre 44 et 53 µm. La poudre d'AlSi10Mg utilisée pour la fabrication par SLM de murs et de la pièce porte moteur central de Dassault Aviation (chapitre 3 et 7) nous a été fournie par le fabricant (CLFA) à réception des murs utilisés pour la caractérisation mécanique (chapitre 6). Cette poudre de chez TLS Technik a également été caractérisée.

2.3.1 POUDRE DE PROJECTION LASER EN TA6V (TLS TECHNIK)

2.3.1.1 Analyse métallurgique et morphologique

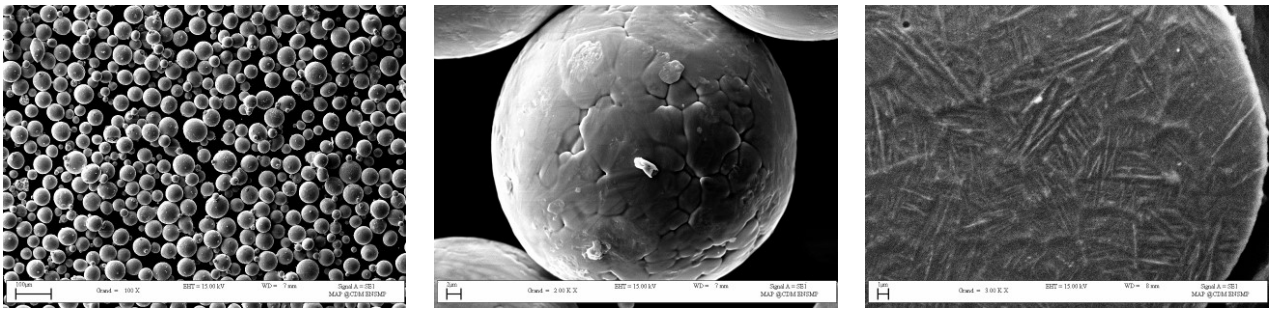
L'observation au MEB révèle que la poudre brute de réception est de morphologie sphérique du fait du mode d'élaboration (atomisation au gaz). D'autre part, la microstructure est à l'état trempé : elle est constituée de la phase martensitique α' (Figure 51). Ceci est confirmé par l'analyse WDS à la microsonde de Castaing qui montre que la composition chimique à travers un grain de poudre est homogène et conforme à la composition nominale du TA6V conventionnel, ce qui confirme le caractère monophasé des poudres

(Tableau 16). De plus, l'analyse par DRX de cette poudre révèle la présence d'une phase unique hexagonale de paramètre de maille a = 2,909 Å et c = 4,643 Å qui semble être la phase α'.

L'écart de composition relativement faible observé lors des analyses WDS sur les poudres (Tableau 16) traduit une composition homogène d'un grain de poudre à l'autre. La teneur pondérale en oxygène de la poudre de TA6V est à utiliser avec discernement car la mesure de cet élément en WDS est fortement dépendante de la préparation métallographique de l'échantillon (polissage et nettoyage) qui peut introduire une contamination superficielle. La valeur mesurée apparaît en effet trop importante par rapport aux mesures plus précises effectuées par fusion réductrice qui seront présentées ultérieurement (paragraphe 2.3.4). Cette teneur importante en oxygène dosée par WDS a comme pour conséquence non négligeable de minimiser les teneurs en Ti, Al et V.

Elément	Ti	Al	V	Fe	O
Composition massique (wt.%)	86,15	6,70	4,38	0,10	2,66
Ecart type (wt.%)	2,03	0,73	0,20	0,06	0,64

Tableau 16 – Composition massique moyenne (wt.%) et écart type calculés à partir de profils WDS de 10 µm (soit 10 pointés d'analyse) dans 3 grains de poudre différents non attaqués



(a) *(b)* *(c)*

Figure 51 - Observation au MEB de la poudre TLS Technik de TA6V (45-75 microns) : (a) Répartition granulométrique (image MEB en SE) ; (b) Poudre à morphologie sphérique (image MEB en SE) ; (c) Coupe transverse d'une poudre polie et attaquée (image MEB en BSE)

2.3.1.2 Analyse de la granulométrie

La poudre sphérique possède selon le fournisseur une répartition granulométrique centrée entre 45-75 µm avec une fraction massique des poudres de 4% supérieure à 75µm, de 38% comprise entre 63 et 75µm, de 52% comprise entre 45 et 63µm et de 6% inférieure à 45µm. Une granulométrie laser a été effectuée afin de déterminer plus précisément la répartition granulométrique de la poudre (Figure 52) : la répartition granulométrique est centrée entre 44 (d_{10}) et 82 µm (d_{90}) environ avec une taille moyenne de particule d_{50} de 61 µm. On note que la granulométrie laser révèle la présence de grains de poudre dont le diamètre peut atteindre 150µm. Le fournisseur signale effectivement une fraction de 4 wt.% de poudre dont le diamètre est supérieur à 75µm. En outre, la granulométrie laser tend à exagérer le diamètre maximal des particules car il est probable que des amas se forment lors de l'écoulement de la poudre.

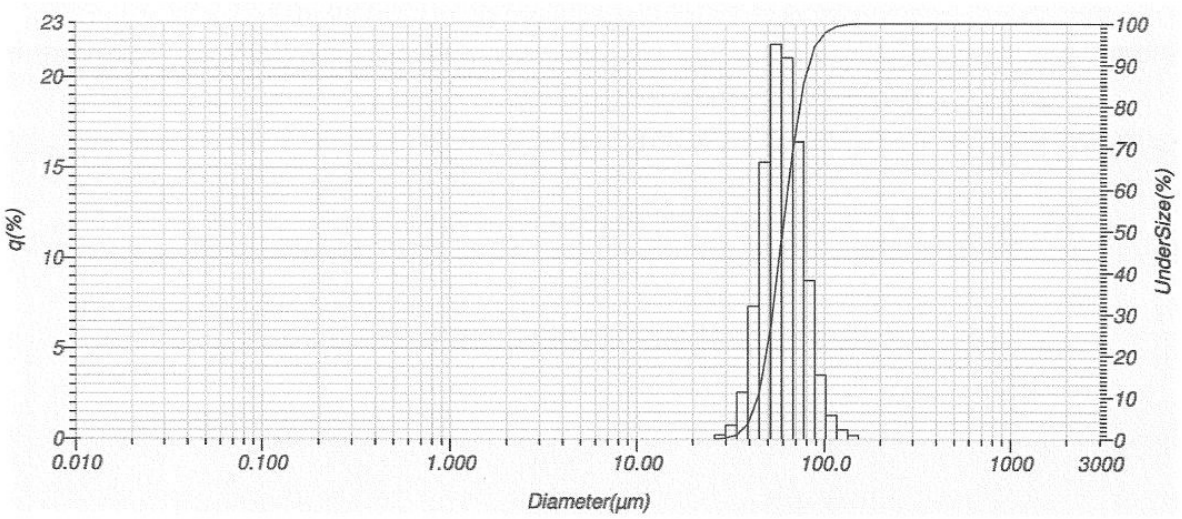


Figure 52 - Répartition granulométrique de la poudre TA6V TLS Technik (granulométrie laser Horiba) : fréquence (q%) et fréquence cumulée (undersize%) en fonction du diamètre des particules de poudre

2.3.1.3 Analyse thermique différentielle

L'analyse ATD a permis de déterminer le transus en montée de température à la vitesse de 10 °C/min sous argon : il se situe autour de 1000°C au premier cycle et ne s'observe plus au second cycle en raison d'une réaction exothermique à 1500°C entre la poudre de TA6V et le creuset en alumine qui intervient lors du premier cycle et qui modifie la composition de la poudre (Figure 53). La température du solidus n'a pas pu être déterminée du fait de la température limite de 1600°C imposée par notre système d'analyse. On constate un pic aux alentours de 500 °C lors du premier cycle en montée de température qui est dû au retour à l'état stable de la poudre trempée au cours de l'atomisation.

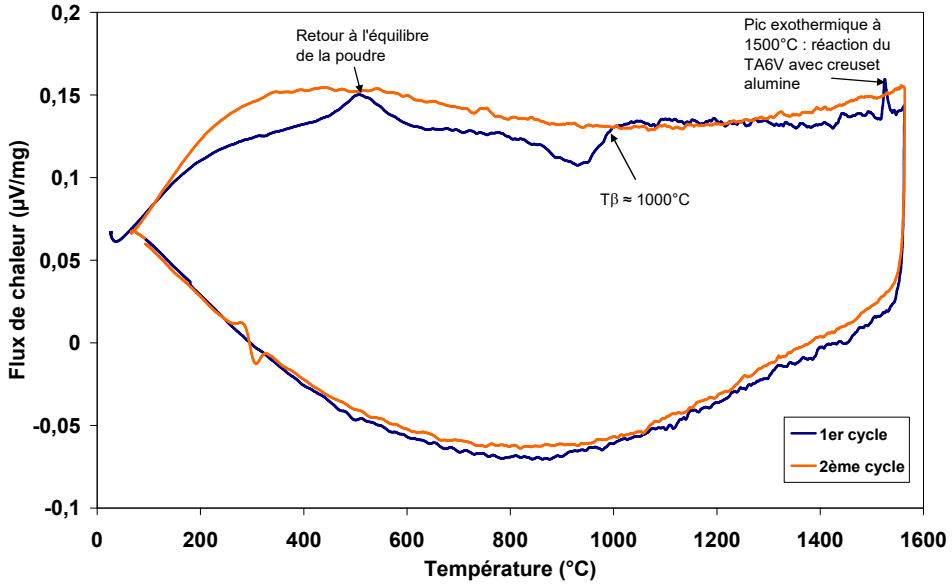


Figure 53 - Thermogramme sous argon (3l/h) à 10 °C/min de la poudre TA6V TLS Technik (45-75 µm) de 20 °C à 1550 °C (1er cycle) puis de nouveau de 20 °C à 1550°C (2ème cycle)

2.3.2 POUDRE DE PROJECTION LASER D' IN718 (SULZER METCO)

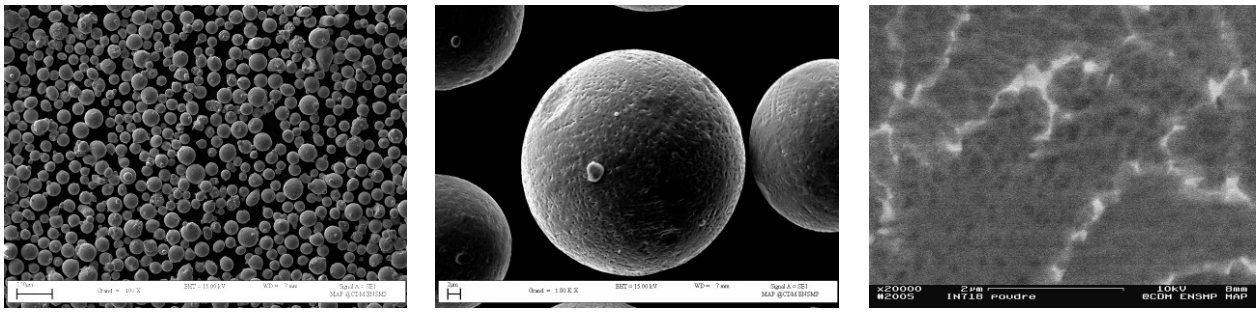
2.3.2.1 Analyse métallurgique et morphologique

La poudre Sulzer Metco de référence Amdry 1718 est à l'état trempé brute de réception. L'observation au MEB indique que la poudre est parfaitement sphérique par suite de son mode d'élaboration par atomisation au gaz. L'observation de la microstructure indique l'existence d'une structure dendritique constituée de dendrites gamma entourées d'une région riche en solutés (Figure 54 b et c). La composition en éléments constitutifs majeurs et mineurs de l'Inconel 718 révélée par l'analyse WDS à la microsonde de Castaing est plus ou moins bien comprise dans les fourchettes données pour le matériau conventionnel (comparaison du Tableau 17 avec le Tableau 12). La non prise en compte des éléments mineurs (Co, Si, Mn et Cu) ainsi que des éléments traces (B et C) peut expliquer le bouclage pondéral assez bas de l'analyse WDS.

L'analyse de la poudre par DRX témoigne de la présence d'une seule phase de structure cristallographique CFC de paramètre de maille a = 3,595 Å qui s'avère vraisemblablement être la matrice gamma alors que sa microstructure est clairement biphasée (Figure 54 c). On note en outre une asymétrie de la base des pics de diffraction très certainement due à la présence de contraintes résiduelles dans la poudre, ou bien à la détection de la phase gamma enrichie en solutés au niveau de l'espace interdendritique qui de fait possède un paramètre de maille légèrement différent de la phase gamma constitutive des dendrites.

Elément	Ni	Cr	Fe	Nb+Ta	Mo	Al	Ti
Composition massique (wt.%)	55,19	14,86	18,46	5,42	3,04	0,60	1,12
Ecart type (wt.%)	0,63	0,65	0,52	1,01	0,14	0,01	0,12

Tableau 17 – Composition massique moyenne (wt.%) et écart type calculés à partir de profils WDS de 10 µm (soit 10 pointés d'analyse) dans 3 grains de poudre différents non attaqués



(a) *(b)* *(c)*

Figure 54 - Observation au MEB de la poudre Sulzer Metco Amdry 1718 d'IN718 : (a) Répartition granulométrique (image MEB en SE) ; (b) Poudre à morphologie sphérique et structure dendritique (image MEB en SE) ; (c) Coupe transverse d'une poudre polie et non attaquée (image MEB en BSE)

2.3.2.2 Analyse de la granulométrie

L'analyse par granulométrie laser (Figure 55) montre une répartition granulométrique plutôt centrée entre 39 (d_{10}) et 58 µm (d_{90}) avec une taille moyenne de poudre d_{50} de 47 µm. Le fournisseur indique que 23 wt.% des particules de poudres ont un diamètre compris entre 44 et 53 µm et 77 wt.% ont un diamètre inférieur à 44 µm. Au même titre que pour le TA6V, les résultats de la granulométrie laser et les données du fournisseur ne sont pas totalement en accord.

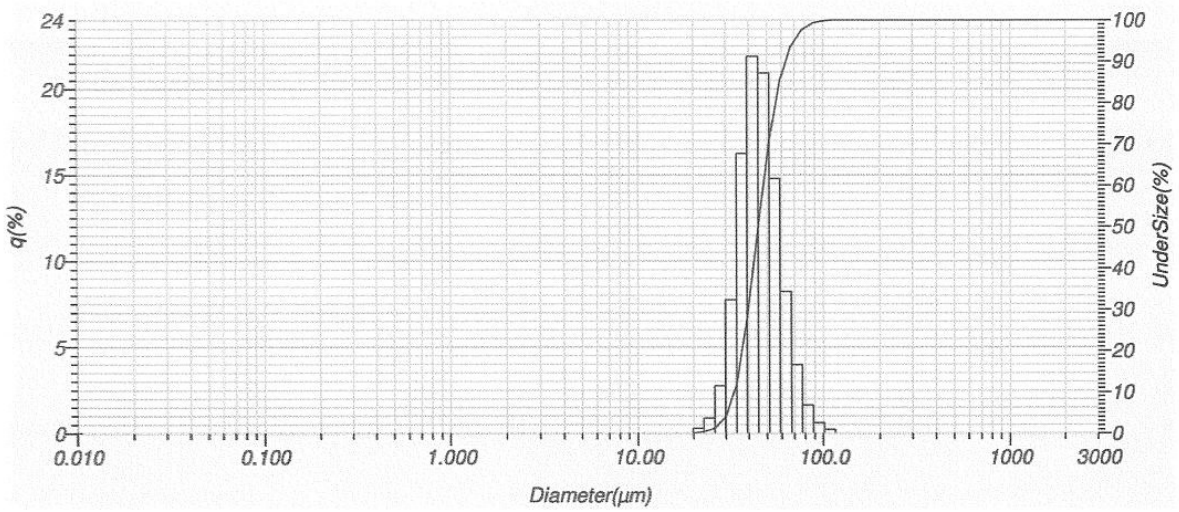


Figure 55 - Répartition granulométrique de la poudre IN718 Amdry 1718 Sulzer Metco (granulométrie laser Horiba) : fréquence (q%) et fréquence cumulée (undersize%) en fonction du diamètre des particules de poudre

2.3.2.3 Analyse thermique différentielle

L'analyse ATD (Figure 56) permet au premier cycle en montée en température de situer la température de dissolution de la phase γ', $T_{\gamma'}$, à 710 °C , la température de dissolution de la phase γ'', $T_{\gamma''}$, à 930 °C et la température de dissolution de la phase δ, T_δ à 1030 °C. La température de solidus, T_S, s'élève à 1240 °C et la température de liquidus, T_L, atteint 1340 °C (données issues du second cycle). La fenêtre de remise en solution FRS ($T_S - T_\delta$) est de 210 °C et l'intervalle de solidification IS ($T_L - T_S$) est de 100 °C. La précipitation des phases γ', γ'' et δ lors du refroidissement au premier cycle intervient conjointement vers 718 °C. On constate également un pic aux alentours de 500 °C lors du premier cycle en montée de température relatif au retour à l'état stable de la poudre trempée au cours de l'atomisation.

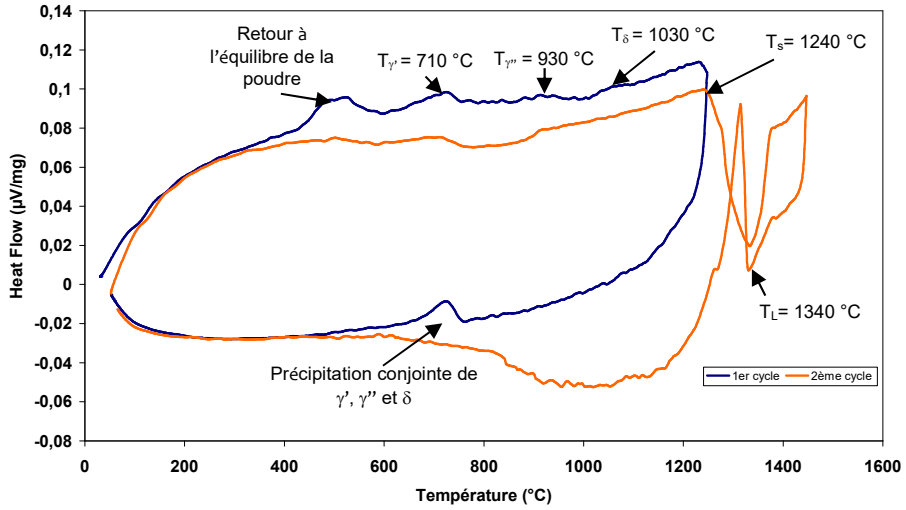


Figure 56 - Thermogramme sous argon (3l/h) à 10 °C/min de la poudre IN718 Sulzer Metco de 20 °C à 1250 °C (1er cycle) puis de 20 °C à 1450 °C (2ème cycle)

2.3.3 POUDRE DE FUSION SELECTIVE PAR LASER D'ALSI10MG (TLS TECHNIK)

2.3.3.1 Analyse métallurgique et morphologique

Une faible quantité de poudre utilisée pour la construction des murs et du démonstrateur Dassault Aviation nous a été fournie par le fabricant. Cette poudre de TLS Technik est composée de particules sphériques du fait du mode d'élaboration (atomisation) mais également d'agglomérats de forme et de taille variables. On observe par ailleurs quelques particules de poudre de composition différente apparaissant plus claires au MEB en électrons rétrodiffusés (**Figure 57**). L'analyse EDS de ces particules plus claires montre qu'elles sont composées à plus de 92% en masse de fer et de 4% en masse de chrome. La poudre a été analysée par microsonde de Castaing. Sa composition moyenne massique est détaillée dans le tableau ci-dessous. Celle-ci est déterminée à partir de profils WDS d'analyse quantitative des éléments chimiques majeurs comme mineurs sur 10 particules de poudre choisies de façon aléatoire, en dehors des particules riches en fer. L'écart type relativement important présenté dans ce tableau pour chaque élément témoigne d'une composition non homogène de la poudre. D'autre part, les compositions en éléments sont légèrement différentes de celles de l'AlSi10Mg de fonderie d'Alcan.

Elément	Mg	Si	Ti	Mn	Fe	Cu	Zn	Ni	Al
Composition massique (wt.%)	**0.545**	**10.117**	**0.008**	**0.005**	**0.192**	**0.068**	**0.014**	**0.011**	**Bal.**
Ecart type (wt.%)	**0.350**	**2.789**	**0.005**	**0.007**	**0.120**	**0.036**	**0.018**	**0.012**	
Composition nominale massique de l'alliage de fonderie (Alcan) proche de la poudre	**0.1-0.4**	**10-11**	**0.10-0.15**	**0.4-0.5**	**0.3-0.5**	**0.02**	**0.09**	**0.04**	**Bal.**

Tableau 18- Composition massique de la poudre d'AlSi10Mg utilisée pour la construction des murs et du démonstrateur Dassaul Aviation – comparaison avec la composition nominale massique d'un alliage équivalent de fonderie Alcan [ALC].

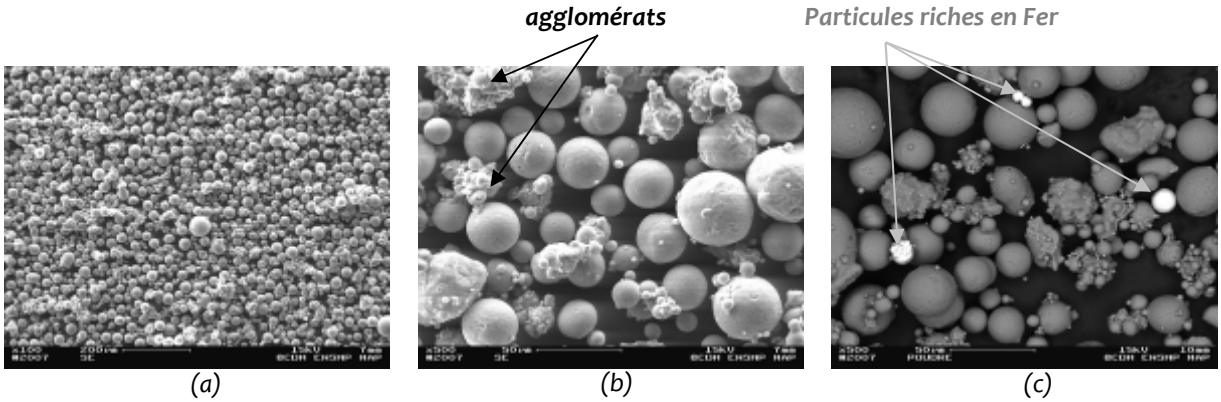


Figure 57 - Images obtenues au MEB en électrons secondaires (a, b) et en électrons rétrodiffusés (c) de la poudre d'AlSi10Mg utilisée pour la fabrication des murs et du démonstrateur Dassault Aviation

2.3.3.2 Analyse de la granulométrie

La poudre d'AlSi10Mg présente une répartition granulométrique assez large de 21-52 µm ([d_{10}-d_{90}]) avec une taille moyenne d_{50} de 34 µm (Figure 58). Sa densité théorique calculée à partir de sa composition chimique (en omettant les particules riches en fer) est estimée à 2,65 g/cm^3.

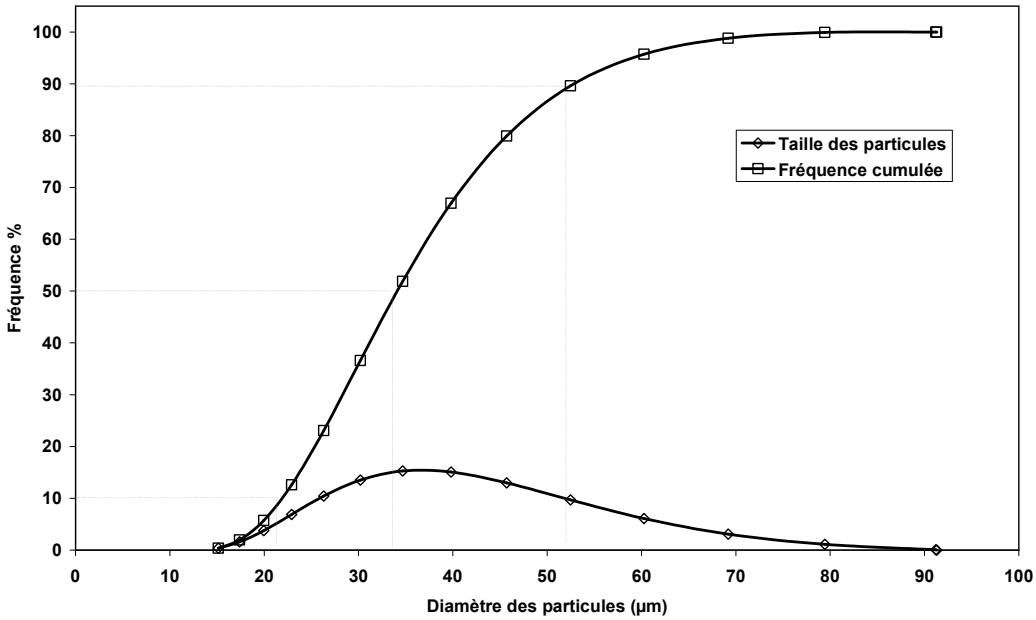


Figure 58 - Histogramme et fréquence cumulée du diamètre des particules de la poudre d'AlSi10Mg obtenue par granulométrie laser

2.3.3.3 Analyse thermique différentielle

Une analyse thermique différentielle a été menée sur la poudre d'AlSi10Mg en deux cycles à une vitesse de 10°C/min sous balayage dynamique d'argon (3l/h) jusqu'à 700°C de façon à vérifier d'une part la reproductibilité des événements thermiques et d'autre part à identifier les événements métastables (Figure 59). Les pics de fusion (à la chauffe) et de solidification (au refroidissement) sont nettement marqués et laissent apparaître la présence d'une réaction eutectique. Au chauffage, le solidus T_S est proche de 557°C et le liquidus T_L de 627°C, soit un intervalle de solidification de 70°C. Au refroidissement l'intervalle de solidification est de 78°C. Enfin, la température eutectique T_e avoisine 596°C à la chauffe et 567°C au refroidissement. Aucun phénomène de surfusion n'est noté au refroidissement.

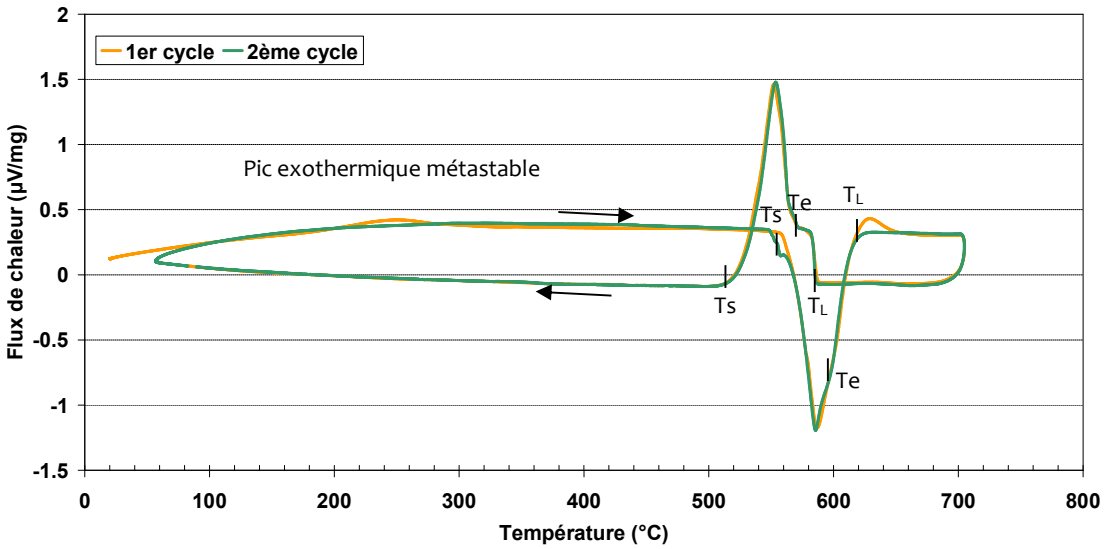


Figure 59- Thermogramme de la poudre d'AlSi10Mg obtenu par ATD à 10°C/ min sous balayage dynamique d'argon (3l/h)

2.3.4 RECYCLAGE DES POUDRES

Un des avantages majeurs des technologies de fabrication directe est qu'elles permettent de réduire notablement les coûts de matière première du fait d'une fabrication près des cotes (dans le cas idéal : absence de post-opération d'usinage).

Cet enjeu est précisément atteint lorsque la poudre qui ne participe pas à la fabrication d'une pièce (poudre projetée et non fondue en projection laser ou bien poudre n'ayant pas été fusionnée sur le plateau de fabrication dans le cas de la fusion sélective par laser) peut être réutilisée pour des constructions ultérieures.

Cela implique donc le recyclage des poudres non utilisées entre deux fabrications accompagné d'un suivi de celles-ci. Un tamisage de la poudre recyclée peut être envisagé afin d'éliminer d'éventuels amas formés par plusieurs particules de poudre ayant fondu partiellement sous l'effet du faisceau laser. Il peut en résulter une modification de la répartition granulométrique de la poudre.

Il convient alors de s'assurer que le recyclage des poudres n'induit pas de détérioration des pièces construites. En effet, les poudres n'ayant pas participé à la construction peuvent néanmoins avoir été chauffées et ainsi oxydées en surface ou contaminées en oxygène dissous.

L'utilisation d'enceintes de protection sous gaz neutre sur certaines machines de fabrication directe a pour but d'éviter la contamination en oxygène de la pièce en construction et de la poudre non fusionnée à condition que cette enceinte soit étanche, ce qui est parfois difficile à garantir. Notons qu'une poudre oxydée en surface après recyclage présentera un comportement sous le faisceau laser différent de celui d'une poudre neuve, notamment du point de vue de son absorptivité (chapitres 3 et 4).

D'autre part, la contamination des poudres neuves en oxygène dissous ou adsorbé en surface peut évoluer avec le temps et les conditions de stockage (température, humidité, atmosphère) [VLC06].

L'analyse du taux d'oxygène (par fusion réductrice et analyse IR) contenu dans un lot de poudre de TA6V et un lot de poudre d'Inconel 718 présentés plus amont, illustre l'influence du stockage d'une part, et du recyclage d'autre part, sur la contamination des poudres (Tableau 19). Le recyclage de la poudre suite à la fabrication d'un mur sur la machine Limoges induit une contamination en oxygène qui a quasiment doublée par rapport à la contamination de la poudre neuve à réception que ce soit pour l'Inconel 718 ou pour le TA6V. Certains auteurs ont au contraire montré que le recyclage d'une poudre de TA6V trois fois consécutives lors de la projection laser de murs n'introduisait que très peu de contamination : le taux d'oxygène de 0,18wt.% pour la poudre neuve passe à 0,20wt.% pour la poudre recyclée trois fois [GAO07].

D'autres auteurs indiquent que 10 recyclages d'une poudre de Waspaloy (alliage base-nickel) n'a pas d'influence notable sur la composition, la contamination, la structure cristalline et la morphologie de la poudre de murs projetés laser (Machine Trumpf DMD505 équipée d'un laser CO_2) [CAR06].

Poudre	Neuve à réception	Neuve après 1 an de stockage	Recyclée une fois sur la machine Limoges (pas de temps de stockage entre la réception et l'utilisation)
TA6V TLS (45-75µm)	**1300 ppm**	**1800 ppm**	**2000 ppm**
IN718 Sulzer Amdry 1718 (39-58 µm)	**105 ppm**	**-**	**198 ppm**

Tableau 19 – Influence d'un recyclage et d'un an de stockage sur la contamination en oxygène de la poudre de TA6V et d'Inconel 718

2.4 CONCLUSION DU CHAPITRE

Cette synthèse bibliographique sur les deux matériaux phares du projet PROFIL vise à mieux appréhender les changements de phase et les propriétés mécaniques associées (chapitres 3 et 6) résultants de l'histoire thermique subie par le matériau lors de la construction de pièces par fabrication directe, à savoir des recuits cycliques et anisothermes à des températures variables, suivis de trempes plus ou moins énergétiques.

Qu'il s'agisse du TA6V ou de l'Inconel 718, les conditions thermiques auxquelles est soumis le matériau au cours de la fabrication conditionnent la nature, la fraction volumique, la morphologie et la composition des phases en présence. Les phases résultant de la solidification et des recuits ultérieurs vont ainsi impacter les propriétés mécaniques du matériau brut de fabrication. Certaines phases peuvent même conduire à une fragilisation importante du matériau comme les phases de Laves dans le cas de l'Inconel 718 ou bien la martensite orthorhombique α'' ou la phase α_2-Ti_3Al dans le cas du TA6V.

La problématique des traitements thermiques après fabrication rapide pour le TA6V comme pour l'Inconel 718 abordée dans ce chapitre permet de prévoir le reconditionnement de la microstructure en fonction des propriétés d'emploi visées tout en évitant la brûlure de l'alliage dans le cas de l'Inconel 718 (liquation). Ainsi, l'effet des traitements thermiques sur le retour à l'équilibre de la microstructure, sur la taille de grains et sur la relaxation des contraintes résiduelles a été examiné. Ces éléments seront utilisés lors de l'optimisation des traitements thermiques, applicables aux pièces obtenues par fabrication directe, qui sera exposée au chapitre 6.

L'influence de l'oxygène sur les propriétés de ces deux alliages a également été étudiée car la contamination en oxygène est un des risques induits par la fabrication directe, soit en raison d'une mauvaise protection gazeuse locale ou de l'enceinte de fabrication, soit par l'utilisation de particules de poudre contaminées. Cette contamination a des effets néfastes sur les propriétés mécaniques du matériau, notamment dans le cas du TA6V car celui-ci est particulièrement réactif et présente une forte solubilité vis à vis de l'oxygène. La teneur en oxygène admissible pour les applications aéronautiques est de 1600 à 2000 ppm pour le TA6V et de 180 ppm pour l'Inconel 718.

L'étude menée dans ce chapitre concernant quelques caractéristiques des poudres utilisées lors du projet PROFIL permettra de comprendre leur influence sur la qualité des pièces (chapitres 4 et 5).

3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LA FABRICATION DIRECTE

3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LA FABRICATION DIRECTE 94

3.1 TECHNIQUES D'ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE 95
3.2 MICROSTRUCTURES GENEREES EN PROJECTION LASER 97
3.2.1 Histoire thermique d'un mur lors de sa construction 97
3.2.1.1 Définition de l'émissivité 97
3.2.1.2 Principe du pyromètre laser 97
3.2.1.3 Instrumentation d'un mur pendant sa construction 99
3.2.2 Analyse métallurgique des murs projetés en TA6V 104
3.2.2.1 Indices métallurgiques 104
3.2.2.2 Microstructure et macrostructure du TA6V projeté laser 108
3.2.2.3 Défauts caractéristiques 119
3.2.2.4 Sélection des optima de projection 120
3.2.3 Analyse métallurgique des murs projetés en Inconel 718 127
3.2.3.1 Microstructure 127
3.2.3.2 Défauts caractéristiques 132
3.2.3.3 Sélection des optima de projection 134
3.3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LES PROCEDES LIT DE POUDRE 139
3.3.1 Indices métallurgiques 140
3.3.2 Microstructures 141
3.3.2.1 Microstructures du TA6V obtenues par procédés lit de poudre SLM et EBM 141
3.3.2.2 Microstructures de l'Inconel 718 obtenues par SLM 144
3.3.2.3 Microstructures de l'AlSi10Mg obtenues par SLM 147
3.3.3 Défauts caractéristiques 149
3.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 150

Ce chapitre présente l'étude de la microstructure du TA6V, de l'Inconel 718 et de l'AlSi10Mg engendrée par les technologies de fabrication directe telle que la projection laser (DMD), la fusion sélective par laser (SLM) et par faisceau d'électrons (EBM). Les pièces de projection laser caractérisées dans le cadre du projet PROFIL ont été obtenues sur la machine Limoges (cordons et murs) et sur la machine Optomec (murs et pièces 3D). Les pièces obtenues par lit de poudre (SLM et EBM) ont été sous-traitées par les industriels partenaires du projet PROFIL auprès de fournisseurs extérieurs.

3.1 TECHNIQUES D'ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE

La caractérisation des microstructures a été volontairement menée sur des géométries simples de manière à s'affranchir de l'influence du choix de la stratégie de construction sur l'histoire thermique de la pièce. L'effet de la stratégie de construction sur l'état microstructural de la pièce sera abordé au chapitre 7. Dans le cas présent, le mur a donc été choisi comme géométrie de référence.

Dans le cas de la projection laser, le mur est une paroi dans laquelle les cordons sont empilés successivement selon la direction Z par balayage de la table XY sous la buse de projection laser. Dans le cas de la machine Limoges, les murs sont toujours constitués d'un empilement de mono-cordons alors que dans le cas de la machine Optomec, certains murs résultent de l'empilement de multi-cordons, c'est-à-dire que les couches sont constituées d'un cordon qui fait office de contour et d'un cordon de remplissage. Il s'agit alors de déterminer le recouvrement optimal entre cordons de contour et de remplissage afin d'assurer l'absence de porosité (manque de matière) entre cordons.

En fusion sélective par laser (SLM) et dans le cas du procédé ARCAM (EBM), la construction de murs s'effectue également par empilement de couches. Cependant, les cordons étant de faible épaisseur, les murs d'épaisseur équivalente à ceux obtenus en projection laser sont construits par superposition de mono-cordons et sont généralement le résultat d'une construction par zones. Nous n'avons pas connaissance de la stratégie employée par les fournisseurs pour la construction des pièces analysées obtenues par lit de poudre (SLM et EBM). Cependant, celle-ci peut parfois être déduite à partir de considérations métallurgiques comme nous l'expliciterons par la suite (chapitre 3 et chapitre 7).

L'observation de la microstructure a été effectuée à partir de coupes métallographiques des murs. Un mur est ainsi coupé en deux dans le sens de la largeur puis enrobé et poli de manière à pouvoir observer une coupe longitudinale XZ et une coupe transverse YZ (Figure 60). Dans certains cas, le substrat sur lequel est construit le mur a été conservé lors de la découpe et de l'enrobage des échantillons de manière à caractériser l'interface substrat/mur. Les échantillons sont polis sur papiers SiC (80 à 4000) puis sur draps avec une suspension diamantée de 7 à 1µm et enfin avec une suspension de silice colloïdale (OPS).

Les phases en présence dans les échantillons en TA6V ont été observées au microscope électronique à balayage (MEB) en électrons rétrodiffusés (BSE) sur les échantillons polis non attaqués de manière à distinguer un contraste chimique éventuel. Elles ont également été observées au MEB en électrons secondaires (SE) sur échantillons polis et attaqués au KROLL. Compte tenu de la finesse des microstructures obtenues en fabrication directe, celles-ci sont difficilement observables en microscopie optique (MO). L'observation macrographique de ces mêmes échantillons en TA6V, nécessaire à l'analyse de la taille des grains, a été réalisée en microscopie optique sur échantillons polis et attaqués avec un réactif spécifique (50ml acide lactique, 1ml HF, 20ml H_2O).

L'analyse des phases présentes dans les échantillons d'Inconel 718 est réalisée au MEB en électrons secondaires sur échantillons polis et attaqués par attaque électrochimique (solution d'acide oxalique à 10%). L'observation macroscopique (taille des grains) est effectuée en microscopie optique sur les échantillons polis et attaqués au Kalling sans eau. Néanmoins, les grains sont beaucoup moins visibles que dans les murs en TA6V. Des études complémentaires en EBSD s'avéreraient nécessaires pour évaluer précisément la taille et la forme des grains [PIN06, BLA05].

Pour les échantillons obtenus par projection laser, pour lesquels nous avons connaissance de la paramétrie utilisée pour leur construction, nous utiliserons une terminologie spécifique. Ainsi, la terminologie P300V300Dm1 sera utilisée pour le mur construit avec une puissance laser P de 300 watts, une vitesse de balayage V de 300 mm/min et un débit massique de poudre Dm de 1 g/min.

En projection laser, l'étude du procédé a principalement porté sur des murs issus de la construction au moyen de la machine Limoges bien que nous ayons sélectionné des optima de projection avec la machine Optomec.

Excepté pour l'étude concernant l'influence de la répartition granulométrique de la poudre sur la construction (chapitre 5), nous avons toujours utilisé une poudre de TA6V de granulométrie 45-75µm sur la Limoges et 45-100µm sur l'Optomec. Pour l'Inconel 718, nous avons utilisé une poudre de granulométrie 39-58µm sur les deux machines. Une poudre de granulométrie plus élevée et plus large (53-130 µm) a parfois été utilisée. Cela sera précisé lorsque cela sera le cas pour certains des murs présentés dans ce chapitre.

L'analyse quantitative de la composition chimique des phases a été réalisée à la microsonde de Castaing de type CAMECA SX50.

L'état de surface des murs a été caractérisé d'une part par une observation topographique au MEB en électrons secondaires et d'autre part par des profils de rugosité au moyen d'un rugosimètre perthometer AKILOG (équipement SNECMA) équipé d'une pointe de diamètre 5µm. Les valeurs du Ra et du Rt ont été évaluées à partir de quatre profils effectués parallèlement à la direction de construction Z.

L'analyse des phases en présence a été complétée par des essais de diffraction aux rayons X (DRX). Le tube utilisé est une anticathode de cuivre pour l'IN718 et de cobalt pour le TA6V dont la longueur d'onde d'émission des rayons X de la raie K_α est respectivement de 1,540 Å et de 1,789 Å avec une tension seuil de respectivement 9kV et 7,7kV.

La porosité éventuellement présente dans les échantillons observés a été évaluée par méthode des trois pesées. Cette technique permet d'une part d'estimer une porosité en volume et d'autre part de différencier la porosité ouverte de la porosité fermée. La résolution de cette méthode est de l'ordre du demi-pourcent. Il ne nous a donc pas été possible de déterminer la porosité des échantillons lorsque celle-ci était inférieure à 0,5%.

Les optima de projection en TA6V et IN718 ainsi que les éprouvettes de SLM en TA6V, IN718 et AlSi10Mg présentés dans ce chapitre seront caractérisés en traction à température ambiante (chapitre 6) selon un ou deux sens de sollicitation et en fonction des traitements thermiques appliqués suite à la fabrication (chapitre 5).

Les essais de projection laser ont été effectués sur un substrat de même nature que le matériau projeté. Qu'il s'agisse du TA6V ou de l'IN718, le substrat est laminé et présente une microstructure typique du matériau traité thermomécaniquement. Pour la fusion sélective par laser, les échantillons sont également construits sur un substrat de même nature. Cependant les fournisseurs de pièces élaborées par SLM ont généralement recours à la construction de supports entre le substrat et la pièce. Les échantillons consolidés par EBM sont fabriqués directement dans le lit de poudre sans utilisation de substrat.

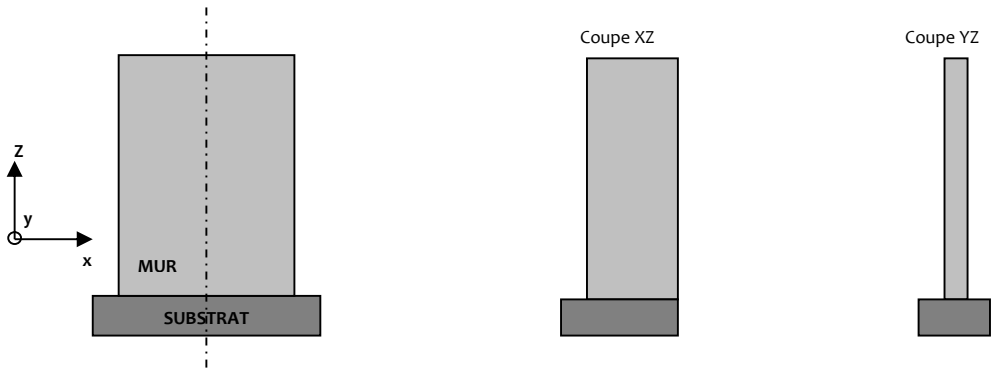


Figure 60 - Principe des coupes métallographiques réalisées sur les murs de projection laser

3.2 MICROSTRUCTURES GENEREES EN PROJECTION LASER

3.2.1 HISTOIRE THERMIQUE D'UN MUR LORS DE SA CONSTRUCTION

Afin d'appréhender les phénomènes thermiques mis en jeu lors de la construction d'une pièce en projection laser, des essais de mesure de température ont été réalisés au moyen d'un pyromètre infrarouge sur un mur en cours de construction. Dans le cas du soudage laser, une vitesse de refroidissement relativement élevée est observée (10^2 à 10^4 °C/s) [MAZ82, KAH94]. Dans le cas de la projection laser, la vitesse de refroidissement est évaluée à 10^2-10^3 °C/s de par nos expériences et elle se situe entre 10^2 -10^6 °C/s d'après la littérature [HOF01, GAO07, ZHA01, QIA05].

3.2.1.1 Définition de l'émissivité

La matière à une température donnée émet continuellement un rayonnement électromagnétique dû à l'agitation moléculaire interne, provoquant des transitions radiatives. Les possibilités de transitions radiatives étant multiples, la matière émet un rayonnement dans une large gamme de longueurs d'ondes. L'émissivité d'un matériau, propriété d'une surface à émettre un rayonnement, varie avec la longueur d'onde, la température, l'angle d'émission et l'état de surface du matériau (rugosité, oxydation) (Figure 62 et Figure 63). L'émissivité d'un matériau est évaluée par comparaison avec le corps noir : il s'agit du ratio entre le rayonnement émis par le matériau et le rayonnement émis par le corps noir à la même température. Le corps noir est un corps théorique ayant la propriété d'absorber toute énergie électromagnétique qu'il reçoit sur l'ensemble du domaine spectral.

Les propriétés d'émission d'un matériau sont [SMI92]:

– l'émissivité spéciale spectrale ε_λ : c'est le ratio de l'énergie émise par le matériau par unité de surface à une longueur d'onde λ et dans une direction donnée par rapport à celle émise par le corps noir à la même température. L'émissivité normale spectrale est l'émissivité dans une direction normale à la surface,

– l'émissivité totale ε_t est le ratio entre l'énergie totale émise par le matériau par unité de surface dans une direction donnée par rapport à celle du corps noir à la même température. L'émissivité normale totale est la plus couramment utilisée,

– L'absorptivité (A) et la réfléctivité (R), pour une surface opaque polie, sont définies comme le ratio entre l'énergie absorbée ou réflechie par rapport à l'énergie incidente (chapitre 4). Dans le cas d'un matériau métallique, la somme de l'absorptivité et de la réflectivité est égale à 1 [CAI92].

3.2.1.2 Principe du pyromètre laser

Un pyromètre permet d'effectuer une mesure de température sans contact qui en pratique est un avantage. Le rayonnement thermique mesuré en pyrométrie se situe dans l'infrarouge. La mesure de température par le pyromètre laser dépend de l'émissivité du matériau. Celle-ci varie avec la température et également avec l'état de surface de l'échantillon.

L'étalonnage du pyromètre devient alors une étape incontournable pour s'affranchir de ces inconvénients de mesure de la température d'un matériau. La mesure de température par le pyromètre tient compte de la valeur moyenne de l'émissivité du matériau dans le domaine de température étudié. Aussi, lors des expériences, nous avons choisi de fixer la valeur d'émissivité introduite dans le logiciel de mesure à 100% et d'appliquer par la suite une correction à partir de la courbe d'étalonnage du pyromètre. Le pyromètre laser a été étalonné au Centre des Matériaux à partir d'un mur projeté en TA6V sur lequel est fixé un thermocouple par soudage par points et à coté duquel une mesure par pyrométrie est effectuée simultanément. L'ensemble mur et thermocouple est placé dans un four tubulaire sous vide et est monté en température. La comparaison entre la température indiquée par le thermocouple et celle indiquée par le pyromètre (réglé pour une émissivité de 100%) conduit à l'établissement de la courbe d'étalonnage du pyromètre. Cette courbe d'étalonnage permet de tenir compte de la variation de l'émissivité du TA6V en fonction de la température pour l'état de surface (rugosité et oxydation) caractéristique d'un mur projeté en TA6V.

Lors de la procédure d'étalonnage du pyromètre, la courbe d'émissivité du mur projeté en TA6V en fonction de la température mesurée par thermocouple, et pour l'état de surface du mur considéré, a également été

déterminée. Cette courbe, présentée Figure 61, a été réalisée entre 500 et 1250 °C sous vide en modifiant la valeur de l'émissivité du logiciel afin d'obtenir une température lue par le pyromètre égale à celle donnée par le thermocouple. La courbe d'étalonnage et la courbe d'émissivité ont toutes deux été déterminées lors de la descente en température, four éteint, de manière à s'affranchir au mieux de l'influence du rayonnement du four sur la mesure de température effectuée par le pyromètre. Les Figure 62 et Figure 63 présentent les courbes d'émissivité en température tirées de la littérature du TA6V et de l'Inconel 718 pour différents états de surface [GOL61, GRE00]. La courbe de l'émissivité normale spectrale du TA6V pour une surface oxydée présentée dans la littérature (Figure 62) corrobore celle obtenue lors de l'étalonnage du pyromètre IR (Figure 61).

Il est à noter que les valeurs d'émissivité sont controversées dans la littérature qu'il s'agisse du TA6V ou des alliages bases nickel. L.QUIAN et al. estiment que l'émissivité d'un mur en TA6V en cours de construction par projection laser (donc vraisemblablement oxydé) varie de 0,33 à 0,41 pour la gamme de température allant de 500 à 800°C [QIA05]. Y.COMBRES et al. décrivent une décroissance de l'émissivité du TA6V oxydé d'environ 0,72 à 0,58 jusqu'à 700°C puis son augmentation jusqu'à 0,75 pour des températures allant jusqu'à 1200°C. PINKERTON et al. ont déterminé que l'émissivité d'un mur projeté laser en superalliage base nickel (Waspaloy) légèrement oxydé en surface se situait autour de 0,4-0,45 pour l'état solide est autour de 0,12 pour l'état liquide [PIN06]. Ces différences concernant les valeurs de l'émissivité observées dans la littérature et dans notre étude montrent à quel point il est difficile de mesurer ce paramètre précisément.

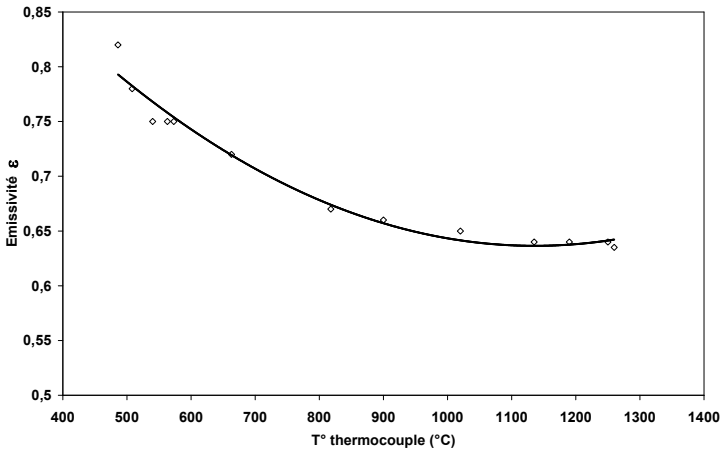


Figure 61 - Courbe d'émissivité en fonction de la température d'un mur projeté en TA6V

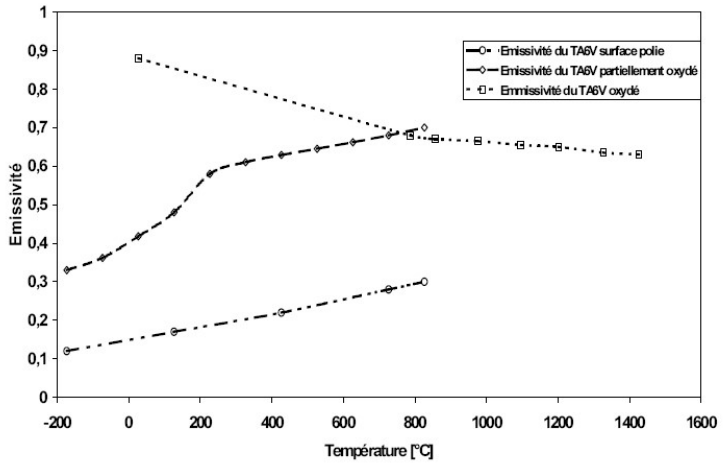


Figure 62 - Courbe d'émissivité du TA6V en fonction de la température et de son état de surface [GOL61]

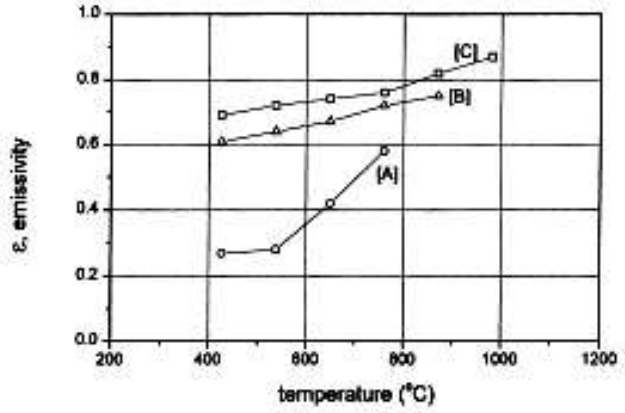


Figure 63 - Courbe d'émissivité de l'Inconel 718 en fonction de la température et de son état de surface : (A) non oxydé, (B) oxydé 15 minutes à 850°C, (C) sablé puis oxydé 15 minutes à 850°C [GRE00]

3.2.1.3 Instrumentation d'un mur pendant sa construction

L'instrumentation en température a été réalisée sur un mur P300V300Dm1 en cours de construction au moyen d'un pyromètre laser Infrarouge IMPAC de type IGA 120 MB18 dont la plage de mesure s'étend de 350 à 1800°C. Ce pyromètre est équipé d'une visée laser ainsi que d'une optique variable permettant d'atteindre une distance focale de 190 à 420 mm avec un diamètre de la tache de mesure associé de respectivement 0,5 et 1,3 mm. La précision de l'appareil est de plus ou moins 0,3% jusqu'à 1500°C et de plus ou moins 0,5% au dessus de cette température. Sa résolution est de 0,1°C et le temps de réponse est de 1ms.

Le relevé de température effectué sur la sixième couche lors de la construction d'un mur P300V300Dm1 de trente couches témoigne de l'histoire thermique subie par cette couche. La couche considérée est soumise à un recuit anisotherme et cyclique (Figure 64). Le pyromètre relève la température dès le début de la projection du mur. Ainsi, avant la déposition de la sixième couche, le pyromètre est sensible à l'élévation de température du milieu environnant (air + gaz protecteur + gaz porteur de la poudre) étant donné que la visée du pyromètre ne se fait pas encore dans la matière. Il apparaît que la température du milieu environnant augmente de la couche N=1 à la couche N=6. C'est pour la sixième couche que l'on relève la température maximale, parfois appelée température pic dans la littérature [QIA05]. Chaque pic représente la réponse du pyromètre lorsque le faisceau laser passe au-dessus du point de visée. Cette température pic T_{pic} de la sixième couche décroît rapidement au fur et à mesure que les couches se succèdent jusqu'à atteindre pratiquement la température de recuit T_0 au bout des trente couches (Figure 64), ce qui souligne l'absence de cyclage thermique au niveau de la sixième couche lorsque 24 autres couches ont été déposées. On note que la température de recuit T_0 d'une couche (ici la sixième couche) augmente progressivement puis se stabilise rapidement à une valeur constante.

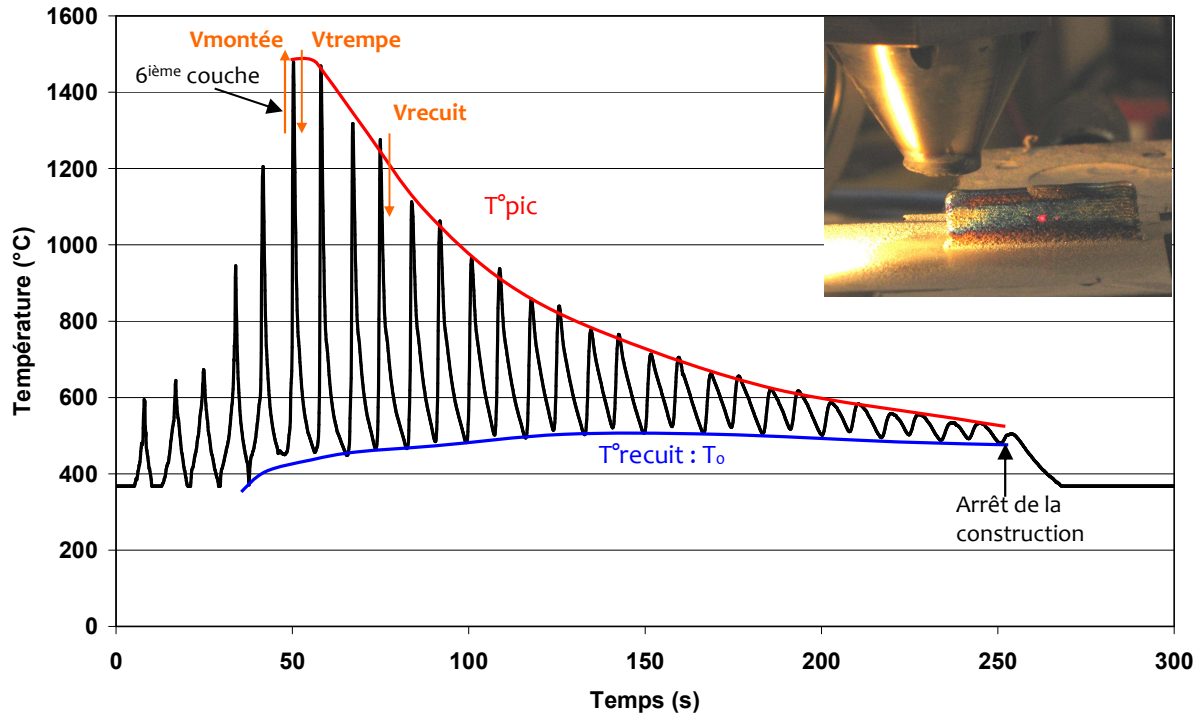


Figure 64 - Instrumentation par pyromètre laser de la sixième couche d'un mur en TA6V P300V300Dm1 de 30 couches sans temporisation : évolution de ses températures pic et de recuit en fonction du temps et donc du nombre de couches déposées

Les courbes de température mesurée par le pyromètre traduisent donc l'évolution de la température d'une couche N visée par le pyromètre au moment de son dépôt sur le mur et après des dépôts de couches successives. Aussi, on est en mesure d'associer à la couche N qui vient d'être déposée :

- une **température pic, Tpic**, proche théoriquement de celle du bain liquide,
- une **température de recuit, To**, à laquelle le mur se trouve après le dépôt,
- une vitesse de montée en température, $\mathbf{V_{montée}}$, et une vitesse de descente en température qui est une vitesse de trempe, $\mathbf{V_{trempe}}$, de la couche qui vient d'être déposée. Ces vitesses de montée et de trempe sont déterminées à partir du calcul de la pente au sommet du pic lors de la montée et de la descente en température,
- à cet ensemble de données, il s'ajoute un même ensemble de données associées aux recuits successifs de la couche N visée par le pyromètre lors de la déposition des couches suivantes N+i. Ainsi, lors des recuits successifs, la température pic de la couche N diminue et sa température de recuit T_o tend vers une valeur constante. Il est également possible de déterminer les vitesses de montée et de refroidissement de la couche N lors de la déposition des couches N+i. Nous parlerons alors de vitesse de recuit V_{recuit} plutôt que de vitesse de trempe.

La vitesse de montée en température et la vitesse de trempe de la sixième couche lors de sa déposition sont respectivement égales à 2500 et 1000°C/s environ (Figure 65). Il apparaît que la vitesse de montée en température reste la même que la couche se trouve proche ou éloignée du substrat. On note par ailleurs que la vitesse de trempe décroît au fur et à mesure que la couche considérée est éloignée du substrat. En effet, la vitesse de trempe de la sixième couche est déjà 100°C/s supérieure à la vitesse de trempe de la trentième couche. Cela s'explique par le fait que la dissipation des calories par conduction via le substrat est d'autant moins efficace que la couche se trouve éloignée du substrat et que s'installe dans le mur un régime quasi-stationnaire. Enfin, pour une couche donnée, les vitesses de refroidissement relatives aux cycles successifs de recuit vont également décroître au fur et à mesure que les couches se succèdent. Ainsi lors du dépôt de la trentième couche, la vitesse de refroidissement au pied de la sixième couche est de l'ordre de quelques dizaines de $°C.s^{-1}$.

L'instrumentation de murs P300V300Dm1 de 60 couches sur la première, cinquième, quinzième, trentième et cinquantième couche, indique l'évolution des températures pic et de recuit de couches plus ou moins éloignées du substrat (Figure 66).

Il apparaît tout d'abord que la température pic relative au bain liquide augmente avec le nombre de couches déposées précédemment : la température maximale atteinte par la 50ième couche est supérieure à celle atteinte par la 5ième couche (Figure 66). De plus, la température de recuit, selon la couche concernée, augmente légèrement jusqu'à atteindre un maximum avant de diminuer (cas des cinquième et quinzième couches) ou atteint un palier avant de diminuer (cas de la trentième et cinquantième couche) (Figure 67). La valeur maximale ou palier de cette température de recuit atteinte par la 5ième, 15ième, 30ième et 50ième couche est d'autant plus importante que la couche concernée se trouve éloignée du substrat. Cette valeur maximale de la température de recuit est atteinte dès le dépôt de la couche concernée sauf si celle-ci est trop proche du substrat (cas de la $5^{ième}$ et $15^{ième}$ couche). Ainsi, la température de recuit maximale de la $5^{ième}$ couche est atteinte au bout de la $20^{ième}$ couche déposée (Figure 67). Ceci s'explique par le fait que le substrat étant froid au départ de la construction du mur, la température du bas du mur augmente au fur et à mesure que les couches sont empilées puis diminue lorsque les pertes énergétiques par conduction via le substrat deviennent prédominantes comparées à l'énergie apportée pour accroître la hauteur du mur (cas des couches antérieures à la $15^{ième}$) [QIA05]. Pour les couches suivantes, le mur est déjà à la température maximale de recuit lorsqu'elles sont déposées puisque l'effet dissipateur de calories du substrat n'est plus suffisamment efficace, ce qui explique qu'elles soient tout de suite portées à la température maximale de recuit T_0 (cas des couches supérieures à la $15^{ième}$).

Un gradient thermique s'établit donc dans le mur au fur et à mesure de sa construction. La Figure 68 représente la température de recuit du bas vers le haut du mur P300V300Dm1 après la déposition de la cinquantième couche, preuve que l'évacuation d'une grande partie des calories s'effectue par conduction via le substrat. Des instrumentations menées sur des murs de 80mm de haut ont montré qu'à partir d'un certain nombre de couches, le mur atteint un régime quasi-stationnaire où les températures pic et maximale de recuit n'évoluent plus en fonction de l'altitude de la couche : la couche N et la couche N+i subissent la même histoire thermique. Ainsi, à titre d'exemple, la température de recuit est constante (T_0 isotherme) pour le reste du mur à partir de la $100^{ième}$ couche pour la paramétrie P200V400Dm1 et de la $80^{ième}$ couche pour la paramétrie P350V800Dm3. Ce régime quasi-stationnaire est également constaté dans la littérature [PIN06].

Bien que le pyromètre ait été étalonné, les températures pic relevées semblent faibles par rapport aux températures réellement atteintes par les couches. En effet, la température pic atteinte par le bain liquide est d'environ 1400°C alors que la température de fusion du TA6V est de 1660°C. Ce décalage en température s'explique en partie par la taille importante de la tache d'analyse du pyromètre (plus d'1 mm pour nos conditions opératoires) supérieure à la taille du bain liquide quelles que soient les conditions de paramétrie considérées (Tableau 22). Aussi, le pyromètre dont nous disposons ne permet d'accéder qu'à une température moyennée sur quelques couches. Cela signifie que nous ne pouvons pas mesurer précisément la température atteinte par le bain liquide avec le matériel dont nous disposons. Qui plus est, le gradient de température étant vraisemblablement très fort autour du bain liquide, la valeur moyenne de la température mesurée est éloignée de la température réelle atteinte par le bain liquide. En revanche, nous avons considéré que la mesure de la température de recuit To était relativement correcte dans la mesure où les gradients de température dans la zone concernée sont faibles. La valeur moyenne mesurée est donc proche de la valeur réelle dans le cas de la température de recuit. Une autre explication concernant l'erreur de mesure des températures pic réside dans l'inadéquation de la vitesse d'acquisition du pyromètre (un point toutes les 20ms à 500ms selon les instrumentations) par rapport aux cinétiques de montée en température et de refroidissement mises en jeu dans ce procédé de l'ordre du °C par ms.

D'après l'ensemble de ces instrumentations, nous pouvons schématiser le profil de température qui s'établit dans un mur lors de sa construction (Figure 69). Les premières couches du mur subissent fortement le pompage thermique du substrat. Puis, à partir d'un certain nombre de couches qui dépend de la paramétrie utilisée, un régime quasi-stationnaire s'installe. La couche N en cours de déposition est à la température pic Tpic (bain liquide) ainsi qu'une partie sous-jacente du mur que l'on nommera la Zone Refondue ZR. Il se créé également une Zone Affectée Thermiquement (ZAT_1 et ZAT_2) dont la température est comprise entre la température de recuit To et la température de fusion T_f du TA6V. Le reste du mur est

à une température de recuit To isotherme (du bas du mur à la ZAT_2) ou anisotherme (au bas du mur) et ce sur un nombre de couche fonction de la paramétrie. Ces instrumentations par pyrométrie laser nous ont donc permis d'appréhender le profil de température d'un mur en construction. Une compréhension plus approfondie nécessiterait néanmoins des mesures de température par caméra thermique et par insertion de thermocouples dans le mur en cours de fabrication [GRI99, QIA05].

La microstructure des matériaux élaborés en projection laser résulte donc d'une histoire thermique complexe : le matériau subit une trempe plus ou moins énergétique et une multitude de recuits anisothermes et cycliques provoqués par les passages successifs du faisceau laser. La microstructure d'une zone donnée du mur est liée d'une part aux paramètres du procédé (P, V et Dm) et d'autre part à son éloignement du substrat i.e. à la température de recuit T_o atteinte dans la partie inférieure du mur.

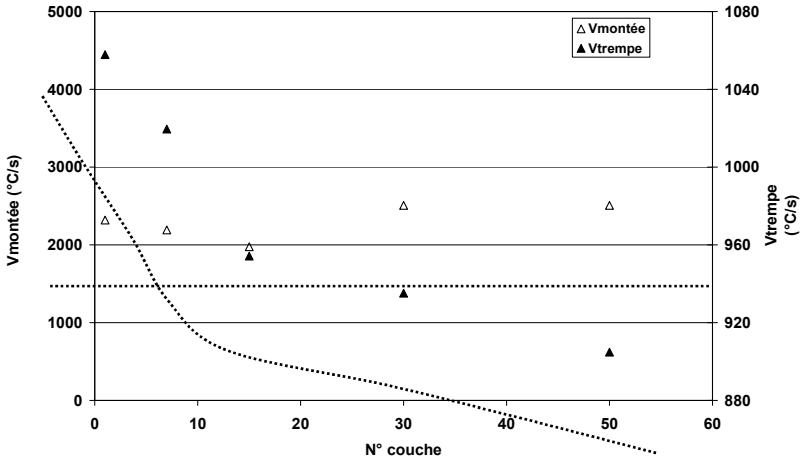


Figure 65 - Vitesse de montée et vitesse de trempe de la couche projetée en fonction de son éloignement par rapport au substrat pour un mur en TA6V P300V300Dm1 de 60 couches sans temporisation

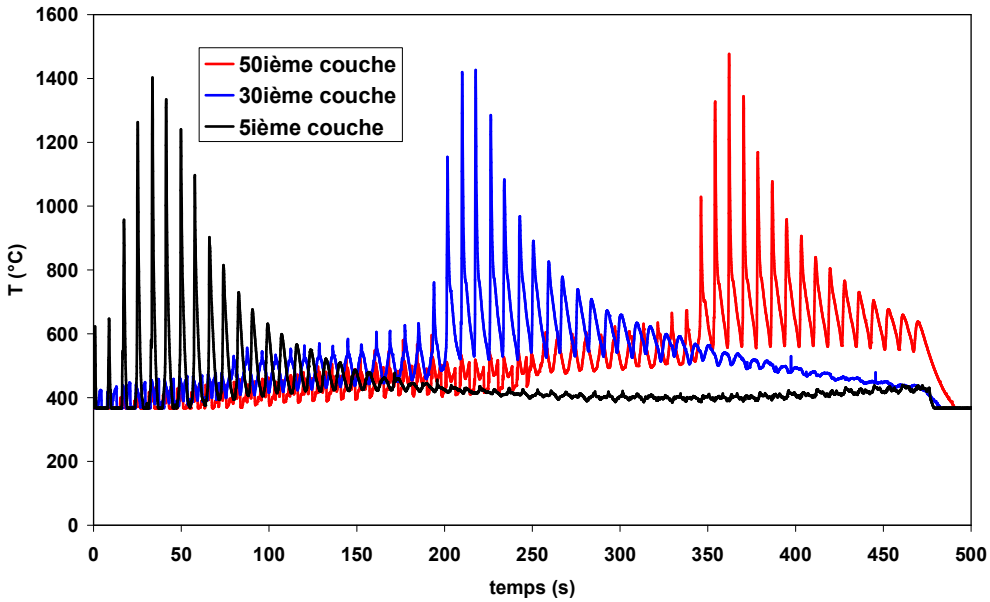


Figure 66 - Evolution de la température pic et de recuit de couches à différentes distances du substrat pour un mur en TA6V P300V300Dm1 de 60 couches sans temporisation

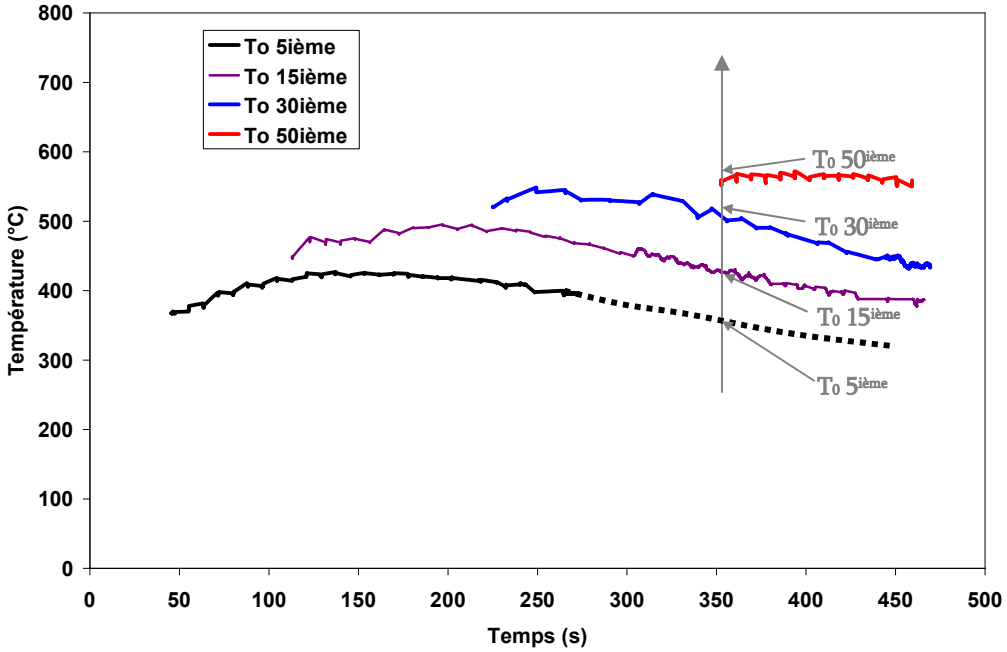


Figure 67 - Evolution de la température de recuit de la 5ième, 15ième, 30ième et 50ième couche d'un mur en TA6V P300V300Dm1 de 60 couches sans temporisation

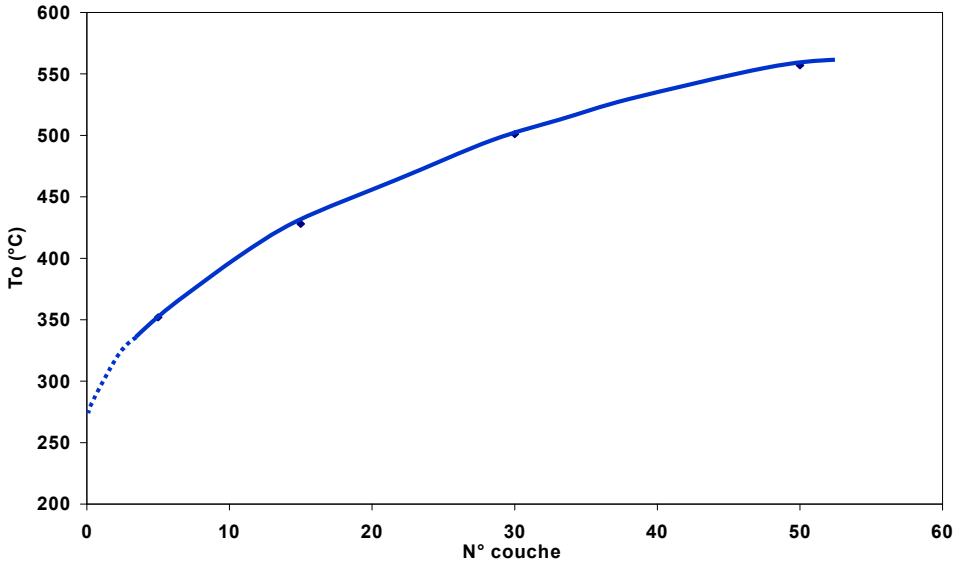


Figure 68 – Evolution de la température de recuit T_o du bas vers le haut du mur lors du dépôt de la soixantième couche d'un mur en TA6V P300V300Dm1 de 60 couches sans temporisation

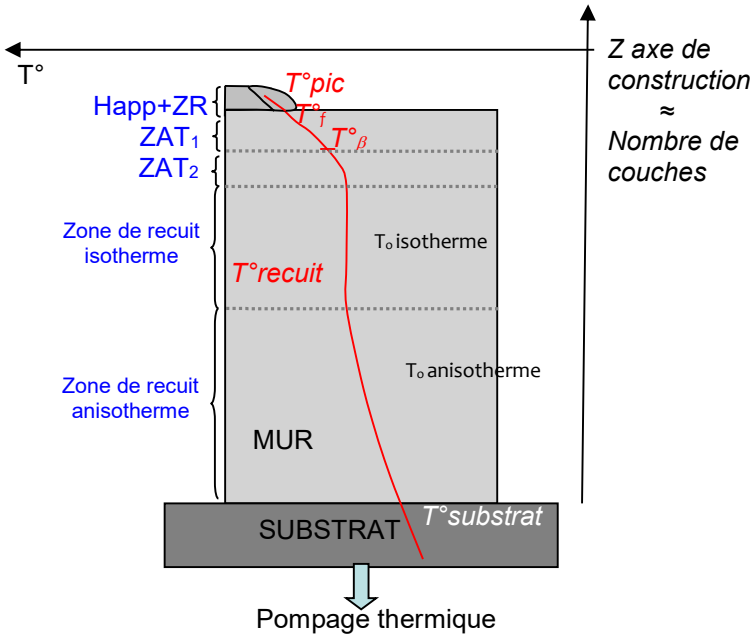


Figure 69 – Profil de température d'un mur en TA6V lors de sa construction sur un substrat massif : établissement d'un gradient thermique selon l'axe de construction Z du mur

3.2.2 ANALYSE METALLURGIQUE DES MURS PROJETES EN TA6V

3.2.2.1 Indices métallurgiques

Les murs en TA6V construits par projection laser présentent un certains nombre d'indices métallurgiques qui sont les témoins de l'histoire thermique subie par le mur.

ZAT et ZR

Lors de la déposition d'une nouvelle couche, une partie sous-jacente du mur est refondue : il s'agit de la zone refondue ZR. Il se crée également une zone affectée thermiquement constituée de la ZAT_1 et de la ZAT_2 qui sont soumises à des gradients de température (Figure 69). On distingue une ZAT_1, laquelle est élevée à une température telle que la microstructure subit une remise en solution et est donc modifiée significativement, ainsi qu'une ZAT_2 pour laquelle la température est supérieure à la température de recuit T_o isotherme mais cependant suffisamment faible pour ne pas transformer profondément la microstructure.

Pour le TA6V, la température qui délimite la ZAT_1 de la ZAT_2 est la température de transus bêta. En effet, au delà de la température T_β , la microstructure du mur relative à cette zone (ZAT_1) est profondément modifiée puisqu'au chauffage toutes les phases en présence se transforment en phase β haute température ayant la composition nominale du TA6V. Lors du refroidissement, la vitesse de refroidissement (V_R=dT/dt) est élevée et conduit le plus souvent à la formation de la phase martensitique α'.

La température atteinte dans la ZAT_2, étant comprise entre la température de recuit T_o isotherme et le transus β, la microstructure subi un maintien en température dans le haut du domaine $\alpha+\beta$ et évolue vers une microstructure d'équilibre en termes de composition et de fractions volumiques des phases et la taille des phases va probablement augmenter. Il y a peu de changement métallurgique notable repéré au niveau des coupes métallographiques dans la ZAT_2 comparé à ceux observés dans la ZAT_1.

Les dimensions de la zone refondue ZR et des ZAT_1 et ZAT_2 vont évidemment varier avec la paramétrie utilisée pour la construction du mur (Tableau 22).

Effet de bandes

On observe sur les coupes métallographiques une succession de bandes perpendiculaires à la direction de construction qui apparaissent de façon périodique et qui sont révélées par l'attaque chimique, apparaissant alors comme des lignes plus blanches que le reste de la microstructure. On observe également une zone claire à l'extrémité supérieure du mur dans laquelle les bandes sont absentes (Figure 70). Cet effet de bandes a été constaté pour tous les matériaux étudiés (TA6V, IN718, alliages d'aluminium) et également dans la littérature pour le TA6V [KOB00, KEL02, KEL04, WU04] et l'IN718 [BLA05, PEN05]. Lors de l'étude paramétrique du procédé DMD menée sur le TA6V (chapitre 5), nous avons pu constaté que selon les paramètres procédé utilisés, ces bandes étaient plus ou moins révélées lors de l'attaque chimique. De plus, le nombre de bandes ne correspond pas nécessairement au nombre de couches du mur. En effet, le mur P300V300Dm1 (Figure 70) de 50 couches présente 21 bandes alors que le mur P600V300Dm3 de 60 couches (Figure 77) affiche environ 27 bandes et que le mur P600V800Dm1 de 50 couches présente 23 bandes.

Pour comprendre l'origine de la formation de ces bandes observées sur les coupes métallographiques des murs projetés, des essais de murs interrompus ont été menés : la construction du mur a ainsi été stoppée au niveau du milieu de la dernière couche.

Nous avons pu identifier ces bandes comme étant la trace des zones affectées thermiquement générées lors de la construction des couches successives. Ainsi, la dernière bande observée sur un mur interrompu possède une forme curviligne (Figure 70) et délimite une zone plus claire située à l'extrémité supérieure du mur. Notons que pour d'autres paramétries (Figure 77), la zone claire peut au contraire apparaître plus foncée lors de l'attaque chimique. Cette ultime bande curviligne délimite en réalité la ZAT_1 créée lors de la déposition de la dernière couche. Lorsque l'on observe plus attentivement la coupe métallographique de la zone claire (Figure 71), il est parfois possible de déterminer le nombre de couches concernées par la ZAT_1.

Pour la paramétrie P300V300Dm1, le mur présente une ZAT_1 de 6 couches. L'observation au MEB de la surface supérieure et latérale de ce mur interrompu avant son enrobage permet d'estimer le volume du dernier bain fondu (Figure 72). En corrélant ces données à la coupe métallographique du mur, il semble que le volume de liquide soit constitué de deux couches : la dernière couche déposée et la précédente, ce qui signifie que pour la paramétrie P300V300Dm1 appliquée au TA6V, la couche N-1 est entièrement refondue lors de la déposition de la couche N. La zone refondue ZR est donc constituée d'une couche (Figure 71). Compte tenu de l'absence de délimitation notable de la ZAT_2, le nombre de couches concernées par cette zone est difficilement quantifiable.

Cet effet de bandes est également observé lors du soudage du TA6V et d'autres alliages de titane [BAE84]. Les bandes apparaissent sous la forme de contours curvilignes sur les coupes métallographiques polies et attaquées. Ce sont des zones de macroségrégation qui sont enrichies en solutés (Al et V pour le TA6V). L'origine de cette macroségrégation semble liée à des variations thermiques au sein du bain liquide qui modifient périodiquement la vitesse de solidification (V_s=dZ/dt) de l'interface solide-liquide [BAE84, BAE82]. S.KELLY observe également ces bandes lors de la fabrication de murs en projection laser. L'auteur attribue cet effet de bandes au cyclage thermique induit par le dépôt successif des couches qui génère une modification locale au niveau des bandes de la microstructure de Widmanstätten $\alpha+\beta$ du TA6V dont la morphologie de la phase α est aciculaire en microstructure de Widmanstätten dont la phase α est sous forme de lattes plus épaisses. Il exclut d'une part l'hypothèse de la formation d'une couche d'oxyde ou bien d'une zone enrichie en oxygène entre chaque couche et d'autre part l'hypothèse de micro ou macroségrégation d'aluminium et de vanadium [KEL02]. X.WU et al. observent également un grossissement des lamelles α de la structure de Widmanstätten au niveau des bandes [WU04].

Dans notre étude, des profils de quantification des éléments chimiques réalisés à la microsonde de Castaing ont révélé une fluctuation légère en aluminium et plus marquée en vanadium au niveau de ces bandes (Figure 73). Pour certaines paramétries, nous avons observé, concomitamment à la fluctuation en éléments chimiques au niveau des bandes, un épaississement des lamelles de phase alpha dans la structure de Widmanstätten, notamment pour la paramétrie P600V300Dm3 (Figure 74). En revanche, pour d'autres paramétries comme P300V300Dm1, l'observation au MEB n'a pas révélé de modification significative de la microstructure au niveau des bandes bien qu'une fluctuation chimique ait été de nouveau observée. Cette fluctuation en vanadium et aluminium au niveau des bandes ne semble pas liée à un phénomène de ségrégation chimique comme en soudage puisque la formation des bandes intervient en phase solide et

non en phase liquide, comme l'indiquent les températures relevées lors de l'instrumentation thermique. En revanche, cette fluctuation peut être attribuée à une modification locale de composition des phases en présence qui évolue vers la composition d'équilibre sous l'effet des recuits successifs : la phase β s'enrichit en vanadium contrairement à la phase α qui s'enrichit en aluminium. Cette modification n'est toutefois pas clairement visible au niveau des coupes métallographiques lorsqu'elle ne s'accompagne pas d'une variation de la proportion ou d'un grossissement de la phase alpha.

Ménisques

Des ménisques, ou bourrelets, sont observés au niveau de la surface du mur sur la coupe métallographique transverse YZ (Figure 70). Ces ménisques sont vraisemblablement représentatifs du volume de liquide formé lors de la déposition d'une couche et génèrent une rugosité de surface. Ils sont causés par l'écroulement du bain liquide sous l'effet de son propre poids lors de sa solidification. L'amélioration de la rugosité des murs en projection laser est donc en partie inhérente au choix des paramètres d'entrée du procédé puisque ceux-ci déterminent la taille et la température du bain liquide (c'est-à-dire le volume de liquide formé, sa viscosité et ses tensions de surface) et conditionnent ainsi l'écroulement éventuel du bain. Il existe bien entendu d'autres facteurs qui peuvent influer sur la rugosité des murs et certains seront détaillés ultérieurement (chapitre 5).

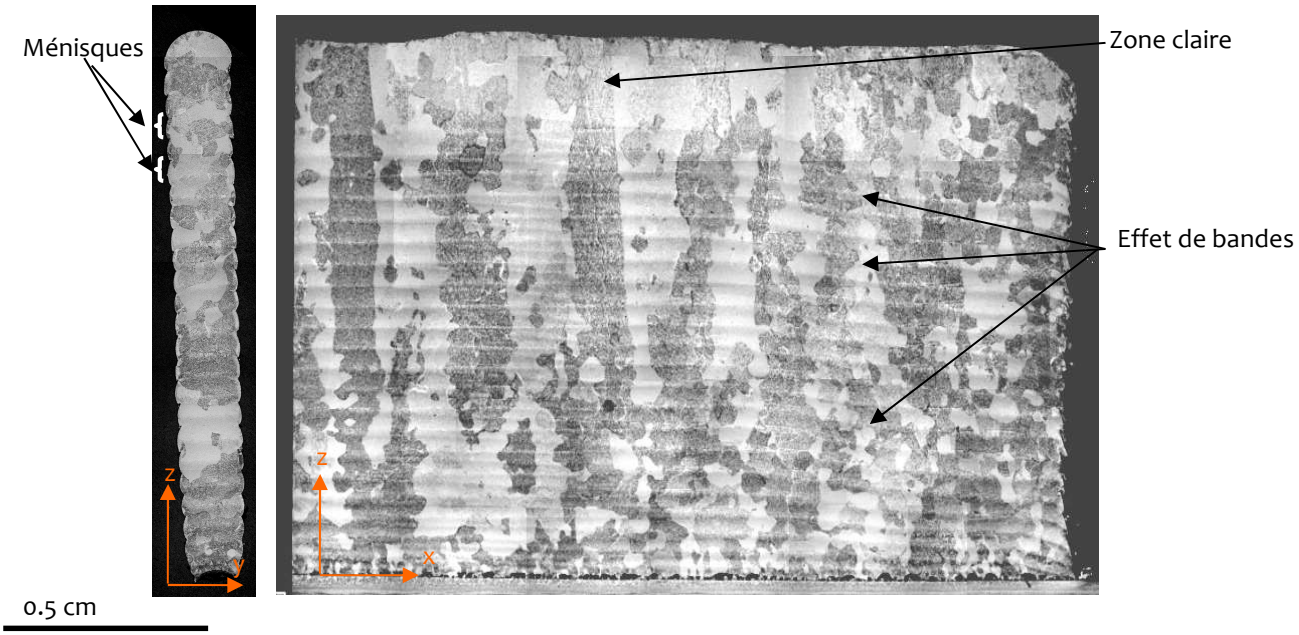


Figure 70 - Coupes métallographiques du mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation : observation de l'effet de bandes et d'une zone claire à l'extrémité supérieure du mur représentative de la ZAT1 générée lors de la déposition de la dernière couche N ; observation de ménisques sur la coupe transverse YZ du mur

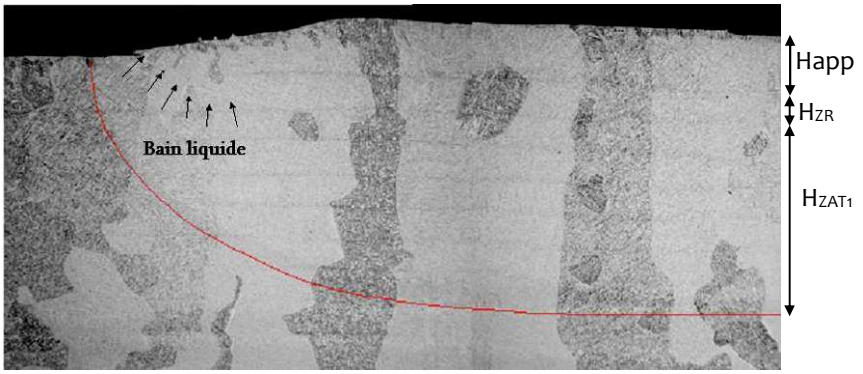


Figure 71 - Coupe métallographique de la zone claire créée lors de la déposition de la dernière couche du mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation : observation du nombre de couches concernées par la ZAT_1 et la ZR et estimation de la hauteur de la dernière couche déposée (Happ), la hauteur de la ZR (H_{ZR}) et de la hauteur de la ZAT_1 (H_{ZAT_1})

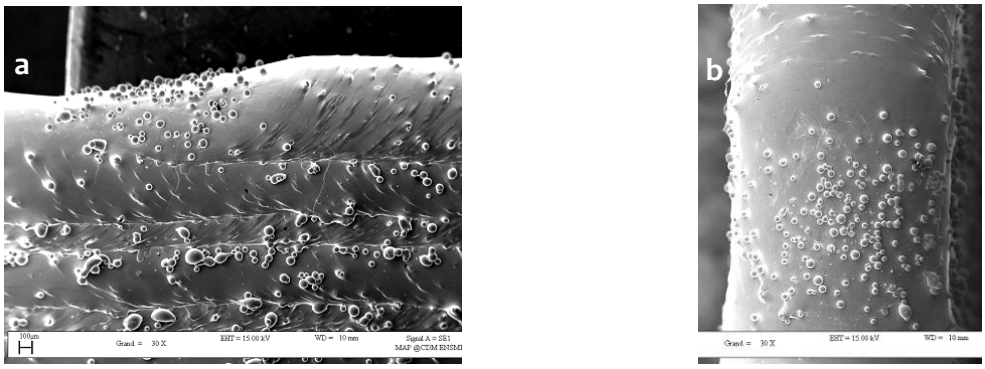


Figure 72 – Images MEB en électrons secondaires de la surface latérale (a) et supérieure (b) du dernier volume de liquide du mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation

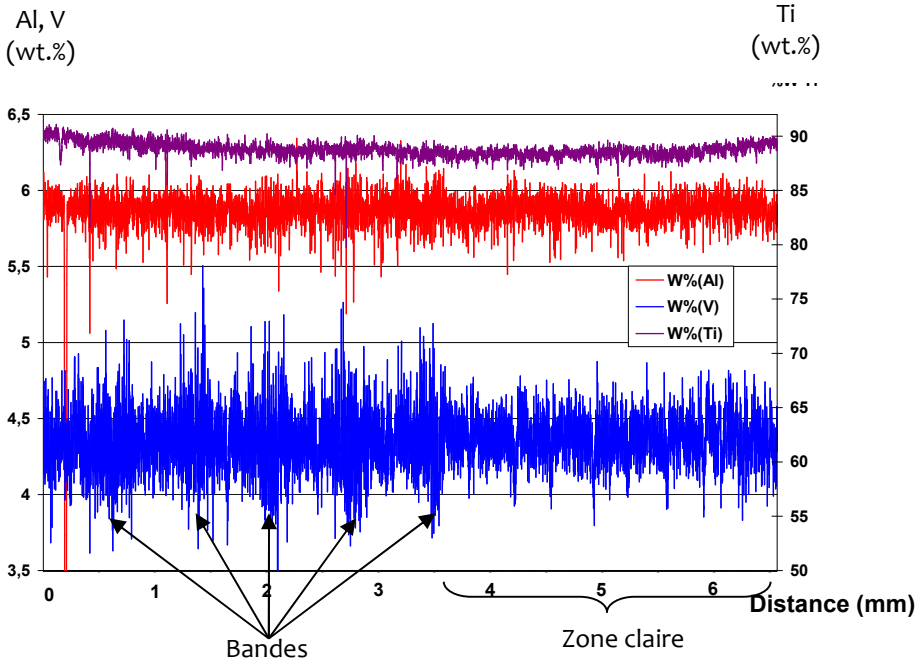


Figure 73 - Profil WDS en vanadium, aluminium et titane dans la partie supérieure du mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation (zone claire + 5 dernières bandes)

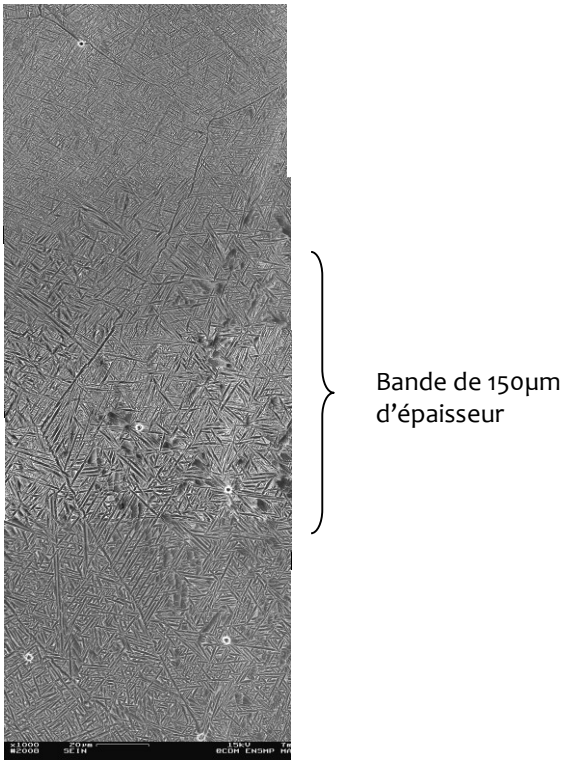


Figure 74 – Image SE au MEB : Epaississement des lattes de phase alpha de la structure de Widmanstätten au niveau des bandes observées sur la coupe métallographique du mur en TA6V P600V300Dm3 de 60 couches sans temporisation

3.2.2.2 Microstructure et macrostructure du TA6V projeté laser

Analyse de la micro et macrostructure

Le TA6V obtenu par projection laser sans post-traitement présente une large gamme de microstructures, en termes de morphologie et taille de grains ainsi que de nature de phases, en fonction des paramètres procédé utilisés. Les plages paramétriques d'obtention de ces diverses microstructures seront exposées en détail dans le chapitre concernant l'étude paramétrique du procédé de projection laser (chapitre 5).

On distingue ainsi, selon la paramétrie utilisée, des grains de type colonnaire ou équiaxe. Pour certaines conditions, les murs obtenus peuvent présenter les deux types de grains (Figure 70). Le diagramme G-V_S relatif aux conditions de solidification du volume liquide formé durant le procédé permet d'expliquer la morphologie des grains obtenus (Figure 78 et Figure 79).

Pendant la projection du mur, le bain liquide est refroidi par conduction via le substrat puis par convection via le milieu environnant et enfin par rayonnement de la surface du bain et d'une partie de la surface des ZAT_1 et ZAT_2. Il s'agit de pertes par convection forcée via le flux de gaz protecteur dans le cas de la machine Limoges et de convection simple dans le cas de la machine Optomec bien que le gaz porteur de la poudre puisse également jouer un rôle convectif.

Les toutes premières couches projetées sur le substrat froid sont trempées et il est observé à la base du mur un grand nombre de petits grains équiaxes (Figure 81a). Pour les couches supérieures, les grains sont soit colonnaires, soit équiaxes, selon la paramétrie choisie pour la construction du mur (Figure 84).

Le fait que les grains puissent traverser plusieurs dizaines de couches (Figure 81b) peut s'expliquer par la re-fusion partielle ou totale de la couche précédemment déposée. En effet le haut des grains est refondu, celui-ci servant alors de nucleus pour la croissance épitaxique dans le sens du gradient thermique [WU03].

Le temps pendant lequel le volume fondu va rester dans le domaine bêta ($T°>T_\beta$), qui dépend bien évidemment de la vitesse de trempe, va jouer sur la croissance épitaxique des grains. La vitesse de trempe lors du passage du point de fusion va influer sur le nombre de nucleus formés [QIA05].

Cette croissance de grains colonnaires introduit une forte anisotropie microstructurale se traduisant probablement par une différence de propriétés mécaniques selon la direction de sollicitation (0°, 90°) par rapport à la direction des couches. Ceci sera vérifié lors des caractérisations mécaniques explicitées au chapitre 6.

Dans la littérature, il est préconisé un chauffage du substrat afin de limiter l'établissement d'un gradient thermique au sein du mur et ainsi réduire l'anisotropie introduite par les grains colonnaires [WU03, WU04]. En effet, il apparaît que le recuit « naturel » d'une partie du mur portée à une température T_o isotherme (zone à gradient thermique nul) reste insuffisant pour réduire le gradient dans la ZAT_1 et dans le bain liquide et ainsi limiter la formation de grains colonnaires dans le mur. Le chauffage du substrat permettrait donc d'élever la température de recuit isotherme afin de réduire significativement le gradient thermique la ZAT_1 et dans le bain liquide. Une autre façon de limiter la formation des grains colonnaires est de jouer sur les paramètres d'entrée du procédé (chapitre 5).

La caractérisation des phases en présence a été réalisée au MEB en électrons rétrodiffusés (BSE) sur les échantillons non attaqués de manière à identifier un contraste de phase. On observe ainsi des microstructures trempées hors d'équilibre, de type aciculaire ou lamellaire avec des tailles de lattes variables selon les conditions de refroidissement et de recuit.

Les murs présentent soit majoritairement la phase martensitique α', soit majoritairement la microstructure de Widmanstattën $\alpha+\beta$ (Figure 76). Notons qu'étant donné la finesse des microstructures, l'observation au MO ne permet pas de distinguer clairement la microstructure martensitique de la microstructure de Widmanstätten (Figure 76 c et f). Aussi, l'essentiel des observations ont été entreprises au MEB. La nature des phases rencontrées dépend de la paramétrie utilisée mais varie également au sein d'un mur selon la direction Z de construction, c'est-à-dire en fonction du nombre de recuits qu'a subi la zone considérée.

La partie basse du mur proche du substrat, ainsi que la zone claire dans la partie supérieure du mur, présentent une microstructure beaucoup plus trempée que celle du centre du mur. Pour la paramétrie P600V300Dm3, ces deux zones sont constituées d'une microstructure majoritairement α' comme l'indiquent les images BSE obtenues au MEB (Figure 77).

L'absence de contraste chimique dans le bas du mur témoigne d'une répartition homogène des éléments chimiques liée au caractère monophasé de la microstructure α'. Lors de la projection des toutes premières couches, le pompage thermique engendré par le substrat froid est tel que la température de recuit au bas du mur est suffisamment basse pour ne pas déstabiliser la phase α' au cours de la fabrication du mur. C'est pourquoi aucun contraste de phase n'est observé sur les images BSE au MEB du bas du mur P600V300Dm3 (Figure 77). Cette observation est également valable pour le mur P300V300Dm1.

En revanche, à partir d'un certain nombre de couches qui dépend des paramètres procédé utilisés, le substrat n'exerce plus son rôle majeur de pompage thermique et le mur rentre alors dans un régime quasi-stationnaire pour lequel la température de recuit devient indépendante du temps. Selon la valeur de cette température de recuit isotherme T_o^{isoth}, des changements de phase pourront ou non s'opérer.

Le faible contraste chimique observé dans la ZAT_1 (Figure 77) semble être le fait d'une microstructure composée majoritairement de la phase martensitique α' avec la présence de la phase alpha massive α_m aux joints de grains (chapitre 2). La phase α' et la phase α_m n'étant vraisemblablement pas formées à la même température, ces deux phases ne possèdent pas exactement la même composition chimique, ce qui expliquerait la présence d'un léger contraste chimique. Le centre du mur présente quant à lui une microstructure de type Widmanstattën composée de lattes de phase α bordées par un liseré de phase β. Toutefois, la composition et la fraction volumique des phases alpha et bêta sont différentes de celles de la microstructure biphasée à l'équilibre du fait des conditions de refroidissement rapides induites par le procédé. Le Tableau 20 synthétise les analyses EDS réalisées au MEB montrant la différence de composition

chimique des phases α et β de la partie centrale du mur P600V300Dm3 par rapport à la composition de ces mêmes phases dans un échantillon de TA6V laminé.

On note en outre dans ce mur P600V300Dm3 la présence de plages relativement étendues composées uniquement de phase alpha (plages sombres) ou bien uniquement de phase bêta (plages claires) (Figure 77).

Enfin, dans la zone d'interface entre la ZAT_1 et la ZAT_2, la microstructure est majoritairement de type $\alpha' + \alpha_m$ au même titre que celle de la ZAT_1. On note néanmoins la présence de longues aiguilles sombres d'une trentaine de microns qui semblent être de la phase alpha (Figure 77).

Le mur P300V300Dm1 de 50 couches présente majoritairement une microstructure α' quelle que soit l'altitude Z considérée. On observe néanmoins l'apparition d'un léger contraste de phase dans la partie centrale du mur, témoin de la présence des phases $\alpha+\beta$. Il semble donc que les recuits successifs soient moins efficaces dans le cas de la paramétrie P300V300Dm1 que dans le cas de la paramétrie P600V300Dm3, interdisant la déstabilisation de la phase martensitique α' du fait de conditions thermiques inappropriées, i.e. une température de recuit trop basse.

Des analyses de diffraction aux rayons X (DRX) ont été menées sur les murs P300V300Dm1 et P600V300Dm3 dans le sens parallèle (SL) et perpendiculaire (ST) aux couches. Ces essais révèlent que les murs sont texturés : les pics de diffraction ne présentent pas la même intensité selon que l'analyse soit effectuée dans le sens SL ou ST. Il est observé une série de pics correspondant à (Figure 75) :

- La phase α hexagonale de paramètres de maille a =2,923 Å et c= 4,666 Å qui est observée dans les deux murs,
- La phase β cubique de paramètre de maille a = 3.21 Å est observable uniquement dans le mur P600V300Dm3, ce qui semble indiquer que la phase bêta résiduelle est absente ou bien en trop faible quantité pour être détectée dans le mur P300V300Dm1 majoritairement α'.

Composition (wt.%)	**Ti**	**Al**	**V**	**Fe**	**Autres**
P600V300Dm3					
α	**90.50**	**6.33**	**3.17**	**-**	**-**
β	**84.09**	**4.77**	**6.99**	**1.62**	**Bal.**
P300V300Dm1					
α'	**90.21**	**5.62**	**4.16**	**-**	**-**
Substrat					
α	**90.78**	**5.95**	**3.27**	**-**	**-**
β	**73.28**	**1.91**	**21.69**	**3.1**	**-**

Tableau 20 - Comparaison de la composition des phases α et β présentes dans la partie centrale d' un mur projeté avec la paramétrie P600V300Dm3 et dans un échantillon de TA6V laminé (substrat). Composition de la phase α' dans le cas d'un mur projeté avec la paramétrie P300V300Dm1 (moyenne sur 3 pointés EDS pour chaque phase)

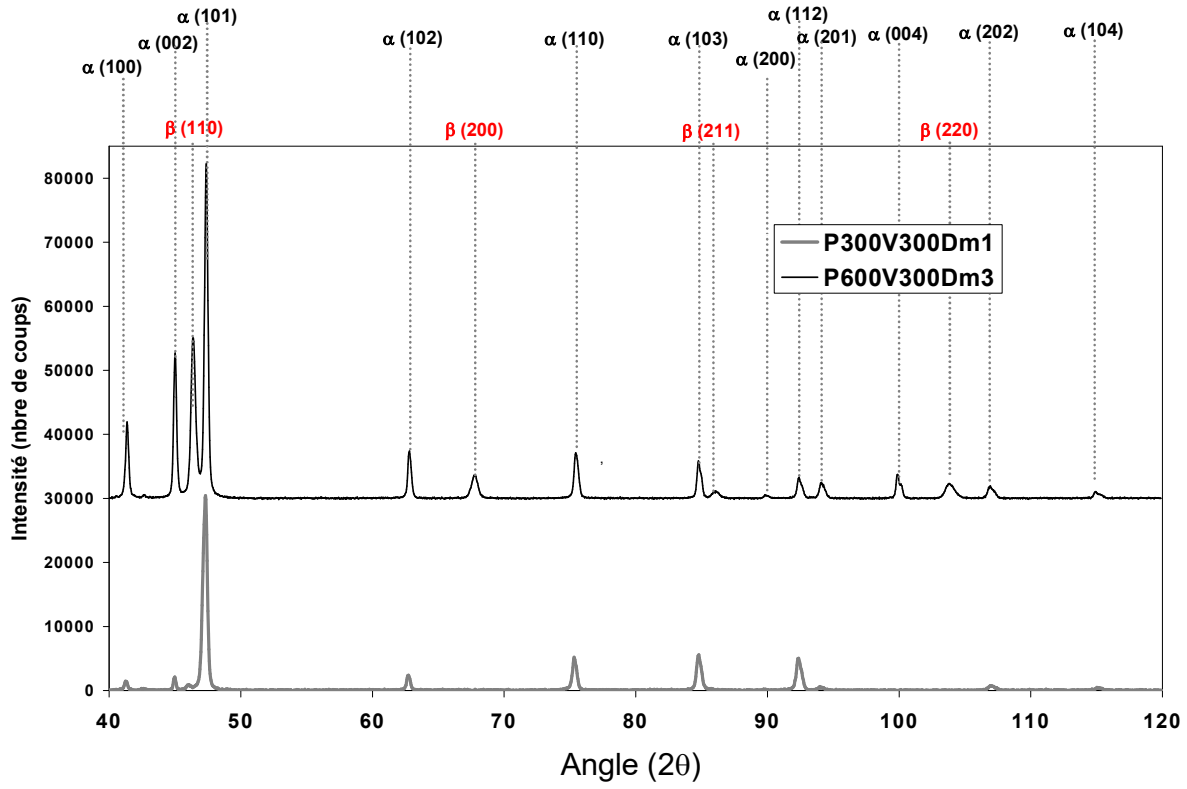
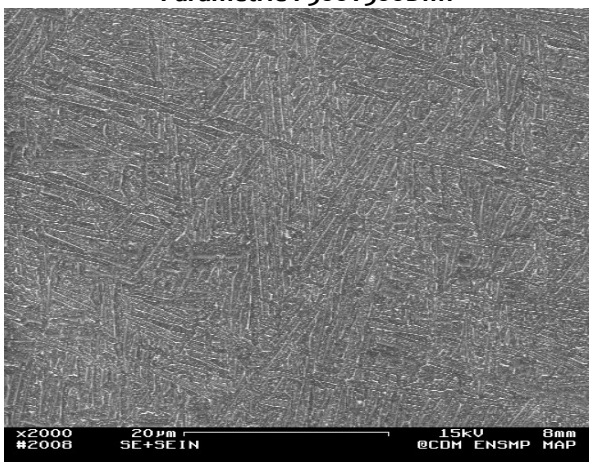
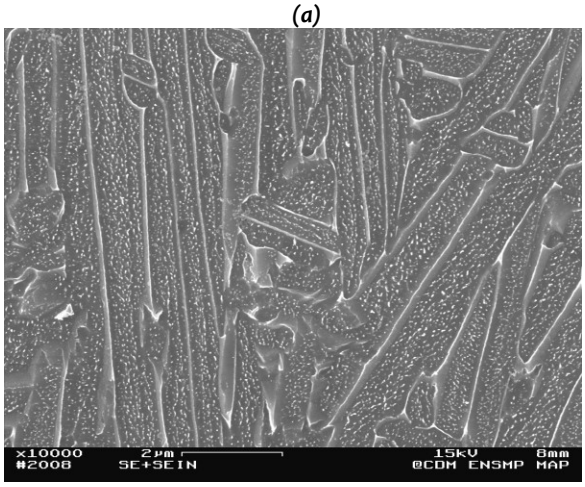


Figure 75 – Diagramme de diffraction aux rayons X dans la zone centrale des murs P300V300Dm1 et P600V300Dm3 en TA6V projeté (sens ST)

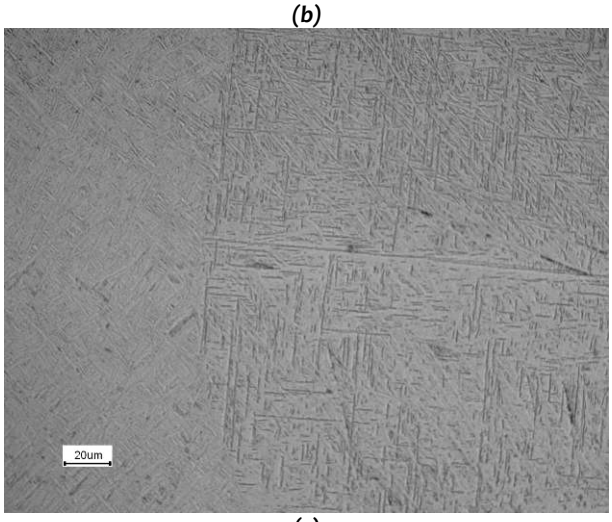
Paramétrie P300V300Dm1



(a)



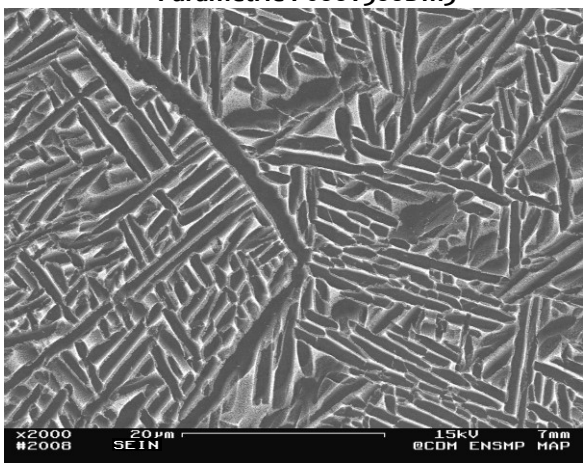
(b)



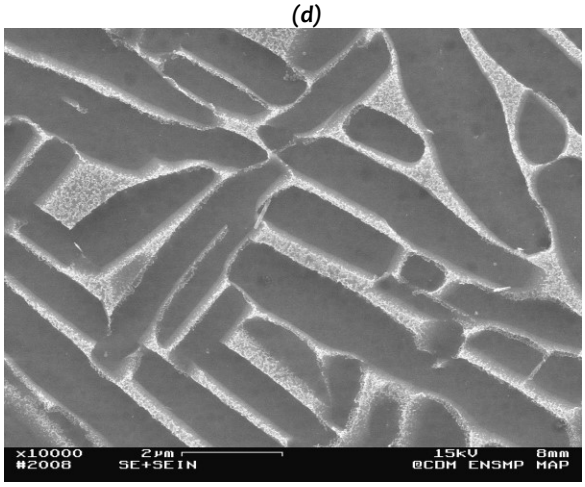
(c)

Image MEB-SE Gx2000 (a), Gx10000 (b) et image MO Gx50 (c) de la zone centrale d'un mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation, poli et attaqué au KROLL

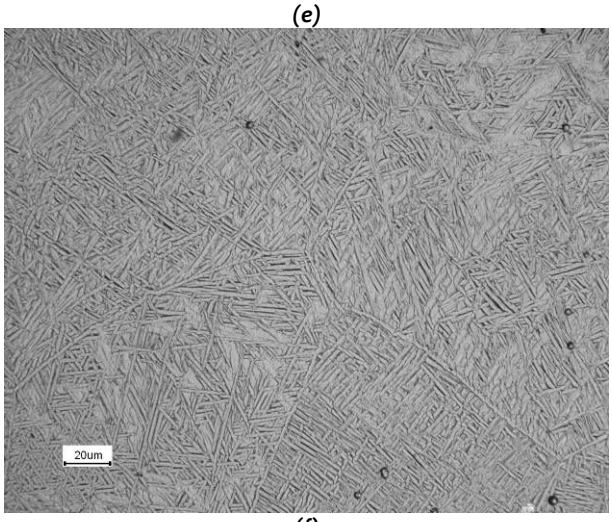
Paramétrie P600V300Dm3



(d)



(e)



(f)

Image MEB-SE Gx2000(d), Gx10000 (e) et image MO Gx50 (f) de la zone centrale d'un mur en TA6V P600V300Dm3 de 60 couches sans temporisation, poli et attaqué au KROLL

Figure 76 - Comparaison des microstructures de type α' (a, b et c) et $\alpha+\beta$ (d, e, f) observées dans la zone centrale des murs en TA6V obtenus en projection laser sur la machine Limoges

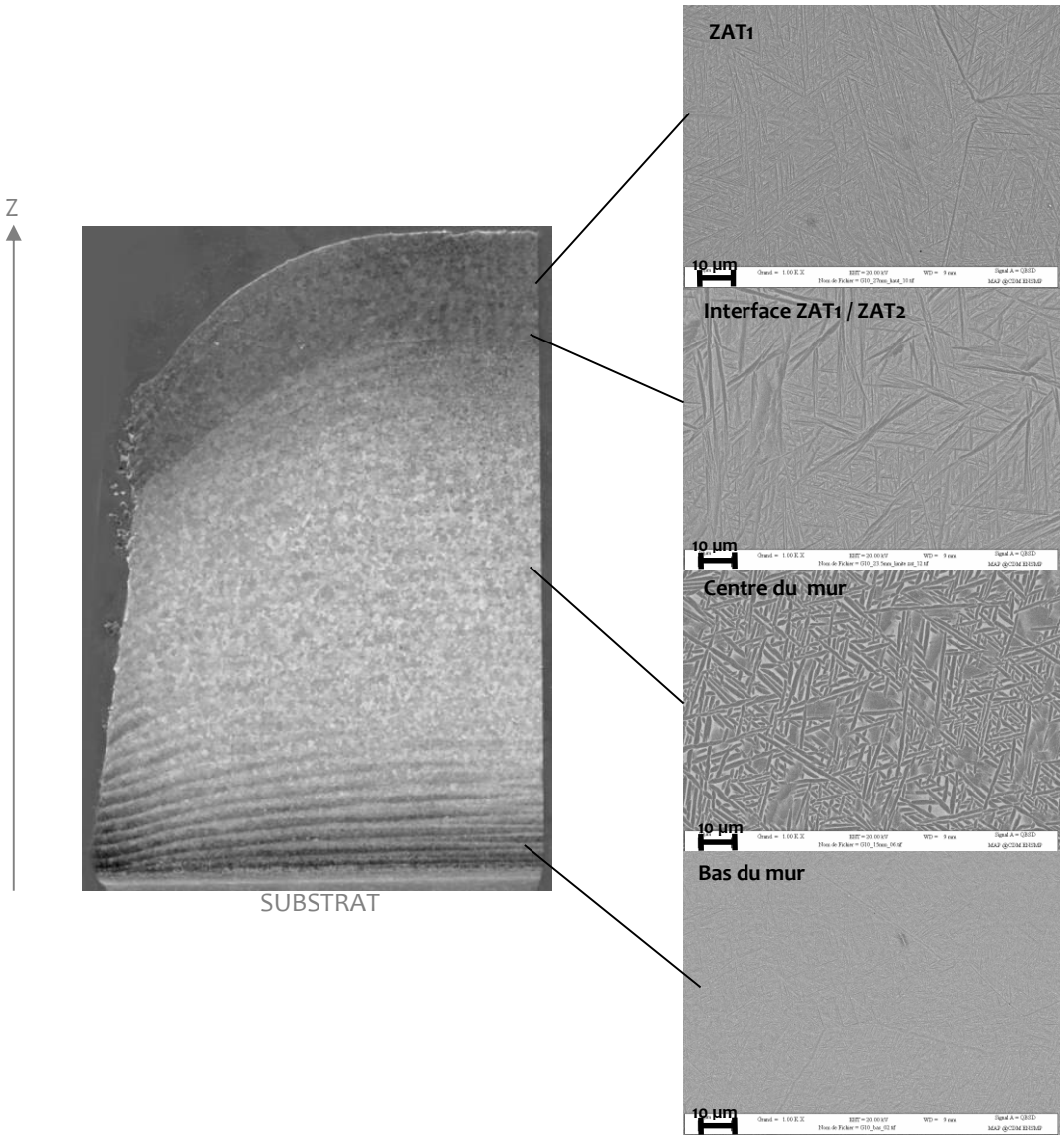


Figure 77 - Evolution de la microstructure (phases) selon la direction de construction Z i.e. en fonction de l'histoire thermique de la zone considérée : images BSE au MEB sur échantillon poli et non attaqué issu d'un mur en TA6V P600V300Dm3 de 60 couches sans temporisation

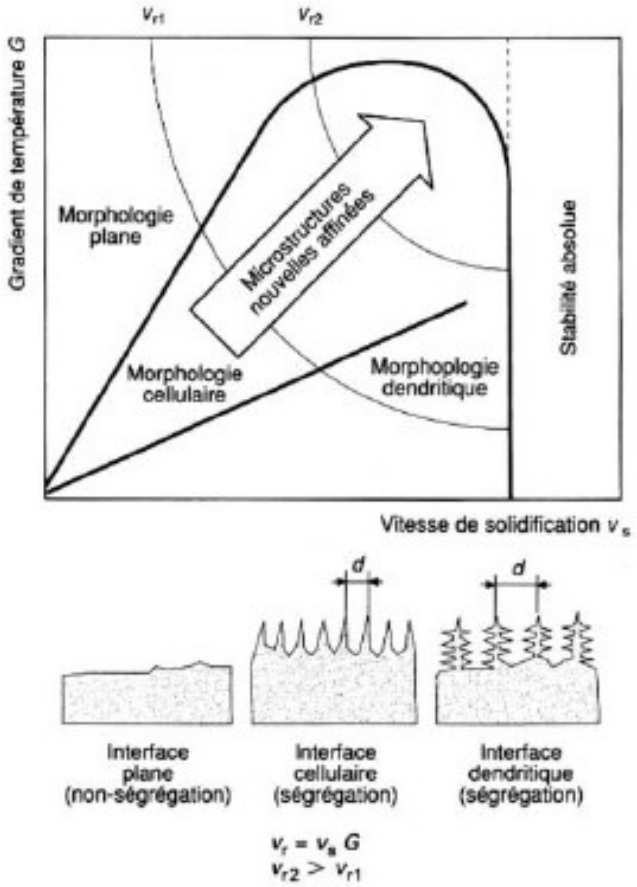


Figure 78 - Relation entre les morphologies de solidification, la vitesse de solidification V_s , le gradient de température G et la vitesse de refroidissement V_r [PAN93]

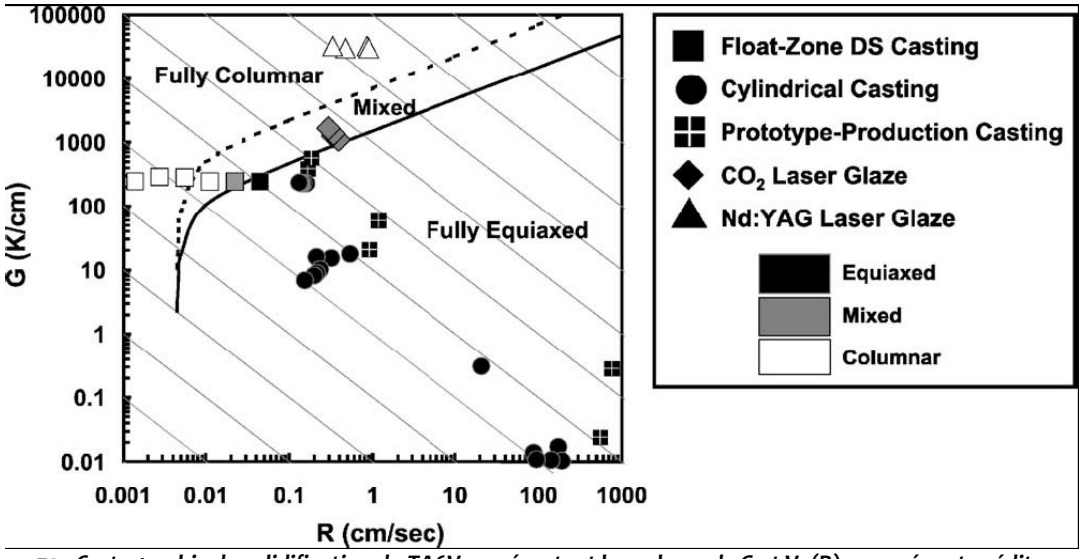


Figure 79 - Cartographie de solidification du TA6V représentant les valeurs de G et V_s (R) mesurées et prédites par la modélisation ainsi que la macrostructure associées en fonction du procédé considéré [KOB03]

Changements de phase intervenant dans le mur lors de sa construction

A partir de ces considérations métallurgiques et des températures relevées lors de l'instrumentation des murs en cours de projection, nous avons tenté d'expliquer cette évolution microstructurale suivant la direction Z de construction. La Figure 82 décrit les changements de phase intervenant lors de la construction du mur P300V300Dm1 d'une hauteur de cinquante couches :

- ***Lors de la chauffe***, c'est-à-dire lorsque la dernière couche N est en cours de déposition, la couche N-1 est entièrement refondue comme nous l'avons vu précédemment. Le volume liquide est donc constitué de deux couches. Tout ce volume liquide est porté au delà de la température de fusion du TA6V, soit au delà de 1660°C. L'instrumentation par pyrométrie ne permettant pas de déterminer précisément la température atteinte par le bain liquide, celle-ci a été obtenue grâce à la modélisation de la projection laser du TA6V par éléments finis menée par Arnaud LONGUET au Centre des Matériaux : elle se situe autour de 2200°C pour la paramétrie P300V300Dm1 [LON06]. Le temps pendant lequel ce volume reste liquide tout comme la dimension du bain dans la direction X de balayage ne sont pas connus de façon exacte. Nous avons préféré considérer que le volume refondu restait liquide pendant la déposition de la moitié de la dernière couche (soit sur une distance de 20 mm), ce qui est bien sûr inexacte mais présente l'avantage de simplifier le schéma explicatif de la Figure 82. En dessous de la zone refondue ZR, la partie du mur qui constitue la ZAT_1, est élevée à une température comprise entre la température de fusion et le transus bêta. Cette zone, constituée de 6 couches dans le cas de la paramétrie P300V300Dm1, est alors portée dans le domaine bêta. Il s'ensuit que la phase α' majoritairement présente dans la ZAT_1 va se transformer en phase β haute température ayant la composition nominale du TA6V. Au delà de la ZAT_1, il est observée une ZAT_2, zone dont la température est inférieure au transus bêta mais reste néanmoins supérieure à la température de recuit isotherme T0 (Figure 69 et Figure 82). Ce maintien à relativement haute température va induire une évolution microstructurale plus ou moins marqué de la ZAT_2. La microstructure hors d'équilibre va évoluer vers une microstructure proche de l'équilibre. Tant que la température de la ZAT_2 est suffisamment haute (i.e. supérieure à la température de déstabilisation de la phase α'), la phase martensitique α' se transforme en phases α et β. Nous avons vu dans le chapitre 2 que la phase martensitique commençait à se déstabiliser autour de 600-700°C. Les phases α et β initialement présentes dans la ZAT_2 évoluent en termes de fraction volumique et de composition vers celles d'équilibre au cours des recuits successifs. Le reste du mur étant à la température de recuit moins élevée que celle vue par la ZAT_2, il ne subit donc pas de modification microstructurale mais tout au plus un recuit de détensionnement qui permet de relaxer les contraintes résiduelles inhérentes à la projection laser.

- ***Lors du refroidissement***, c'est-à-dire lorsque la couche N est entièrement déposée et que le laser est éteint au niveau du point de rebroussement, le mur refroidit avec des vitesses variant, dans le cas de la paramétrie P300V300Dm1, autour de 900°C/s pour le volume liquide, de 300 à 70°C/s pour la ZAT_1 et environ 15°C/s pour la ZAT_2. Ces valeurs de vitesses de trempe et de refroidissement ont été déterminées pour la cinquantième couche par mesure de la pente au sommet des pics des courbes d'instrumentation par pyromètre IR présentées dans le paragraphe précédent. Nous avons vu dans le chapitre 2 qu'une vitesse de trempe supérieure à 410°C/s conduisait à une microstructure martensitique avec une faible proportion de phase bêta résiduelle. Pour une vitesse de trempe comprise entre 410 et 20 °C/s, la transformation massive de β a lieu, donnant naissance à la phase α_m. Enfin, pour des vitesses de trempe inférieures à 20°C/s, la microstructure de Widmanstätten est obtenue. Dans le cas du mur P300V300Dm1, le volume liquide, constitué des deux dernières couches N et N-1, est trempé de manière énergétique depuis 2200°C, ce qui conduit à l'établissement d'une microstructure majoritairement α' accompagnée d'une faible fraction volumique de phase bêta résiduelle difficilement détectable par DRX (Figure 75). La ZAT_1, zone portée au dessus de la température du transus β, est quant à elle trempée depuis le domaine β avec des vitesses de refroidissement plus lentes que pour le volume liquide, ce qui conduit à la formation d'une microstructure majoritairement α' avec vraisemblablement la présence de la phase α_m. Concernant la ZAT_2, la microstructure portée dans le haut du domaine $\alpha+\beta$ va subir un refroidissement avec des vitesses autour de 15°C/s, conduisant à la présence des phases α' et éventuellement α_m non transformées lors du recuit, ainsi que des phases α et β obtenues lors du refroidissement à 15°C/s de la phase bêta haute température présente dans le haut du domaine $\alpha+\beta$.

Cette explication est également valable pour le mur P600V300Dm3 bien que nous n'ayons pas réalisé toutes les instrumentations nécessaires à la mesure des températures et des vitesses de trempe des différentes zones métallurgiques.

Toutefois, la validation des changements de phase intervenant dans le mur lors de sa construction nécessiterait des analyses en microscopie en transmission de manière à confirmer la présence des phases α', α_m, α et β et statuer sur la présence éventuelle des phases α'', ω et α_2.

La formation de la phase α_2 -Ti_3Al intervient pour des teneurs en aluminium élevées [SER65]. Or, nous avons constaté lors des analyses EDS et WDS que certains des murs présentaient une teneur en aluminium plus faible que la composition nominale du TA6V, particulièrement ceux projetés avec une puissance laser élevée. Dans le cas des murs projetés sur la machine Optomec avec une puissance autour de 1000W (Paramétrie F, Figure 84), la teneur en aluminium quantifiée par EDS est de seulement 4 wt.% environ alors que la teneur en aluminium de la composition nominale est de 6wt.%. Il semble en effet que l'aluminium soit évaporé sous le faisceau laser étant donné sa température de vaporisation relativement basse (2519°C) par rapport aux éléments vanadium (3409°C) et titane (3285°C). Ce phénomène d'évaporation est également observé lors du soudage laser du TA6V [ROB07]. On peut donc supposer que cet appauvrissement en aluminium ne soit pas une condition favorable à la formation de la phase Ti_3Al. Notons néanmoins que la contamination en oxygène dissous tend à réduire la solubilité de l'aluminium dans l'alliage et donc favoriser la formation de phase α_2.

Profils de dureté

Les profils de dureté HV_{2kg} réalisés du bas vers le haut des murs P300V300Dm1 et P600V300Dm3 confirment l'influence des recuits cycliques sur la microstructure et l'occurrence de certains changements de phase s'opérant au cours de la construction de ces murs (Figure 80). En effet, la dureté apparaît d'abord constante dans les premières couches des deux murs puis diminue à mi-hauteur et enfin augmente au niveau de leur partie supérieure.

Les premières couches étant trempées, le bas du mur présente une microstructure α' dont la dureté est de l'ordre de 370 HV_{2kg} pour les deux paramétries considérées. A mesure que le nombre de couches croît, la température de recuit augmente et les recuits cycliques imposés par les passages successifs du laser vont faire évoluer la microstructure α' vers une microstructure $\alpha+\beta$.

Certains auteurs ont par ailleurs montré que la déstabilisation de la phase α' s'accompagnait d'une augmentation de la dureté [GIL96]. Néanmoins, nous avons vu au chapitre 2 que la dureté du TA6V était dépendante de nombreux facteurs tels que les contraintes résiduelles, la contamination en oxygène ou bien encore les vitesses de refroidissement. Ainsi, d'autres auteurs ont montré des résultats en désaccord à ceux de [GIL96], à savoir que la dureté était maximale après trempe depuis le domaine bêta puis diminuait lors des recuits ultérieurs qui font évoluer la martensite en phases α et β [JOV06, HAD77, KAH86].

Il paraît alors difficile de relier les variations de microdureté aux changements de phase tant la dureté des phases du TA6V est décrite de façon divergente dans la littérature. En revanche, il semble que les variations de dureté observées le long de l'axe Z de construction pourraient être liées à l'état de contraintes résiduelles du mur. La diminution de dureté observée dans la partie centrale des deux murs semble donc être le résultat des recuits qui détensionnent la microstructure et qui au vue de l'observation métallographique font vraisemblablement évoluer les phases instables vers des phases plus proches de l'équilibre. La dureté plus basse dans le centre du mur P600V300Dm3 comparée à celle du mur P300V300Dm1 montre que les recuits sont certainement plus efficaces dans le premier mur.

La partie supérieure du mur, qui est une zone trempée depuis les hautes températures, présente une microstructure majoritairement α' dans le cas des deux murs. Cette zone n'a pas subi de recuits de détensionnement des contraintes résiduelles puisqu'il s'agit de la dernière ZAT_1 créée. L'absence de recuits de détensionnement dans cette zone explique l'élévation de dureté observée sur les profils. La dureté maximale atteinte dans la partie haute du mur P300V300Dm1 ($410HV_{2kg}$) est légèrement plus grande que celle relevée dans le mur P600V300Dm3 ($400HV_{2kg}$). Etant donné que la dureté du TA6V est également liée aux vitesses de refroidissement, ceci peut peut-être s'expliquer par le fait que les vitesses de trempe sont

plus importantes dans le mur P300V300Dm1. En effet, les images BSE au MEB de la zone claire révèlent un léger contraste dans le cas du mur P600V300Dm3 (présence des phases α' et α_m) alors qu'aucun contraste chimique n'est observé dans le cas du mur P300V300Dm1 (présence uniquement de la phase α').

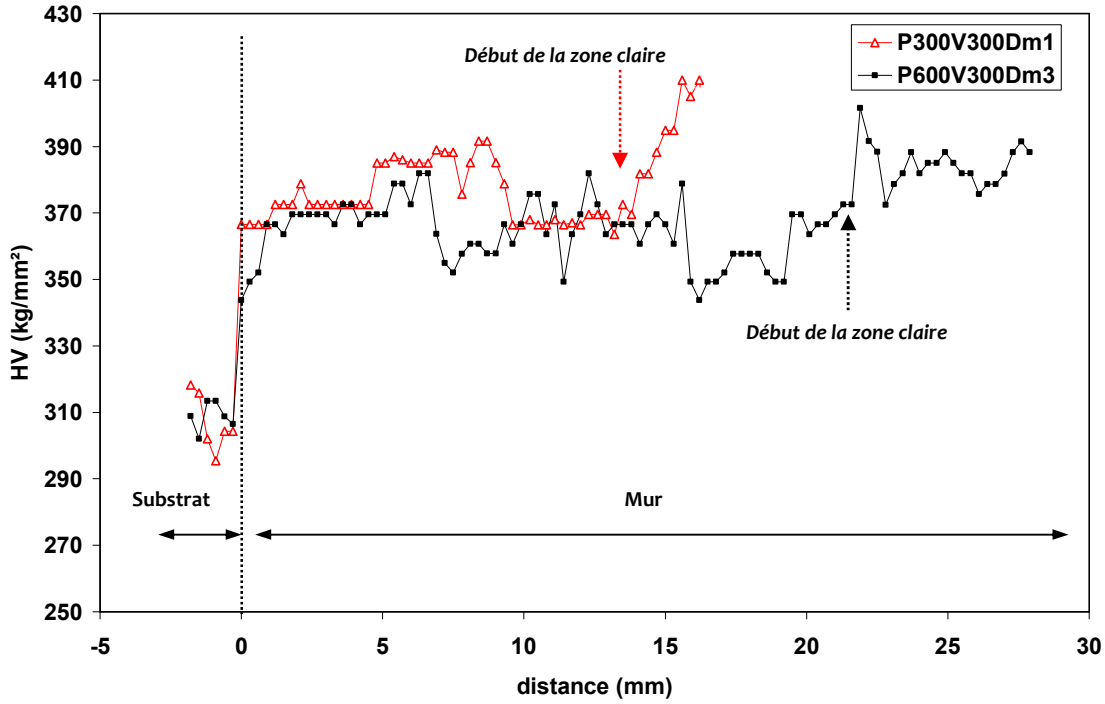


Figure 80 - Profils de dureté Vickers sous une charge de 2kg réalisés du substrat vers le haut des murs en TA6V de 60 couches de paramétrie P300V300Dm1 et P600V300Dm3 sans temporisation aux points de rebroussement

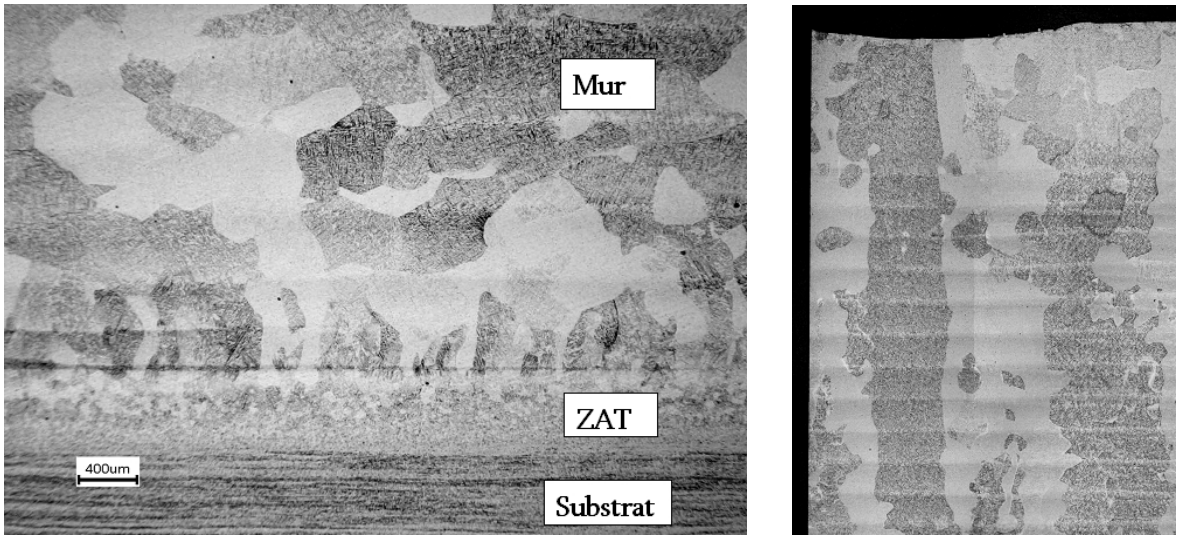


Figure 81 – Morphologie des grains du mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation : (a) croissance de petits grains au niveau de l'interface substrat/mur et formation d'une ZAT dans le substrat (b) grains colonnaires traversant plusieurs dizaines de couches (partie supérieure du mur)

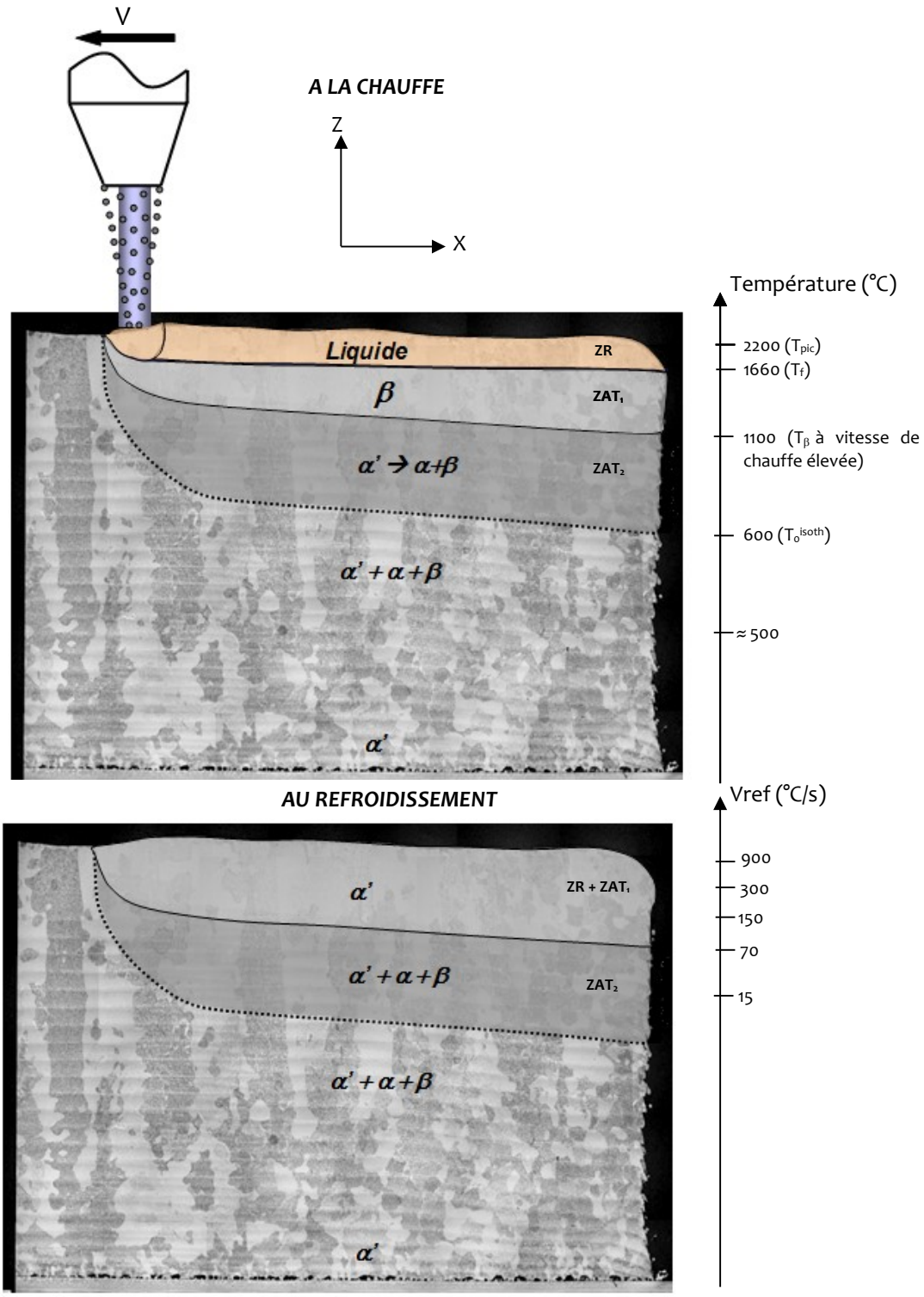


Figure 82 - Schéma explicatif des changements de phase intervenant dans le mur en TA6V P300V300Dm1 de 50 couches sans temporisation

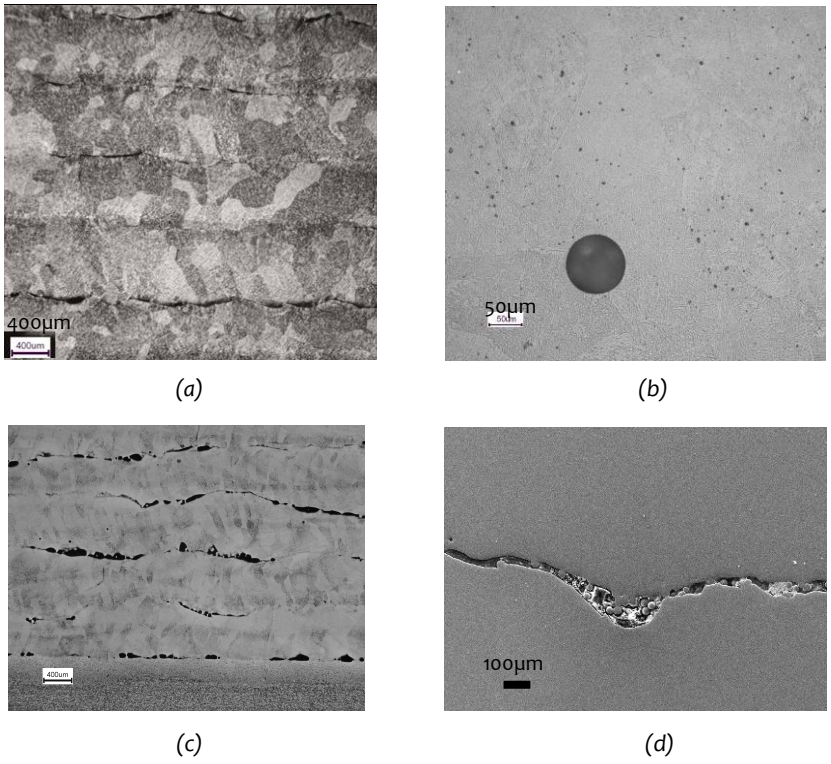
3.2.2.3 Défauts caractéristiques

Les murs projetés en TA6V peuvent présenter des défauts suite à leur fabrication aussi bien sur la machine Limoges que sur la machine industrielle Optomec. Tout d'abord au niveau de l'état de surface, les murs révèlent une oxydation superficielle d'autant plus marquée pour les murs obtenus sur la machine Limoges (Figure 84). En effet, la protection locale assurée par l'apport d'un flux de gaz protecteur (Hélium) au travers de la buse coaxiale dans le cas de la machine Limoges semble moins efficace vis à vis de l'oxydation superficielle que la protection globale (Argon) mise en œuvre dans le cas de la machine Optomec via l'enceinte de protection. D'autre part, même pour une paramétrie optimisée, les murs possèdent une rugosité relativement importante : elle est comprise entre 17 et 64 µm pour Ra et entre 141 et 421 µm pour Rt dans la gamme paramétrique étudiée (chapitre 5).

Les coupes métallographiques révèlent des porosités sphériques de quelques microns à 500 µm environ (Figure 83 b). Ces porosités ont vraisemblablement pour origine le piégeage de gaz lors de la déposition des couches. Ce gaz occlus peut provenir soit du gaz protecteur ou porteur, soit de la poudre elle-même [WU03, KOB00] bien que nous n'ayons pas observé de porosités dans les poudres à partir de coupes métallographiques (chapitre 2). Pour certaines paramétries, on observe un manque d'adhésion entre couches avec parfois la présence de poudres non fondues qui traduit l'absence ou l'insuffisance de zone refondue entre deux couches successives (Figure 83 a). Cette observation a par ailleurs été relatée dans la littérature [KOB00]. Il est parfois observé un manque d'adhésion entre le substrat et la première couche du mur (Figure 83 c). Nous avons constaté lors des essais de projection laser que l'adhésion de la première couche peut être nettement améliorée par un sablage du substrat. Cette intervention permet d'une part de rendre mat le substrat, limitant ainsi la réflexion du faisceau laser, et d'autre part de créer une rugosité de surface. Ces deux paramètres semblent jouer un rôle dans l'amélioration de l'adhésion de la première couche. Certains auteurs préconisent un pré-chauffage du substrat pour améliorer l'adhésion de la première couche [QIA05].

Les mesures de dureté réalisées sur les coupes métallographiques des optima de projection indiquent une dureté constante d'environ 370HV_{2kg} dans la partie centrale du mur quels que soient les paramètres procédé utilisés bien que nous ayons noté une variation de la nature et de la proportion des phases en présence (Tableau 22). Comme nous l'avons déjà évoqué, la dureté du TA6V est extrêmement sensible à divers facteurs. Il semble donc difficile de relier la valeur de la dureté à la nature des phases bien que la forme du profil de dureté du bas vers le haut du mur renseigne sur une évolution de la microstructure ayant eu lieu lors de sa fabrication. En effet, la dureté du TA6V est davantage guidée par l'état des contraintes résiduelles, les vitesses de trempe ou bien le taux d'oxygène en solution solide dans le matériau.

Des mesures du taux d'oxygène contenu dans les murs obtenus par fabrication directe (DMD et SLM) ont été réalisées par fusion réductrice avec détection infra-rouge (Tableau 21). Celles-ci montrent tout d'abord, à la dispersion de la mesure près, que le taux d'oxygène résiduel est quasiment deux fois supérieur dans le cas des murs réalisés avec la machine Limoges par rapport à ceux réalisés avec la machine Optomec. Il semble donc que la protection globale via l'enceinte de la machine Optomec soit plus efficace vis à vis de la contamination en oxygène que la protection locale par apport de gaz neutre au travers de la buse installée sur la machine Limoges. En effet, le taux d'oxygène résiduel de 1410 ppm, qui est du même ordre de grandeur que celui de la poudre utilisée pour la construction de l'échantillon avec la machine Optomec, est au deçà de la limite acceptable pour les applications aéronautiques comprise entre 1600 et 2000 ppm [EYL90].



(a) (b)

(c) (d)

Figure 83 – Type de défaut rencontrés dans le TA6V projeté laser : micrographie optique (a) d'un mur P350V200Dm7 sur machine Limoges présentant un manque de liaison entre couches, (b) micro et macro porosités liées à des gaz occlus observées dans le mur P600V300Dm3 sur machine Limoges, (c) manque d'adhésion au niveau de l'interface substrat/mur de l'âme en TA6V (chapitre 7), (d) manques de fusion entre couches avec présence de poudres non fondues d'un mur P200V100Dm1 sur machine Limoges

Procédé	**Projection laser (DMD)**	**Projection laser (DMD)**	**Fusion Laser (SLM)**	**Fusion FE (EBM ARCAM)**	**Poudre brute de réception utilisée pour la projection laser**
Protection	**Protection locale**	**Protection globale**	**Protection globale**	**Protection globale**	
Gaz	**Helium**	**Argon**	**Argon**	**vide secondaire**	
Machine	**Limoges Gérailp**	**Optomec Gérailp**	**Machine Trumpf CLFA**	**ARCAM**	
[O] (ppm)	**2685**	**1410**	**1540**	**1650**	**1810**
Dureté	**383 ± 10 HV_{2kg}**	**333 ± 10 HV_{2kg}**	**348 ± 3 HV_{2kg}**	**365 ± 7 HV_{2kg}**	**398± 21 $HV_{0,025\ kg}$**

Tableau 21 – Taux d'oxygène (analyse par fusion réductrice suivie d'une détection par I R) présent dans les échantillons en TA6V obtenus par projection laser, fusion laser et fusion par faisceaux d'électrons ainsi que dans la poudre utilisée pour la fabrication des échantillons projetés - Influence de la contamination en oxygène sur la dureté HV_{2kg}

3.2.2.4 Sélection des optima de projection

Suite à l'étude paramétrique de la projection laser (chapitre 5), nous avons sélectionné quatre optima de projection sur la machine Limoges correspondant à des microstructures caractéristiques obtenues par ce procédé qui diffèrent de par leur taille et forme de grains et la nature des phases en présence (Figure 84). Nous avons également sélectionné deux paramétries sur la machine Optomec. Ces six paramétries, construites avec un temps de temporisation optimisé aux points de rebroussement de 2 secondes pour la machine Limoges et sans temporisation pour la machine Optomec, sont les suivantes :

- **Condition A** : *P=350 W, V=800 mm/min, Dm=3 g/min, machine Limoges*. Le mur obtenu dans cette paramétrie présente des grains équiaxes sur le premier centimètre puis des grains colonnaires dans le reste du mur. Les grains colonnaires peuvent atteindre 1 mm de large et plus de 20 mm de long. La microstructure est majoritairement α' car nous n'observons aucun contraste chimique au MEB du bas du mur jusqu'à la dernière ZAT. Ainsi, les vitesses de trempe sont suffisamment rapides pour engendrer une microstructure martensitique et les recuits semblent peu efficaces pour la déstabiliser vraisemblablement du fait d'une trop faible température de ZAT_2 (inférieure à 600-700 °C, température de déstabilisation de la phase martensitique).

- **Condition B** : *P=200 W, V=400 mm/min, Dm=1 g/min, machine Limoges*. Le mur présente des grains plutôt équiaxes qui sont néanmoins légèrement orientés selon la direction de construction au niveau du bas du mur. Compte tenu de leur relative faible taille, les grains ont été considérés comme étant équiaxes dans la suite de l'étude. La microstructure est majoritairement α' du bas du mur jusqu'à la dernière ZAT du fait des vitesses de trempe rapides et des recuits inefficaces.

- **Condition C** : *P=500 W, V=400 mm/min, Dm=1 g/min, machine Limoges*. Le mur présente de gros grains colonnaires pouvant atteindre jusqu'à 3 mm de large et 40 mm de long. La microstructure est majoritairement α+β du bas du mur jusqu'au haut du mur. Dans cette paramétrie, les vitesses de trempe semblent suffisamment lentes pour engendrer une microstructure majoritairement α+β dans l'ensemble du mur. Les recuits successifs se font suffisamment hauts en température pour que cette microstructure évolue vers celle d'équilibre. Le contraste de phase est d'ailleurs plus prononcé dans la partie centrale du mur qu'au niveau du bas et de la dernière ZAT_1 du mur.

- **Condition D** : *P=350 W, V=400 mm/min, Dm=3 g/min, machine Limoges*. Les grains sont tout d'abord colonnaires dans les deux premiers centimètres puis équiaxes dans le reste du mur. Les grains équiaxes ont une dimension de 400 µm environ. La microstructure est majoritairement α+β du centre jusqu'au haut du mur. Cette microstructure biphasée a pour origine une vitesse de trempe suffisamment lente et des recuits efficaces. En revanche, le bas du mur présente une microstructure martensitique du fait du pouvoir dissipateur de calories du substrat : les vitesses de trempe y sont rapides et les recuits restent inefficaces.

- **Condition E** : *P=550 W, V=1016 mm/min, Dm=7,7 g/min, machine Optomec*. Ce mur, contrairement aux murs A, B, C, D et F qui sont constitués d'un empilement de monocordons, est réalisé avec une stratégie de construction constituée d'un contour et d'un remplissage (multicordon). Le remplissage de l'enveloppe par un cordon conduit à la juxtaposition de trois cordons avec un taux de recouvrement de 25 % (voir définition au chapitre 7), soit un recouvrement d'un quart de la largeur du cordon précédent. Les grains sont colonnaires, relativement peu larges (environ 200 µm au maximum) et peuvent traverser les couches sur plusieurs centimètres. On note également que les grains s'inclinent successivement vers la gauche ou vers la droite selon le sens de balayage, ce qui laisse présager d'une orientation du gradient thermique fonction du sens de balayage de la couche. La microstructure est majoritairement α' pour les mêmes raisons évoquées pour les murs A et B.

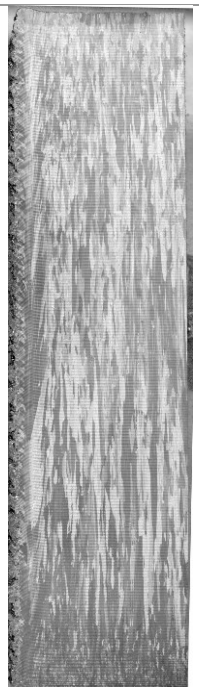
- **Condition F** : *P=950 W, V=1016 mm/min, Dm=18 g/min, machine Optomec*. Les grains sont équiaxes et relativement fins (400 µm au maximum). La microstructure est majoritairement α+β excepté au niveau de la dernière ZAT_1 qui présente une microstructure martensitique α'. Dans cette paramétrie, les vitesses de refroidissement sont en effet suffisamment élevées pour générer la formation de la microstructure martensitique. Cependant, les recuits successifs entraînent la transformation de cette phase α' en une microstructure biphasée α+β.

Rappelons que les microstructures du TA6V obtenues par projection laser sont le plus souvent hypertrempées. Par ailleurs, pour certaines paramétries (C, D et F), un contraste chimique est observé au MEB et semble indiquer que les phases α et β cœxistent avec la phase α'. Les phases α et β apparaissent suite à des recuits successifs et efficaces des couches précédemment déposées conduisant à la déstabilisation de la phase α' (cas du mur D) ou bien suite à une vitesse de trempe

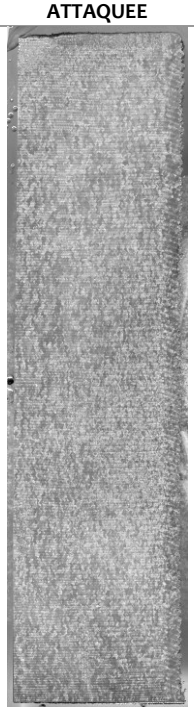
suffisamment lente pour permettre leur germination lors du refroidissement des couches (cas du mur C).

Cette variété de microstructures est révélatrice de l'influence des paramètres procédé sur l'histoire thermique du mur en construction (notamment sur le gradient thermique noté G) ainsi que sur la dimension des différentes zones métallurgiques (ZAT_1, ZAT_2 et ZR) créées lors de la déposition d'une couche. Nous essayerons de comprendre plus en détails l'influence des paramètres procédé sur la microstructure dans le chapitre 5.

Le Tableau 22 présente les caractéristiques métallurgiques des murs A à F, notamment les dimensions de leurs différentes zones métallurgiques en fonction de la paramétrie. Pour les paramétries A et D, les murs présentent des morphologies de grains différentes dans la direction de construction. Pour le mur A, des grains équiaxes se forment au niveau de l'interface mur/substrat puis deviennent colonnaires dans le reste du mur. La température atteinte dans le bas du mur ne semble donc pas suffisante pour assurer une zone refondue entre couches qui permette la re-fusion du sommet des grains et donc leur croissance colonnaire dans le sens du gradient thermique. Lorsque le nombre de couches augmente, la température de recuit qui s'établit dans le mur augmente également, ce qui facilite la création d'une zone refondue conséquente entre couches nécessaire à la re-fusion du sommet des grains et donc à leur croissance colonnaire. De plus, la chaleur évacuée via le substrat par conduction est plus importante que celle dissipée via le milieu environnant par convection et rayonnement, ce qui conduit à la formation d'un gradient thermique perpendiculairement au substrat selon lequel les grains vont croître. Pour le mur D en revanche, les conditions de croissance colonnaire des grains sont réunies en ce qui concerne les premières couches, à savoir un gradient thermique marqué dans la direction de construction induit par le pompage thermique du substrat ainsi qu'une zone refondue conséquente entre couches. Au delà des deux premiers centimètres, les grains deviennent équiaxes. Ceci peut s'expliquer par le fait que le gradient thermique au sein du mur n'est plus suffisamment fort pour permettre une croissance colonnaire des grains du fait que le pompage thermique imposé par le substrat n'est plus assez efficace à partir d'un certain nombre de couches projetées.

Paramétrie A	P350V800Dm3	LIMOGES	monocordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT *colonnaire*	ZAT α'
		MILIEU *colonnaire*	MILIEU α'
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR *équiaxe*	BAS α'

a – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon la paramétrie A

Paramétrie B	P200V400Dm1	LIMOGES	monocordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT *équiaxe*	ZAT α'
		MILIEU *équiaxe*	MILIEU α'
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR *équiaxe*	BAS α'

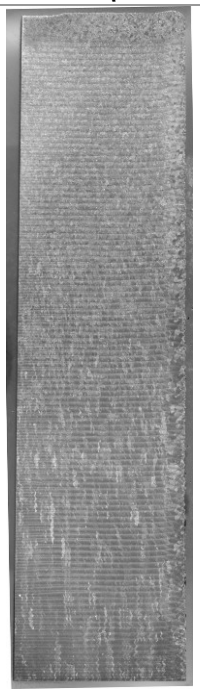
b – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon la paramétrie B

Paramétrie C	P500V400Dm1	LIMOGES	monocordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT *colonnaire*	ZAT $\alpha+\beta+\alpha'$
		MILIEU *colonnaire*	MILIEU $\alpha+\beta+\alpha'$
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR *colonnaire*	BAS $\alpha+\beta+\alpha'$

Z

1 cm

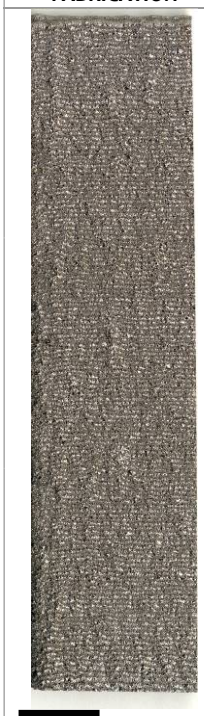
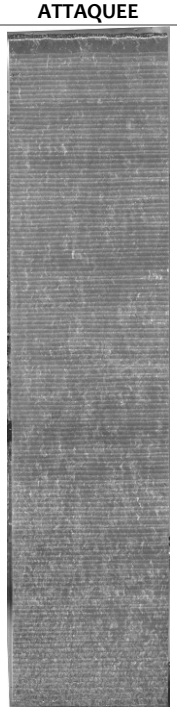
c – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon la paramétrie C

Paramétrie D	P350V400Dm3	LIMOGES	monocordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT *équiaxe*	ZAT $\alpha+\beta+\alpha'$
		MILIEU *équiaxe*	MILIEU $\alpha+\beta+\alpha'$
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR *colonnaire*	BAS α'

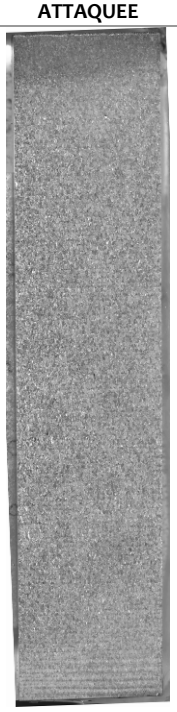
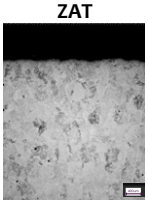
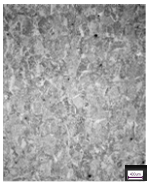
Z

1 cm

d – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon la paramétrie D

Paramétrie E	P550V1016Dm7,7	OPTOMEC	multicordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT colonnaire	ZAT α'
		MILIEU colonnaire	MILIEU α'
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR colonnaire	BAS α'

e – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon paramétrie E

Paramétrie F	P950V1016Dm18	OPTOMEC	monocordon
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT  équiaxe	ZAT α'
		MILIEU  équiaxe	MILIEU α+β+α'
		INTERFACE SUBSTRAT/MUR équiaxe	BAS α+β+α'

f – Demi-mur en TA6V de 80 mm de haut projeté selon la paramétrie F

Figure 84 – Microstructure des six paramétries sélectionnées en projection laser pour le TA6V : A, B, C, D pour la machine Limoges ; E et F pour la machine Optomec

Paramétrie	A P350V800Dm3 Monocordon	B P200V400Dm1 Monocordon	C P500V400Dm1 Monocordon	D P350V400Dm3 Monocordon	E P550V1016Dm7.7 Multicordon	F P950V1016Dm18 Monocordon
Microstructure	**Colonnaire α'**	**Equiaxe α'**	**Colonnaire α+β**	**Equiaxe α+β**	**Colonnaire α'**	**Equiaxe α+β**
Hauteur totale de la zone claire : ZAT_1 +ZR+dernière couche	**1322 µm = 7,3 Happ**	**2131 µm = 6,6 Happ**	**2734 µm = 15,9 Happ**	**3978 µm = 11,5 Happ**	**1622 µm= 3 Happ**	**5613 µm = 9,6 Happ**
Hauteur de la zone affectée thermiquement ZAT1 H_{ZAT1} (mm)	**762 µm = 4,2 Happ**	**1766 µm = 5,5 Happ**	**1720 µm = 10 Happ**	**3282 µm = 9,5 Happ**	**676 µm = 1,2 Happ**	**4701 µm = 8 Happ**
Hauteur de la zone refondue ZR H_{ZR} (mm)	**379 µm = 2,1 Happ**	**46 µm = 0,15 Happ**	**842 µm = 4,9 Happ**	**353 µm = 1 Happ**	**413 µm = 0,8 Happ**	**328 µm= 0,6 Happ**
Surface latérale du dernier bain liquide Slat (mm^2)	**0,509**	**0,253**	**1.79**	**0.968**	**Non visible**	**Non visible**
Surface supérieure du dernier bain liquide Ssup (mm^2)	**2,115**	**1,451**	**5,52**	**2,86**	**Non visible**	**Non visible**
Rugosité Ra (µm)	**17**	**20**	**29**	**20**	**-**	**-**
Rugosité Rt (µm)	**141**	**176**	**249**	**181**	**-**	**-**
Dureté HV2kg	**383**	**370**	**383**	**371**	**334 ± 8**	**333 ± 10**
ΔZ (µm)	**180**	**320**	**170**	**350**	**560**	**560**
Happ (µm)	**181**	**319**	**172**	**343**	**533**	**584**
eapp (mm)	**1,7**	**1,5**	**2,4**	**2**	**4,4**	**2,9**
Rendement massique Rm (%)	**35**	**78**	**73**	**38**	**23**	**38**
Vitesse de construction $V_{const.}$ (mm/min) pour une largeur de mur de 40mm, temporisations comprises	**2,17**	**2,39**	**1,29**	**2,57**	**7,33**	**8,03**
Température de recuit dans le régime quasi-stationnaire To (instrumentation pyromètre IR)	**530°C**	**440°C**	**650°C**	**550°C**	**Non instrumenté**	**Non instrumenté**
Température maximale atteinte par le bain liquide (instrumentation pyromètre IR)	**1412°C**	**1480°C**	**1725°C**	**1400°C**	**Non instrumenté**	**Non instrumenté**

Tableau 22 – Récapitulatif des caractéristiques métallurgiques des optima de projection en TA6V

3.2.3 ANALYSE METALLURGIQUE DES MURS PROJETES EN INCONEL 718

3.2.3.1 Microstructure

L'étude paramétrique menée sur l'Inconel 718 a été plus succincte que celle réalisée sur le TA6V (chapitre 5). Nous avons néanmoins sélectionné deux optima de projection pour la machine Limoges (G et H) et deux optima pour la machine Optomec (I et J).

Les murs en Inconel 718 présentent au même titre que les murs en TA6V des indices métallurgiques à savoir une ZAT_1, une ZAT_2 et une zone refondue ZR. Les coupes métallographiques révèlent des lignes curvilignes (cas du mur G) ou plus rectilignes (cas du mur H) qui semblent être la trace des ZAT_1 (Figure 85).

Les microstructures rencontrées sont toujours de type dendritique colonnaire ou équiaxe. La microstructure dendritique est générée par des vitesses de refroidissement élevées, la taille de la microstructure étant directement liée à la vitesse de refroidissement [BLA05, PAU07, JAN05]. Elle est le résultat de ségrégations chimiques inhérentes à la solidification hors d'équilibre. La microstructure cellulaire, parfois observée dans la littérature en projection laser, est obtenue pour des vitesses de refroidissement plus faibles [PAU07] (Figure 78).

Du fait des structures trempées obtenues en projection laser, les grains sont difficilement révélés par les attaques chimiques et sont de fait peu visibles sur les coupes métallographiques, que ce soit au MO ou bien au MEB. Ceux-ci pourraient être révélés davantage par analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction) [BLA05, PIN06]. D'une façon générale, il semble que les grains de l'Inconel 718 obtenus par projection laser soient préférentiellement équiaxes contrairement au TA6V qui forme aisément des structures à grains colonnaires. Ce phénomène peut s'expliquer par la différence de conductivité thermique entre les deux matériaux à l'origine de vitesses de refroidissement plus importantes dans le cas de l'Inconel 718, limitant alors la croissance colonnaire des grains selon le gradient thermique [BLA05].

La microstructure de l'Inconel 718 projeté laser est constitué de dendrites gamma et d'un liquide interdendritique. La ségrégation chimique induite lors de la solidification des dendrites γ génère la formation de plusieurs phases dans le liquide interdendritique. Il s'agit d'une part des phases de Laves qui peuvent être de morphologie globulaire ou eutectique, des carbures riches en titane et en niobium (Nb, Ti)C et des carbonitrures vraisemblablement de type (Nb, Ti)NC reconnaissables par leur forme pentagonale avec un germe (oxyde) plus sombre au centre (Figure 86). Les phases de Laves sont relativement fines (quelques microns) comparées aux phases de Laves rencontrées en fonderie (quelques dizaines de microns) [BAE86, RAD88]. Elles sont de morphologie eutectique dans le mur G (Figure 86 a) et de morphologie globulaire dans le mur H (Figure 86 b). Elles sont toujours entourées d'une matrice enrichie en niobium par rapport au reste de la matrice (Tableau 24 et Figure 86 a). Il semble que cette zone soit le témoin du phénomène de liquation qui intervient lors des recuits en température imposés par le cyclage thermique induit par la déposition successive des couches. En effet, d'après les instrumentations de mesure de température menées lors de la projection des murs en Inconel 718, la température au niveau du bain liquide et de la ZAT_1 dépasse la température de solvus des phases de Laves estimée à environ 1160°C (chapitre 2). Les phases de Laves sont donc fusionnées avec une partie de la matrice alentour. Au refroidissement, le volume de liquide formé se solidifie et les phases de Laves précipitent à nouveau. On peut parfois distinguer autour des phases de Laves la précipitation d'une phase aiguillée très fine qui semble être la phase delta (Figure 87), conformément aux observations d'autres auteurs [BAE86, HUA96].

Il n'a pas été observé d'évolution microstructurale notable le long de l'axe Z en termes de composition et de proportion des phases de Laves, des carbures et des carbonitrures. Il n'en n'est pas de même pour les précipités durcissants. La dureté relativement basse des murs projetés en Inconel 718 comparée à celle du matériau conventionnel (environ 400 HV) laisse supposer que la précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' est faible (Figure 89). Ainsi le mur de paramétrie H présente une dureté moyenne de 262 ± 10 HV_{2kg} contre 237 ± 10 HV_{2kg} pour le mur de paramétrie G. A l'instar du soudage laser, les vitesses de refroidissement engendrées par le procédé de projection laser semblent suffisamment élevées pour limiter voire éviter la formation des phases durcissantes [DAH93, JAN05]. Néanmoins, les recuits induits par la déposition successive des couches tendent à faire précipiter ces phases bien que les temps de maintien soient faibles comparés à leur cinétique de précipitation. En effet, la dureté tend à augmenter légèrement

le long de l'axe de construction du mur. De plus, le haut du mur, qui est une zone qui n'a pas ou peu subi de recuits, présente une dureté plus faible que le reste du mur : celle-ci est en moyenne de 224 ± 8 HV_{2kg} pour le mur H et de 211 ± 10 HV_{2kg} pour le mur G. Ceci montre bien que les recuits successifs provoquent la précipitation en faible quantité des phases durcissantes. Ces recuits semblent par ailleurs un peu plus efficaces dans le cas du mur H qui présente une différence de dureté plus importante entre le haut du mur et le reste du mur que celle observée dans le cas du mur G.

Les analyses WDS menées sur les murs G et H confirment la présence des phases de Laves et des carbures de titane et niobium. Les cartographies RX (Figure 88) montrent clairement la ségrégation chimique de l'Inconel 718 projeté qui se matérialise par un enrichissement en niobium, titane, molybdène et silicium au niveau de l'espace interdendritique, c'est-à-dire au niveau des phases de Laves. Les phases de Laves de formule chimique $(Ni,Cr,Fe)_2(Nb,Mo,Ti)$ sont en effet enrichies en Nb, Mo, Ti et appauvries en Ni, Cr, Fe par rapport à la matrice γ (chapitre 2). La cartographie RX de l'élément titane montre une fine précipitation de nodules sphériques riches en titane. Cet enrichissement est bien souvent couplé à un accroissement en niobium. Des pointés WDS dans ces précipités ont permis de déterminer de façon qualitative les éléments en présence : les précipités sont riches en titane, niobium et carbone. Il s'agit vraisemblablement de carbures primaires de type (Ti, Nb)C. La taille de ces carbures étant inférieure au volume d'analyse de la microsonde (environ $1\mu m^3$), il n'est pas possible d'établir de façon quantitative leur composition par cette technique.

Des essais de diffraction aux rayons X ont été effectués au centre des murs G et H avec un balayage dans le sens de l'axe de construction Z (ST) et perpendiculaire à l'axe Z (SL). Ces essais révèlent que certains murs sont texturés : les pics de diffraction ne présentent pas la même intensité selon que l'analyse soit effectuée dans le sens SL ou ST. Le diagramme DRX dans le sens ST révèle la présence majoritaire de la phase γ cubique à face centrée dont le paramètre de maille a est de 3,6 Å (Figure 90). Un élargissement vers la gauche des pics aux grands angles montre la présence d'une phase cubique à face centrée dont les paramètres de maille sont très proches de ceux de la matrice γ. Il semble qu'il s'agisse de la matrice γ enrichie en solutés située autour des phases de Laves, re-fondue lors du phénomène de liquation engendrée par les recuits successifs, dont la composition, et donc les paramètres de maille sont légèrement différents de ceux de la matrice du cœur des dendrites. Il est également observé une série de pics de diffraction de faible intensité inhérents aux phases de Laves de type Fe_2Nb et de paramètres de maille a =4,81 Å et c=7,84 Å. On note par ailleurs la présence d'un pic de faible intensité relatif aux carbures primaires (Nb, Ti)C de structure cubique. Il n'a pas été observé de pics de diffraction relatifs aux phases durcissantes γ' et γ'' : celles-ci sont vraisemblablement absentes ou tout du moins en quantité insuffisante pour être détectables. La forte texture du mur H (orientation des dendrites dans le sens de la construction Z) explique le non respect de l'intensité des pics de diffraction vis à vis de celle d'une matrice γ non texturée. En revanche, l'intensité des pics de diffraction des murs G et de celui obtenu en SLM dont les microstructures sont dendritiques équiaxes est la même dans le sens ST et SL, ce qui montre qu'ils ne sont pas texturés.

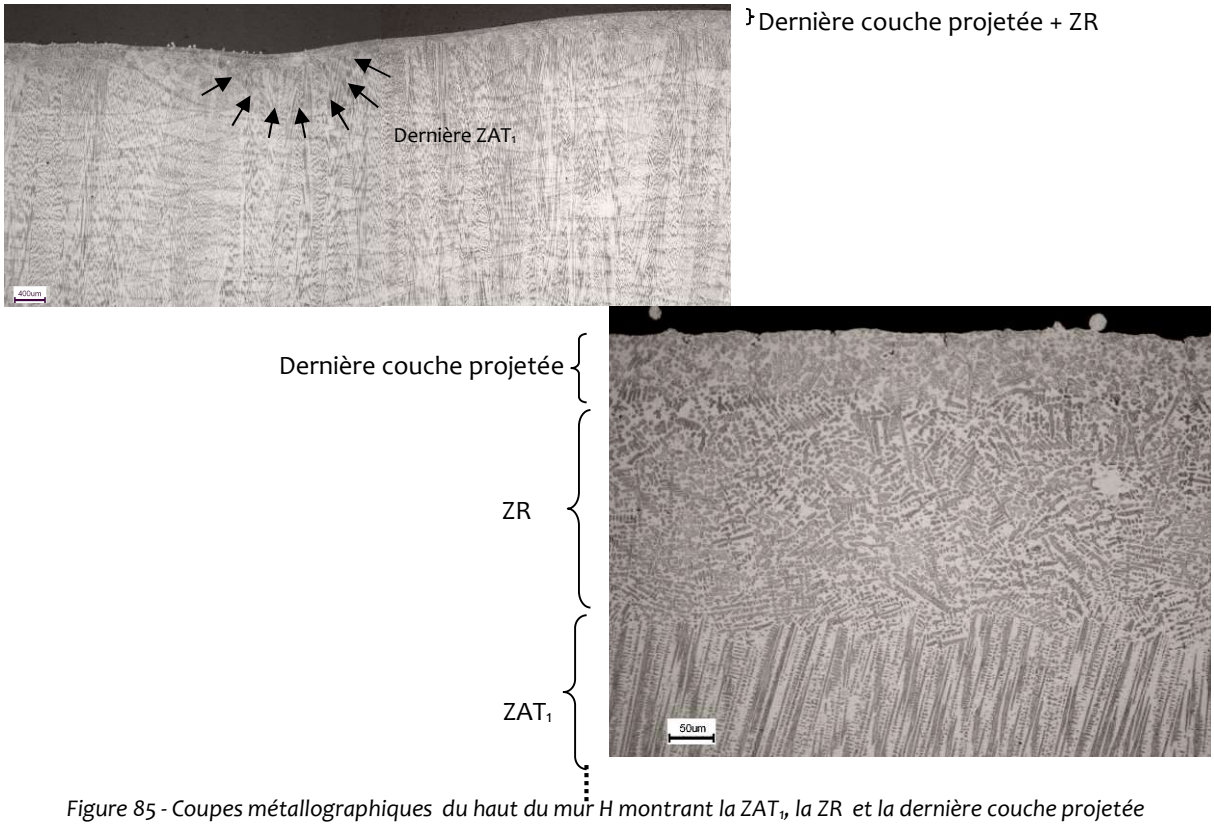
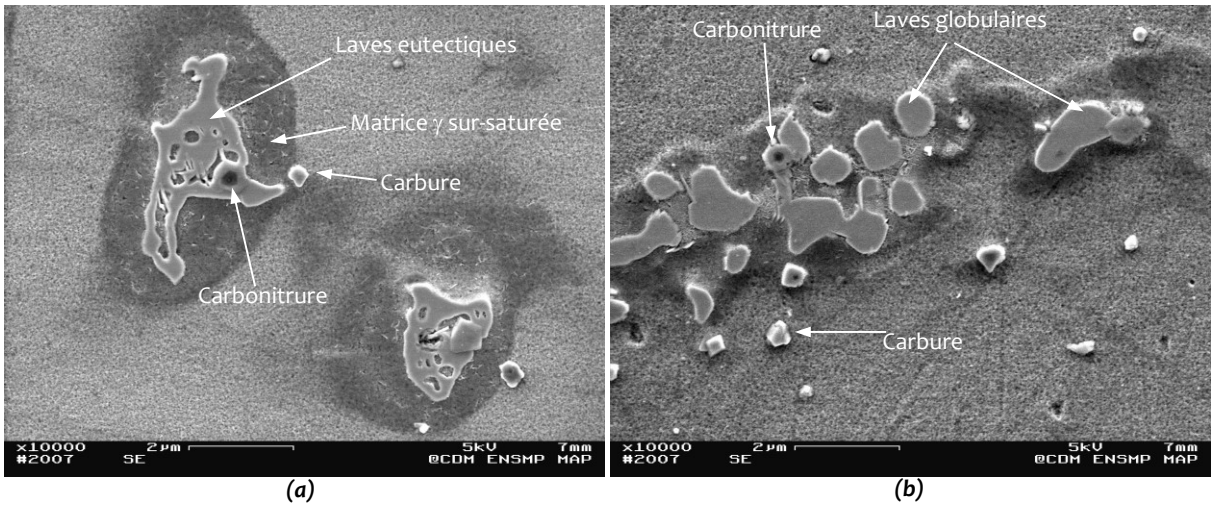


Figure 85 - Coupes métallographiques du haut du mur H montrant la ZAT_1, la ZR et la dernière couche projetée



(a) ***(b)***

Figure 86 –Images en électrons secondaires au MEB illustrant les différentes phases rencontrées dans les murs en Inconel 718 de paramétrie G (a) et H (b) : phases de Laves, carbures et carbonitrures de titane et niobium, matrice γ et matrice γ sur-saturée en solutés résultante du phénomène de liquation

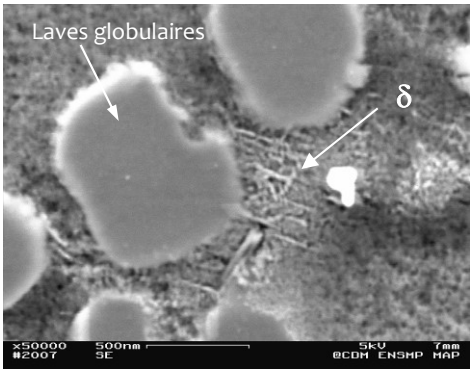


Figure 87 – Image en électrons secondaires au MEB illustrant la précipitation de la phase delta fine et aiguillée autour des phases de Laves globulaires (cas du mur de paramétrie H)

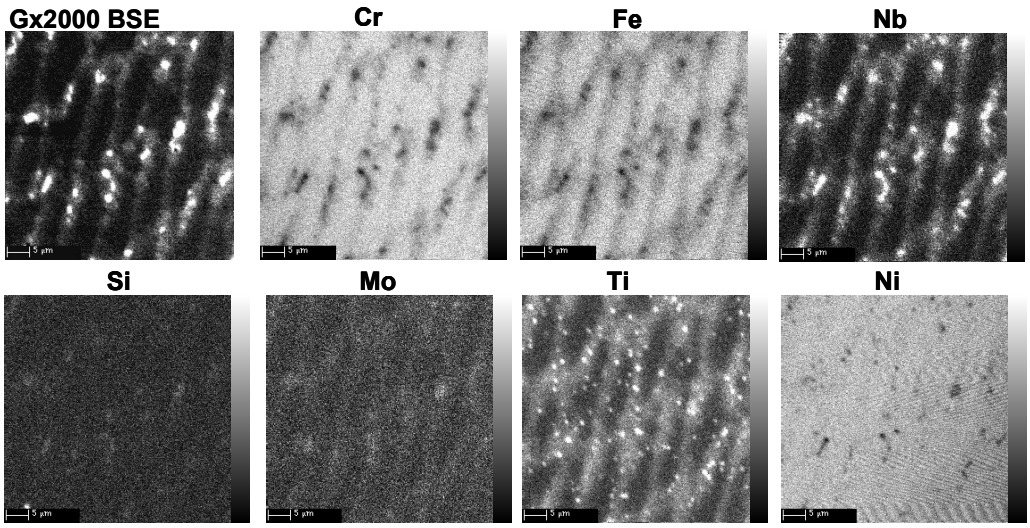


Figure 88 - Cartographies RX réalisées à la microsonde de Castaing au niveau du centre du mur G en Inconel 718 : présence de phases de Laves riches en Nb, Ti, Si et Mo et de carbures riches en Ti et Nb

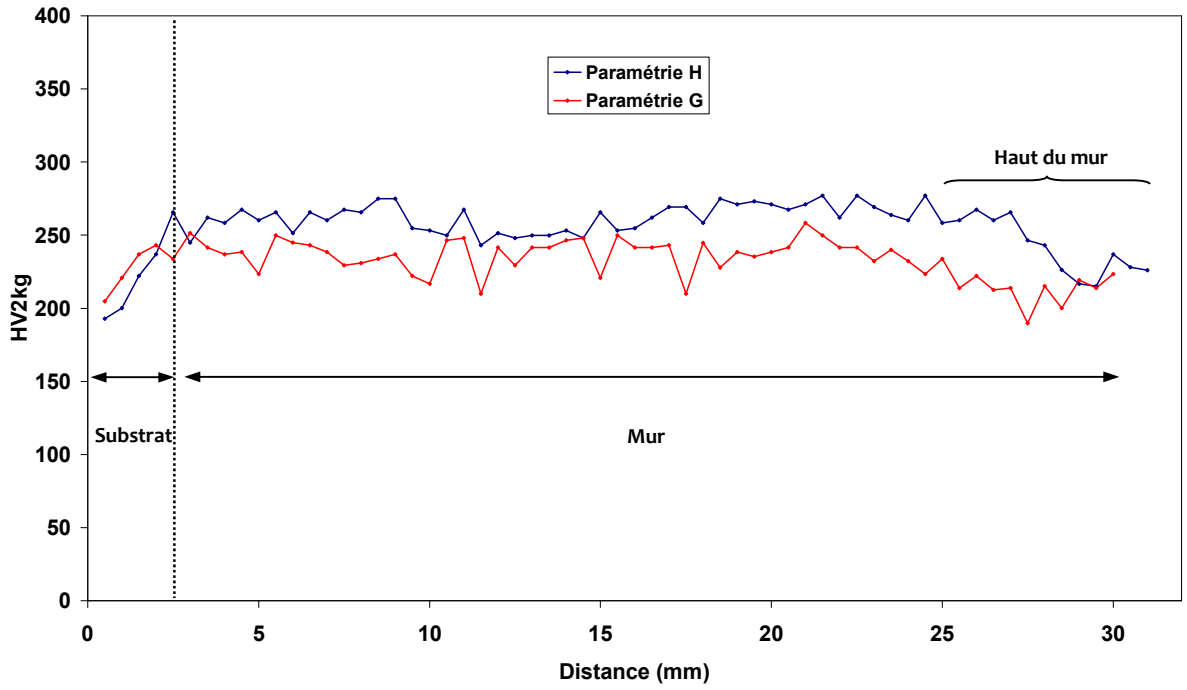


Figure 89 - Profils de dureté Vickers sous une charge de 2kg réalisés du substrat vers le haut des murs en IN718 de 50 couches de paramétrie H (P500V800Dm3) et G (P500V200Dm3) sans temporisation

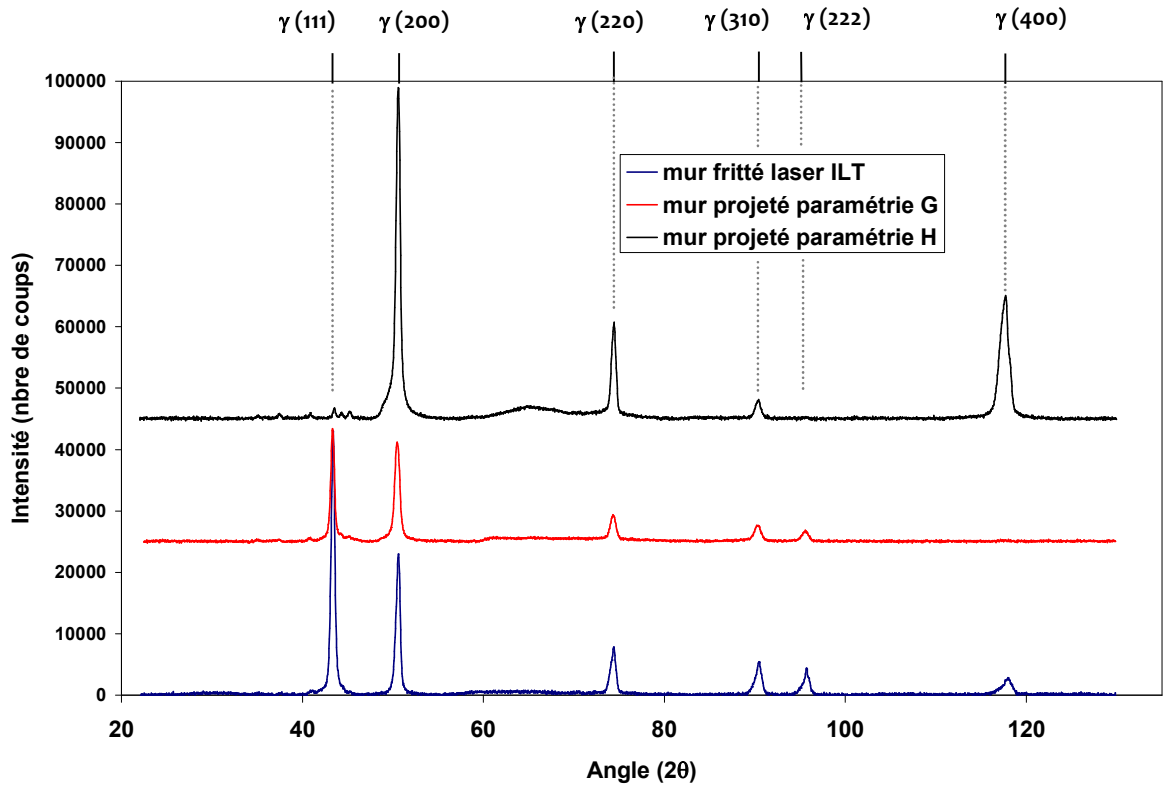


Figure 90 - Diagramme de diffraction aux rayons X (sens ST) des murs G et H en Inconel 718 projetés laser ainsi que du mur obtenu par SLM (CLFA)

3.2.3.2 Défauts caractéristiques

Les murs en Inconel 718 projetés laser présentent un état de surface rugueux et oxydé (Figure 94).

Les coupes métallographiques révèlent pour certaines paramétries des porosités sphériques dont la taille peut varier de quelques microns à quelques centaines de microns (Figure 91 c). Certaines porosités peuvent même atteindre des tailles millimétriques. Le taux de porosités sphériques rencontré pour les murs en IN718 est bien plus élevé que celui des murs en TA6V. Ceci est sans doute lié au fait que l'intervalle de solidification (IS) est plus grand dans le cas de l'Inconel 718 (75°C) que du TA6V (20°C) [WU03]. Des manques d'adhésion et de fusion entre couches peuvent également être observés en dehors des paramétries optimales retenues suite à l'étude paramétrique.

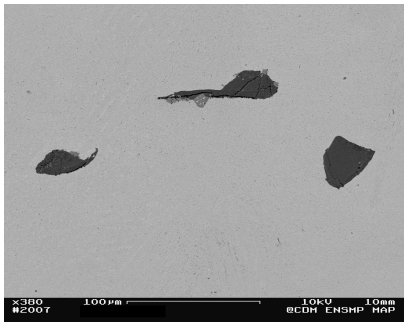
Lorsque le taux d'oxygène contenu dans l'enceinte protectrice de la machine Optomec est insuffisamment contrôlé ([O] > 200 ppm), il a été observé la présence d'oxydes riches en titane et en aluminium qui sont préférentiellement situés au niveau des porosités ou des manques de fusion (Figure 91 a). Certains oxydes, très certainement formés lors de la formation du bain liquide, réagissent avec l'Inconel 718 et présentent alors un caractère biphasé (Figure 91b). Ils sont composés d'oxyde $(Al,Ti)_2O_3$ dont certains sont riches en titane et d'autres pauvres en titane. On observe parfois des oxydes fissurés qui sont accompagnés de carbonitrures riches en titane. Ces oxydes sont systématiquement absents des coupes métallographiques des murs réalisés avec la machine Limoges. Il semble donc que la protection locale par la buse soit efficace vis à vis de la formation d'oxydes au sein du matériau. Ceci montre qu'une vigilance est de mise concernant la contamination en oxygène de l'enceinte de fabrication de la machine Optomec ou l'utilisation de poudres recyclées car la présence d'oxydes est fortement dommageable pour les propriétés mécaniques du matériau.

Des analyses de teneur en oxygène réalisées par fusion réductrice suivi d'une détection par Infra-Rouge montrent que le taux d'oxygène résiduel est bas qu'il s'agisse des murs construits avec la machine Limoges ou bien de ceux construits avec la machine Optomec. Ce niveau d'oxygène est du même ordre de grandeur que celui observé dans la poudre d'IN718 à réception utilisée pour la construction des murs (Tableau 23). Notons que le mur Optomec sur lequel l'analyse de la teneur en oxygène a été réalisée, a été élaboré à partir d'un lot de poudres neuves sous une atmosphère d'argon contrôlée et qu'il était, de fait, exempt d'oxydes. Il semble au vu des résultats que la microdureté de l'Inconel 718 soit sensible à la contamination en oxygène résiduel (Tableau 23). A notre connaissance, cet effet n'a pas été relaté dans la littérature.

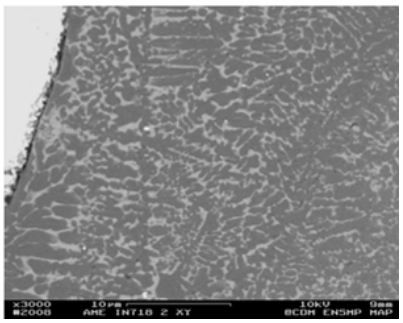
Du fait de leur influence néfaste sur les propriétés mécaniques (chapitre 2), les phases de Laves sont considérées comme des défauts à proscrire dans les murs projetés. On cherchera à les éliminer par un traitement d'homogénéisation adéquat lors de l'étape d'optimisation des traitements thermiques (chapitre 6).

Procédé	**Projection laser (DMD)**	**Projection laser (DMD)**	**Fusion Laser (SLM)**	**Poudre brut de réception pour projection laser**
Protection	**Protection locale**	**Protection globale**	**Protection globale**	
Gaz	**Helium**	**Argon**	**Argon**	
Machine	**Limoges Gérailp**	**Optomec Gérailp**	**Trumpf CLFA**	
[O] ppm	**51**	**97**	**160**	**105**
Dureté	**211 ± 10 HV_{2kg}**	**230 ± 3 HV_{2kg}**	**281 ± 8 HV_{2kg}**	**317 ± 13 $HV_{0,025\ kg}$**

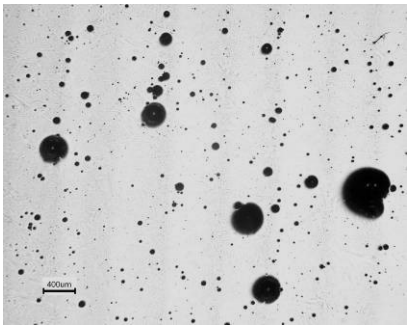
Tableau 23 – Taux d'oxygène, analysé par fusion réductrice suivie d'une détection par IR, présent dans les échantillons en IN718 obtenus par projection laser et fusion laser ainsi que dans la poudre utilisée pour la construction des échantillons projetés : influence de la contamination en oxygène sur la dureté



a - Image BSE au MEB des oxydes observés dans l' In718 projeté

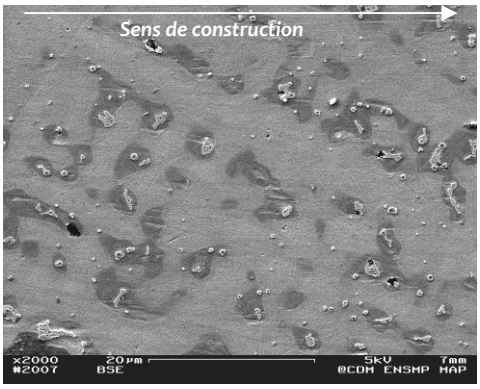


b - Image BSE au MEB d'un oxyde biphasé de type $(Al,Ti)_2O_3$ observé dans l'In718 projeté composé d'une phase sombre pauvre en Ti et d'une phase claire riche en Ti.

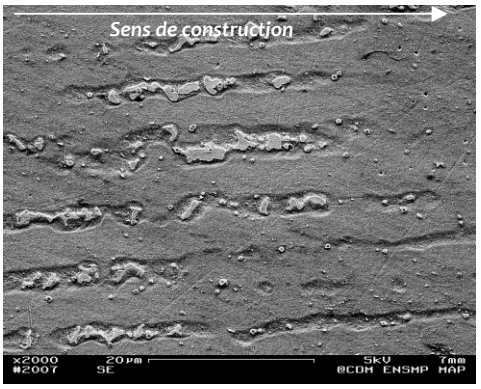


c - Image au MO de la porosité sphérique obtenue dans le cas du mur en IN718 P350V400Dm9 avec une poudre de granulométrie 53-103 µm

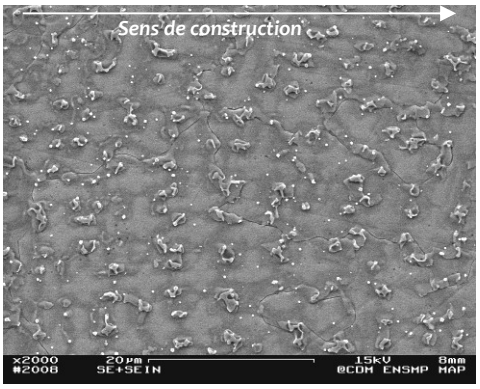
Figure 91 – Types de défauts observés dans les murs projetés en Inconel 718



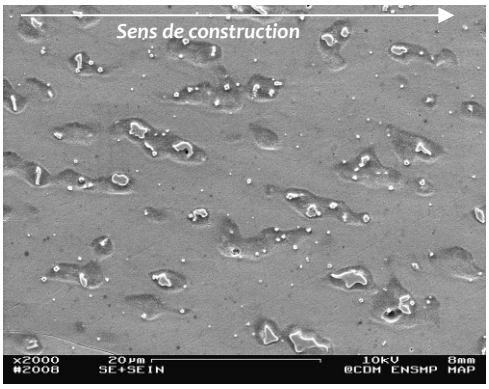
a - Paramétrie G



b - Paramétrie H



c - Paramétrie I



d - Paramétrie J

Figure 92 - Comparaison de la morphologie et de la fraction volumique des phases de Laves observées pour les paramétries G, H, I et J en Inconel 718 projeté laser

3.2.3.3 Sélection des optima de projection

Nous avons sélectionné suite à l'étude paramétrique du procédé de projection laser (chapitre 5) des optima de fabrication représentatifs des microstructures rencontrées dans l'Inconel 718 projeté, aussi bien avec la machine Limoges qu'avec la machine Optomec (Tableau 25).
Deux des optima ont été projetés avec des temporisations de 2 secondes (machine Limoges) et les deux autres sans temporisation (machine Optomec) avec une poudre de granulométrie 30-62µm. Il s'agit des paramétries G et H pour la machine Limoges et des paramétries I et J pour la machine Optomec :

- **Condition G** : *P=500W, V=200mm/min, Dm=3g/min, machine Limoges.* Le mur obtenu dans cette paramétrie présente une microstructure dendritique équiaxe. Les phases de Laves sont majoritairement de morphologie eutectique (Figure 92a) avec une teneur en niobium de 24,2wt.% (Tableau 24).

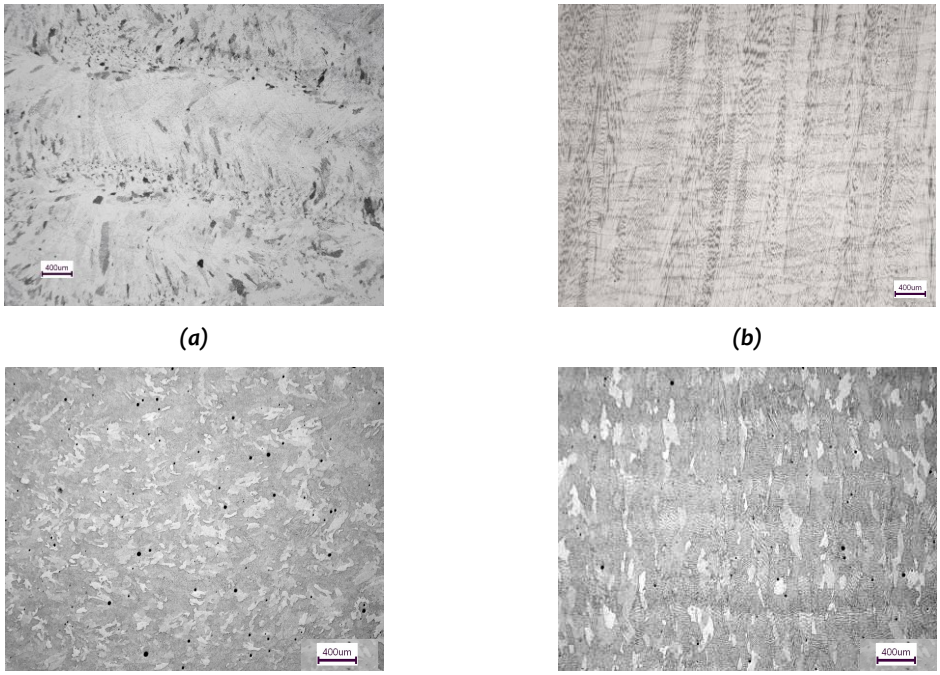
- **Condition H** : *P=500W, V=800mm/min, Dm=3g/min, machine Limoges.* Le mur présente une microstructure dendritique colonnaire. En revanche, dans la partie refondue du mur (ZR+dernière couche), la microstructure est dendritique équiaxe (Figure 85). Les phases de Laves sont alignées dans la direction de construction et interconnectées entre elles. Elles sont en outre de morphologie globulaire (Figure 92b) avec une teneur en niobium de 28,1wt.% (Tableau 24). Elles précipitent dans la phase interdendritique, ce qui explique leur alignement dans la direction de la construction.

- **Condition I** : *P=400W, V=1016mm/min, Dm=13,7g/min, machine Optomec.* Contrairement aux murs G, H et J, ce mur est réalisé avec une stratégie de construction constituée d'un contour et d'un remplissage. L'épaisseur du mur résulte donc de la juxtaposition de 3 cordons dont un de remplissage avec un taux de recouvrement de 25% entre cordons. Le mur présente une microstructure dendritique équiaxe avec des phases de Laves globulaires interconnectées (Figure 92c) dont la teneur en niobium est de 14,6wt.% (Tableau 24).

- **Condition J** : *P=900W, V=1016mm/min, Dm=30,7g/min, machine Optomec.* Le mur présente une microstructure dendritique équiaxe avec des phases de Laves globulaires (Figure 92d) dont la teneur en niobium est de 26,1wt.% (Tableau 24).

Comme évoqué précédemment, les grains sont difficilement observables sur les coupes métallographiques des murs en Inconel 718 obtenus par fabrication directe (projection et fusion sélective par laser). A partir des images obtenues en MO, il est néanmoins possible d'estimer cette taille de grains (Figure 93). Pour le mur G, la taille de grains varie de quelques dizaines de microns à 500 µm environ. Les grains des murs I et J ont une taille d'approximativement 400µm. Le mur H présente des grains colonnaires de plusieurs dizaines de milimètres. De plus, on observe à l'extrémité des murs, au niveau de la dernière couche projeté, la formation de petits grains équiaxes. Ceci est particulièrement visible dans le cas de la paramétrie H (Figure 85). Le gradient de température, responsable de la solidification dirigée qui génère la formation de dendrites colonnaires, est maximal au niveau de l'interface ZAT_1 / bain liquide. Puis, à mesure que le front solide-liquide se rapproche de l'extrême surface du bain, le gradient diminue jusqu'à ne plus être dominant dans la direction Z. Ceci génère la formation de petits grains équiaxes qui ne croissent pas selon une direction privilégiée comme dans le reste du mur [ZHA07].

Les phases de Laves présentes dans le mur projeté avec la machine Optomec selon la paramétrie I sont plus fines mais sont présentes en quantité plus importante que dans les murs obtenus avec les paramétries G, H et J. Ceci témoigne véritablement d'une différence d'histoire thermique : les vitesses de refroidissement engendrées par la paramétrie I semblent vraisemblablement plus élevées que celles induites par les paramétries G, H et J. Ceci conduit à une microstructure dendritique plus fine, entraînant un nombre d'espaces interdendritiques plus important et donc une quantité de phases de Laves plus élevée. La fraction volumique et la teneur en niobium des phases de Laves sont fortement dépendantes des conditions de refroidissement [JAN05]. Dans notre étude, les phases de Laves observées ont une composition qui dépend de la paramétrie employée et donc de l'histoire thermique subie par le mur (Tableau 24).



(a) *(b)*

(c) *(d)*

Figure 93 – Observation de la taille de grains sur les coupes métallographiques attaquées (kalling) des murs de paramétries (a) G, (b) H, (c) I et (d) J

Composition (wt.%)	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
Paramétrie G							
Laves	0.30	1.58	13.39	11.94	43.99	24.21	4.58
Matrice enrichie	0.48	1.97	15.01	13.16	51.47	14.58	3.07
Matrice	0.55	0.94	20.18	18.43	52.85	4.11	2.93
Paramétrie H							
Laves	0.32	2.19	12.87	11.58	45.16	28.08	5.41
Matrice enrichie	0.53	1.91	16.75	14.64	52.18	10.67	3.31
Matrice	0.50	1.10	19.81	18.85	52.56	4.16	3.11
Paramétrie I							
Laves	0.49	1.3	17.38	15.29	46.74	14.63	4.15
Matrice enrichie	-	-	-	-	-	-	-
Matrice	0.45	0.62	20.12	19.7	53.40	2.77	2.93
Paramétrie J							
Laves	0.35	1.39	13.40	11.75	41.41	26.07	5.60
Matrice enrichie	0.52	1.37	17.68	15.08	52.61	9.5	3.23
Matrice	0.40	0.58	20.18	19.74	53.50	2.9	2.68

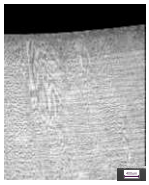
Tableau 24 – Comparaison des compositions (moyenne sur 3 pointés EDS pour chaque phase) des phases de Laves, de la matrice enrichie entourant les phases de Laves et de la matrice γ (cœur des dendrites) des échantillons projetés G, H, I et J

Paramétrie	G P500V200Dm3 Monocordon	H P500V800Dm3 Monocordon	I P400V1016Dm13.7 Multicordon	J P900V1016Dm30.7 Monocordon
Microstructure	dendritique équiaxe	dendritique colonnaire	dendritique équiaxe	dendritique équiaxe
Hauteur totale de la zone claire : ZAT_1 +ZR+dernière couche	1975 µm = 4,6 Happ	794 µm = 10 Happ	676µm = 1,2 Happ	791µm = 2,8 Happ
Hauteur de la zone affectée thermiquement ZAT_1 H_{ZAT1} (mm)	847 µm = 2 Happ	448 µm = 5,7 Happ	-	-
Hauteur de la zone refondue ZR H_{ZR} (mm)	699 µm = 1,6 couches	266 µm = 3,3 couches	-	-
Dureté	237 ± 10 HV2kg	262 ± 10 HV2kg	247 ± 3 HV_{2kg}	230 ± 3 HV_{2kg}
ΔZ (µm)	450	80	510	285
Happ (µm)	429	79,2	533	279
eapp (mm)	2,98	1,98	2,20	3,55
Rendement massique Rm (%)	54	36	30	53
Vitesse de construction $V_{const.}$ (mm/min) pour une largeur de mur de 40mm, temporisations comprises	1,76	0,93	12,9	7,2
Température de recuit dans le régime quasi-stationnaire To (instrumentation pyromètre IR)	650°C	720°C	Non instrumenté	Non instrumenté
Température maximale atteinte par le bain liquide (instrumentation pyromètre IR)	1400°C	1450°C	Non instrumenté	Non instrumenté

Tableau 25 – Tableau récapitulatif des caractéristiques métallurgiques des optima de projection en IN718

Paramétrie G	P500V200Dm3	LIMOGES	*monocordon*
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT MILIEU INTERFACE SUBSTRAT/MUR	· γ · Laves eutectiques · (Ti,Nb)C · (Ti,Nb)NC · γ' · γ''

a – Demi-mur de 80 mm de haut en IN718 projeté selon la paramétrie G

Paramétrie H	P500V800Dm3	LIMOGES	*monocordon*
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	GRAINS	PHASES
		ZAT  MILIEU INTERFACE SUBSTRAT/MUR	· γ · Laves globulaires · (Ti,Nb)C · (Ti,Nb)NC · γ' · γ''

b – Demi-mur de 80 mm de haut en IN718 projeté selon la paramétrie H

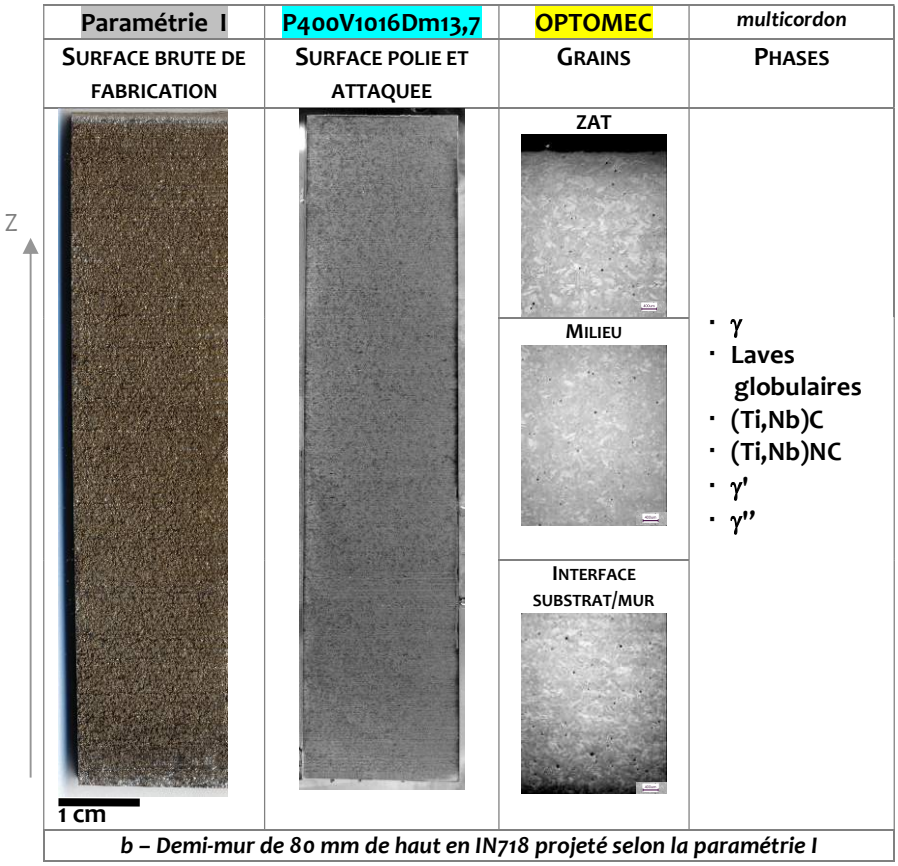


Figure 94 – Microstructures des quatre paramétries sélectionnées en projection laser pour l'Inconel 718 : G et H pour la machine Limoges ; I et J pour la machine Optomec.

3.3 MICROSTRUCTURES GENEREES PAR LES PROCEDES LIT DE POUDRE

Les procédés lit de poudre étudiés dans le cadre du projet PROFIL sont la fusion sélective par laser (SLM) et le fusion par faisceau d'électrons (EBM). Les microstructures observées à l'issue de la fusion sélective par laser sont généralement plus trempées que celles obtenues en projection laser. Les paramètres utilisés en projection et en fusion sélective par laser ne sont pas situés dans les mêmes gammes (Tableau 26) et ceci a pour conséquence que la thermique mise en jeu, en termes de températures atteintes, de gradient de température et de vitesse de refroidissement, n'est pas la même pour ces deux procédés, conduisant à des microstructures différentes.

Les puissances laser mises en jeu dans le procédé de fusion sélective par laser sont moindres que celles utilisées en projection laser. En effet, pour les lasers YAG, la puissance fournie par le laser varie de quelques Watts à 200 Watts pour la fusion laser et de 200 à 1500 Watts environ pour la projection laser selon les fournisseurs de machine. La tendance actuelle des fabricants de machines de fusion laser vise à augmenter la puissance du laser jusqu'à 500 Watts afin d'atteindre des niveaux élevés de densité de puissance. D'autre part, il convient d'indiquer que les vitesses de balayage du faisceau laser sont très différentes selon le procédé considéré : elle varie de 50 à 500 mm/s pour le SLM et de 150 à 1500 mm/min soit 2,5 à 25 mm/s pour le DMD. Enfin, un troisième paramètre important de comparaison entre ces deux procédés est le diamètre du faisceau laser au niveau du plan de travail.

Comparativement à la projection laser, la fusion sélective par laser met donc en jeu des puissances laser plus faibles, des vitesses de balayage plus élevées et une dimension de tache focale au niveau de la surface de travail plus faible que celles utilisées en projection laser (Tableau 26). Ceci implique des énergies linéiques comme surfaciques plus faibles en SLM et donc des températures de bain plus faibles et des vitesses de refroidissement vraisemblablement plus élevées qu'en projection laser (DMD). Un autre élément qui joue en faveur d'une vitesse de refroidissement élevée en SLM est le volume de bain liquide qui est souvent plus faible dans le cas du SLM du fait de la dimension des cordons moins importante qu'en projection laser. Il est cependant difficile de quantifier les températures et les vitesses de refroidissement inhérentes à la fusion laser en raison de la difficulté d'instrumenter la machine de fusion laser compte tenu de l'enceinte hermétique dont elle est équipée.

Nous n'avons pas effectué d'étude paramétrique de la fusion sélective par laser dans le cadre de cette thèse. Nous présenterons donc les microstructures des échantillons en TA6V, en IN718 et en alliage d'aluminium de fonderie proche de l'AlSi10Mg obtenus via des sous traitants extérieurs au projet PROFIL. Ces échantillons ont néanmoins été utilisés pour l'étude de l'optimisation des traitements thermiques et la caractérisation mécanique (chapitre 6). La microstructure du TA6V obtenue par le procédé de fusion par faisceau d'électrons (ARCAM) a également été analysée bien que nous n'ayons pas pu tester les propriétés mécaniques résultantes de ce type de fabrication. Nous n'avons bien entendu pas d'information concernant la paramétrie et la stratégie de construction utilisées par les fournisseurs des pièces, que ce soit en fusion laser ou en fusion FE.

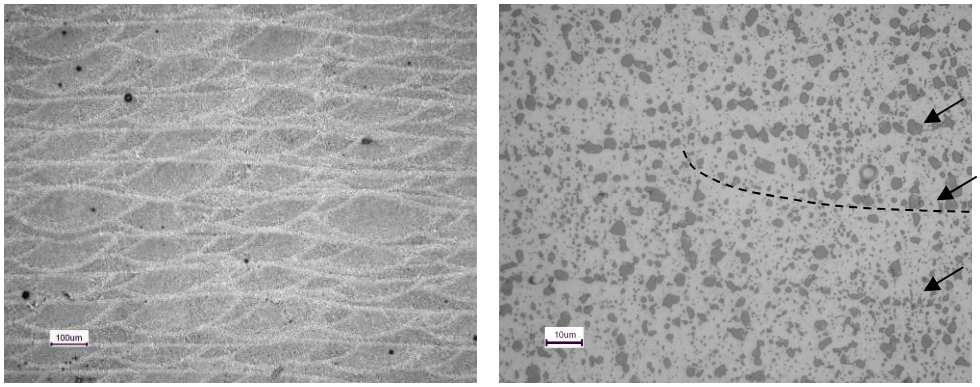
Procédés Paramètres	Projection laser - DMD	Fusion sélective laser - SLM
Puissance laser P_f (W)	**200 à 1500**	**20 à 200**
Vitesse de balayage V (mm/s)	**2,5 à 25**	**50 à 500**
Débit massique de poudre Dm (g/min)	**1 à 30 (IN718)** **1 à 18 (TA6V)**	**-**
$\Delta Z_{à\ laser}$ (mm)	**-**	**0,05** **Pour un lit de poudre à 50% de porosité**
Happ (mm)	**0,5**	**0,03**
Diamètre du faisceau laser au point focal ϕ_L (mm)	**0,6**	**0,03 à 0,06**
Diamètre du faisceau laser au plan de travail ϕ_L (mm)	**1,5** **(WD = 3,5 mm)**	**0,05**
Défocalisation laser, $Defoc_L$ (mm)	**6,5**	**0**
Défocalisation poudre, $Defoc_P$ (mm)	**-1,5**	**-**
WD (mm)	**3,5**	**-**
Diamètre des poudres Dp (µm)	**30 – 100**	**15 – 30**
ϕ_P (mm) Diamètre du faisceau de poudre au point focal (pour Dm = 1 g/min)	**1,5**	**-**
ϕ_P (mm) Diamètre du faisceau de poudre au plan de travail (pour Dm = 1 g/min)	**2**	**-**
Densité de puissance laser (W/mm^2) au plan de travail $I = 4.P_f / \pi.\phi_L^2$	**10^2 à $8,5.10^2$**	**$0,7.10^4$ à 28.10^4**
Energie linéique (J/mm) au plan de travail $E_l = P_f / V$	**8 à 600**	**0,04 à 4**
Energie surfacique (J/mm^2) au plan de travail $E_S = 4.P_f / \pi.V.\phi_L$	**7 à 509**	**1 à 170**

Tableau 26 – Comparaison des gammes paramétriques utilisées en projection laser (DMD) et fusion sélective par laser (SLM)

3.3.1 INDICES METALLURGIQUES

Les coupes métallographiques des échantillons obtenus par fusion laser (SLM), polis et attaqués chimiquement, révèlent des indices métallurgiques au même titre que les échantillons projetés. On observe en effet sur les coupes métallographiques des lignes curvilignes entrecroisées fonction de la stratégie de construction employée. Ces lignes sont clairement visibles sur les échantillons de SLM en IN718 et en AlSi10Mg alors qu'elles sont absentes de ceux en TA6V. En revanche, les échantillons de TA6V obtenus par fusion FE (ARCAM) présentent des lignes claires qui rappellent celles observées sur les murs en TA6V de projection laser. Il nous est difficile de déterminer si ces lignes observées sur les murs de SLM en IN718 et AlSi10Mg et de fusion FE en TA6V constituent la trace des ZAT successives ou bien des bains de fusion successifs étant donné que nous n'avons pas connaissance des dimensions de couche choisies par les fournisseurs des pièces.

Néanmoins, l'apport énergétique permettant la fusion du matériau étant très faible en SLM (Tableau 26), la ZAT créée lors de la formation d'un bain liquide est certainement relativement limitée. On peut donc considérer en première approximation que le volume de matière délimité par les lignes curvilignes est équivalent au volume du bain liquide (Figure 95a). Ces bandes curvilignes semblent être le fait de ségrégations chimiques. En effet, la précipitation de silicium globulaire à la suite du traitement thermique T6 (chapitre 6) intervient préférentiellement au niveau des bandes curvilignes, ce qui laisse présumer qu'une ségrégation en silicium ait lieu lors de la solidification dans ces zones (Figure 95b).



(a) (b)

Figure 95 – Micrographies en microscopie optique d'un échantillon d'AlSi10Mg SLM poli et attaqué : (a) observation des lignes curvilignes délimitant les ZAT ou les bains liquides successifs sur l'échantillon brut de fabrication (b) globularisation du silicium en quantité importante au niveau des bandes curvilignes suite au traitement thermique T6

3.3.2 MICROSTRUCTURES

3.3.2.1 Microstructures du TA6V obtenues par procédés lit de poudre SLM et EBM

Murs obtenus par SLM :

Les échantillons frittés laser nous ont été fournis par la société Poly-Shape basée au Centre des Matériaux de l'ENSMP-Evry (machine Trumpf). Les éprouvettes sont de dimensions 80x20x3 mm^3, la plus grande dimension étant orientée suivant l'axe X perpendiculaire à l'axe de construction Z. D'après les informations du fournisseur, les éprouvettes ont été réalisées avec une stratégie de contour et de remplissage.

Les grains sont colonnaires avec des tailles similaires à celles observées en projection, soit environ quelques centaines de microns (Figure 96). Les images BSE au MEB révèlent une absence de contraste de phase qui témoigne d'une microstructure monophasée α' (Figure 98 a). Il n'y a pas d'évolution de la microstructure de bas en haut du mur, ce qui indique qu'il n'y a pas de cyclage thermique significatif lors de la déposition des couches ou bien que les recuits successifs ne sont pas assez hauts en température pour déstabiliser la phase α'.

Ces échantillons comportent peu de porosités sphériques liées aux gaz occlus. Néanmoins, on constate un grand nombre de manques de fusion, vraisemblablement entre couches puisqu'ils sont orientés selon l'axe X (Figure 99 b, Figure 96). Ces manques de fusion affecteront vraisemblablement les propriétés mécaniques des éprouvettes de traction issues de ces échantillons qui seront caractérisées au chapitre 6.

On note la présence de billes de 200µm de diamètre environ en surface du mur (Figure 99 a). Bien que nous n'ayons pas connaissance de la granulométrie de la poudre utilisée pour la construction, il semble d'après leur diamètre relativement important que ces billes ne soient des particules de poudre. Les tailles moyennes de poudre généralement utilisées en fusion laser sont en effet de l'ordre 15-30 µm.

Le taux d'oxygène déterminé par fusion réductrice IR est de 1540 ppm (Tableau 21), ce qui est équivalent à la contamination des murs réalisés en projection laser sous atmosphère protectrice d'argon (machine Optomec) et de ceux réalisés sous vide par ARCAM.

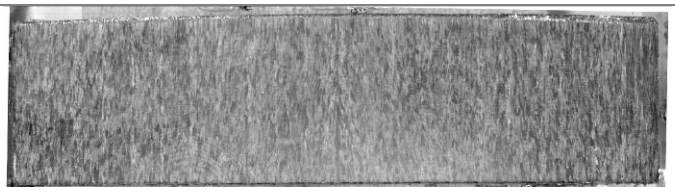
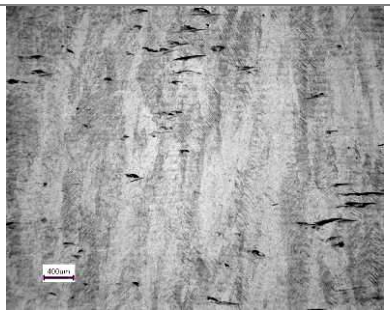
TA6V SLM (POLY-SHAPE)	
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	
SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	
GRAINS	 ***colonnaire***
PHASES	α'

Figure 96 - Microstructure du mur en TA6V SLM Poly-shape

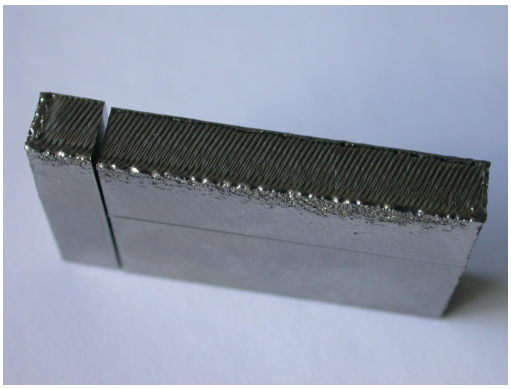
Murs obtenus par fusion faisceau d'électrons (ARCAM) :

Les échantillons obtenus par fusion faisceau d'électrons ont été fournis par la société ARCAM. Il s'agit d'éprouvettes fines de dimensions 50x10x2 mm^3 et de murs épais de dimensions 50x30x8mm^3 construits directement dans le lit de poudre sans utilisation ni de substrat, ni de support de construction. Seule la microstructure du mur épais a été observée car plus représentative de la stratégie de fabrication employée par ARCAM. Une coupe métallographique selon l'axe Z de construction a été réalisée. Les grains sont colonnaires et peuvent atteindre plusieurs millimètres de long (Figure 100).

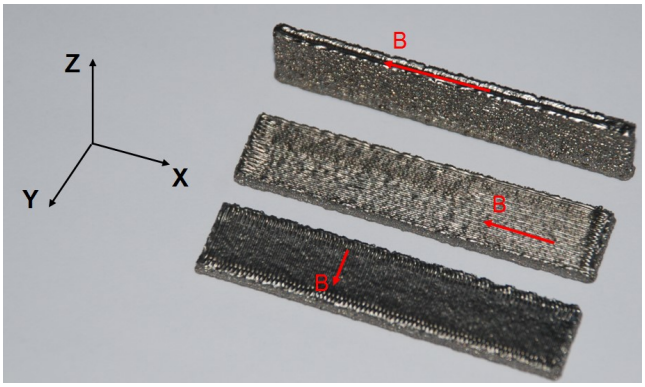
La microstructure évolue selon l'axe de construction Z : l'observation au MEB montre en effet que la microstructure est ' au bas du mur puis devient $\alpha+\beta$ à mesure que le nombre de couches augmente (Figure 98 b). Ceci montre que les recuits générés par l'empilement des couches sont efficaces. Une ZAT au sommet du mur ainsi que des lignes blanches perpendiculaires à la direction de construction sont observées sur les coupes métallographiques. Ces indices métallurgiques évoquent ceux rencontrés dans les coupes métallographiques des murs de projection laser en TA6V : les lignes blanches sont vraisemblablement les traces des ZAT successives.

Ces échantillons ne comportent pas de porosités sphériques liées aux gaz occlus. On constate en revanche des manques de fusion au niveau du haut du mur, vraisemblablement entre couches puisqu'ils sont orientés selon l'axe X (Figure 99 c).

La teneur en oxygène déterminée par fusion réductrice IR est de 1650 ppm (Tableau 21), ce qui est équivalent à la contamination des murs réalisés sous atmosphère protectrice d'argon en projection laser (machine Optomec) et en SLM.

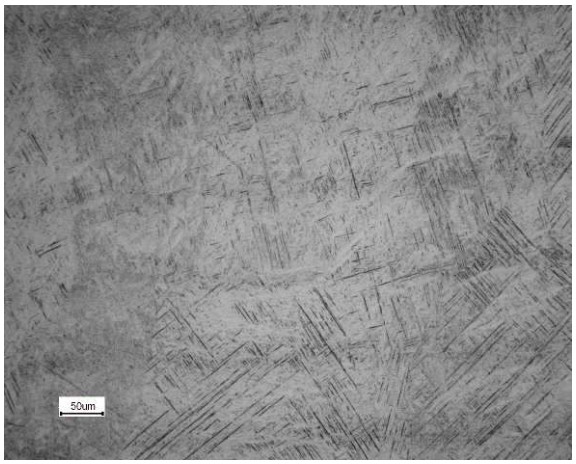


(a) Murs épais (50x30x8mm³) découpé et dont la surface latérale a été fraisée

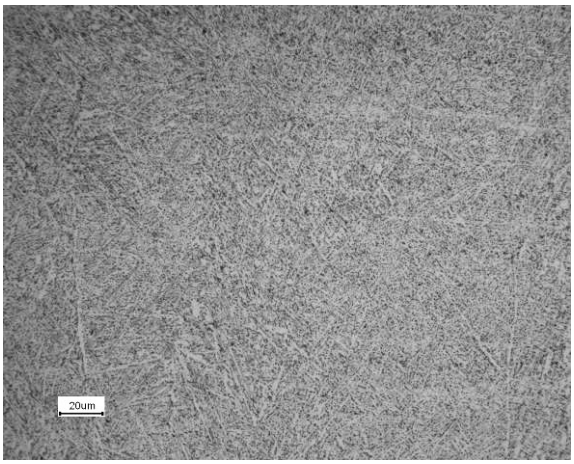


(b) Eprouvettes fines brutes de fabrication (50x10x2 mm³)

Figure 97 - Echantillons de TA6V obtenues par le procédé EBM ARCAM

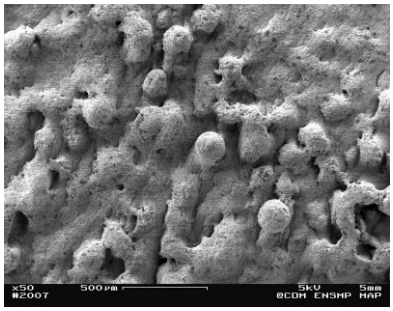


(a)

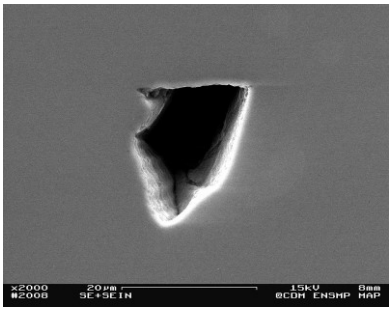


(b)

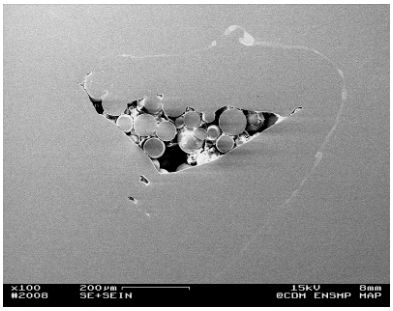
Figure 98 – Images MO des coupes métallographiques polies et attaquées du TA6V : microstructure α' des murs obtenus par SLM (a) et microstructure fine α+β du haut du mur obtenu par fusion faisceau d'électrons ARCAM (b)



a - Image SE au MEB de la surface du mur TA6V obtenu par SLM



b - Image SE au MEB d'une porosité type observée dans le mur TA6V obtenu par SLM



c - Image SE au MEB d'un manque de fusion observé dans le mur TA6V fusionné ARCAM

Figure 99 - Etat de surface et porosités types observés dans un mur TA6V réalisé par Poly-Shape en SLM (a et b) et réalisé par ARCAM en fusion par faisceau d'électrons (c)

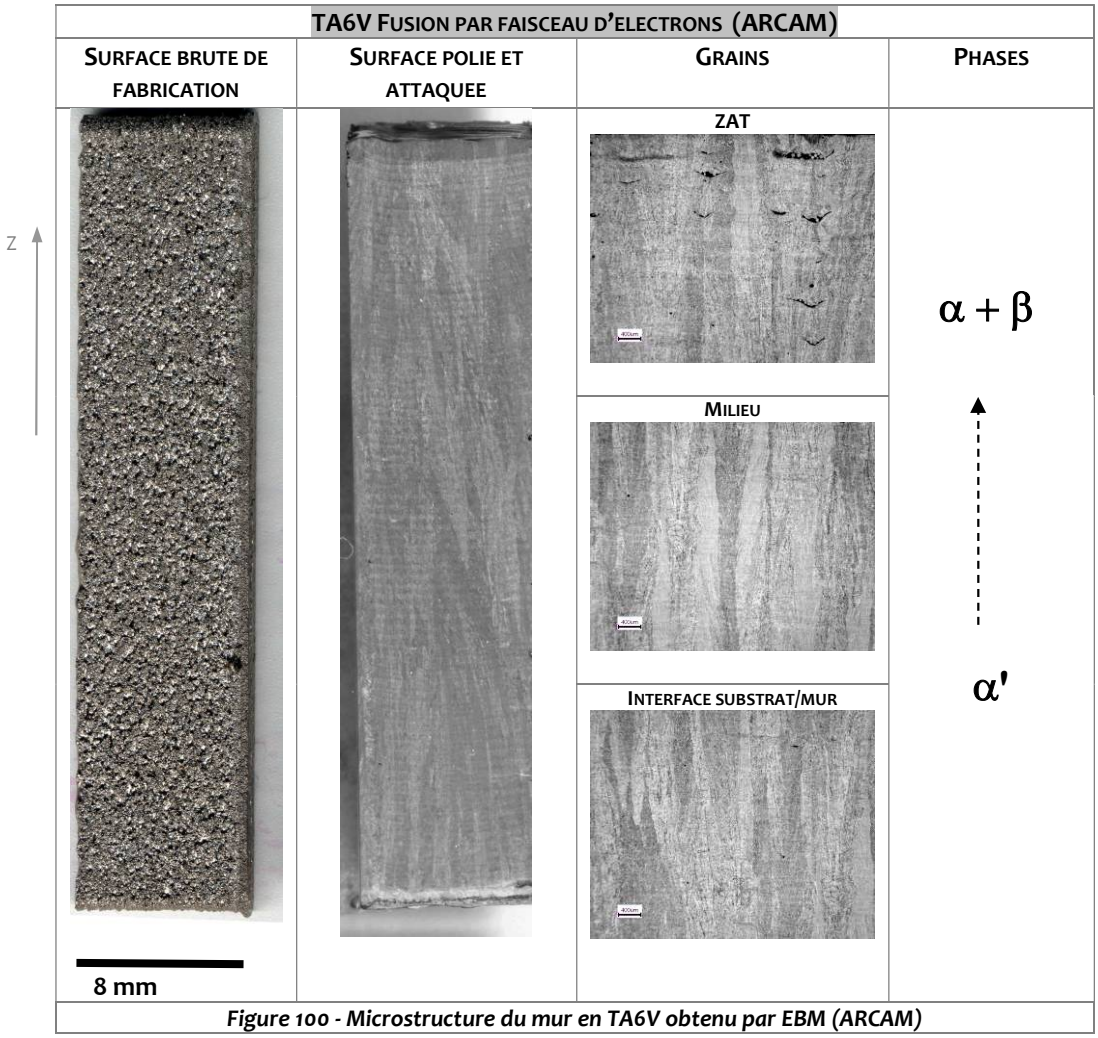


Figure 100 - Microstructure du mur en TA6V obtenu par EBM (ARCAM)

3.3.2.2 Microstructures de l'Inconel 718 obtenues par SLM

Les murs obtenus par fusion sélective par laser caractérisés lors de cette étude ont été fournis par le CLFA (machine Trumpf). Ils ont été construits sur un substrat d'épaisseur 15 mm en acier. Ils sont de dimensions 70x15x2 mm^3, la plus grande dimension étant orientée selon l'axe X perpendiculaire à l'axe Z de construction.

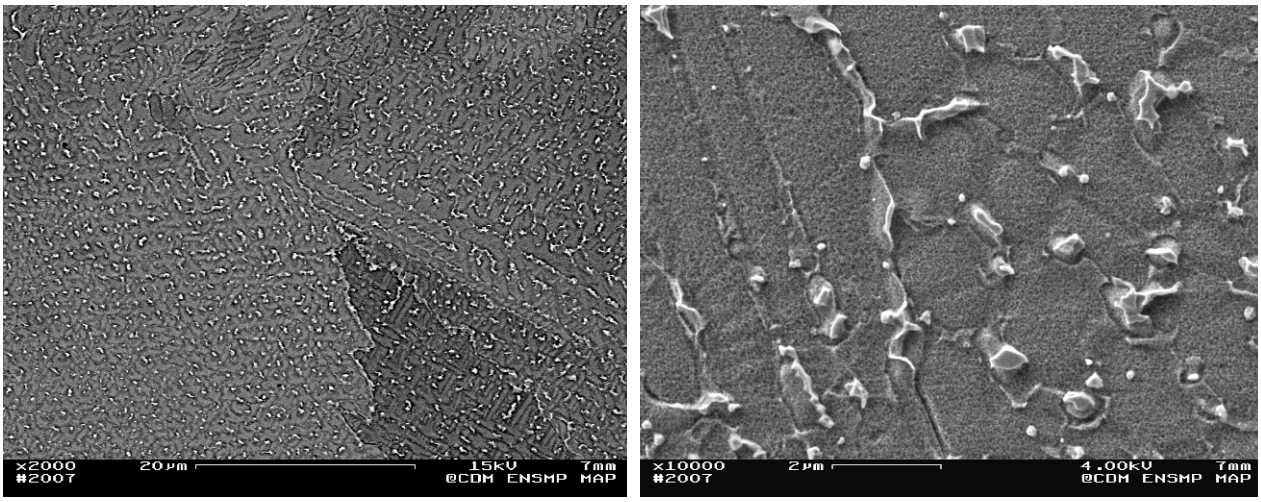
Les coupes métallographiques révèlent une microstructure dendritique équiaxe et mettent en évidence la trace des ZAT ou des bains de fusion successifs (Figure 102). Rappelons que nous n'avons pas d'informations sur la stratégie de construction qui a été utilisée pour la construction des murs et qu'il est de fait difficile de déterminer si les lignes curvilignes délimitent les ZAT ou les bains de fusion successifs. Ces lignes curvilignes renseignent néanmoins sur la stratégie de construction : les cordons constituant les couches successives sont tous empilés selon la même direction (sens Y, perpendiculaire au plan de la coupe métallographique en Figure 102). De plus, les cordons de la couche N sont empilés au dessus de ceux de la couche N-1 sans être décalés. En outre, on note sur la coupe métallographique de l'échantillon poli et attaqué la présence d'une ligne horizontale de couleur claire perpendiculaire à la direction de construction et qui est par ailleurs révélée par les clichés de radiographie RX réalisés pour le contrôle des éprouvettes de caractérisation mécanique (chapitre 6). Il est vraisemblable que cette bande soit le résultat d'une interruption lors de la construction des éprouvettes.

Les dendrites γ sont entourées d'un liquide interdendritique enrichi en solutés dans lequel ont précipité de fines phases de Laves globulaires dont le diamètre est de l'ordre du demi-micron (Figure 101). Ces fines phases de Laves semblent être entourées, au même titre que celles des murs projetés, d'un liseré de

matrice γ enrichie en solutés résultant du phénomène de liquation induit par les recuits successifs au delà de la température eutectique (γ+Laves → L). Compte tenu de la faible taille du liseré entourant les phases de Laves comparé au volume d'analyse en WDS et EDS (1 μm^3), il est difficile de déterminer la composition de la matrice enrichie. Des pointés EDS dans les phases de Laves et dans la matrice ont néanmoins été effectués (Tableau 27). Les phases de Laves ont une composition en niobium plus faible que celles observées en projection laser qui peuvent présenter une teneur en niobium de près de 30wt.%. Les images X réalisées en WDS (Figure 103) ont également révélé un enrichissement en niobium et en titane accompagné d'un appauvrissement en fer et chrome au niveau de l'espace interdendritique, ce qui confirme la présence des phases de Laves [JAN05]. On note également sur les images SE au MEB (Figure 101) la présence de fins précipités de carbures primaires vraisemblablement de type (Ti, Nb)C. En revanche, nous n'avons pas observé sur les coupes métallographiques la présence de carbonitrures comme dans le cas des murs projetés.

La dureté homogène dans tout l'échantillon est de l'ordre de 285 ± 12 HV_{2kg}, c'est-à-dire d'une valeur légèrement supérieure à celle observée en projection laser. Cette dureté relativement basse laisse supposer que la précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' est limitée voir inexistante à l'issue de la fabrication. Compte tenu de la faible hauteur des échantillons, il n'a pas été possible de caractériser une évolution de dureté dans le sens de construction Z.

Les analyses DRX révèlent les pics de diffraction de la phase γ (Figure 90). L'élargissement des pics vers la gauche aux grands angles témoigne de la présence d'une phase γ enrichie en soluté autour des phases de Laves dont la composition est légèrement différente de celle de la matrice de base. Il n'est pas observé de pics de diffraction inhérents aux phases de Laves et aux carbures primaires comme c'est le cas sur les échantillons de projection laser.



(a) *(b)*

Figure 101 - Image BSE (a) et SE (b) au MEB du mur en IN718 obtenu par SLM à l'ILT : présence de fines phases de Laves globulaires et de carbures primaires (Ti, Nb)C au niveau de la région interdendritique

Composition (wt.%)	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
IN718 SLM (ILT)							
Laves	**0.58**	**1.43**	**17.30**	**15.63**	**49.80**	**11.58**	**3.66**
Matrice enrichie	-	-	-	-	-	-	-
Matrice	**0.51**	**0.77**	**19.58**	**19.55**	**53.26**	**3.49**	**2.83**

Tableau 27 – Compositions (moyenne sur 3 pointés EDS pour chaque phase) des phases de Laves et de la matrice γ des échantillons en IN718 obtenus par SLM à l' ILT

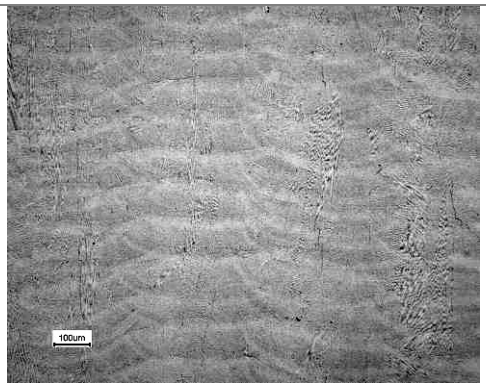
IN718 SLM (CLFA)	
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	
SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	
GRAINS	 ***équiaxe***
PHASES	**γ, γ', γ'', phases de Laves, (Ti, Nb)C**

Figure 102 - Microstructure du mur en IN718 obtenu par SLM au CLFA

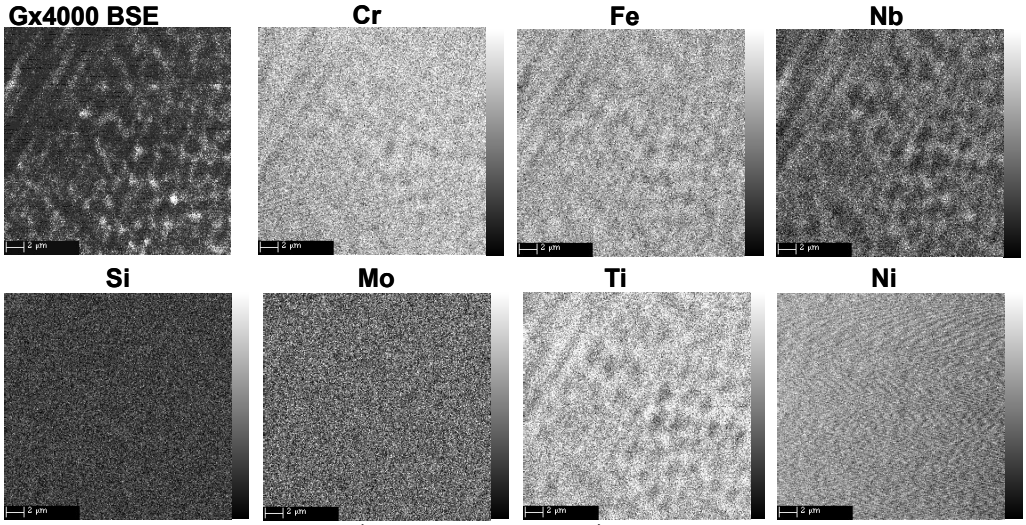


Figure 103 - Cartographies RX réalisées en WDS (microsonde de Castaing) sur le mur fabriqué par SLM au CLFA en IN718 : présence de fines phases de Laves riches en niobium et titane

3.3.2.3 Microstructures de l'AlSi10Mg obtenues par SLM

Les murs en AlSi10Mg obtenus par fusion laser caractérisés lors de cette étude ont été fournis par le CLFA (Figure 104). Ils sont de dimensions 73x72x3,5 mm^3 et ont été divisés en trois dans le sens de la largeur pour la réalisation des coupes métallographiques.

L'observation en microscopie électronique de la surface supérieure des murs (appelée surface « lasée » ou fusionnée) ainsi que l'analyse de leurs coupes métallographiques ont permis d'identifier la stratégie de construction mise en œuvre pour leur réalisation qui se résume à un contour et un remplissage (Figure 105 c). Le balayage des couches s'effectue par zones (Figure 105 a). Lors de la consolidation d'une couche N, celle-ci est segmentée en petits carrés dans lesquels un balayage des cordons est réalisé en continu. Ces carrés ont approximativement une surface de 4 mm^2. Cette construction par zone laisse des traces sous forme de lignes parallèles à la direction Z de construction qui sont visibles à l'œil nu sur les coupes métallographiques mais difficilement observables en microscopie (Figure 104). Par ailleurs, les couches sont empilées à 0°/90° : le balayage des cordons dans les zones carrées s'effectue à 0° pour la couche N puis à 90° pour la couche N+1 par rapport au repère de construction (Figure 95 a et Figure 105 a et b).

La microstructure observée dans les murs en AlSi10Mg est une microstructure dendritique composée de dendrites (Al) et d'un eutectique binaire (Al) + (Si) [VON06] (Figure 107, Figure 108 a et b). Etant donné la vitesse de refroidissement élevée, la solidification de l'alliage ne se termine pas au point eutectique ternaire E1 (Figure 107) mais sur la vallée eutectique binaire (L → (Al)+(Si)), empêchant ainsi la précipitation de la phase Mg_2Si. Hormis ces phases, on note aussi la présence de deux types de gros précipités pouvant atteindre 50 µm de diamètre. Les analyses WDS ont montré qu'il s'agissait d'une part de précipités riches en titane et en aluminium (Figure 108c) et d'autre part de précipités riches en titane, fer, silicium et aluminium (Figure 108d).

L'état de surface des murs en AlSi10Mg présente des irrégularités (Figure 106). On note tout d'abord la présence de billes de matière fondue dont le diamètre (de l'ordre de 200µm) est bien supérieur à celui des particules de poudre (environ 50 µm pour les plus grosses). La surface présente également quelques particules de poudre non fondues et quelques défauts de fusion. La rugosité moyenne mesurée sur les surfaces latérales des murs est de 16,5 µm pour Ra et 157,6 µm pour Rt.

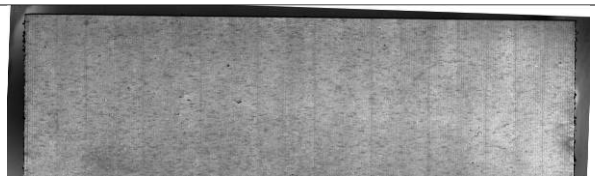
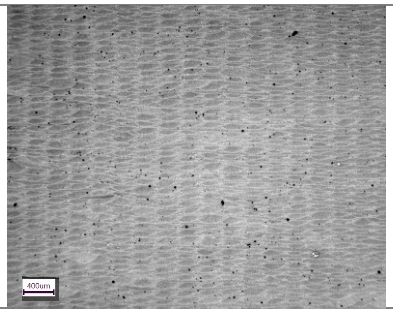
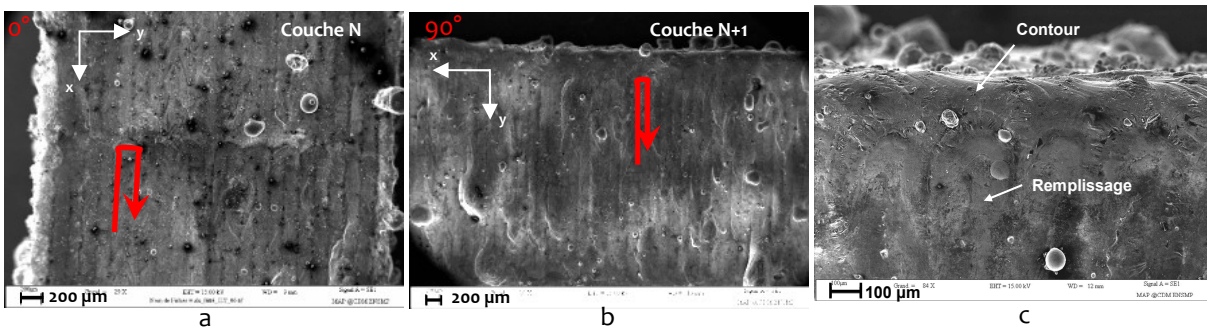
AlSi10Mg FUSIONNEE LASER (CLFA)	
SURFACE BRUTE DE FABRICATION	
SURFACE POLIE ET ATTAQUEE	
GRAINS	
PHASES	**Dendrites (Al), eutectique binaire (Al)+(Si), intermétalliques riches en Ti, Al**

Figure 104 - Microstructure du mur en AlSi10Mg obtenu par SLM au CLFA



a b c

Figure 105 – Identification de la stratégie de construction par observation au MEB en mode SE de la surface supérieure (dernière surface lasée) des murs fusionnés en AlSi10Mg : empilement 0°/90° des couches successives (a et b) et construction par contour et remplissage (c)

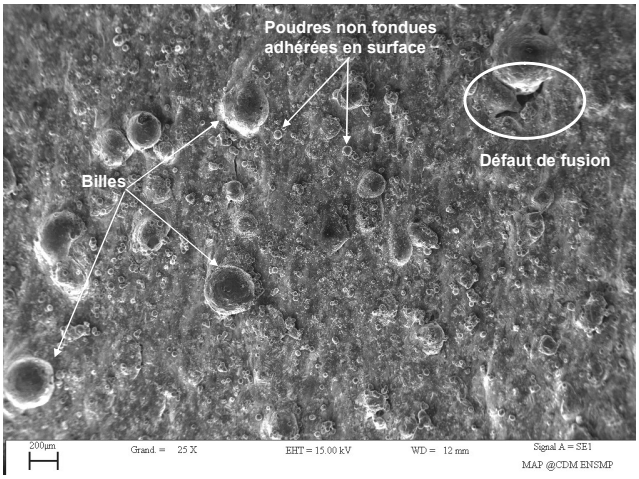


Figure 106- Observation en SE au MEB de l'état de surface d'un mur fusionné en AlSi10Mg

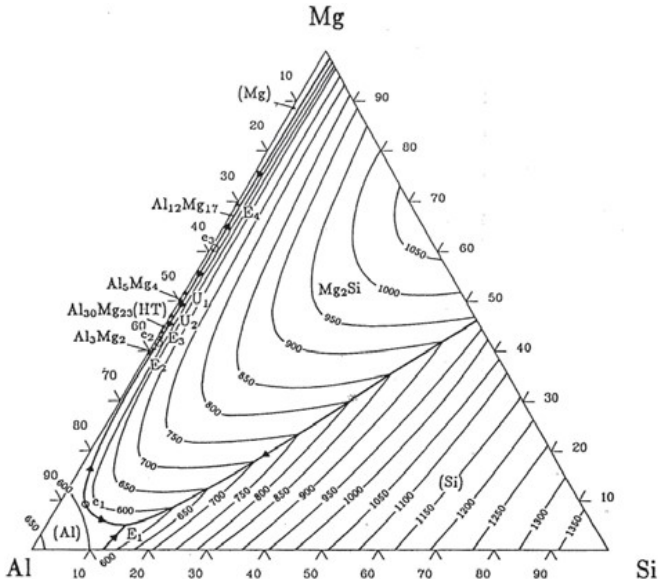
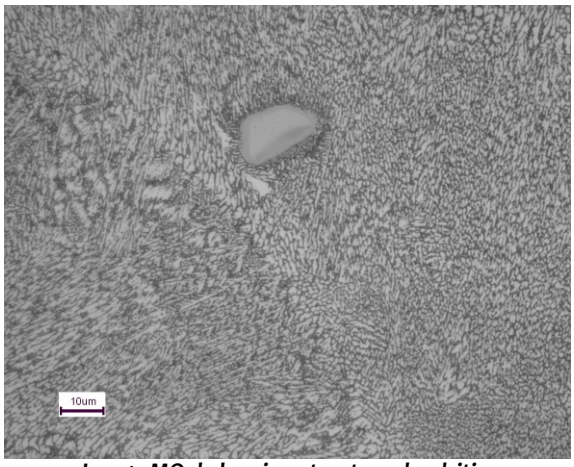
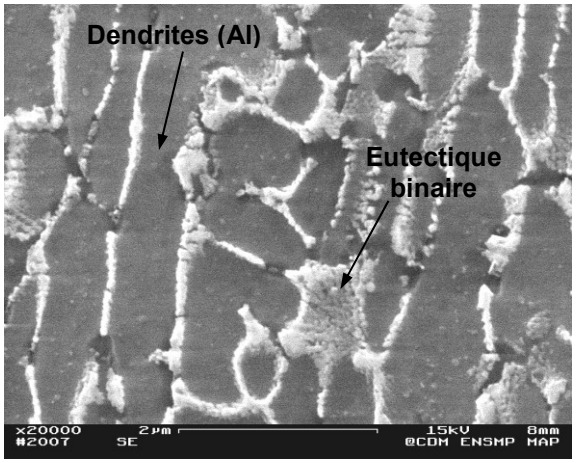


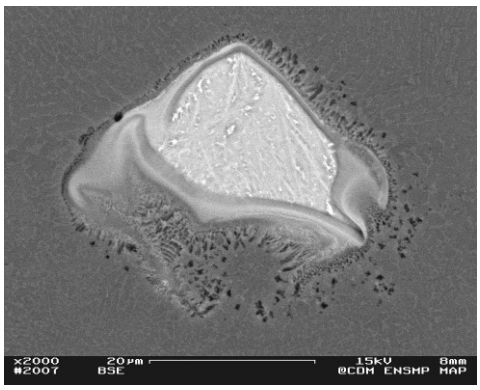
Figure 107 – Diagramme ternaire Al-Si-Mg (surface de liquidus) [VON06]



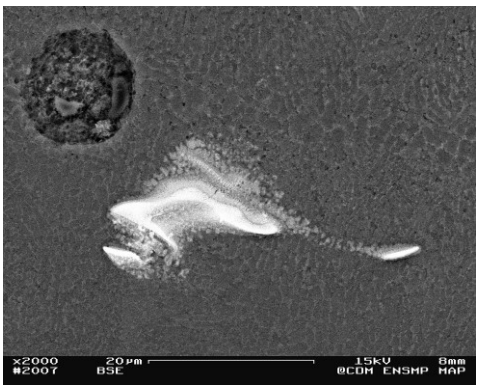
a – Image MO de la microstructure dendritique avec de gros précipités



b – Observation au MEB en SE de l'eutectique binaire(Al)+(Si) solidifié entre les dendrites (Al)



c - Précipité riche en Ti et Al rencontré dans les murs SLM en AlSi10Mg



d – Précipité riche en Al, Si, Ti, Fe, Mn rencontré dans les murs SLM en AlSi10Mg

Figure 108 - Images MO (a) et MEB (b, c, d) de la microstructure des murs en AlSi10Mg fabriqués par SLM

3.3.3 DEFAUTS CARACTERISTIQUES

Le taux volumique de porosité déterminé par la méthode des trois pesées menée sur plusieurs murs est inférieur à la limite basse détectable par la technique, soit <0,5%. Cependant le calcul de ce taux de porosité total nécessite la connaissance de la valeur de la masse volumique théorique du matériau. Or, celle-ci n'est pas connue précisément pour le moment. Nous avons choisi la valeur de 2,67 $g.cm^{-3}$ correspondant à la masse volumique d'un alliage équivalent.

Trois types de porosité sont rencontrés dans les coupes métallographiques des murs et de la pièce (Figure 109) :

- Manque de fusion pouvant s'étendre sur une longueur de 1 mm dans la direction X de balayage,
- Macroporosité sphérique de 5-10 µm environ,
- Microporosité sphérique (< 1 µm).

Les manques de matière se trouvent essentiellement localisés entre couches et peuvent s'étendre sur une ou plusieurs couches conduisant ainsi à un défaut aligné dans le sens Z de construction. De plus, les porosités sphériques sont essentiellement localisées au niveau des points de rebroussement c'est-à-dire au niveau des contours des carrés dans lesquels sont effectués les balayages successifs des cordons ainsi qu'au niveau de l'enveloppe extérieure (contour) des murs. Ce phénomène est particulièrement visible sur les coupes métallographiques XY réalisées sur les murs (Figure 110). Ceci s'explique par le fait que ces zones à forte porosité sont re-fusionnées plusieurs fois et ainsi détiennent une plus grande quantité de gaz occlus.

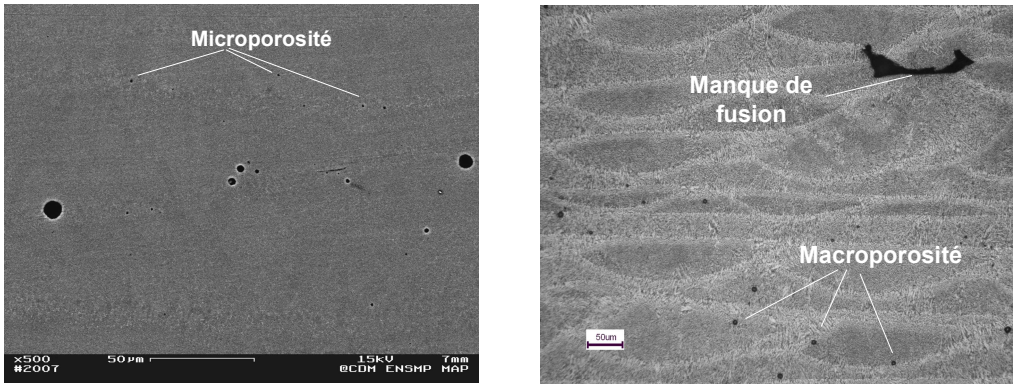


Figure 109- Types de porosités rencontrées dans les murs en AlSi10Mg fabriqués par SLMs

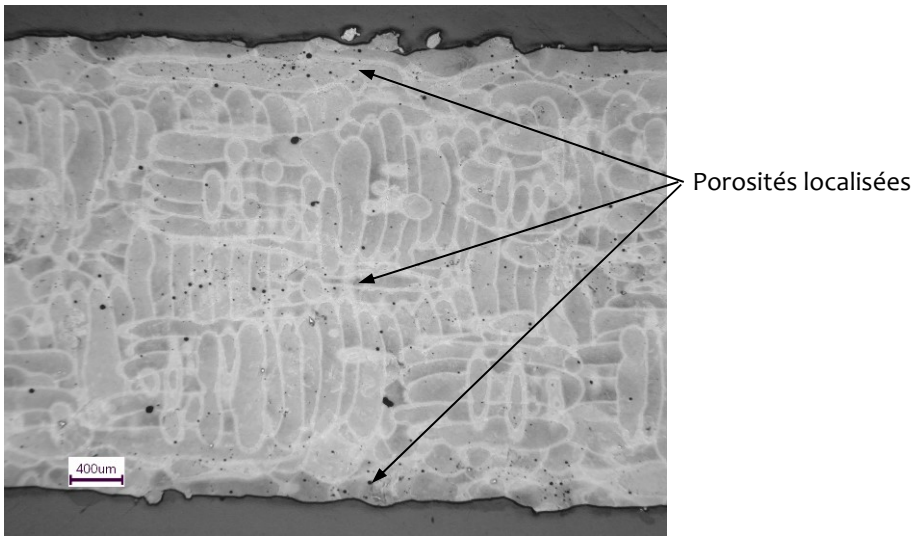


Figure 110- Image au MO d'une coupe métallographique XY d'un mur fusionné en AlSi10Mg : porosités localisées au niveau des points de rebroussement

3.4 CONCLUSION DU CHAPITRE

Les pièces obtenues par fabrication directe (procédés DMD et SLM), qu'il s'agisse de murs ou de démonstrateurs, subissent lors de leur construction une histoire thermique plus ou moins complexe.

En ce qui concerne la projection laser, les instrumentations par pyrométrie sur des murs en TA6V révèlent que les vitesses de trempe du bain liquide sont de l'ordre de 1000°C/s et que la déposition successive des couches génère des recuits cycliques et anisothermes de la partie du mur déjà construite.

Etant donné que la construction par projection laser est réalisée sur un substrat à température ambiante, la dissipation des calories s'effectue, au départ de la déposition, majoritairement par conduction via le substrat. Un gradient thermique s'établit ainsi dans le mur au fur et à mesure de sa construction puis, après un certain nombre de couches à partir duquel l'effet de pompage thermique du substrat n'est plus significatif, le mur atteint un régime quasi-stationnaire où la température pic dans le bain et la température maximale de recuit dans le mur n'évoluent pratiquement plus en fonction de l'altitude de la couche projetée.

Il résulte de ces conditions thermiques particulières des microstructures singulières : les matériaux obtenus par projection laser sont trempés, puis la microstructure évolue vers une microstructure d'équilibre selon

que les recuits cycliques soient plus ou moins efficaces. Les grains observés sont variables en termes de morphologie et de taille : des grains colonnaires ou équiaxes peuvent se former voire coexister dans un même mur. Ceci peut conduire à la formation de microstructures hétérogènes au sein d'un même mur, et a fortiori d'une même pièce (chapitre 7).

Pour le TA6V, on observe ainsi des microstructures trempées hors d'équilibre, de type aciculaire ou lamellaire avec des tailles de lattes variables selon les conditions de refroidissement et de recuit. Les murs présentent des microstructures variant de la phase martensitique α', éventuellement accompagnée de phase bêta résiduelle β_r et de phase alpha massive α_m aux joints de grains, à la microstructure de Widmanstattën $\alpha+\beta$ dont la composition, la morphologie et la taille des lattes varient en fonction des conditions thermiques.

Pour l'IN718, les microstructures observées sont toujours de type dendritique avec des grains équiaxes ou colonnaires. Les phases en présence sont la solution solide γ, les carbures, nitrures et carbonitrures de titane et de niobium et les phases de Laves dont la composition, la taille et la morphologie varient avec les conditions de refroidissement.

En ce qui concerne la fusion sélective par laser, les microstructures observées sont généralement plus trempées et plus homogènes que celles obtenues en projection laser. La thermique mise en jeu pour ces deux procédés n'est très certainement pas la même. Elle diffère en termes de températures atteintes, de gradient de température et de vitesse de solidification comme de vitesse de refroidissement.

Des défauts peuvent être rencontrés dans les pièces et murs obtenus par fabrication directe : il s'agit de porosités sphériques dues à des gaz occlus, de manques de matière ou bien de manques de fusion. D'autre part la rugosité brute de fabrication est relativement élevée.

Le chapitre suivant qui traite des phénomènes thermiques mis en jeu lors de la projection laser d'un mur en TA6V permettra de mieux appréhender l'origine de ces microstructures.

De plus, l'influence des paramètres du procédé de projection laser sur la microstructure du TA6V sera abordée dans le chapitre 5.

Enfin, les optima de fabrication directe en TA6V et IN718 exposés dans ce chapitre seront testés en traction. Ceci sera abordé dans le chapitre 6.

4 COMPREHENSION DES PHENOMENES THERMIQUES MIS EN JEU LORS DE LA PROJECTION LASER

4 COMPREHENSION DES PHENOMENES THERMIQUES MIS EN JEU LORS DE LA PROJECTION LASER .. 153

4.1 PRINCIPE DE L'INTERACTION LASER-MATIERE 154
4.1.1 Interaction laser-poudre 156
4.1.1.1 Principe de l'interaction laser-poudre : les différentes contributions 156
4.1.1.2 Approximation de la température des particules : projection laser du TA6V 159
4.1.2 Modélisation de l'interaction laser-poudre 160
4.1.2.1 Evolution de la vitesse d'une particule au cours de sa phase de chute 162
4.1.2.2 Bilan thermique d'une particule 162
4.1.2.3 Méthode de résolution 163
4.1.2.4 Résultats 164
4.1.2.5 Limites du modèle 168
4.1.2.6 Synthèse : évolution de la température des particules durant leur chute 169
4.2 BILAN THERMIQUE DU PROCEDE DE PROJECTION LASER 170
4.2.1 Détermination des pertes thermiques par la prise en compte d'indices métallurgiques 170
4.2.1.1 Evaluation de la profondeur affectée thermiquement : Approche par l'équation de Rosenthal 170
4.2.1.2 Evaluation du rendement énergétique du procédé 171
4.2.1.3 Evaluation des températures moyennes atteintes par les diverses zones métallurgiques : calcul des pertes thermiques par conduction 172
4.2.1.4 Etablissement des pertes thermiques par convection et rayonnement 174
4.2.1.5 Applications à deux paramétries 174
4.3 CONCLUSION DU CHAPITRE 176

Les microstructures hors d'équilibre obtenues de façon systématique aussi bien en projection laser (DMD) qu'en fusion sélective par laser (SLM) résultent de conditions thermiques particulières (chapitre 3). Dans un premier temps, Il apparaît nécessaire de comprendre les phénomènes thermiques mis en jeu en particulier lors de la projection laser afin de pouvoir les contrôler et ainsi maîtriser les microstructures. Pour cela, il convient d'appréhender l'interaction du rayonnement laser avec la matière, qu'il s'agisse du substrat ou du mur en construction ou bien des particules de poudre. A partir de ces considérations, le bilan thermique du procédé de projection laser sera établi de façon à expliquer les microstructures et macrostructures présentées dans le chapitre précédent.

4.1 PRINCIPE DE L'INTERACTION LASER-MATIERE

Deux types d'interaction laser-matière peuvent être identifiés : d'une part l'interaction du faisceau laser avec les particules de poudre durant leur parcours de la sortie de la buse à la surface de travail (i.e. le bain liquide) et d'autre part l'interaction entre le bain liquide, la poudre et le faisceau laser. Dans ce chapitre, seule l'interaction poudre-laser intervenant en amont du bain sera abordée. L'interaction laser-bain-poudre est traitée par ailleurs dans la littérature [HOA92, PIC94, GED05, HAN04, CHO05].

Lors de la construction d'un mur, le faisceau laser peut interagir avec le matériau massif (substrat ou mur en construction) et/ou avec les particules du faisceau de poudre [PEL93]. Cela dépend fortement de la configuration de travail et du type de buse employés. Les particules de poudre interagissent avec le faisceau laser lors de leur parcours de la sortie de la buse à la surface de travail. Elles peuvent alors atteindre leur point de fusion pendant ce trajet avant d'être ensuite déposées sur la surface de travail (substrat ou dernière couche du mur qui a été consolidée) et fondre localement cette région de façon à former un bain liquide. A contrario, les particules de poudre peuvent interagir de façon moindre avec le faisceau laser et en conséquence ne pas atteindre leur point de fusion durant leur temps de vol. Leur fusion intervient alors plus tardivement après qu'elles aient été incorporées dans le bain liquide. En effet, dans le cas d'un nuage de poudre qui ne serait pas totalement opaque mais plutôt dilué (peu dense), le faisceau laser transmis qui n'interagit pas avec la poudre peut créer un bain fondu sur la surface de travail avant l'arrivée des particules de poudre. Celles-ci vont alors intégrer le bain liquide et voir leur température s'élever dans le cas où leur température d'arrivée est inférieure à celle du bain. Les particules de poudre focalisées au niveau du bain liquide intègre donc celui-ci qu'elles soient à l'état liquide ou solide lors de leur arrivée. En revanche les particules de poudre, fondues ou non, qui arrivent au niveau d'une zone du mur qui n'est pas liquide (i.e. en dehors du bain liquide) rebondissent et ne sont pas, par conséquent, intégrées à la construction [POW93 tiré de LI03].

Il convient alors de distinguer différents temps d'interaction qui doivent permettre de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu : le temps de vol, le temps de balayage et le temps de thermalisation.
Le temps de vol des particules t_{vol} est le temps que mettent les particules de poudre pour parcourir la distance entre la sortie de la buse et la surface de travail, c'est-à-dire le temps d'interaction des particules de poudre avec le laser lors de leur trajet. Ce temps dépend de la distance x parcourue par les particules fonction de leur trajectoire et de leur vitesse V_o en sortie de buse :

$$t_{vol} = \frac{x}{V_0} = \frac{WD}{Vo \cdot \cos\delta} \quad (1)$$

Par simplification, il a été considéré que la distance x parcourue par une particule était la même quelle que soit la particule dans le jet de poudre. Cette distance s'élève donc à 4,17 mm pour notre montage en considérant un angle de sortie δ des poudres de 33° (angle entre l'axe principal de la buse et l'axe du jet de poudre : cf. figure 10, chapitre 1) et une distance de travail WD optimisée de 3,5 mm (chapitre 5). La vitesse des particules V_p est un des paramètres qui n'a pas été évalué lors des essais de projection alors qu'elle varie avec le débit de gaz D_{gp} porteur utilisé et la masse des particules M_p. La valeur maximale de la vitesse que peuvent atteindre les particules est égale à la vitesse du gaz porteur [OLI05]. Elle est estimée à 2m/s pour des montages et des tailles de poudre équivalents à ceux que l'on utilise [LAG89]. Le temps de vol des particules pour le montage considéré dans cette étude est alors de 2,08 ms. Pour des montages équivalents au notre, le temps de vol des particules est également de l'ordre de la milliseconde [PEL95].

Le temps de balayage t_{bal} est le temps d'interaction du faisceau laser avec le bain liquide et les particules de poudre qui ont atteint le bain. Il dépend de la vitesse de balayage V et du diamètre du spot laser ϕ_L au niveau de la surface de travail, soit environ 1,5 mm pour notre montage :

$$t_{bal} = \frac{\phi_L}{V} \quad (2)$$

Pour la paramétrie P300V300Dm1, le temps de balayage sera donc de 0,3 secondes. Ce temps intervient plutôt dans l'étude de l'interaction bain-poudre-laser non traité ici.

Le temps de thermalisation t_{the} est le temps nécessaire pour que la température de la particule soit homogène du cœur à sa surface. Il est fonction du rayon moyen de la particule r_p et de sa diffusivité thermique K [LAG89] où $K=\lambda/(\rho_p.Cp_S)$ avec λ la conductivité thermique, ρ_p la masse volumique et Cp_S, la chaleur spécifique à l'état solide des particules de poudre dont les valeurs sont données dans le Tableau 28 :

$$t_{the} = \frac{r_p^{\,2}}{6K} \quad (3)$$

Pour la poudre de TA6V utilisée, le rayon moyen des particules est d'environ 30 µm et la diffusivité thermique s'élève à $2{,}15.10^{-6}$ m²/s, ce qui donne un temps de thermalisation de 0,069 ms. Le temps de thermalisation est donc très inférieur au temps de vol des particules. Cependant, la poudre utilisée possède une granulométrie s'étalant majoritairement de 45 à 75 µm (chapitre 2). Il est possible de déterminer le temps de thermalisation pour chaque particule et d'en déduire un rayon critique de particule à partir duquel les particules de poudre n'ont pas le temps d'être homogène en température compte tenu du fait que le temps de thermalisation est supérieur au temps de vol des particules (Figure 111). Néanmoins, dans notre étude, même pour les particules de poudre les plus grosses dont le diamètre peut atteindre 150 µm, le temps de vol est toujours supérieur au temps de thermalisation des particules.

Propriétés	valeur
Masse volumique ρ ($g.cm^{-3}$)	4,42
Température de fusion Tf (°C)	1660
Chaleur latente de fusion ΔHf ($J.g^{-1}$)	365(*)
Chaleur spécifique à l'état solide Cps ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	610
Chaleur spécifique à l'état liquide Cp_L ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	986
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	5,8
Diffusivité thermique $K = \lambda/\rho.Cps$ ($m^2.s^{-1}$)	$2{,}15.10^{-6}$
Emissivité spectrale ε du TA6V pour la longueur d'onde du laser Nd :YAG (λ = 1.06µm) à 20°C	0,55

(*) Propriété du titane pur

Tableau 28 - Propriétés thermophysiques du TA6V

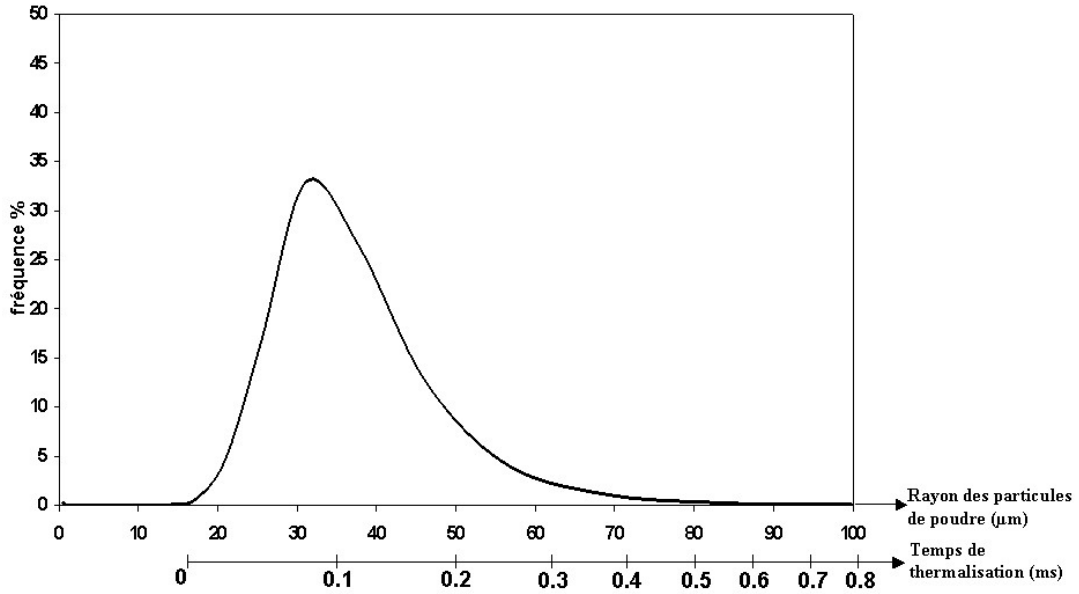


Figure 111 - Diagramme de répartition granulométrique de la poudre TA6V gradué en fonction du rayon des particules r_p et du temps de thermalisation t_{the}

4.1.1 INTERACTION LASER-POUDRE

4.1.1.1 Principe de l'interaction laser-poudre : les différentes contributions

L'interaction de la poudre avec le faisceau laser peut être décomposée en plusieurs contributions (Figure 113). Une partie de la puissance fournie P_f par le laser va être absorbée par la poudre P_{ap}, une autre partie va être réfléchie par le nuage de poudre P_{rp}, la somme des deux représentant la puissance dissipée par les poudres P_{dp}. La puissance absorbée par les poudres P_{ap} va être utilisée d'une part pour élever la température voire fondre les particules de poudre ($P_{échauf}$) et d'autre part va être dissipée par convection et rayonnement de la surface des poudres durant leur temps de vol (P_{pertes}). Enfin, une grande part de la puissance fournie va être transmise au niveau du mur P_{trans}. Une partie de cette puissance transmise va être réfléchie P_{rm} par le matériau massif (substrat et mur) et la partie restante P_{utile} va être dissipée par conduction, convection et rayonnement et va servir à maintenir un bain liquide d'un certain volume à une température moyenne T_{moy} et créer une zone refondue (ZR), garante d'une bonne adhésion entre couches, et une ZAT sur quelques couches du mur :

$$P_{dp} = P_{ap} + P_{rp} \quad (4)$$

$$P_{ap} = P_{échauf} + P_{pertes} \quad (5)$$

$$P_{trans} = P_{utile} + P_{rm} \quad (6)$$

$$P_f = P_{dp} + P_{trans} \quad (7)$$

$$P_{utile} = P_f - (P_{ap} + P_{rp} + P_{rm}) \quad (8)$$

Approche analytique de l'atténuation : loi de Beer-Lambert

L'interaction du faisceau de poudre avec le rayonnement laser entraîne une atténuation du faisceau incident avant d'être transmis au niveau du mur en construction. L'atténuation du faisceau laser par la poudre $a_{\%}$ est le ratio entre l'énergie dissipée par le nuage de poudre et l'énergie incidente, c'est-à-dire celle fournie par le faisceau laser [LAG89] :

$$a_{\%} = 1 - \frac{E_{trans}}{E_f} = 1 - \frac{P_{trans}}{P_f} = \frac{P_{dp}}{P_f} \quad (9)$$

La loi de Beer-Lambert qui est généralement utilisée pour traduire l'amortissement d'une onde électromagnétique dans un matériau massif [FRE91] peut permettre d'exprimer l'atténuation du faisceau laser monochromatique par un nuage de poudre [JOU97, LAG89, PEL95, HUA05] :

$$E_{trans} = E_f \exp(-\beta z) \quad (10)$$

où E_f est l'énergie initiale fournie par le laser, β est le coefficient d'atténuation de l'énergie et z est l'épaisseur du nuage de poudre. Le coefficient β d'atténuation de l'énergie est un paramètre qui dépend entre autres des propriétés optiques du matériau et qui reste difficilement quantifiable par l'expérience. L'évaluation de ce paramètre fait intervenir des théories complexes comme la théorie de Mie [LAG89, PRA04, JOH81, HUA05].

Ce paramètre peut néanmoins être approximé par l'équation suivante où S_e est la section efficace d'une particule de poudre et Nb la concentration volumique des particules [LAG89, PEL95, FU02] :

$$\beta = S_e \cdot Nb \quad \text{avec} \quad Se = \pi \cdot r_p^{\,2} \quad (11)$$

Approche expérimentale de l'atténuation

L'appréciation expérimentale de l'atténuation du faisceau laser $a_{\%}$ par le nuage de poudre n'est pas aisée tant elle dépend de nombreux facteurs qui sont de surcroît parfois mal connus ou difficilement contrôlables, à savoir [PEL95]:

- les propriétés optiques du matériau constitutif des particules de poudre,
- l'état de surface des particules (oxydation et rugosité),
- la température des particules de poudre,
- le débit massique de poudre,
- la vitesse des particules.

L'atténuation a% est dépendante de la vitesse V_p des particules de poudre et donc de la vitesse du gaz porteur V_{gp} des poudres. En effet, U. de OLIVEIRA et al.[OLI05] ont montré en exploitant le modèle proposé par J.M.JOUVARD et al.[JOU97] qu'il existait une valeur seuil de la vitesse des particules en deçà de laquelle l'interaction poudre-laser est telle que la puissance transmise au substrat suite à l'atténuation par le nuage de poudre n'est pas suffisante pour créer un bain fondu et assurer la formation d'un cordon de matière.

Dans le cadre du projet PROFIL, des essais de quantification de l'atténuation du faisceau laser par les poudres ont été menés sur la machine Limoges par P.PEYRE et al. [PEY08]. Celles-ci montrent que l'atténuation $a_{\%}$ augmente linéairement avec le débit massique de poudre indépendamment de la puissance laser (Figure 112) tel que :

$$a_{\%} = k \cdot Dm \quad (12)$$

avec 3,67<k<4,05.

D'autres auteurs ont également constaté cette augmentation de $a_{\%}$ avec le débit de poudre [LAG89, DIN02]. Ainsi pour notre montage et pour des poudres de TA6V de granulométrie 45-75µm, $a_{\%}$ varie entre 4 et 15% pour des débits massiques de poudre allant de 1 à 4 g/min. DINIZ NETO et al. évaluent l'atténuation du faisceau laser $a_{\%}$ par des particules de stellite de 20µm de rayon à environ 10% pour un débit massique de poudre de 10g/min [DIN02]. Les mêmes auteurs décrivent l'atténuation comme étant dépendante de la température selon l'équation (soit T, la température des particules de poudre exprimée en Kelvin) :

$$a_{\%} = 0.3 + 0.2615 \cdot 10^{-3} \cdot T \quad (13)$$

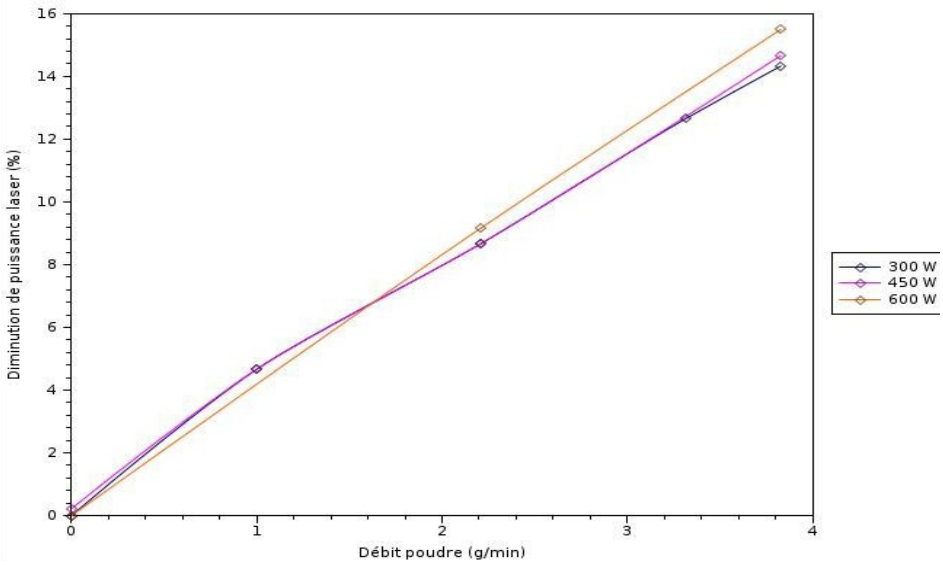


Figure 112 – Atténuation $a_{\%}$ de la puissance laser en fonction du débit massique de poudre Dm pour différentes puissances laser fournies P_f (gaz protecteur et porteur de la poudre = hélium) [LON06b]

Définition de l'absorbance des poudres

Les propriétés optiques du matériau constitutif de la poudre vont influer sur l'atténuation induite par le nuage de poudre, notamment sa réflectivité. La réflectivité R est définie comme étant le complément de l'absorbance A pour un matériau métallique [CAI92] :

$$A + R = 1 \tag{14}$$

Ainsi, si l'on considère l'expression (4) de la puissance totale dissipée par les poudres P_{dp}, il est possible d'écrire :

$$\frac{P_{ap}}{P_{dp}} + \frac{P_{rp}}{P_{dp}} = A_{poudre} + R_{poudre} = 1 \tag{15}$$

La réflectivité est élevée lorsqu'il s'agit d'une surface métallique solide, massive et dépourvue de toute contamination [SAH91] et dépend de la longueur d'onde du faisceau laser incident [FIS03, YAK05, PEL95] et de la température du solide. Cependant, pour des particules de poudre considérées comme réactives, la présence fréquente d'un fin film d'oxyde à leur surface augmente l'absorbance du matériau et diminue donc sa réflectivité. De plus, la réflectivité d'un matériau est plus basse s'il se trouve à l'état liquide. Or, les particules de poudre sont susceptibles de fondre lors de l'interaction laser-poudre.

Incidence des réflexions multiples sur l'absorbance des poudres

Pour un milieu dispersé tel qu'un nuage de poudre, des réflexions multiples du faisceau laser peuvent s'y produire en nombre d'autant plus grand que la poudre est fine et en concentration importante [PEL93]. Ainsi, une particule de poudre peut interagir plusieurs fois avec le faisceau laser (Figure 114). Ceci concourt à augmenter la puissance absorbée par les particules de poudre et donc à diminuer les pertes d'énergie par réflexion du faisceau. Cependant, lors de l'utilisation de faibles débits massiques, ce qui est le cas dans notre étude, le milieu de poudre est dilué et les réflexions multiples peuvent être considérées comme négligeables [PEL95]. PELLETIER et al. évaluent la transition entre un nuage dilué et un nuage opaque pour un débit massique Dm de 35g/min environ pour des poudres de Ni-Cr-Co-Fe et un laser CO_2 [PEL93].

Energie absorbée par les poudres

La quantité d'énergie absorbée par les particules de poudre E_{ap} lors de leur montée en température de l'ambiante à la température moyenne T_{mp} peut être exprimée en fonction de la chaleur latente de fusion ΔH_f , de la masse m de poudre et de la chaleur spécifique Cp_S ou Cp_L selon que les particules restent à l'état solide ou passent à l'état liquide :

$$E_{ap} = m\left[Cp_S \cdot \left(T_{mp} - T_{amb} + \delta \cdot (T_f - T_{mp})\right) + \delta \cdot \left(\Delta H_f + Cp_L \cdot (T_{mp} - T_f)\right)\right] \tag{16}$$

avec δ = 0 lorsque la température atteinte est inférieure à la température de fusion T_f et δ = 1 dans le cas contraire. L'équation de la chaleur est applicable dans la mesure où la répartition de la température est considérée comme homogène au sein de la particule du fait que le temps de thermalisation t_{the} soit largement inférieur au temps d'interaction t_{vol} [LEM93, HUA05].

4.1.1.2 Approximation de la température des particules : projection laser du TA6V

En considérant la paramétrie P300V300Dm1, l'atténuation du faisceau laser $a_{\%}$ par les particules a été estimée à 4% [PEY08]. La puissance dissipée P_{dp} par les poudres est donc de 12W répartie entre la puissance réfléchie P_{rp} et la puissance absorbée par les poudres P_{ap}. La puissance absorbée va être utilisée pour élever la température des poudres éventuellement au delà de leur point de fusion T_f. Puis, lors de leur parcours, les poudres vont perdre de l'énergie par convection et rayonnement de leur surface. A partir des équations (4), (5) et (9), il est alors possible d'écrire :

$$P_{dp} = P_{pertes} + P_{échauf} + P_{rp} = a_{\%} \cdot P_f = 12W \tag{17}$$

Au même titre que l'atténuation $a_{\%}$, l'absorbance A des poudres est une grandeur difficilement accessible par l'expérience. Elle est généralement estimée entre 20 et 50% dans la littérature selon les matériaux et la longueur d'onde de la source laser utilisée [DIN02, FU02, HUA05, KAH01, PEY08, OLI05]. Etant donnée la réactivité du TA6V vis à vis de l'oxygène et son aptitude à former des oxydes en surface des poudres, il convient de considérer que l'absorbance de la poudre de TA6V utilisée est de 70% pour l'état solide et de 90% pour l'état liquide. En négligeant les pertes thermiques des poudres lors de leur trajet (P_{pertes}=0, c'est-à-dire P_{ap}=$P_{échauf}$), la puissance disponible pour élever la température des particules $P_{échauf}$ se situe donc entre 8,4 et 10,8W selon que les poudres soient solides ou liquides. Cette puissance $P_{échauf}$ s'exprime, en considérant le rendement massique du procédé Rm et le débit massique de poudre Dm par la relation suivante :

$$P_{échauf} = \frac{Dm \cdot Rm}{60}\left[Cp_S \cdot \left(T_{mp} - T_{amb} + \delta \cdot (T_f - T_{mp})\right) + \delta \cdot \left(\Delta H_f + Cp_L \cdot (T_{mp} - T_f)\right)\right] \tag{18}$$

Le rendement massique du procédé Rm est toujours inférieur à 100%. Ceci s'explique par le fait que pour la configuration de travail optimisée (chapitre 5), la tache du faisceau de poudre au niveau de la surface de travail dont le diamètre est de l'ordre de 2 mm est toujours supérieure au diamètre du faisceau laser de 1,5mm. Les paramètres procédé P, V, Dm ont également une forte influence sur le Rm : il varie ainsi d'environ 20 à quasiment 100% pour la fenêtre paramétrique du TA6V étudiée (chapitre 5). En intégrant dans le calcul de $P_{échauf}$ le rendement massique du procédé, on considère que seule la proportion des particules de poudre qui entre dans le bain liquide est chauffée par le laser lors de leur vol, ce qui est inexact puisque la partie de la poudre qui ne participe pas à la construction peut également voir sa température augmenter lors du trajet buse-mur. En considérant un rendement massique pour la paramétrie P300V300Dm1 de 80%, la chaleur spécifique du TA6V solide Cp_S de 610 $J.kg^{-1}.K^{-1}$ et à défaut la chaleur latente du titane de 365 $J.g^{-1}$, la température moyenne T_{mp} atteinte par les particules de poudre peut alors être évaluée à 1200°C à partir de l'équation (18). Néanmoins, ce calcul ne tient pas compte du temps d'interaction entre les poudres et le faisceau laser. C'est pourquoi, pour connaître plus précisément la température des poudres à la fin de leur vol, il a été entrepris une modélisation de l'interaction laser-poudre.

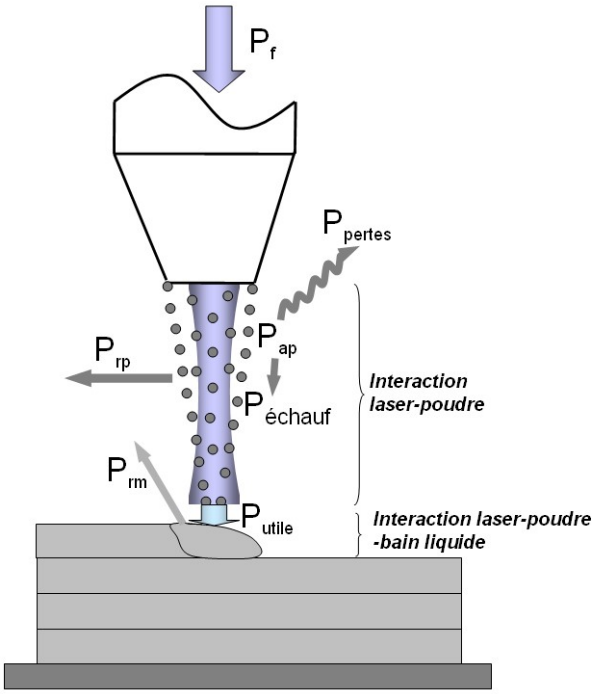


Figure 113 - Schéma de principe de l'interaction laser-poudre

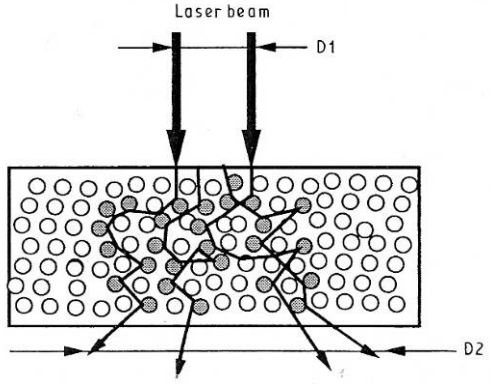


Figure 114 - Schéma illustrant les réflexions multiples du faisceau laser au sein du nuage de poudre dans le cas de débits massiques Dm relativement importants [PEL93]

4.1.2 MODELISATION DE L'INTERACTION LASER-POUDRE

Afin de compléter l'approche concernant l'interaction poudre-laser, une modélisation par différences finies de l'interaction laser-matière a été entreprise dans le but d'évaluer l'influence des paramètres d'entrée sur la température d'arrivée des particules dans le bain liquide.

Dans la littérature, il est constaté que le choix des phénomènes négligés variait suivant les modèles proposés dans les différents articles. Ainsi, certains auteurs négligent le rayonnement des poudres durant leur phase de vol [LIN99, YAK05] alors que d'autres le prennent en compte [LIU02, PEL95]. Un autre exemple de divergence entre les articles est la variation de l'intensité laser (rapport de la puissance du laser fournie et de la surface du spot laser) suivant l'altitude z de la sortie de la buse à la surface de travail. Le faisceau laser peut en effet être considéré conique ou cylindrique suivant la position du point de focalisation choisi. Enfin, l'atténuation $a_{\%}$ (encore appelé écrantage) du faisceau laser par le nuage de poudre peut être pris en compte ou négligé selon les auteurs. Dans le cas du modèle présenté ici, les paramètres jugés les plus pertinents ont été pris en compte. L'effet du rayonnement a par exemple été conservé afin d'évaluer son importance par rapport à la convection et à l'absorbance des poudres. Pour la configuration de travail retenue (chapitre 5), le laser est défocalisé de 6,5mm et sa caustique n'est pas

rectiligne car il est divergent sur l'ensemble de la phase d'interaction laser-poudre. Le faisceau de poudre peut lui aussi présenter des géométries variées (divergence et convergence) (chapitre 5)

Le problème de l'interaction laser-poudre est alors modélisé en considérant une seule particule sphérique de diamètre D_p dans un faisceau laser divergent de demi-angle α (Figure 115). Pour cela, le programme Matlab® conçu permet de résoudre par différences finies l'équation de mouvement des particules ainsi que l'équation de l'évolution de la température des particules de poudre tout en prenant en compte les pertes énergétiques des particules de poudre lors de leur chute. Par simplification, il est supposé dans un premier temps que l'interaction laser-poudre débute à la sortie de la buse, ce qui n'est pas tout à fait correcte dans la mesure où l'interaction a lieu seulement sur une partie du trajet où le faisceau laser croise le faisceau de poudre (chapitre 5). La particule arrive en sortie de buse à la vitesse initiale V_0 qui lui est conférée par le gaz porteur. Sa vitesse et sa température instantanées sont notées V_P et T. Le gaz protecteur visant à limiter l'oxydation est envoyé par la buse à la vitesse U qui est supposée constante durant la phase de chute de la particule.

Quelques hypothèses ont été émises pour la simplification du problème :

- la variation du rayon de la particule r_p avec la température est négligée,
- comme nous l'avons vu précédemment, le temps de thermalisation (de l'ordre de quelques centièmes de milliseconde) est bien plus faible que le temps d'interaction t_{vol} entre les particules et le laser (de l'ordre de la milliseconde). La particule sera donc supposée avoir à tout instant une température homogène,
- étant donné que la chute d'une seule particule a été considérée dans ce problème, les réflexions multiples du faisceau pouvant intervenir au sein d'un nuage de poudre ne sont pas considérées. Cette hypothèse semble réaliste puisque le nuage de poudre reste dilué pour les débits massiques de poudre utilisés,
- l'atténuation du faisceau par le nuage de poudre n'est pas prise en compte dans un premier temps. Une loi de type Beer-Lambert pourrait être utilisée par la suite pour modéliser l'atténuation,
- la valeur de l'absorbance A des particules en fonction de la température pour la longueur d'onde du laser considéré restant inconnue, une valeur de 70% pour l'état solide et 90% pour l'état liquide a été considérée pour le calcul. Dans un second temps, l'absorbance des poudres a été considérée comme étant un paramètre du modèle afin d'évaluer sa criticité,
- l'émissivité totale des particules fonction de la température (dans un état probablement oxydé en surface) n'est pas connue. Par défaut, l'émissivité totale pour un état non oxydé du TA6V fonction de la température a été prise en compte pour le calcul (chapitre 3, figure 4),
- le laser est supposé avoir une répartition d'intensité uniforme. En effet, il ne sera pas tenu compte de la répartition gaussienne du laser.

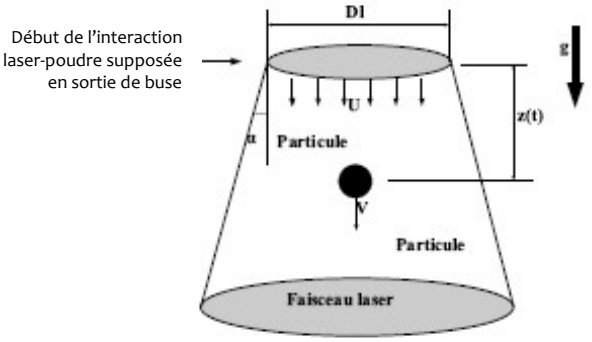


Figure 115 - Schéma de principe de la modélisation laser-poudre

4.1.2.1 Evolution de la vitesse d'une particule au cours de sa phase de chute

La vitesse de la particule durant sa phase de chute est régie par l'équation de la dynamique :

$$M_p \frac{dV_P}{dt} = \frac{1}{8} \cdot \mathrm{Re} \cdot \mu \cdot C_d \cdot \pi \cdot D_p \cdot (U - V_P) + M_p \cdot g \quad (19)$$

où V_P désigne la vitesse instantanée de la particule durant la phase de chute, g l'accélération de la pesanteur, M_P la masse de la particule $M_p = 4/3\pi\rho_p (D_p/2)^3$, Re le nombre de Reynolds du système et C_d le coefficient de traînée. Le nombre de Reynolds s'exprime de la manière suivante :

$$\mathrm{Re} = \left|U - V_P\right| \cdot \frac{(\rho_g \cdot D_p)}{\mu} \quad (20)$$

où ρ_g est la masse volumique, μ la viscosité dynamique du gaz et U la vitesse du gaz protecteur.

L'expression du coefficient de traînée Cd dépend de la valeur du nombre de Reynolds Re [SMU03, LIU02] :

$$C_d = \frac{24}{\mathrm{Re}} \quad \text{pour Re < 0,2} \quad (21)$$

$$C_d = \frac{24}{\mathrm{Re}} \cdot (1 + 0{,}187\,\mathrm{Re}) \quad \text{pour 0,2 < Re < 2,0} \quad (22)$$

$$C_d = \frac{24}{\mathrm{Re}} \cdot (1 + 0{,}11\,\mathrm{Re}^{0{,}81}) \quad \text{pour 2,0 < Re < 21,0} \quad (23)$$

$$C_d = \frac{24}{\mathrm{Re}} \cdot (1 + 0{,}189\,\mathrm{Re}^{0{,}62}) \quad \text{pour 21,0 < Re < 500,0} \quad (24)$$

Dans notre cas Re est inférieur à 2.

L'équation devient alors :

$$\frac{dV_p}{dt} = \frac{18\mu}{\rho_p \cdot D_p^2} \cdot (1 + 0{,}187\,\mathrm{Re})(U - V_p) + g \quad (25)$$

4.1.2.2 Bilan thermique d'une particule

Au cours de sa chute, la température de la particule évolue sous plusieurs effets :

1- Elle absorbe une partie de la puissance du laser. La puissance absorbée prend la forme :

$$P_{ap} = S_e \cdot A \cdot \frac{P_f}{S_L} \quad (26)$$

où $S_L = \pi(\tan(\alpha)z + \phi_L/2)^2$ est la section locale du faisceau laser où ϕ_L représente le diamètre du spot laser en sortie de buse, P_f sa puissance fournie, et A l'absorbance de la particule dans la longueur d'onde du laser (elle varie avec la température). S_e désigne la section efficace d'absorption de la particule tel que $S_e = \pi \cdot r_p{}^2$.

2- Elle perd une partie de sa chaleur par convection avec le gaz environnant. La puissance perdue par cet effet s'écrit :

$$P_{conv} = 4\pi(D_p/2)^2 \cdot h \cdot (T_g - T) \quad (27)$$

où h désigne le coefficient de convection gaz-particule qui varie avec la vitesse relative entre la particule et le gaz. Pour cela, on le relie à la conduction thermique k du gaz qui est mieux connu :

$$h = \frac{Nu \cdot k}{D_p} = \frac{(2 + 0{,}66\,\mathrm{Re}^{0{,}5} \cdot \mathrm{Pr}^{0{,}33}) \cdot k}{D_p} \quad (28)$$

où Cp_g représente la chaleur spécifique du gaz et Nu le coefficient de Nusselt et P_r le nombre de Prandtl qui est égal à $\mu.Cp_g$ /k. L'expression du coefficient de Nusselt dépend de la valeur du nombre de Reynolds Re [HUR02] :

$$Nu = 2 + 0{,}66\,\mathrm{Re}^{1/2}.\mathrm{Pr}^{1/3} \quad \text{pour } \mathrm{Re} \le 2 \tag{29}$$

$$Nu = 1{,}05\,\mathrm{Re}^{1/2}.\mathrm{Pr}^{1/3} \quad \text{pour } 2 \le \mathrm{Re} \le 400 \tag{30}$$

3- Elle perd une partie de son énergie par rayonnement avec le milieu extérieur :

$$P_{ray} = 4\pi(\frac{D_p}{2})^2 \varepsilon \cdot \sigma(T_g^4 - T^4) \tag{31}$$

où ε désigne l'émissivité spectrale de la particule dans toutes les longueurs d'onde et σ est la constante de Stefan-Boltzmann ($\sigma = 5{,}67.10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}$)

Finalement, le bilan thermique impose :

$$\frac{4}{3}\pi(\frac{D_p}{2})^3 \rho_p \cdot Cp_p \frac{dT}{dt} = P_{ap} + P_{conv} + P_{ray} \tag{32}$$

où Cp_p désigne la chaleur spécifique de la particule et ρ_p sa masse volumique.

D'où l'équation d'évolution de la température de la particule :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{D_p \cdot \rho_p \cdot Cp_p}\left(\frac{6Nu \cdot k}{D_p}(T_g - T) + 6\varepsilon \cdot \sigma(T_g^4 - T^4) + \frac{3}{2}A\frac{P_f}{S_L}\right) \tag{33}$$

4.1.2.3 Méthode de résolution

Un programme a été conçu en utilisant le logiciel Matlab® afin de résoudre les équations (25) et (33) par la méthode des différences finies. Un pas de temps Δt a été choisi et il est alors possible de remplacer dans ces équations :

- les dérivées $\frac{dT}{dt}$ par $\frac{T_{n+1} - T_n}{dt}$

- les dérivées $\frac{dV}{dt}$ par $\frac{V_{n+1} - V_n}{dt}$ et $\frac{z_{n+1} - 2z_n + z_{n-1}}{\cos\delta \cdot dt^2}$

Ceci donne accès aux expressions de T_{n+1}, V_{n+1} et z_{n+1} en fonction des variables indexées par n et n–1. Le schéma est explicite en temps. L'éventuelle phase de fusion, souvent négligée par les modèles étudiés dans la littérature, est ici prise en compte de la manière suivante : lorsque la particule a atteint la température de fusion, la quantité d'énergie qu'elle emmagasine à chaque pas de temps est évaluée et la particule est considérée liquide lorsqu'elle a reçue une énergie égale à son enthalpie de changement d'état ΔH_f. La durée de cette phase de changement d'état Δt_f peut être évaluée de la façon suivante :

$$\Delta t_f = \frac{\frac{2}{3}\rho_p \cdot D_p \cdot \Delta H_f}{\frac{4Nu \cdot k}{D_p}(T_g - T_f) + 4\varepsilon \cdot \sigma(T_g^4 - {T_f}^4) + A\frac{P_f}{S_L}} \tag{34}$$

L'absorbance de la particule durant cette phase a été prise comme la moyenne entre celle de la phase solide et celle de la phase liquide, soit A=0,8. La convergence en temps du programme a été testée en faisant varier le pas de temps (de 10^{-5}s à 10^{-7}s) et il a pu être observé qu'à partir d'un pas de temps de 10^{-6}s, le programme convergeait et permettait de visualiser l'ensemble des phénomènes, y compris la phase de fusion.

4.1.2.4 Résultats

Le modèle exposé précédemment a été appliqué à nos conditions expérimentales, à savoir une poudre de TA6V (45-75µm) de diamètre moyen D_p de 60µm avec comme gaz porteur et protecteur l'hélium. Les caractéristiques du TA6V et de l'hélium ainsi que les conditions de projection adoptées pour la modélisation sont regroupées dans les tableaux ci-dessous où T_o et T_g représentent respectivement la température initiale des particules et du gaz. Les paramètres du modèle A, P_f, V_o et U varient respectivement de 0.5 à 0.7, de 200 à 400W, de 2 à 6 $m.s^{-1}$ pour Vo comme pour U. Pour évaluer l'effet d'un de ces quatre paramètres, les autres sont fixés aux valeurs suivantes : A = As = 0,7, P_f = 300W, V_o = 2$m.s^{-1}$, U = 4$m.s^{-1}$. La distance buse-mur WD (20 mm) est prise supérieure à la distance réelle (3,5mm) pour bien mettre en évidence l'effet de ce paramètre sur la température atteinte par les particules. Les lignes pointillées sur les graphiques des Figure 116 et Figure 117 représentent la distance de travail WD optimisée (3,5mm) dans le cas de la projection laser sur la machine Limoges (chapitre 5).

Paramètres	A_L	A_S	Cps ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	Cpl ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	T_f (°C)	ΔH_f ($J.g^{-1}$)	ρ_p ($kg.m^{-3}$)	D_p (µm)	Dm ($g.min^{-1}$)	T_o (°C)
valeur	0.9	0.7	610	986	1660	365	4420	60	1	25

Tableau 29 - Valeurs des différentes propriétés des particules de poudre de TA6V adoptées pour la modélisation

Paramètres	ρ_g ($kg.m^{-3}$)	Cp_g ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	k ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	µ ($kg.m^{-1}.s^{-1}$)	T_g (°C)
valeur	0.169	5196	0,142	$19,4.10^{-6}$	25

Tableau 30 - Valeurs des différentes propriétés de l'hélium (gaz porteur et protecteur) adoptées pour la modélisation

L'évolution de la température de la particule lors de sa chute peut présenter deux phases en fonction du temps d'interaction, à savoir : une phase de montée en température avec éventuellement un palier de fusion à 1660°C (température de fusion du TA6V) et un refroidissement de la particule lorsque les pertes (convection, rayonnement) deviennent supérieures au gain d'énergie absorbée.

Les vitesses initiales du gaz et des particules jouent un rôle important sur la température atteinte par les particules. En effet, les vitesses du gaz et des particules ont une influence d'une part sur la quantité d'énergie perdue par la particule par convection lors de sa chute et d'autre part sur le temps de vol de la particule. Pour des vitesses initiales V_o et relatives $|U-V_o|$ relativement importantes, la particule de poudre n'atteint pas la température de fusion du fait de la réduction de son temps de vol et de l'augmentation des pertes énergétiques par convection (Figure 116a et Figure 116b). Pour une vitesse initiale de particule de 6m/s, sa température reste constamment inférieure à la température de fusion du TA6V. En revanche, la vitesse relative doit être supérieure à 4m/s pour la particule reste solide.

La puissance laser et l'absorbance des poudres influent sur la quantité d'énergie absorbée par les poudres. Une augmentation de l'un ou l'autre de ces paramètres entraîne naturellement une augmentation de l'énergie absorbée par la particule et donc une augmentation de sa température Figure 117a et Figure 117b.
Ces quatre paramètres identifiés comme prépondérants dans l'interaction poudre-laser ont donc une influence considérable sur la température des particules à leur arrivée dans le bain. Cependant, la vitesse initiale du gaz et des particules ainsi que leur absorbance vis à vis de la longueur d'onde du Nd:YAG en fonction de la température sont des données expérimentales encore indéterminées ou mal connues. Ce modèle a permis en première approche de rendre compte des tendances paramétriques.

La **Figure 118**a souligne combien il est important de travailler avec une distribution étroite de la taille des particules de poudre afin d'éviter de perturber la température du bain et ainsi garantir sa stabilité. En effet l'histoire thermique d'une particule dépend de sa taille. Pour une poudre de TA6V dont le diamètre moyen varie de 45 à 75 µm, l'écart de température entre ces deux poudres arrivant dans le bain situé à 3,5 mm de la sortie de la buse est de 180°C alors que cet écart est de 500°c pour une taille de poudre variant entre 45 et 100 µ, les plus grosses arrivants non fondues dans le bain.

La Figure 118b montre l'importance relative des différentes contributions au bilan thermique. Dans le cas du TA6V protégé de l'oxydation par de l'hélium, le terme de rayonnement paraît négligeable devant la convection et la puissance reçue dans la première phase de chute (qui est celle qui nous intéressera en général car la distance buse-mur est très faible). Cette conclusion ne doit néanmoins pas être a priori généralisée à tous les cas : le coefficient de conduction k de l'hélium étant le plus élevé de tous les gaz, le coefficient de convection h entre la particule et l'hélium est lui-même très grand. Si le gaz est remplacé par de l'argon, l'écart entre les deux termes de convection et de rayonnement est réduit, même si la convection reste supérieure.

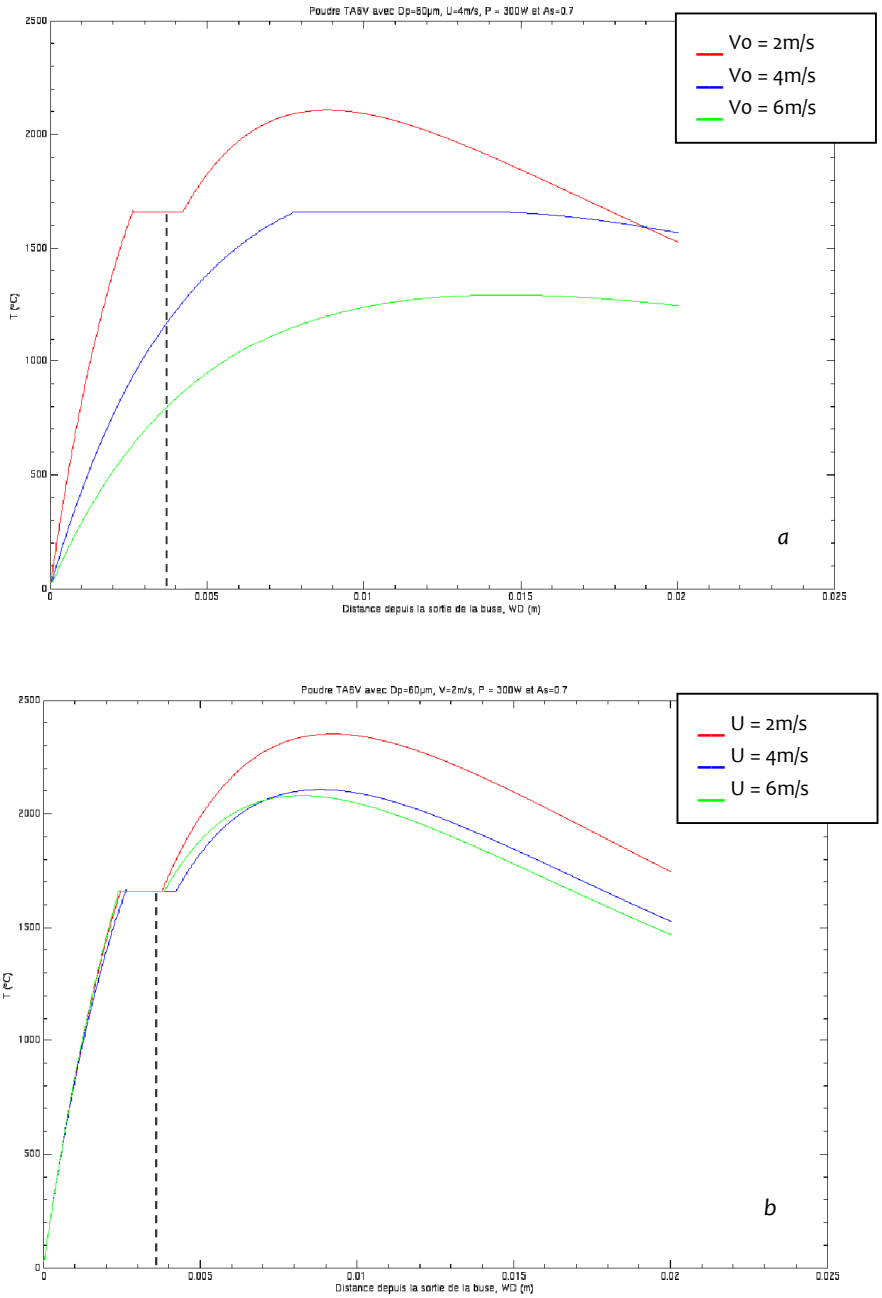


Figure 116 - Influence de la vitesse (a) initiale des particules V_o et (b) d'émission du gaz protecteur U

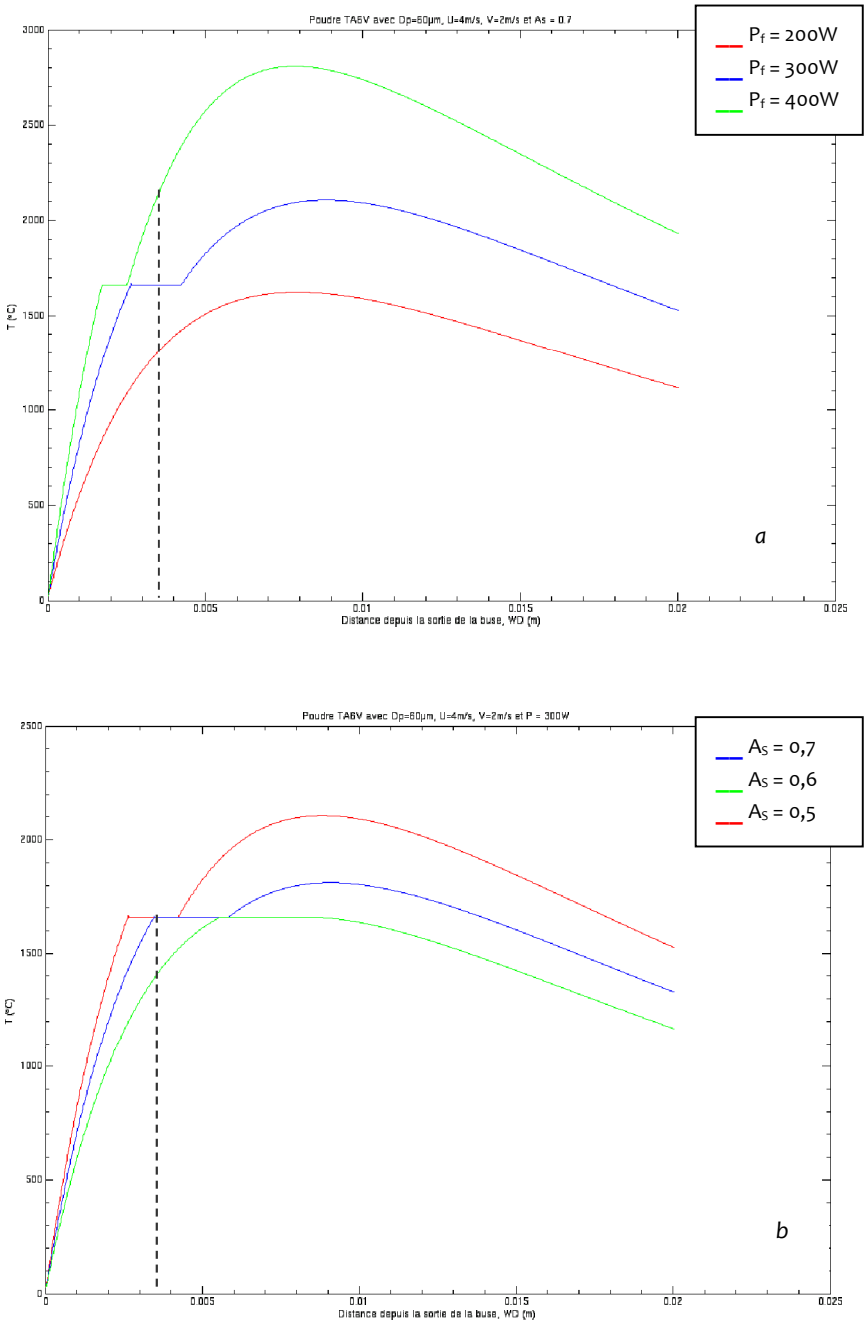


Figure 117 – Influence (a) de la puissance laser fournie P_f et (b) de l'absorbance As des poudres

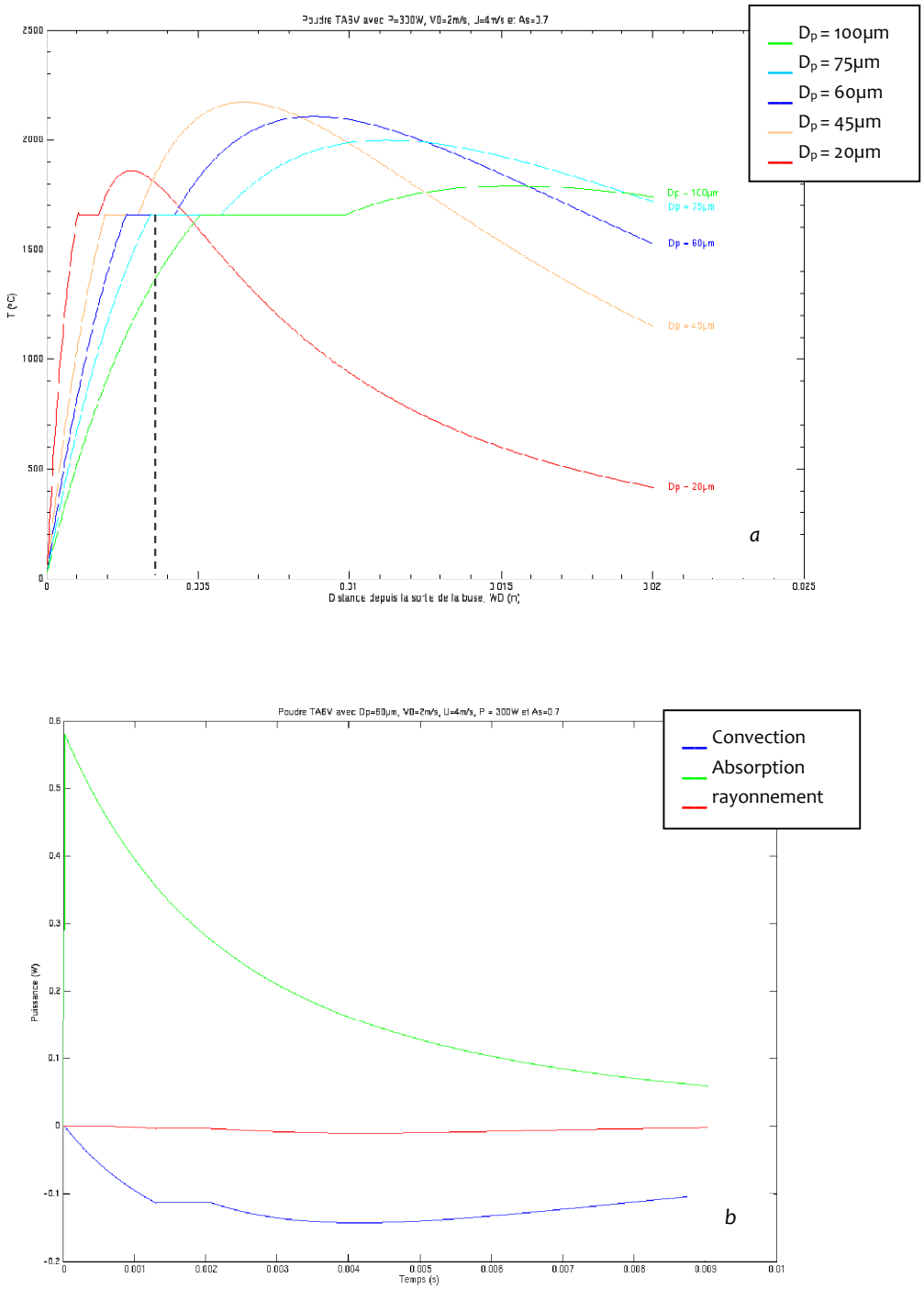


Figure 118 – (a) Influence du diamètre de la particule D_p de la poudre de TA6V (b) Valeurs des différentes puissances reçues et émises par la particule au cours de sa chute

4.1.2.5 Limites du modèle

Ce programme est une modélisation simplifiée des phénomènes intervenant durant la phase de chute. Certains phénomènes ne sont pas pris en compte ou suffisamment bien approximés dans cette modélisation :

1- La variation du rayon de la particule

La variation du rayon de la particule avec la température et en particulier le changement de surface de contact induit par la fusion de la particule est négligée. Ceci se justifie par la difficulté de connaître avec exactitude le coefficient d'expansion thermique du matériau qui dépend lui-même de la température et également par le fait que les éventuelles pertes de matière liées à la vaporisation n'ont pas été prises en compte, comme c'est le cas dans de nombreux articles [LIU03].

2- La zone d'interaction entre le faisceau laser et le faisceau de poudre

Il a été considéré dans ce modèle que l'interaction entre le faisceau laser et la particule de poudre était effective dès la sortie de la buse. Or, dans le cas de la buse coaxiale utilisée pour les essais de projection, cette hypothèse n'est pas réaliste. Cette approximation peut introduire une erreur relativement importante sur la quantité d'énergie absorbée par les particules durant leur vol.

Un dessin à l'échelle de la configuration de travail utilisée lors des essais de projection laser (chapitre 5) révèle la faible zone d'interaction des poudres avec le faisceau laser (Figure 119). En effet, en considérant une distance de travail WD de 3,5 mm, les faisceaux de poudre et laser étant coniques, la zone de recouvrement entre les deux faisceaux est quasiment nulle dans la configuration de travail utilisée. En revanche, pour une configuration de travail plus importante (WD = 5mm), la zone d'interaction devient conséquente.

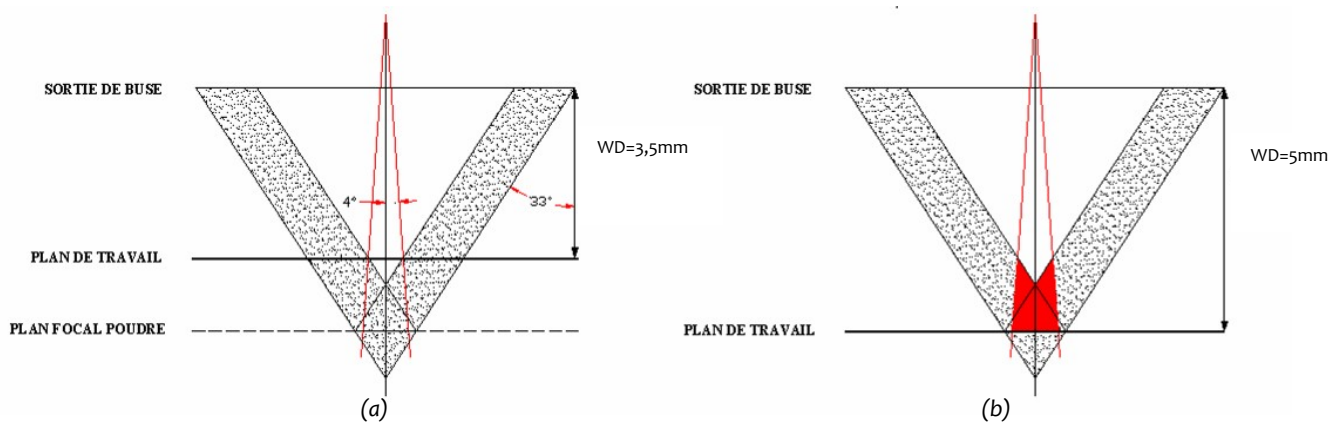


Figure 119 - Schéma de la zone d'interaction entre le faisceau de poudre et le faisceau laser en considérant une distance de travail WD (a) de 3,5 mm (b) de 5 mm

3- L'atténuation du faisceau laser par les poudres

La modélisation exacte des interactions laser-poudre pour la détermination de la puissance laser transmise à travers le nuage de poudre a été simplifiée en ne prenant pas en considération l'atténuation du faisceau laser par les particules, ce qui signifie que l'énergie reçue et de fait la température sont des majorants. Certains modèles proposent de considérer une atténuation $a_{\%}$ linéaire dont il faut alors déterminer la pente expérimentalement ou bien d'utiliser la loi de Beer-Lambert. Dans le but d'avoir un modèle général, il semblerait plus judicieux d'introduire les résultats de la théorie de Mie [LIN99] qui traduit l'atténuation d'un faisceau de lumière à travers un nuage de particules supposé peu dense. La diminution de l'intensité laser induite par la divergence du faisceau laser a quant à elle été prise en compte.

4- Les valeurs des paramètres d'entrée du modèle

Les valeurs numériques des données d'entrée du modèle sont difficilement accessibles tant dans la littérature que d'un point de vue expérimental. En effet, le coefficient d'absorbance des particules dans la longueur d'onde du laser est difficile à déterminer expérimentalement, et ce d'autant plus qu'il varie avec la température, la rugosité de surface et l'oxydation. Les données existantes dans la littérature sont peu nombreuses pour les matériaux massifs et d'autant plus rares pour les matériaux pulvérulents qui ne se

conduisent pas exactement comme le matériau massif du point de vue de ses propriétés optiques. Il en va de même au niveau de la connaissance du coefficient d'émissivité spectrale des particules (cette fois dans l'ensemble des longueurs d'onde). Il est connu que celle-ci dépend du degré d'oxydation des particules et de leur état de surface. Or, cet état est en lui-même mal connu. Ces données sont encore plus délicates à obtenir pour l'état liquide c'est pourquoi nous avons choisi de prendre des valeurs constantes à défaut. Il apparaît néanmoins que les mêmes difficultés sont rencontrées dans la majorité des articles référencés et que différents modèles d'évolution ont parfois été adoptés selon le matériau utilisé et son degré d'étude.

5- Les réflexions multiples du faisceau laser au sein du nuage de poudre

Ce phénomène de réflexions multiples a été négligé dans l'étude car l'évolution de la température d'une seule particule est modélisée ici. Les phénomènes de réflexions multiples du faisceau laser dans le nuage de poudre tendent à augmenter la quantité d'énergie absorbée par les poudres. Afin d'évaluer l'importance des réflexions multiples dans notre cas d'étude, il est nécessaire de connaître le nombre de particules qui se trouvent à chaque instant entre la sortie de la buse et le plan de travail.

Le débit massique de poudre peut être exprimé par :

$$Dm = \frac{dm}{dt} \tag{35}$$

Si les N particules du nuage de poudre sont supposées isodimensionnelles chacune de masse M_p, il est possible d'écrire :

$$dm = M_p \cdot dN \tag{36}$$

De plus, la vitesse des particules V_p est considérée constante et égale à V_o, ainsi :

$$dt = \frac{dx}{V_0} \tag{37}$$

Il est alors possible d'exprimer Dm ainsi :

$$Dm = V_0 \cdot M_p \cdot \frac{dN}{dx} \tag{38}$$

Il vient alors :

$$dN = \frac{Dm}{V_0 \cdot M_p} dx \quad (39) \qquad \text{avec} \quad x = \frac{WD}{\cos\delta} \quad (40) \qquad \text{i.e. } dx = \frac{dz}{\cos\delta} \quad (41)$$

Etant donné que les particules de poudre sont sphériques de rayon r_p, le nombre N de particules présentes entre la sortie de la buse et la surface de travail peut être exprimé ainsi :

$$N = \int dN = \frac{Dm}{V_0 M_p} \int_0^{\frac{WD}{\cos\delta}} dx = \frac{3Dm \cdot WD}{4\pi \cdot V_0 \cdot \rho_p \cdot r_p^3 \cdot \cos\delta} \tag{42}$$

où WD est la distance de travail, distance entre la sortie de la buse et le plan de travail et δ le demi-angle de convergence du faisceau de poudre.

Si l'on considère les conditions expérimentales, c'est-à-dire Dm = 1g/min, WD = 3,5 mm, V_o = 2m.s^{-1}, ρ_p = 4,42 g.cm^{-3}, r_p = 30µm et δ = 33°, le nombre N peut être évalué à 69 particules.

Dans ces conditions, les réflexions multiples peuvent être raisonnablement négligées.

4.1.2.6 Synthèse : évolution de la température des particules durant leur chute

L'objectif de cette modélisation était de connaître la température et donc l'état (solide ou liquide) des particules de TA6V à leur arrivée dans le bain de fusion. Nous avons vu que les résultats étaient fortement dépendants de quatre paramètres dont pour certains la valeur reste indéterminée : la puissance du laser, la vitesse des particules de poudre, l'absorbance des particules et la vitesse du gaz porteur et protecteur. Néanmoins, en considérant la distance buse-mur de 3,5mm utilisé pour la plupart des essais de projection laser, les particules de poudre n'interagissent pas avec le faisceau laser. Elles arrivent vraisemblablement froides dans le bain liquide.

Si l'on considère une distance de travail plus importante (WD=5mm), les poudres interagissent avec le laser. En admettant que les vitesses du gaz protecteur U (constante durant la phase de chute) et des particules de poudre V_o de notre montage sont de l'ordre de celles prises en compte ici, il semble raisonnable de considérer que les particules sont très probablement encore solides à leur arrivée dans le bain, d'autant plus que l'atténuation de la puissance laser incidente par le nuage de poudre a été négligée.

4.2 BILAN THERMIQUE DU PROCEDE DE PROJECTION LASER

Lors de la projection laser, le refroidissement du mur intervient d'une part par conduction via le substrat, d'autre part par convection via le milieu environnant (convection forcée par le flux de gaz protecteur) et enfin par radiation de la surface du mur. Les essais de projection interrompus exposés au chapitre 3 ont permis de distinguer différentes zones métallurgiques et le nombre de couches concernées par ces différentes zones, à savoir le bain liquide, la zone refondue ZR et la zone affectée thermiquement ZAT_1. Une seconde zone affectée thermiquement ZAT_2 est également considérée bien qu'elle ne soit pas visible sur les coupes métallographiques.

4.2.1 DETERMINATION DES PERTES THERMIQUES PAR LA PRISE EN COMPTE D'INDICES METALLURGIQUES

4.2.1.1 Evaluation de la profondeur affectée thermiquement : Approche par l'équation de Rosenthal

A partir de ces considérations métallurgiques, il est possible d'établir un bilan thermique en conduction du procédé de projection (Figure 121). Ce bilan est établi pour deux paramétries correspondant à deux optima de projection laser du TA6V : il s'agit de la paramétrie B (P200V400Dm1) et de la paramétrie C (P500V400Dm1) dont les caractéristiques métallurgiques et thermiques sont récapitulées dans le Tableau 22 et Tableau 31. Les dimensions des zones métallurgiques sont des données importantes pour l'établissement de ce calcul. Le volume du bain liquide ainsi que les hauteurs de la ZR et de la ZAT_1 sont déduits des coupes métallographiques. En revanche, la hauteur de la ZAT_2 n'étant pas distinguable sur ces coupes, sa valeur peut être approximée en utilisant l'équation de Rosenthal appliquée à un massif infini [MUR94, BER88] :

$$T - T_i = (\eta \cdot P_f / 2\pi\lambda r)\exp\left[-V(x+r)/2K\right] \quad (43)$$

avec T la température au point considéré à l'instant t, T_i la température initiale au point considéré, P_f la puissance fournie par la source de chaleur, η le rendement énergétique du procédé, λ la conductivité thermique, r la distance du point considéré à la source de chaleur, V la vitesse de déplacement de la source de chaleur i.e. la vitesse de balayage du faisceau laser, K la diffusivité thermique, x la distance selon l'axe de déplacement de la source de chaleur entre la source et le plan perpendiculaire à l'axe de déplacement de la source qui passe par le point considéré.

Par simplification, il est supposé que le transfert de chaleur sous le bain fondu dans un mur élancé (grande hauteur et faible épaisseur) peut être considéré comme un problème unidimensionnel. Appliqué à notre cas, l'équation (43) peut alors être exprimée par [LIU07] :

$$T(z,t_i) = (T_{moy} - T_0)\cdot erfc\left(\frac{z}{2\sqrt{K\cdot t_i}}\right) + T_0 \quad (44)$$

Cette équation décrit le profil de température depuis le bain liquide à T_{moy} jusqu'à la profondeur Z dans le mur à la température de recuit T_o isotherme après qu'un régime quasi-stationnaire se soit établi. Dans ce cas, le bain liquide constitue la source qui diffuse de la chaleur pendant un temps t_i d'interaction avec le faisceau laser. Les températures T_o et T_{moy} ont été considérées pour chaque paramétrie (Tableau 22 et Tableau 31). La diffusivité thermique K vaut $2{,}15.10^{-6} m^2.s^{-1}$. Le temps t_i pendant lequel la source, c'est-à-dire le bain liquide, diffuse de la chaleur a été approximé de la façon suivante :

$$t_i = \frac{d_{bain}}{V} \tag{45}$$

Avec V la vitesse de balayage du laser et d_{bain} une longueur caractéristique du bain liquide déterminée comme étant la racine cubique du volume du bain liquide, lui-même approximé comme étant le produit de la surface latérale du bain liquide par l'épaisseur du mur eapp (Tableau 22 et Tableau 31) :

$$d_{bain} = \sqrt[3]{V_{bain}} = \sqrt[3]{S_{lat} \cdot eapp} \tag{46}$$

La résolution de cette équation conduit aux courbes présentées Figure 120. Ce calcul permet d'évaluer la profondeur de diffusion de la chaleur dans le mur et ainsi de délimiter la ZAT_2 du reste du mur. Pour la paramétrie B, la profondeur de diffusion dans la direction Z est ainsi évaluée à 4,3 mm, ce qui permet d'estimer la hauteur de ZAT_2 qui vaut alors 2,16 mm, soit 6,8 couches de hauteur Happ. Pour la paramétrie C, le même calcul conduit à une hauteur dans la direction Z de 6,5 mm et à une hauteur de ZAT_2 de 4mm, soit 23,5 couches de hauteur Happ.

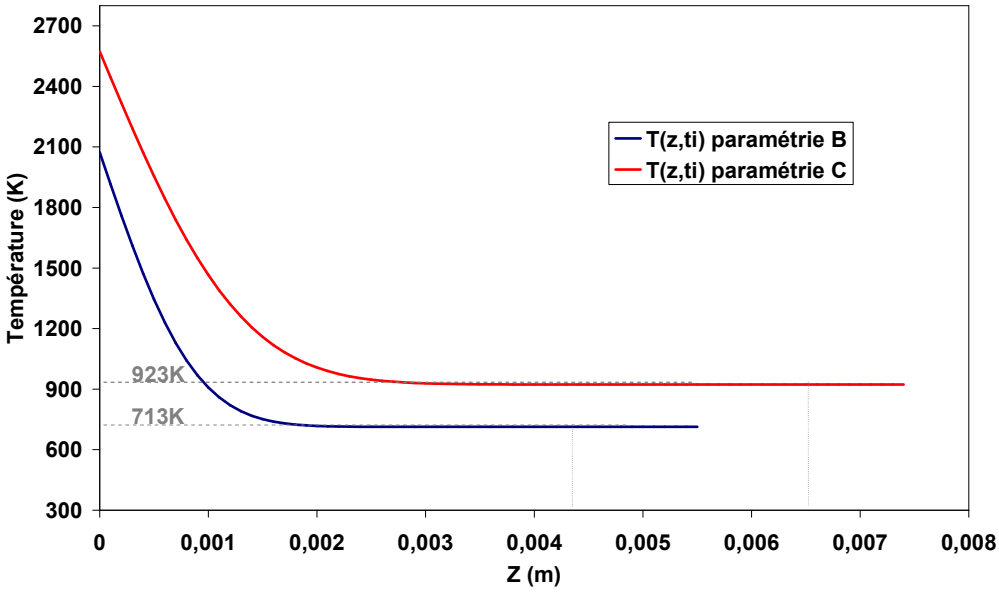


Figure 120 – Profil de température du bain liquide à T_{moy} jusqu'à une profondeur Z de diffusion de la chaleur à T_0 isotherme par résolution de l'équation 1D de Rosenthal appliquée aux paramétries B et C

4.2.1.2 Evaluation du rendement énergétique du procédé

La puissance nécessaire pour la construction du mur P_{constr} définie par la relation (49) est la somme de la puissance absorbée par les poudres P_{ap} pondérée par le rendement massique Rm et de la puissance utile P_{utile}. La réflectivité du TA6V massif R_{massif} non oxydé à l'ambiante pour la longueur d'onde du laser Nd :YAG étant de l'ordre de 45% [GOL61], la puissance P_{utile} ne représente alors que 55% de la puissance transmise. En effet, il est possible d'écrire :

$$\frac{P_{utile}}{P_{trans}} + \frac{P_{rm}}{P_{trans}} = A_{massif} + R_{massif} = 1 \tag{47}$$

soit

$$P_{utile} = A_{massif} \cdot P_{trans} \tag{48}$$

Il apparaît que la contribution des poudres est négligeable dans l'expression du rendement du procédé. Cette contribution limitée résulte de la faible atténuation du faisceau laser par les poudres : le faisceau

conique de poudres interagit peu avec le faisceau laser du fait de sa géométrie. Le rendement du procédé est de fait fortement dépendant de l'absorbance du massif (substrat ou mur en construction). L'absorbance étant une propriété qui dépend de la température, le rendement du procédé va en conséquence varier avec la température du massif. En l'absence de données concernant l'évolution de l'absorbance en température, celle-ci a été considérée constante quelle que soit la paramétrie. Or, les deux paramétries choisies pour l'établissement du bilan thermique n'amènent pas aux mêmes températures : la paramétrie C est bien plus élevée en température que la paramétrie B (Tableau 22 et Tableau 31).

L'absorbance des poudres est ainsi estimée à 70% et d'après les expériences de P.PEYRE [PEY08] l'atténuation du faisceau laser par le nuage de poudre est d'environ 4% pour un débit massique Dm de 1g/min quelle que soit la puissance fournie P_f par le laser. La puissance utilisée pour la construction vaut donc :

$$P_{constr} = Rm \cdot P_{ap} + P_{utile} = \left[Rm \cdot A_{poudre} \cdot a_{\%} + A_{massif} \cdot (1 - a_{\%}) \right] \cdot P_f = \eta \cdot P_f \qquad (49)$$

Le rendement énergétique η du procédé peut donc être calculé pour chaque paramétrie retenue : il vaut environ 55% pour les deux paramétries.

Etant donné que la mesure de la température par pyrométrie IR a été réalisée à partir de murs de 80mm de haut, un régime quasi-stationnaire s'établit dans la partie centrale du mur de telle sorte que la température de recuit T_o est supposée constante (notion de T_o isotherme). De plus, on considère que les particules de poudre arrivent relativement froides dans le bain liquide sans qu'elles n'aient pu refroidir (P_{pertes} = 0W) et que cette quantité de matière solide s'élève par conduction à la même température que le bain notée T_{moy}.

4.2.1.3 Evaluation des températures moyennes atteintes par les diverses zones métallurgiques : calcul des pertes thermiques par conduction

Les différentes contributions énergétiques sont calculées à partir de l'équation de la chaleur. Les températures variables du problème sont au nombre de quatre : T_o la température de recuit quasi-stationnaire (ou isotherme), T_{zat1} la température moyenne atteinte par la ZAT_1, T_{zat2} la température moyenne atteinte par la ZAT_2 et T_{moy} la température moyenne atteinte dans le bain liquide (moyenne entre sa température pic et la température de fusion).

La température de recuit quasi-stationnaire T_o est obtenue à partir des instrumentations réalisées au pyromètre IR. Les autres températures n'ont pas pu être déterminées expérimentalement. La détermination de la température moyenne du bain liquide T_{moy} repose sur les résultats de modélisation EF d'A.LONGUET. Pour les températures de ZAT, il a été décidé, conformément aux indices métallurgiques, de prendre une valeur moyenne entre la température de fusion et le transus β pour la ZAT_1 et entre le transus β et la température de recuit quasi-stationnaire pour la ZAT_2. La valeur du transus β, T_β, utilisée pour le calcul a été prise égale à 1000°C.

Paramétrie	B P200V400Dm1 Monocordon	C P500V400Dm1 Monocordon
Microstructure	Equiaxe α'	Colonnaire α+β
Happ : hauteur de couches	319 µm	172 µm
eapp : épaisseur de couches	1,5 mm	2,4 mm
Hauteur totale de la zone claire : ZAT_1 +ZR+dernière couche	2131 µm = 6,65 Happ	2734 µm = 15,9 Happ
Hauteur de ZAT_1 H_{ZAT1}	1766 µm = 5,5 Happ	1720 µm = 10 Happ
Hauteur de ZR H_{ZR}	46 µm = 0,15 Happ	842 µm = 4,9 Happ
Hauteur du bain liquide $H_{bain} = H_{ZR}$+Happ	367 µm = 1,15 Happ	1015 µm = 5,9 Happ
Profondeur Z de pénétration de la chaleur (Rosenthal)	4,3 mm	6,5 mm
Hauteur de ZAT_2 (déduite de Rosenthal) H_{ZAT2}	2,16 mm = 6,8 Happ	4 mm = 23,3 Happ
Surface latérale du dernier bain liquide S_{lat}	0,253 mm²	1.79 mm²
Surface supérieure du dernier bain liquide S_{sup}	1,451 mm²	5.52 mm²
Rendement massique Rm	78%	73%
d_{bain}	0,72 mm	1,63 mm
Température de recuit dans le régime quasi-stationnaire To (instrumentation pyromètre IR)	440°C	650°C
Température moyenne T_{moy} atteinte par le bain liquide (Modélisation EF par A.LONGUET)	1800°C	2300 °C
Rendement énergétique du procédé : η	54,6 %	54,4 %

Tableau 31 –Caractéristiques métallurgiques et thermiques des deux optima retenus pour la projection laser en TA6V conduisant à deux états métallurgiques très différents

Ainsi, les diverses contributions d'énergies linéiques sont :

El₁ : énergie linéique pour porter la masse de poudre déposée de T_{amb} à T_f

$$El_1 = A^* \cdot Cps \cdot (T_f - T_{amb}) \tag{50}$$

El₂ : énergie linéique pour porter la zone refondue de T_o à T_f :

$$El_2 = x_{ZR} \cdot A^* \cdot Cps \cdot (T_f - T_0) \tag{51}$$

El₃ : énergie linéique pour porter la ZAT_1 de T_o à T_{zat1} :

$$El_3 = x_{zat1} \cdot A^* \cdot Cps \cdot (T_{zat1} - T_0) \text{ avec } T_{zat1} = \frac{T_f + T_\beta}{2} \tag{52}$$

El₄ : énergie linéique pour porter la ZAT_2 de T_o à T_{zat2} :

$$El_4 = x_{zat2} \cdot A^* \cdot Cps \cdot (T_{zat2} - T_0) \text{ avec } T_{zat2} = \frac{T_0 + T_\beta}{2} \tag{53}$$

El₅ + El₆ : énergie linéique pour fondre au palier de solidification la masse de poudre déposée et la zone refondue :

$$El_5 + El_6 = A^* \cdot \Delta H_f \cdot (1 + x_{ZR}) \tag{54}$$

El₇ : énergie linéique pour porter le volume de liquide de T_f à T_{moy} :

$$El_7 = (1 + x_{ZR}) \cdot A^* \cdot Cpl \cdot (T_{moy} - T_f) \qquad \text{avec } T_{moy} = \frac{T_f + T_{pic}}{2} \tag{55}$$

avec $A^* = \rho \cdot Happ \cdot eapp$ et x_{ZR}, x_{zat1} et x_{zat2} le nombre de couches concernées par la ZR, la ZAT_1 et la ZAT_2 fonction de la paramétrie concernée.

4.2.1.4 Etablissement des pertes thermiques par convection et rayonnement

Les pertes par rayonnement de la surface du mur sont calculées à partir de la formule de Stefan-Boltzmann:

$$P_{ray} = S \cdot \varepsilon \cdot \sigma \cdot (T^4 - T_{amb}^4) \quad (56)$$

où S est la surface du mur qui rayonne, σ = 5,67.10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}, ε est l'émissivité du mur en fonction de la température considérée, et T la température de la surface rayonnante. Ce calcul a été entrepris en considérant d'une part la surface du bain liquide à la température T_{moy} et d'autre part la surface relative à la ZAT_1 (exceptée la surface du bain liquide) dont la température moyenne estimée se situe entre T_β et T_f.
Les pertes par convection ne sont pas calculées par manque d'informations sur la valeur du coefficient de convection h. Ces pertes sont donc déduites à partir du calcul de l'énergie dissipée par conduction et rayonnement.

4.2.1.5 Applications à deux paramétries

Les ratios d'énergies linéiques dissipées par conduction, rayonnement et convection pour les paramétries B et C sont présentés en Figure 122 et Figure 123. Ces ratios sont obtenus en comparant l'énergie linéique dissipée respectivement par conduction, convection et rayonnement à l'énergie linéique de construction El_{constr} définie comme :

$$El_{constr} = \eta \cdot \frac{P_f}{V} \quad (57)$$

En première approche, ce calcul analytique de résolution de l'équation de la chaleur permet d'approximer le ratio d'énergie linéique utilisée par conduction pour la construction du mur. Pour les deux paramétries B et C, l'énergie dissipée par conduction est supérieure à celle dissipée par convection et rayonnement. Le ratio d'énergie dissipée par conduction est néanmoins plus important dans le cas de la paramétrie C : il est de 82% contre 73% pour la paramétrie B. On note également que dans le cas de la paramétrie C, le ratio d'énergie dissipée par rayonnement est relativement important puisqu'il s'élève à 17% alors qu'il atteignait 10% pour la paramétrie B.
On peut donc supposer que dans le cas de la paramétrie C, le refroidissement conséquent du bain par conduction conduit à l'établissement d'un fort gradient thermique qui entraîne vraisemblablement la croissance colonnaire des grains. En revanche, dans le cas de la paramétrie B, il semble que le ratio d'énergie dissipée par conduction au travers du substrat ne soit pas suffisant pour générer un gradient significatif selon la direction Z lors de la construction du mur qui serait responsable de la croissance équiaxe des grains observés dans cette paramétrie. En effet, bien qu'une zone refondue conséquente entre chaque couche entraîne la re-fusion du sommet des grains de la couche précédente, ceux-ci n'ont pas tendance à croître selon la direction de construction Z puisqu'elle n'est pas le siège d'un gradient de température marqué.
Notons que les ratios d'énergie dissipée par conduction, convection et rayonnement vont également influer sur la vitesse de solidification du bain liquide qui, au même titre que le gradient thermique, est à l'origine de la morphologie des grains (Figure 79).

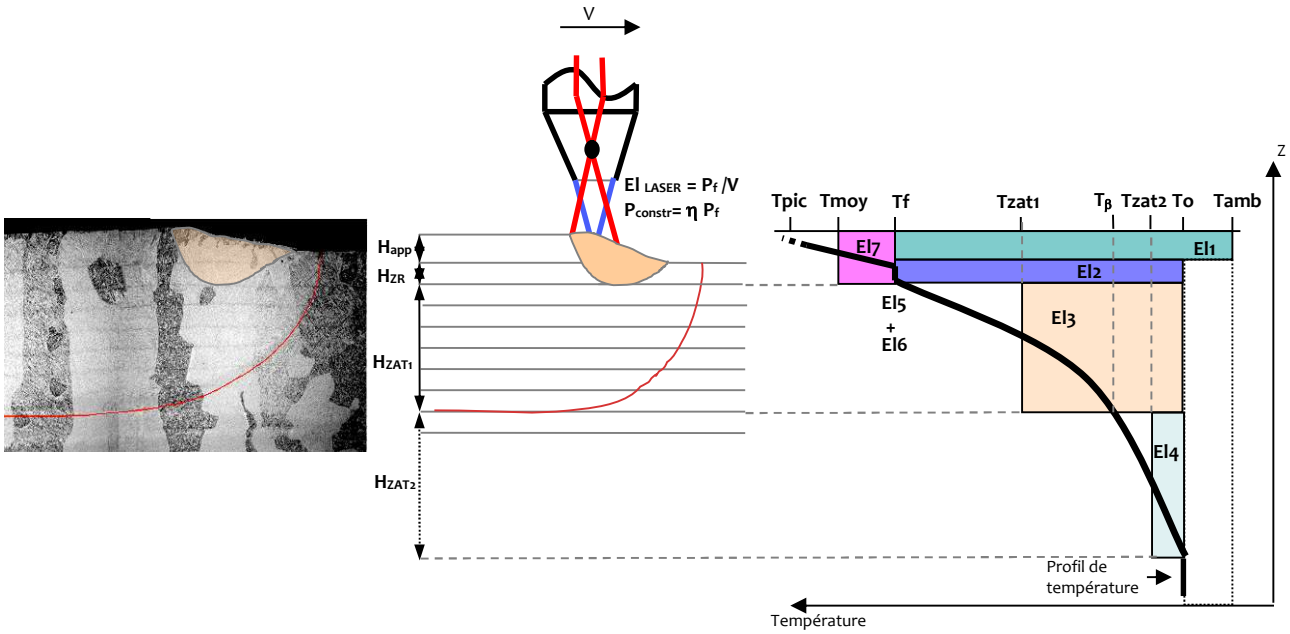


Figure 121 - Bilan thermique du procédé de projection laser établi à partir de considérations métallurgiques : approximation des énergies linéiques dissipées par conduction

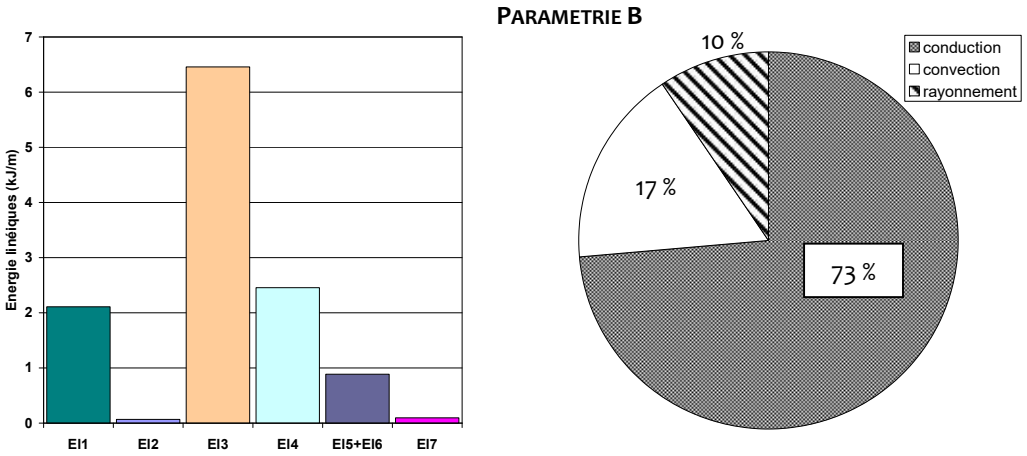


Figure 122 – Valeur des différentes contributions d'énergies linéiques et des ratios d'énergies dissipées par conduction, rayonnement et convection pour la paramétrie B

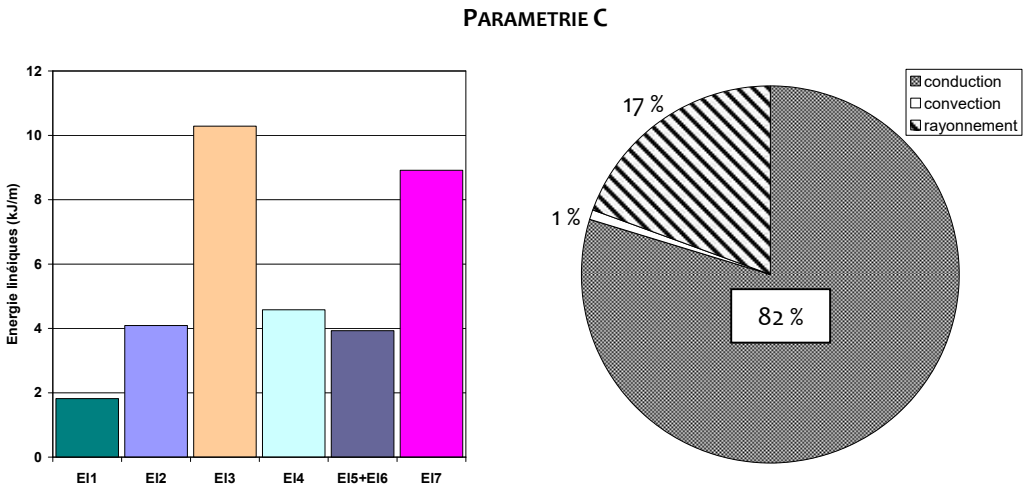


Figure 123 – Valeur des différentes contributions d'énergies linéiques et des ratios d'énergies dissipées par conduction, rayonnement et convection pour la paramétrie C

4.3 CONCLUSION DU CHAPITRE

L'approche expérimentale et analytique de l'interaction du faisceau laser avec les particules de poudre lors de leur trajet de la sortie de la buse jusqu'au bain liquide ont permis d'évaluer la température de celles-ci à leur arrivée dans le bain.

La résolution par différences finies des équations régissant l'évolution de la vitesse et de la température des particules de poudre a permis d'identifier les paramètres influant sur cette température : il s'agit de la puissance laser, de l'absorbance des poudres ainsi que de la vitesse des particules et de celle du gaz protecteur dont la valeur est pour certains de ces paramètres mal connue. La température d'arrivée des poudres dans le bain peut ainsi varier d'environ 700°C à 1700°C selon la valeur de ces paramètres.

Néanmoins, il a été montré dans le cas de la configuration de travail optimisée, qui sera explicitée en détail dans le chapitre 5, que la zone d'interaction du faisceau de poudre conique avec le faisceau laser était négligeable. On considère alors que les particules de poudre arrivent froides dans le bain liquide.

Après avoir évalué le bilan énergétique du procédé à environ 55% pour les paramètres considérés, un bilan thermique dans le mur obtenu par le procédé de projection laser a ensuite été établi par calcul des pertes thermiques par conduction et rayonnement, les pertes par convection étant déduites. Cette approche, basée sur les indices métallurgiques du mur, permet de comprendre l'influence de la paramétrie du procédé sur la microstructure et en particulier sur la morphologie des grains (colonnaire ou équiaxe).

5 ETUDE PARAMETRIQUE DE LA PROJECTION LASER

5 ETUDE PARAMETRIQUE DE LA PROJECTION LASER 178

5.1 DESCRIPTION DU PROCEDE 179
5.1.1 Paramètres du procédé 179
5.1.1.1 Paramètres d'entrée 179
5.1.1.2 Paramètres de sortie 180
5.1.2 Réglage du poste de travail 182
5.2 ETUDE PARAMETRIQUE DU SECOND ORDRE 184
5.2.1 Influence de l'incrément de montée en Z 184
5.2.2 Optimisation de la configuration de travail 187
5.2.2.1 Influence de la défocalisation laser 187
5.2.2.2 Influence de la défocalisation poudre 189
5.2.2.3 Influence de la distance de travail 191
5.2.3 Influence de la buse de projection 193
5.2.4 Influence des temporisations 194
5.2.5 Influence du substrat 197
5.2.6 Influence de la granulométrie de la poudre 197
5.3 ETUDE PARAMETRIQUE DU PREMIER ORDRE 200
5.3.1 Etude paramétrique du 1er ordre sur géométrie 1D : le cordon 200
5.3.1.1 Approche expérimentale 201
5.3.1.2 Modèle phénoménologique 206
5.3.2 Etude paramétrique du 1er ordre sur géométrie 2D : le mur 208
5.3.2.1 Approche expérimentale 208
5.3.2.2 Modèle phénoménologique 210
5.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 214

Il a été vu dans les précédents chapitres que les pièces obtenues par fabrication directe, qu'il s'agisse de murs ou de démonstrateurs, subissent lors de leur construction une histoire thermique plus ou moins complexe qui est à l'origine de microstructures singulières. Le présent chapitre vise à appréhender l'influence des paramètres de projection laser sur les caractéristiques géométriques, métallurgiques et économiques des murs et des cordons construits.

5.1 DESCRIPTION DU PROCEDE

L'étude paramétrique du procédé de projection laser a été menée, dans le cadre de cette étude, uniquement sur la machine Limoges dont le principe est présenté Figure 124. Parmi les paramètres du procédé de projection laser, sont distingués les paramètres d'entrée (du 1er et du 2nd ordre) qui influent directement sur la qualité de la construction et les paramètres de sortie qui sont les critères d'évaluation de cette qualité de construction (Tableau 32). L'étude de l'influence des paramètres du second ordre est menée dans le but d'établir une configuration de travail optimale en termes de rendement du procédé et de stabilité de construction. Celle-ci a uniquement été menée sur le TA6V contrairement à l'étude des paramètres du premier ordre menée aussi bien sur le TA6V que sur l'Inconel 718. Nous avons considéré que la configuration de travail optimale déterminée pour le TA6V était applicable aux autres matériaux, notamment l'Inconel 718.

5.1.1 PARAMETRES DU PROCEDE

5.1.1.1 Paramètres d'entrée

Les paramètres relatifs au procédé laser ont une forte influence sur la qualité des pièces projetées, notamment sur leur géométrie, leur microstructure et les contraintes résiduelles engendrées.
Le procédé de projection laser comporte plusieurs paramètres d'entrée dont certains sont du premier ordre et d'autres du second ordre de par leur criticité :

Paramètres du 1er ordre
Il s'agit de la puissance laser P, de la vitesse de balayage V et du débit massique Dm ou volumique ($Dv=Dm/\rho$) de poudre projetée. A partir des trois paramètres P, V et Dm, il est alors possible d'exprimer un certain nombre de paramètres combinés dont les principaux sont :

- L'énergie linéique El (J/mm) définie comme étant le rapport de la puissance laser et de la vitesse de balayage : $El = P/V$
- L'énergie massique Em (J/g) définie comme le rapport de la puissance laser sur le débit de poudre : $Em = P/Dm$
- La masse linéique Ml (g/mm) définie comme étant le rapport du débit massique sur la vitesse : $Ml = Dm/V$

Certains auteurs font également intervenir la valeur du diamètre du faisceau laser ϕ_L dans l'expression de ces trois paramètres combinés [PEN05]. On distingue alors :

- l'intensité laser I (W/mm^2) encore appelée densité de puissance définie comme le rapport de la puissance laser et de la surface d'interaction du spot laser avec la surface de travail ($I= 4P/\pi\phi_L^2$)
- l'énergie surfacique Es (J/mm^2) définie comme étant le produit de l'intensité laser par le temps de balayage : $Es = 4P/\pi\phi_L V$

Néanmoins, notre configuration de travail étant fixée, nous ne considérerons qu'un seul diamètre laser, c'est pourquoi il n'intervient pas dans l'expression des paramètres combinés que nous utiliserons par la suite.

Paramètres du 2e ordre

Il s'agit essentiellement de :

- La défocalisation du faisceau laser $Defoc_L$ et son diamètre ϕ_L associé conditionnant la géométrie du faisceau,
- La défocalisation du faisceau de poudre $Defoc_P$ et son diamètre ϕ_P associé, la vitesse des particules de poudre et leur concentration volumique,
- La distance de travail WD,
- L'incrément de montée en Z, ΔZ, que réalise la buse après la déposition d'une couche dans le cas d'un mur ou d'une section 2D dans le cas d'une pièce 3D.
- Les temporisations t_{tempo}, qui sont les temps d'arrêts marqués lors de la construction pendant lesquels le laser est éteint. Pour les murs, une temporisation au niveau des points de rebroussement, c'est-à-dire entre chaque couche, peut être réalisée au cours de la construction,
- Les caractéristiques de la poudre (nature, distribution, taille moyenne, morphologie et écoulement),
- Les dimensions, la nature (conductivité thermique, absorptivité), l'état de surface et la température de préchauffage du substrat,
- Le type de buse qui va conditionner la géométrie du faisceau de poudre, l'opacité du nuage de poudre i.e. l'épaisseur du nuage conditionnant l'interaction laser-poudre (chapitre 4),
- La nature, le débit D_{gp} et la vitesse du gaz porteur de la poudre,
- La nature et les débits de gaz protecteur D_{g1} et D_{g2} destinés à limiter l'oxydation superficielle de la pièce.

5.1.1.2 Paramètres de sortie

Les paramètres de sortie permettant d'évaluer les pièces projetées sont relatifs à leurs caractéristiques géométriques (dimensionnelles et topographiques), métallurgiques et mécaniques ainsi qu'aux critères économiques du procédé.

Pour définir le domaine de fonctionnement du procédé, plusieurs critères sont évalués :

- ***La caractérisation géométrique.*** Il s'agit d'évaluer la dimension de divers indices métallurgiques : la hauteur apparente par couche (Happ) définie comme la hauteur totale du mur divisée par le nombre de couches, l'épaisseur apparente par couche (eapp) définissant l'épaisseur du mur, la zone affectée thermiquement ZAT_1 et ZAT_2 (dont l'étude devient indispensable si le substrat constitue une partie utile de la pièce), la zone refondue ZR et le volume du dernier bain liquide. L'état de surface des pièces, c'est-à-dire la rugosité et l'oxydation superficielle du mur, sera également évalué. La rugosité est liée d'une part à la forme du bain liquide qui laissera un ménisque plus ou moins convexe sur la surface latérale du mur et d'autre part à la quantité de particules de poudre qui n'ont pas intégrées le bain liquide et qui par conséquent peuvent adhérer à la surface latérale du mur. L'état d'oxydation de la surface influe également sur la rugosité du mur [LI03].
- ***La caractérisation métallurgique*** des pièces permet d'étudier la structure cristalline, composition et morphologie des phases, la présence de défauts éventuels (manque d'adhésion entre couches et à l'interface substrat/pièce, porosités, inclusions, ségrégations chimiques, fissuration), la taille et la morphologie des grains caractérisant l'anisotropie microstructurale.
- ***Les propriétés mécaniques*** sont appréciées par des essais de micro et macrodureté vickers ainsi que des essais de traction (chapitre 6). Ceux-ci seront menés uniquement sur les optima de projection présentés au chapitre 3.
- ***L'étude économique*** permet de caractériser un certain nombre de critères relatifs au rendement du procédé :
  - le temps de fabrication par couche t_{fab} (min) : il s'agit du temps de projection d'une couche de largeur L (40mm dans toutes nos études) additionné du temps de temporisation t_{tempo} aux points de rebroussement :

$$t_{fab} = \frac{L}{V} + t_{tempo}$$

  - le rendement massique pesé Rm (%) : il s'agit de la masse de poudre qui est utilisée pour la construction (c'est-à-dire la masse $M_{pesée}$ du mur de N couches pesé après la construction)

rapportée à la masse de poudre projetée pendant toute la durée de la construction du mur t_{proj} :

$$Rm = \frac{M_{pesée}}{Dm \cdot N \cdot t_{fab}}$$

- le rendement massique géométrique Rmg (%) : il est déterminé à partir des caractéristiques géométriques de la pièce et des débits massiques Dm ou volumique Dv (débit massique ramené à la masse volumique du matériau) :

$$Rmg = \frac{\rho \cdot V \cdot Happ \cdot eapp}{Dm} = \frac{V}{Dv} \cdot Happ \cdot eapp$$

- le rendement théorique R_{th} : il s'agit du rapport du diamètre du faisceau laser sur le diamètre du faisceau de poudre :

$$R_{th} = \frac{\phi_L}{\phi_P}$$

- la vitesse de construction V_{const} (mm/min) : ce critère tient compte d'une part de la hauteur de couche construite Happ et d'autre part du temps de fabrication des couches (i.e. temps de projection et temps de temporisation) pour une largeur de mur donnée. En pratique, nous avons toujours travaillé sur des murs de 40mm de large (direction X de balayage).

$$V_{const} = \frac{dHapp}{dt} = \frac{Happ}{t_{fab}} = \frac{Happ \cdot V}{L + V \cdot t_{tempo}}$$

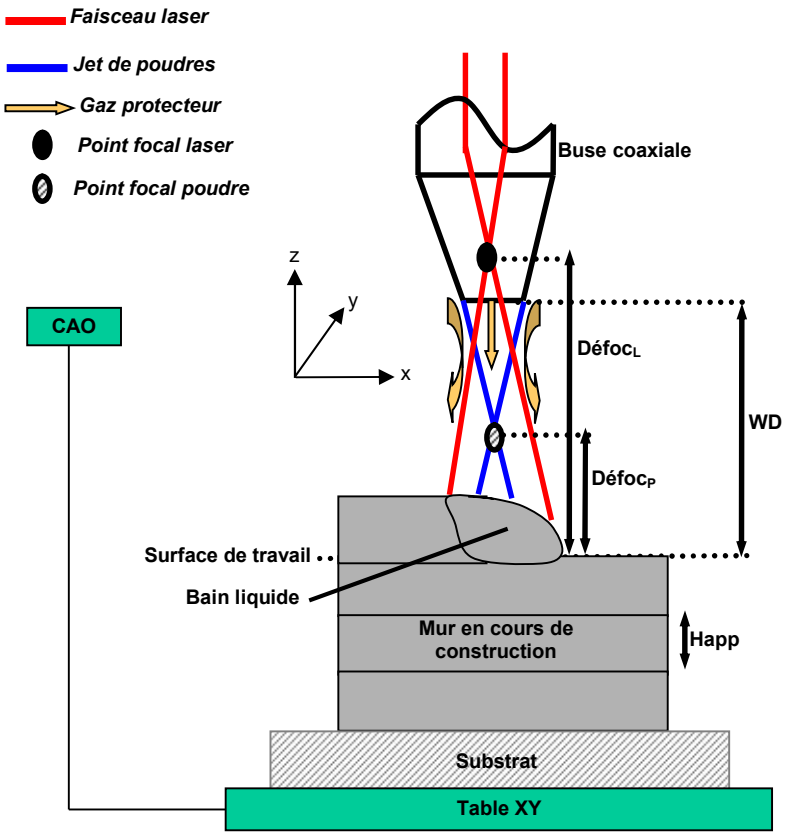


Figure 124 - Schéma de principe de la projection laser

PARAMETRES ENTREE	PARAMETRES SORTIE
1ER ORDRE	CRITERES GEOMETRIQUES
***P* : Puissance laser (W)**	**Happ : hauteur apparente par couche (µm)**
***V* : Vitesse de balayage (mm/min)**	**eapp : épaisseur apparente par couche (mm)**
***Dm* : Débit de poudre (g/min)**	**H_{ZAT} : hauteur de la zone affectée thermiquement**
	H_{ZR} : hauteur de la zone refondue
2ND ORDRE	**Vol_{bain} = volume du dernier bain liquide**
***Defoc*$_L$: défocalisation laser (mm)**	**Etat de surface : Rugosité, oxydation superficielle**
***Defoc*$_P$: défocalisation poudre (mm)**	
ϕ_L : diamètre du faisceau laser (mm)	METALLURGIE
ϕ_P : diamètre du faisceau poudre (mm)	**Phases, grains, défauts**
***WD* : distance de travail (mm)**	
ΔZ : incrément de montée en Z (µm)	PROPRIETES MECANIQUES
D_{gp} : débit gaz porteur poudre = 3 l/min	**Micro et macrodureté vickers**
D_{g1} : débit gaz protecteur interne = 4 l/min	**Propriétés en traction à l'ambiante**
D_{g2} : débit gaz protecteur externe = 10 l/min	
Temporisations	CRITERES ECONOMIQUES
Caractéristiques de la poudre	**t_{fab} : temps de fabrication par couche (min)**
Caractéristiques du substrat	**Rm : rendement massique pesé (%)**
Type de buse	**Rm_g : rendement massique géométrique (%)**
Nature du gaz porteur et protecteur	**V_{const} : vitesse de construction (mm/min)**

Tableau 32 – Récapitulatif des paramètres d'entrée et de sortie du procédé de projection laser

5.1.2 REGLAGE DU POSTE DE TRAVAIL

Le réglage du poste de travail dans le cas de la machine Limoges consiste en plusieurs étapes :

- **La détermination de la distance focale laser et du diamètre du Point Focal Laser**. Il s'agit de régler la distance focale du faisceau laser autour de sa valeur théorique de 200 mm de façon à concentrer le maximum d'énergie sur la surface de travail dans un diamètre proche de 600 µm correspondant à celui de la fibre optique utilisée. Le principe de la mesure consiste à réaliser, après chaque variation de la distance focale, un pulse laser d'une puissance de 600 W pendant 10 ms sur une plaque anodisée. L'impact laser le plus intense et présentant le plus faible diamètre détermine la position pour laquelle le laser est focalisé sur la surface de travail. Cette technique permet de mesurer le diamètre de l'impact laser que l'on suppose proche du diamètre du faisceau laser pour la défocalisation considérée (Figure 128c).

- **La défocalisation du faisceau laser**. Afin d'obtenir un rendement massique acceptable, le diamètre du faisceau de poudre, au niveau de la surface de travail, doit être proche du diamètre du faisceau laser. Cette condition n'est remplie que si le faisceau laser est défocalisé au niveau de la surface de travail. Néanmoins, la défocalisation du faisceau laser ne doit pas être trop importante sous peine d'obtenir une intensité laser insuffisante pour fondre la poudre et/ou créer un bain fondu.

- **Le centrage de la buse** : il s'agit ici de régler la concentricité du faisceau laser et de celui de la poudre. Etant donnée la constitution de la buse (faisceau conique de poudre autour du faisceau laser, chapitre 4), les points focaux poudre et laser doivent être parfaitement alignés. Le réglage consiste à centrer sur la surface de travail le point focal poudre par rapport à un faisceau laser He-Ne, représentatif du faisceau laser Nd : YAG.

- **La détermination de la distance de travail et du diamètre du Point Focal Poudre**. Après avoir centré le faisceau laser par rapport à l'axe de la buse, il convient de régler à l'aide de vis micrométriques intégrées au montage, la distance de travail c'est-à-dire la distance entre la sortie de la buse et la surface de travail. La poudre est focalisée sur la surface de travail pour une certaine distance buse-substrat.

- **Le réglage du débit de gaz porteur des poudres**. Le débit de gaz porteur qu'il convient d'utiliser est celui pour lequel le faisceau de poudre est régulier et correctement focalisé en direction du bain liquide. En effet, le débit du gaz porteur influe sur la vitesse des particules de poudre, sur la densité

(concentration volumique des particules) ainsi que sur l'homogénéité du jet de poudre. Un débit de gaz porteur trop important conduit à la formation de turbulences au sein du faisceau de poudre qui compromettent l'obtention d'un jet de particules continu et uniforme [KAH01] et favorisent le rebond des particules sur le mur, compromettant ainsi leur intégration dans le bain liquide [LI03]. En revanche, un débit de gaz porteur des poudres trop faible conduit à un jet de poudre dispersé et mal focalisé en direction du bain liquide [LI03]. Le choix du débit de gaz va également influer sur la vitesse des particules de poudre en sortie de buse. Or, comme nous l'avons vu au chapitre 4, cette vitesse va conditionner le temps d'interaction entre le faisceau laser et le jet de poudre et donc l'atténuation du laser par les poudres. L'énergie transmise au substrat va varier selon la vitesse des particules choisie, ce qui va modifier la qualité et les paramètres de sortie de la construction telle que Happ, eapp ou bien encore H_{ZAT} par exemple. En pratique, le débit de gaz porteur optimal a été déterminé en éclairant le jet de poudre et en estimant le débit de gaz qui procure un faisceau de poudre focalisé et sans turbulence. Nous avons donc fixé le débit de gaz porteur D_{gp} à 3 l/min pour tous les essais de projection laser réalisés.

- **Le réglage des débits de gaz protecteur interne et externe** (Figure 124). Les travaux menés par le Gérailp [AUB06] ont montré que l'augmentation du débit de gaz protecteur interne D_{g1} entraînait un déplacement du point focal poudre vers le bas ainsi qu'une modification de la forme du faisceau de poudre (Figure 125). Bien que cela n'ait pas été quantifié, nous avons également constaté que l'augmentation du débit du gaz protecteur externe D_{g2} modifiait le jet de poudre. A partir d'une appréciation visuelle, nous avons donc choisi des valeurs de débits D_{g1} et D_{g2} des gaz protecteurs interne et externe qui modifient très peu l'écoulement du jet de poudre et la position du point focale poudre tout en gardant une protection contre l'oxydation relativement efficace, à savoir : D_{g1} =4l/min et D_{g2} = 10l/min.

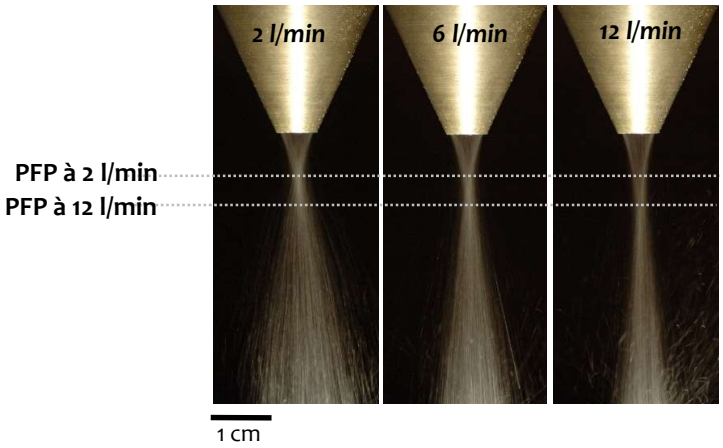


Figure 125 – Influence du débit de gaz protecteur interne D_{g1} sur la position du point focal poudre et sur la forme du jet de poudre (Dm=1g/min ; cône externe 2 ôté pour l'essai, i.e. D_{g2} = 0 l/min) [AUB06]

5.2 ETUDE PARAMETRIQUE DU SECOND ORDRE

L'objectif de l'étude de l'influence des paramètres du second ordre définis précédemment est d'une part de définir une configuration de travail qui optimise le rendement massique Rm du procédé et d'autre part de caractériser l'influence de certains paramètres (rarement étudiés dans la littérature) sur la qualité métallurgique et géométrique du produit projeté. Ainsi des murs de paramétrie P300V300Dm1 ont été projetés en faisant varier un des paramètres du second ordre. Notons que nous nous sommes dans un premier temps placés dans une configuration de travail standard, à savoir avec le faisceau de poudre focalisé sur le substrat ($Defoc_P$ = 0 mm), une défocalisation laser $Defoc_L$ de +8 mm (le point focal laser est alors situé au dessus de la surface de travail et en l'occurrence dans la buse) et une distance de travail WD de 5 mm. Les caractéristiques géométriques des murs, Happ et eapp, sont mesurées précisément par analyse d'images à partir de coupes métallographiques des échantillons enrobés et polis. En effet, il a été observé que les mesures au pied à coulisse introduisaient une dispersion dans les mesures de Happ et eapp.

5.2.1 INFLUENCE DE L'INCREMENT DE MONTEE EN Z

L'incrément de montée en Z, ΔZ, est la distance que parcourt la buse selon l'axe Z entre deux couches successives. En pratique, le modèle CAO de la pièce à construire est tranché en sections 2D dont la hauteur commande l'incrément de montée de la buse après la déposition d'une des sections en vu de la construction de la section suivante. L'influence de ce paramètre est assez peu traitée dans la littérature. Certains auteurs utilisent le même ΔZ quelque soit les paramètres procédé employés [WU04]. La plupart des auteurs s'accordent néanmoins sur la criticité de ce paramètre vis à vis de la stabilité de construction et sur la nécessité d'adapter sa valeur pour chaque condition de projection, c'est-à-dire de programmer un incrément de montée en Z égal à la hauteur de couche que permettent de construire les paramètres procédé choisis [ZHA07, PEN06, WU03, LI03]. X.WU et al. ont montré qu'en programmant une valeur d'incrément ΔZ volontairement inférieure à la valeur ΔZ_0 adaptée à la hauteur de couche induite par la paramétrie PVDm choisie, les angles de construction (i.e. angles de contre-dépouille) qu'ils pouvaient atteindre étaient plus importants [WU03].

Avant d'entreprendre l'étude paramétrique du procédé, nous avons donc souhaité réaliser une série d'essais permettant d'entrevoir la criticité du paramètre ΔZ et de comprendre quelle valeur de ΔZ doit être utilisée en fonction de la paramétrie choisie pour assurer une stabilité de construction.
Il semble, a priori, que l'incrément de montée en Z ajusté à la construction, ΔZ_0, doit être adapté à la hauteur de couche Happ que les paramètres P, V et Dm choisis permettent de construire :

$$\Delta Z_0 = Happ$$

Or, les dimensions des couches Happ et eapp peuvent varier lors de la construction. En effet, suite à la construction de murs de paramétrie P300V300Dm1 de 1, 2, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 et 50 couches, les mesures de Happ et eapp ont montré que les dimensions des couches se stabilisent à partir de la 10^{ième} couche environ (Figure 126). En effet, les premières couches sont trempées du fait du fort pouvoir dissipateur de calories du substrat et donc possèdent des caractéristiques géométriques particulières. Pour les couches supérieures, l'éloignement du substrat conduit à une diminution de l'évacuation des calories et donc à l'échauffement du mur (augmentation de la température de recuit T0). Ceci entraîne une augmentation du volume du bain liquide qui conduit à l'affaissement de la couche et se traduit par une diminution de sa hauteur et une augmentation de son épaisseur.

Au vu de ces considérations, nous avons souhaité comprendre l'influence d'une désadaptation du ΔZ, soit du fait d'une mauvaise programmation au départ de la construction, soit suite aux changements de dimensions des couches en cours de construction.

Deux cas peuvent alors être envisagés :

- un cas où le ΔZ est inférieur à la hauteur moyenne des couches Happ. La buse se rapproche alors du haut du mur puisque la vitesse de montée du mur est plus rapide que celle programmée :

$$\frac{d\Delta Z}{dt} < \frac{dHapp}{dt}$$

- un cas où le ΔZ est supérieur à la hauteur moyenne des couches Happ. La vitesse de montée du mur est dans ce cas moins rapide que celle programmée et la buse s'éloigne progressivement du mur :

$$\frac{d\Delta Z}{dt} > \frac{dHapp}{dt}$$

Dans les deux cas, la distance de travail WD est modifiée en cours de construction puisque la buse se rapproche ou s'éloigne corollairement à la désadaptation du ΔZ. Ainsi, la distance de travail, WD_N, c'est-à-dire la distance entre la sortie de la buse et le haut du cordon précédent lors de la déposition de la $N^{ième}$ couche, augmente ou diminue de la valeur $|\Delta Z - \Delta Z0|$ c'est-à-dire $|\Delta Z - Happ|$ par rapport à la distance de travail WD_{N-1} avec laquelle la couche précédente a été déposée. Les défocalisations laser et poudre vont également varier de la même valeur à chaque couche, entraînant une modification de leur diamètre ϕ_L et ϕ_P au niveau de la surface de travail. Les effets de la désadaptation du ΔZ sont donc cumulatifs.

Des essais de construction de murs de 50 couches de paramétrie P300V300Dm1 ont été menés avec un ΔZ programmé variant de -40 à +40% (-40, -25, -10, 0, +10, +25, +40%) par rapport à la position $\Delta Z0$ adaptée à la hauteur de couche Happ inhérente aux paramètres PVDm.
Plusieurs conclusions importantes peuvent être énoncées suite à ces essais :

- Le rendement massique maximal est obtenu pour une configuration de travail où l'incrément de montée en Z est adapté à la hauteur de couche déposée : $\Delta Z = \Delta Z0 = Happ$ (Figure 127).
- La construction du mur est rapidement instable dans le cas où le ΔZ est plus grand que $\Delta Z0$ (vitesse de montée de la buse plus grande que la vitesse de montée du mur) : le mur s'écroule de manière significative pour un ΔZ désadapté de +40% par rapport à $\Delta Z0$ (Figure 127).
- En revanche, la construction du mur pour un ΔZ inférieur à $\Delta Z0$ (vitesse de montée de la buse plus lente que la vitesse de montée du mur) présente une bonne qualité dimensionnelle avec une absence d'écroulement du mur même aux points de rebroussement. Cependant, le mur se construit légèrement moins vite qu'en position adaptée $\Delta Z0$. En effet, la hauteur moyenne par couche est légèrement inférieure à la valeur de la hauteur moyenne des couches construites avec un $\Delta Z = \Delta Z0$. Cette « auto-adaptation » de la hauteur moyenne Happ en fonction du ΔZ employé s'explique vraisemblablement par l'interaction laser-poudre. En effet, pour une désadaptation négative du ΔZ ($\Delta Z < \Delta Z0$), la buse se rapproche progressivement du mur entraînant une diminution progressive de la distance de travail et donc du temps de parcours des particules, ce qui a pour conséquence de limiter l'interaction des particules avec le laser. De plus, le rendement théorique R_{th} varie également étant donné que les diamètres des faisceaux poudre et laser fluctuent corrélativement à la modification de la distance de travail WD_N. Il s'ensuit qu'une fraction limitée des particules de poudres atteint une température suffisante pour être intégrées à la construction : le rendement massique et la hauteur moyenne des couches Happ diminuent. Notons que ces observations vont dans le même sens que les résultats concernant l'influence de la distance de travail (paragraphe 5.2.2.3 de ce même chapitre).

Par conséquent, le choix judicieux concernant l'incrément de montée en Z consiste à prendre la valeur de ΔZ égale à la hauteur moyenne des couches Happ que permettent de construire les paramètres P, V et Dm choisis. En pratique, la détermination expérimentale de ce $\Delta Z0$ idéal s'effectue par mesures itératives de l'écart entre la valeur programmée de ΔZ et la valeur de Happ pour un mur de 50 couches. En effet, il est nécessaire de réaliser cette itération sur un nombre de couches relativement important de manière à s'affranchir des instabilités affectant les dimensions des premières couches pour lesquelles le régime thermique quasi-stationnaire n'est pas encore établi (i.e. la température de recuit To n'est pas constante).

La désadaptation du ΔZ n'est pas critique pour la construction de murs dont le nombre de couches est faible d'autant plus que l'on observe une auto-adaptation du procédé pour des désadaptations négatives. Ce phénomène a par ailleurs été relaté dans la littérature pour des buses coaxiales similaires [PEN06]. Néanmoins, le paramètre ΔZ devient particulièrement critique pour la construction de murs ou de pièces dont le nombre de couches est important car les effets de la désadaptation du ΔZ sont cumulatifs, d'où l'importance de régler le ΔZ aussi proche que possible de la position idéale $\Delta Z0$ égale à

la hauteur moyenne des couches Happ. Aussi, il conviendrait de mettre en place un contrôle de procédé qui maintiendrait la vitesse de montée de la buse égale à la vitesse de construction du mur.

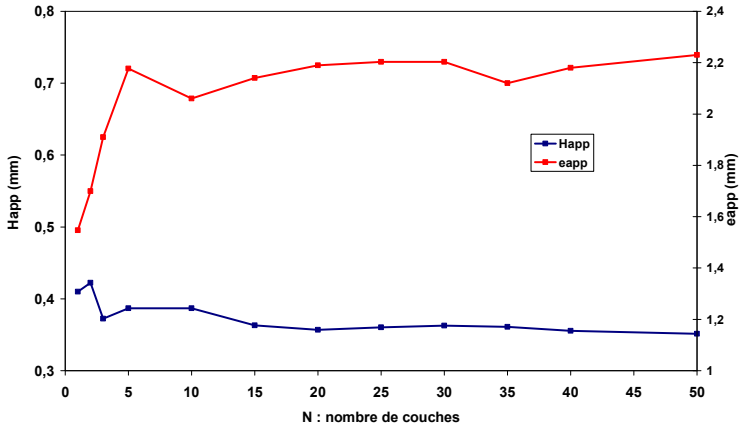


Figure 126 - Caractéristiques géométriques des couches (Happ, eapp) d'un mur de 50 couches en fonction du nombre N de couches

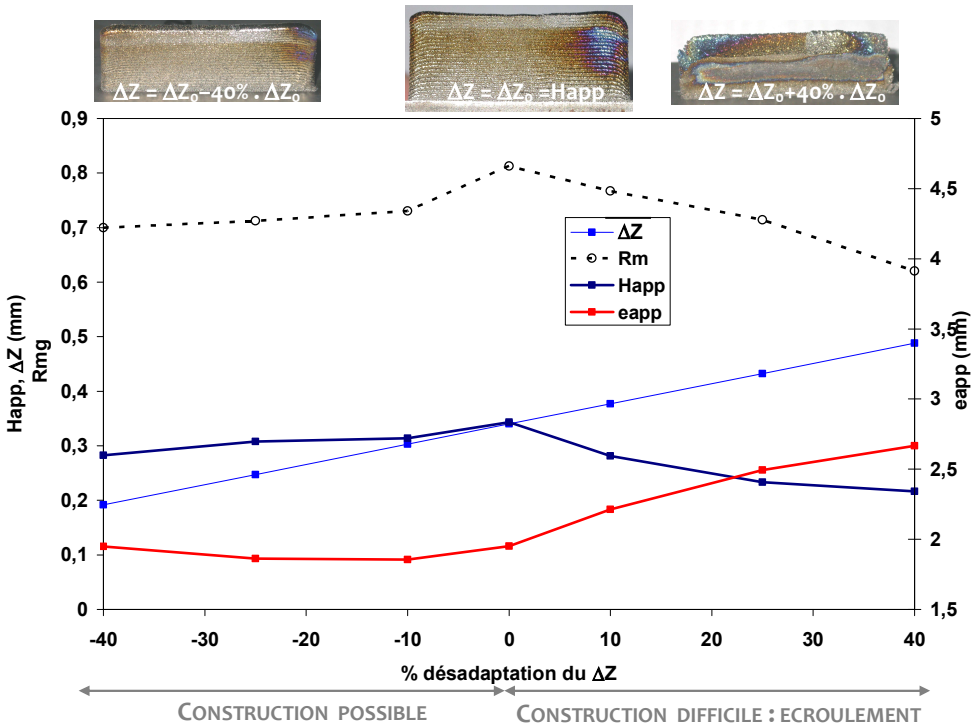


Figure 127 - Influence de la désadaptation de l'incrément de montée en Z, ΔZ, par rapport à sa valeur adaptée ΔZ0 sur le rendement massique (Rm) et sur les caractéristiques géométriques (Happ, eapp) d'un mur P300V300Dm1 de 50 couches

5.2.2 OPTIMISATION DE LA CONFIGURATION DE TRAVAIL

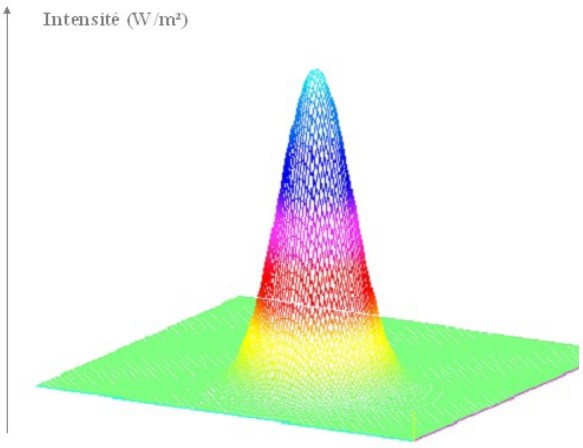
La configuration de travail est définie par trois paramètres secondaires du procédé :

- La défocalisation laser $Defoc_L$, distance entre le point focal laser et la surface de travail. Le diamètre du faisceau laser ainsi que son intensité I (ou densité de puissance) dépendent de la défocalisation laser choisie.
- La défocalisation poudre $Defoc_P$, distance entre le point focal poudre et la surface de travail. Le diamètre du faisceau et la concentration spatiale ou volumique de la poudre en dépendent.
- La distance de travail WD, écart entre la sortie de la buse et la surface de travail (substrat ou couche précédemment projetée). La distance de travail et la défocalisation poudre sont deux paramètres étroitement liés. En effet, le réglage de la défocalisation poudre s'effectue par déplacement de la buse selon l'axe Z par rapport à la surface de travail donc par modification de la distance de travail. La distance de travail WD0 de 5 mm correspond à une défocalisation poudre de 0 mm , c'est-à-dire à un point focal poudre placé sur le substrat.

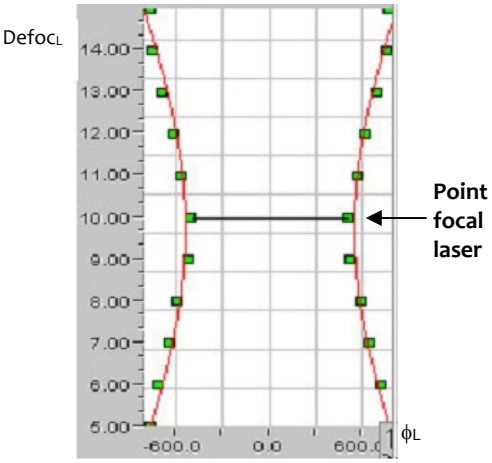
Ces trois paramètres conditionnent les caractéristiques du spot laser et du faisceau poudre au niveau de la surface de travail, notamment le diamètre du faisceau laser ϕ_L et du faisceau poudre ϕ_P. La variation de ces paramètres influe donc directement sur le rendement théorique R_{th} du procédé défini comme le rapport entre le diamètre du faisceau laser et le diamètre du jet de poudre ($R_{th} = \phi_L / \phi_P$). Ce rendement rend compte en quelque sorte de l'interaction du laser et de la poudre. Celui-ci doit être supérieur à 1 pour que la tache laser couvre entièrement le jet de poudre. Dans le cas de la configuration de travail standard pour laquelle $Defoc_P$ = 0 mm, $Defoc_L$ = +8 mm et WD = 5mm, le rendement théorique est supérieur à 1. En effet, les diamètres des faisceaux laser et poudre au niveau de la surface de travail valent respectivement 1,75mm et environ 1,5 mm (pour un Dm de 1g/min).

5.2.2.1 Influence de la défocalisation laser

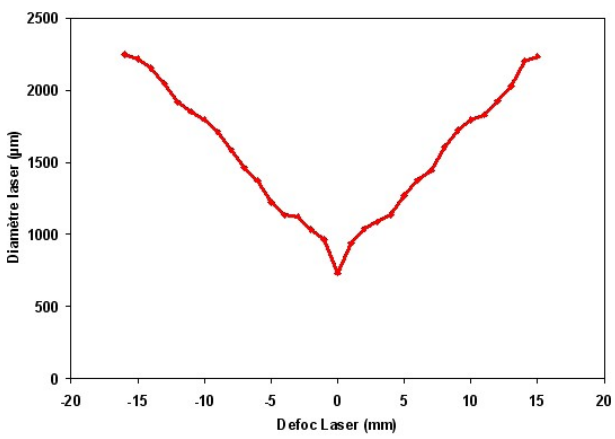
Le faisceau laser produit par la source Nd :YAG utilisée suit une loi de type gaussienne (**Figure 128**a). La détermination du diamètre du faisceau laser ϕ_L en fonction de la défocalisation laser a été réalisée d'une part à partir de la mesure du diamètre des impacts laser laissés pour un tir de 10ms à 600W sur une plaque d'aluminium anodisé (**Figure 128**c), et d'autre part par des analyses de faisceau menées par le Gérailp (**Figure 128**d).



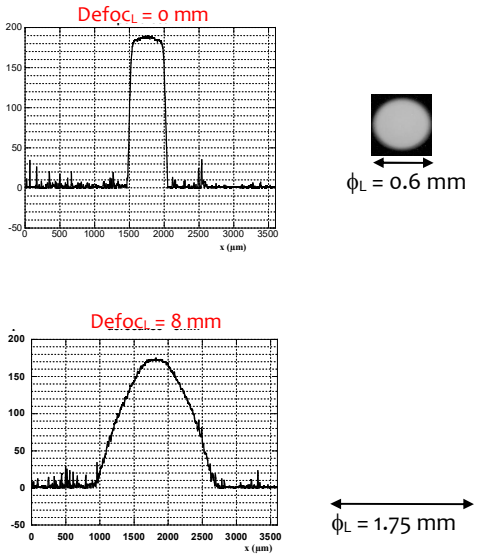
(a) Répartition gaussienne de l'intensité du faisceau laser



(b) Caustique du faisceau laser YAG utilisée dans nos essais de projection laser



(c) Diamètre de l'impact laser créé par un tir de 600W pendant 10ms sur une plaque d'aluminium anodisé en fonction de la défocalisation laser



(d) Diamètre et répartition énergétique du faisceau laser à Defoc$_L$ =0 et 8 mm (Analyse de faisceau par le Gérailp)

Figure 128 - Caractéristiques du faisceau laser

Lors de cette étude, les murs P300V300Dm1 de 50 couches ont été construits avec une défocalisation laser qui varie de +3 à +14 mm (+3, +5, +8, +11, +14 mm) par rapport à la position focalisée et la distance de travail ainsi que la défocalisation poudre sont fixées respectivement à 5 et 0 mm. Dans ces conditions, le diamètre du faisceau de poudre ϕ_P est de l'ordre de 1,5 mm. La course limitée de la buse ne nous permet pas d'explorer une gamme de défocalisation plus large, notamment une défocalisation négative correspondant à un point focal laser dans le substrat.

Pour un essai à une défocalisation laser de +17 mm, la construction du mur est toujours possible mais sa qualité dimensionnelle et métallurgique (fort taux de porosité) deviennent très mauvaises. Aussi, cette condition n'a pas été retenue pour l'étude.
Le meilleur rendement massique Rm de 89% est obtenu pour une défocalisation laser proche de +5mm, c'est à dire pour un diamètre de faisceau laser ϕ_L d'environ 1,2mm (Figure 129).

L'épaisseur et la hauteur des couches ont plutôt tendance à augmenter avec la défocalisation laser. Une augmentation de la hauteur et de l'épaisseur des couches a également été observée dans la littérature lors de l'accroissement du diamètre du faisceau laser [ZHA07].

Il peut paraître surprenant qu'au delà d'une défocalisation laser de +5 mm le rendement massique ne chute pas mais se maintient entre 80 et 90% jusqu'à une défocalisation laser de +14 mm. Ceci s'explique par le fait que lorsque la défocalisation laser Defoc$_L$ augmente, le diamètre du faisceau ϕ_L ainsi que le rendement théorique R_{th} croissent, augmentant ainsi l'interaction laser-poudre. La quantité de poudre admît dans le bain est donc plus grande et les dimensions du bain s'en trouvent augmentées, ce qui se traduit bien évidemment par un accroissement des dimensions Happ et eapp des couches. Néanmoins, au delà d'un certain seuil, l'augmentation de ϕ_L va induire une densité de puissance du faisceau laser insuffisante pour fondre la quantité de poudre qui interagit avec le laser, notamment sur les bords du faisceau laser de par sa répartition gaussienne, limitant ainsi la largeur maximale du bain [ZHA07]. Il semble au vu de nos expériences que jusqu'à une défocalisation de +14 mm, l'intensité laser reste suffisamment importante pour fondre une masse de poudre conséquente pour le maintien du rendement massique Rm. Ceci étant, cette défocalisation laser maximale pour laquelle le rendement massique est maintenu est très certainement fonction des conditions de projection et notamment de la puissance : elle devrait croître avec P de façon à maintenir une densité de puissance constante.

On note que le rendement massique géométrique Rmg calculé à partir des dimensions du mur projeté adopte les mêmes tendances que celles du rendement massique obtenu par pesée Rm. Les écarts observés entre les deux, notamment pour les $Defoc_L$ élevées, proviennent du fait que le Rmg est calculé sur les valeurs moyennes de la hauteur et de l'épaisseur du mur. Or, la hauteur et l'épaisseur des couches ne sont pas nécessairement constantes selon l'altitude Z de la couche considérée.

L'oxydation superficielle est moindre à mesure que la défocalisation et le diamètre laser diminuent et donc à mesure que l'intensité laser augmente. Nous n'avons pas d'explication claire concernant cet effet. Néanmoins, dans notre cas, la variation de la défocalisation laser joue d'une part sur la densité de puissance du laser et d'autre part sur l'interaction des particules de poudre avec le faisceau laser puisque la zone d'interaction entre le faisceau de poudre et le faisceau laser varie (Figure 9, chapitre 4). Ces effets sont susceptibles de modifier la température du mur et donc de favoriser ou non l'oxydation superficielle, dans la mesure où l'on considère que celle-ci est d'autant plus importante que la température du mur est élevée.

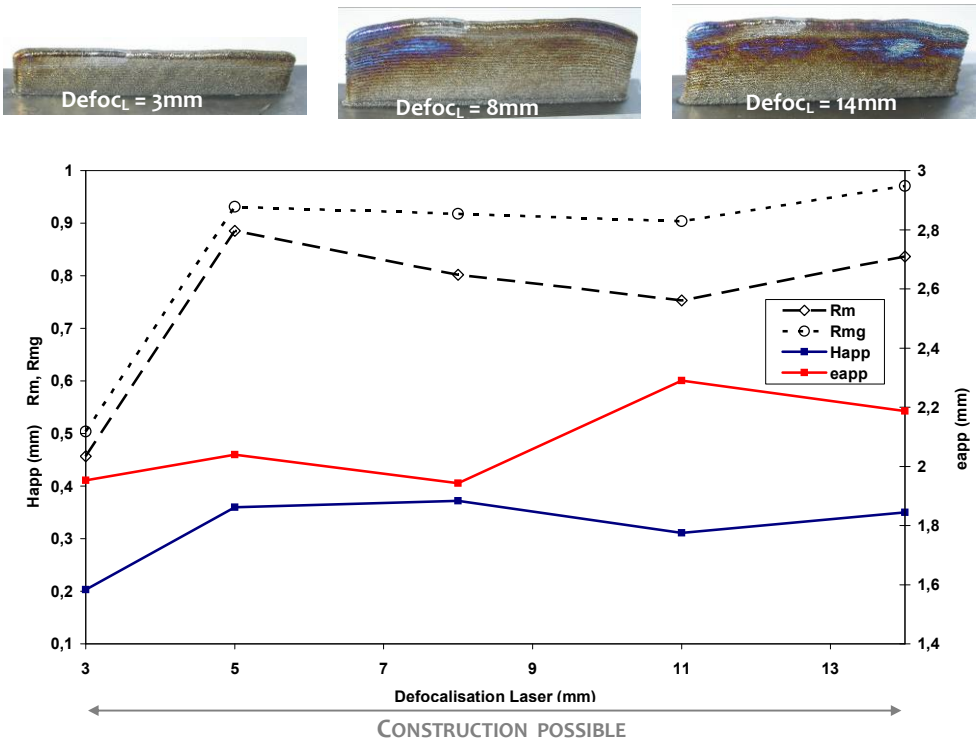


Figure 129 - Influence de la défocalisation laser sur le rendement massique (Rm et Rmg) et les caractéristiques géométriques (Happ et eapp) d'un mur P300V300Dm1 de 50 couches ($Defoc_P$ = 0 mm, WD = 5 mm)

5.2.2.2 Influence de la défocalisation poudre

La buse coaxiale délivre un faisceau de poudre conique (Figure 124 et Figure 125). Le diamètre du faisceau ϕ_P au point focal poudre est estimé, par analyse d'images, à environ 1,5 mm pour un débit Dm de 1 g/min. La concentration spatiale des particules de poudre dans le jet obtenue via notre montage expérimental n'a pas été quantifiée. Cependant, selon certains auteurs, le profil de concentration volumiques des particules dans le jet perpendiculairement à l'axe du faisceau suit une loi quasi-gaussienne [PIN04b]. En revanche, les travaux du Gérailp [AUB06] ont montré que la densité de particules dépend du débit massique de poudre utilisé (Figure 131). De plus, le diamètre du faisceau de poudre varie considérablement avec le débit de poudre Dm employé. En effet, ce diamètre au point focal est de l'ordre de 1,5 mm pour un Dm de 1 g/min alors qu'il atteint 4,5 mm environ pour un Dm de 9 g/min.

Lors de cette étude, les murs P300V300Dm1 de 50 couches ont été construits avec une défocalisation poudre qui varie entre -2 et +2 mm (-2, -1, 0, +1, +2 mm) par rapport à la position focalisée ($Defoc_P$ = 0 mm). Pour chaque condition, la défocalisation laser est fixée à +8mm. La distance de travail WD, c'est-à-dire la distance buse-substrat, est variable puisqu'elle est liée à la défocalisation poudre. En d'autres termes, la distance de travail WD diminue lorsque la défocalisation poudre est négative, c'est-à-dire que le point focal

poudre est placé dans le substrat. A contrario, dans le cas d'un point focal poudre placé au dessus du substrat, consécutif à une défocalisation poudre positive, la distance de travail WD est supérieure à la distance de travail standard de 5 mm.

Le meilleur rendement massique Rm de 73% est obtenu pour une défocalisation poudre égale à 0 mm, c'est-à-dire pour une position focalisée correspondant à un diamètre du faisceau poudre ϕ_P d'environ 1,5mm (Figure 130). Contrairement à la défocalisation laser, la défocalisation poudre a un effet limité sur le rendement massique du procédé. Cela aurait été très certainement différent si la défocalisation laser choisie avait été inférieure à 5 mm. En effet, pour une $Defoc_L$ faible, une défocalisation du faisceau de poudre de part et d'autre de la surface de travail devrait engendrer rapidement une chute du rendement massique Rm puisque le rendement théorique est bien inférieur à 1 dans ces conditions (ϕ_P autour de 2 mm et ϕ_L proche de 600µm). La défocalisation laser est un élément de la configuration de travail rendant le procédé plus robuste puisqu'il tolère une défocalisation poudre de plus ou moins 1 mm sans que ceci modifie fortement le rendement massique du procédé.

L'effet de la défocalisation poudre est plus marqué sur les caractéristiques géométriques du mur. En effet, la construction est relativement stable pour des défocalisations poudre négatives ($Defoc_P$ = -1 et -2 mm) bien que le mur tende à s'affiner à mesure que le point focal poudre descend dans le substrat. En revanche, pour des défocalisations poudre positives, la hauteur moyenne par couche Happ diminue alors que l'épaisseur moyenne des couches eapp augmente, ce qui est le signe d'un écroulement du mur. La construction est donc difficile dans le cas des défocalisations poudre positives et ceci est d'autant plus vrai que le nombre de couches du mur augmente car l'écroulement est cumulatif puisqu'il entraîne la désadaptation du ΔZ.

On note que l'état d'oxydation superficielle du mur est moindre lorsque la poudre est défocalisée (Figure 130). Au même titre que la défocalisation laser, la défocalisation poudre semble modifier l'interaction laser-poudre, d'une part car le diamètre du faisceau de poudre varie et d'autre part car la distance parcourue par les poudres varie avec WD. La température du mur est donc susceptible de varier avec la défocalisation poudre et la distance de travail. D'autre part, il est possible que la modification de la distance de travail WD modifie l'écoulement du gaz protecteur et donc l'efficacité de la protection contre l'oxydation superficielle.

Le Rmg est proche du Rm. Les écarts constatés sont de nouveau dus à l'erreur introduite par le calcul à partir des valeurs moyennes de la hauteur et de l'épaisseur des couches Happ et eapp.

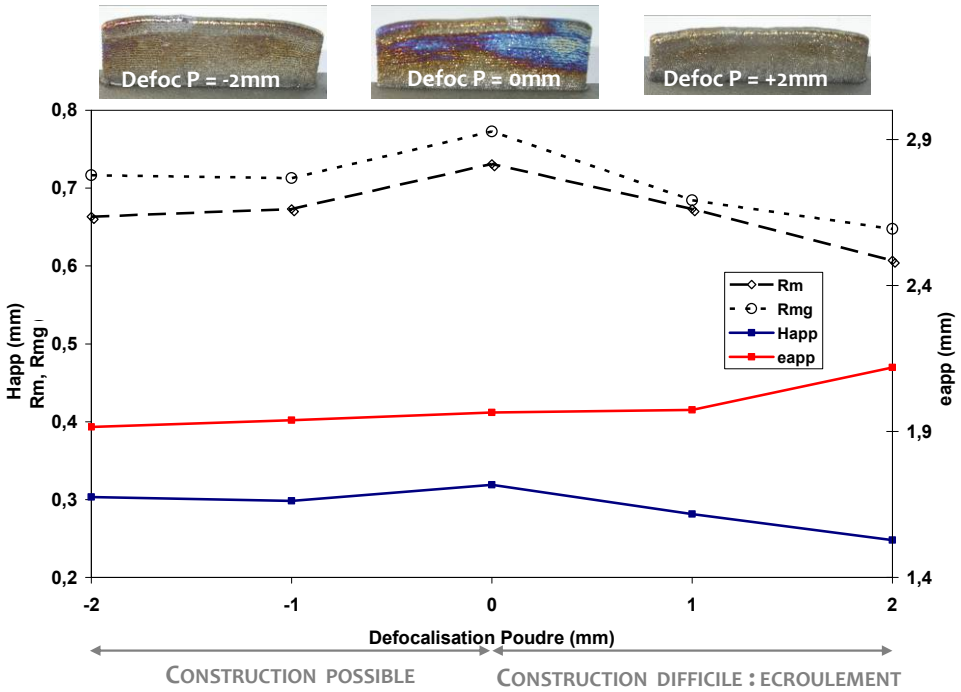


Figure 130 - Influence de la défocalisation poudre sur le rendement massique (Rm et Rmg) et les caractéristiques géométriques (Happ et eapp) d'un mur P300V300Dm1 de 50 couches (Defoc$_L$ = 8mm)

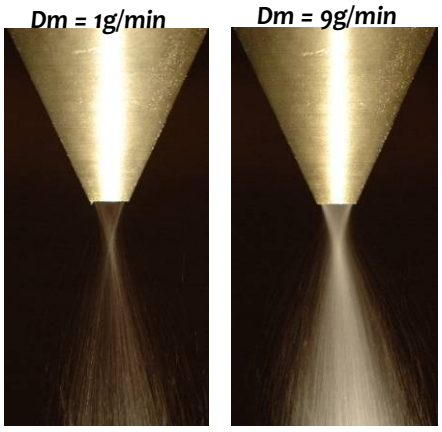


Figure 131 – Influence du débit massique de poudre Dm sur la concentration spatiale de particules du jet de poudre (D_{g1} et D_{g2} = 0 l/min) [AUB06]

5.2.2.3 Influence de la distance de travail

Lors de cette étude, les murs P300V300Dm1 de 50 couches ont été construits avec une distance de travail WD qui varie de -30 à +30% (-30, -20, 0, +20, +30%) par rapport à la distance de travail standard WDo de 5 mm. Aussi, la défocalisation laser et la défocalisation poudre varient lors de cet essai, ainsi que les diamètres ϕ_L et ϕ_P au niveau de la surface de travail.

Le meilleur rendement massique est obtenu pour une distance de travail désadaptée de -30% c'est-à-dire pour une distance de travail WD de 3,5 mm (Figure 132). Pour cette configuration, le faisceau laser est défocalisé de 6,5 mm, proche de sa position optimale (Defoc$_L$= + 5 mm) (Figure 129). Ceci explique peut-être l'augmentation de rendement à cette distance de travail. Cette augmentation du Rm est provoquée par

l'accroissement de la hauteur mais surtout de l'épaisseur apparentes par couche pour la distance de travail de 3,5 mm. Notons que le Rmg est cette fois-ci très proche du Rm. De plus, pour cette configuration de travail, nous avons observé une meilleure stabilité de construction du mur, à savoir une diminution de l'écroulement intervenant au niveau des points de rebroussement, d'autant plus significative que le nombre de couches est élevé.

Nous n'avons pas constaté d'évolution de l'oxydation superficielle du mur en fonction de la distance de travail (Figure 132).

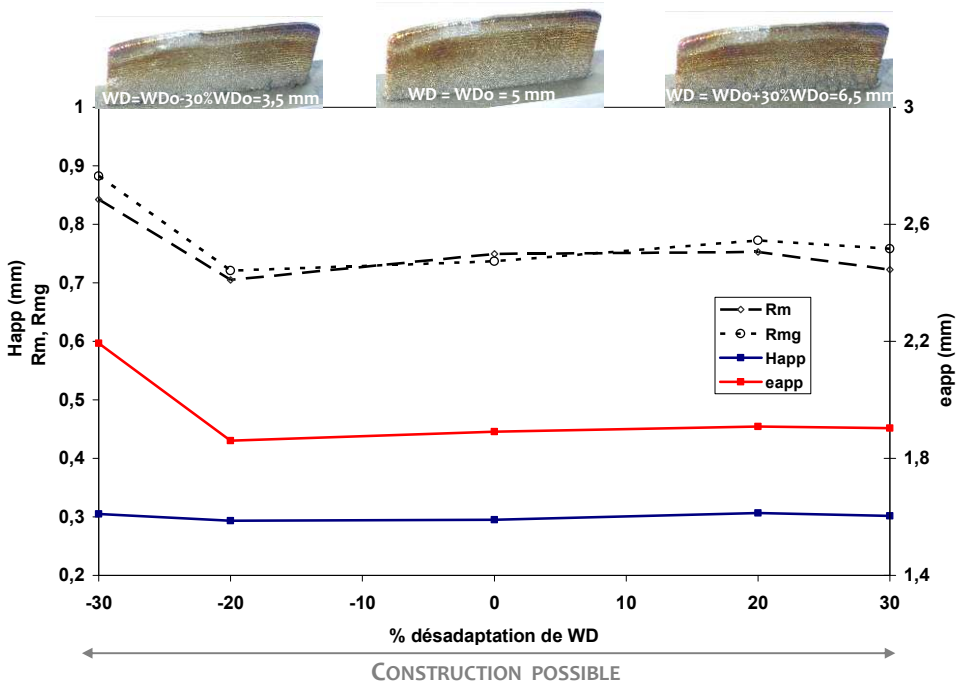


Figure 132 - Influence de la distance de travail WD sur le rendement massique (Rm et Rmg) et les caractéristiques géométriques (Happ et eapp) d'un mur P300V300Dm1 de 50 couches

Ces résultats concernant l'optimisation de la configuration de travail mettent en évidence l'existence de deux configurations pour lesquelles le rendement massique du procédé Rm ainsi que la stabilité de construction sont optimisés : la configuration optimisée 1 avec $Defoc_L$ = +5 mm, $Defoc_P$ = 0 mm et WD = 5mm et la configuration optimisée 2 telle que $Defoc_L$ = +6,5 mm, $Defoc_P$ = -1,5 mm et WD = 3,5mm (Figure 133). Des essais complémentaires ont été menés avec une paramétrie P600V300Dm3 qui est davantage encline à un manque de stabilité de construction (écroulement) par rapport à la paramétrie P300V300Dm1. Nous avons constaté que les deux configurations de travail permettaient d'obtenir un rendement massique relativement équivalent pour la paramétrie P300V300Dm1, c'est-à-dire autour de 87%. En revanche, pour la paramétrie P600V300Dm3, la configuration 2 permet d'atteindre un rendement de 96,2% contre 94 ,2% pour la configuration optimisée 1, soit une augmentation de 2%. Nous avons donc sélectionné la configuration optimisée 2 pour la réalisation de l'étude paramétrique des paramètres du 1er ordre P, V, Dm ainsi que pour la fabrication des optima de projection et des éprouvettes de traction (chapitre 6). Les expériences concernant l'influence des paramètres du second ordre ont néanmoins toutes été réalisées avec la configuration standard (Figure 133).

L'ensemble de ces résultats sur l'optimisation de la configuration de travail souligne combien il serait important d'exprimer l'interaction laser-poudre et l'intensité laser vis-à-vis des trois paramètres relatifs à la configuration de travail : DefocL, DefocP et WD. Nous voyons là une possibilité d'amélioration de notre modèle d'interaction laser-poudre (chapitre 4).

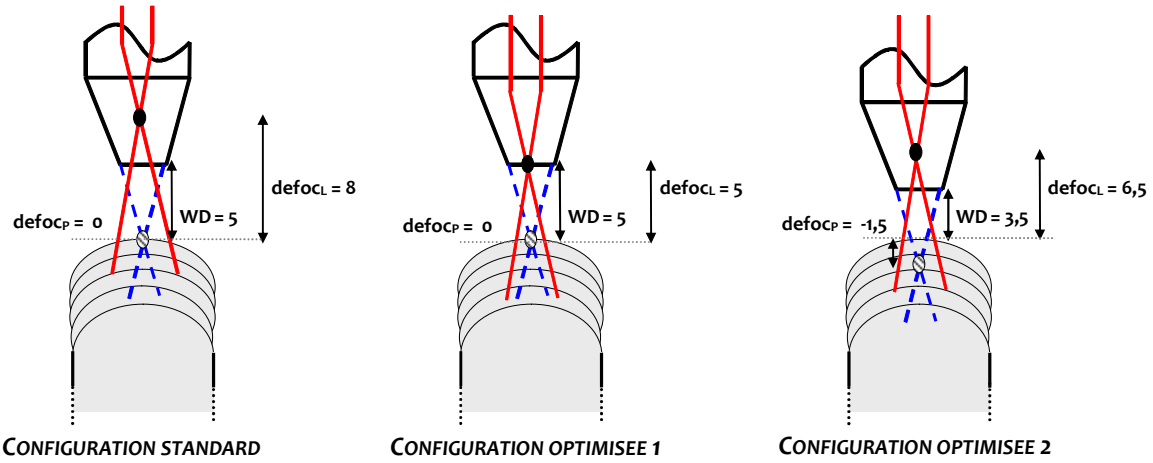
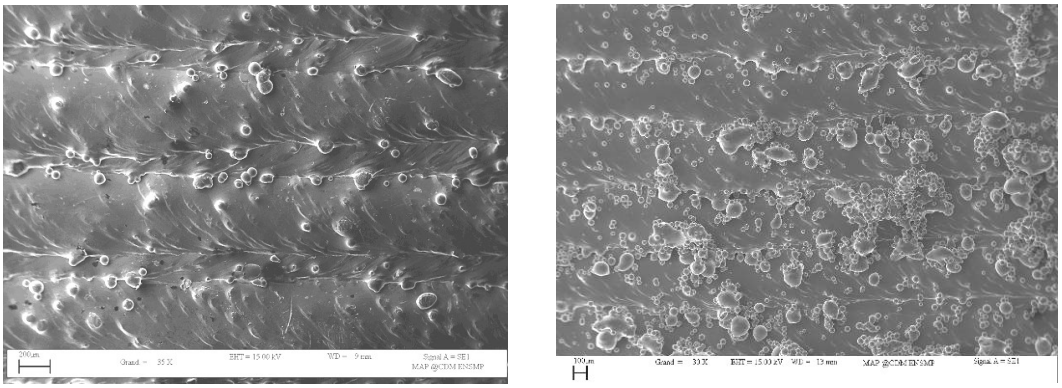


Figure 133 – Configurations de travail standard et optimisées 1 et 2 (WD, $Defoc_L$, $Defoc_P$ en mm)

5.2.3 INFLUENCE DE LA BUSE DE PROJECTION

Le choix du type de buse va influer sur la qualité et le rendement massique de la construction. L'utilisation d'une buse latérale conduit généralement à une dissymétrie de la densité de puissance transmise du fait de l'atténuation latéralisée du faisceau laser par le faisceau de poudre [FU02]. Les buses coaxiales pour lesquelles l'axe du faisceau laser et celui du faisceau de poudre sont confondus, apportent une densité de puissance transmise symétrique [HUA05, FU02]. Le rendement massique généré par les buses coaxiales est généralement meilleur que celui des buses latérales car l'interaction laser-poudre est maximale pour cette configuration [VIL99, HUA05, FU02]. La comparaison entre la buse coaxiale quatre points fournie avec la machine Optomec et la buse coaxiale Gérailp utilisée sur la machine Limoges montre que le rendement massique généré par cette dernière est bien meilleur [AUB06]. Ceci s'explique vraisemblablement par le fait que la tache de poudre générée par la buse Gérailp est beaucoup plus focalisée que celle créée par la buse Optomec. Le rendement théorique R_{th} est donc meilleur dans le cas de la buse Gérailp car le diamètre du faisceau de poudre est relativement fin, conduisant ainsi à une meilleure interaction du faisceau laser avec le jet de poudre et aussi à une meilleure focalisation des particules de poudre en direction du bain liquide.

En outre, nous avons constaté lors de nos expériences de projection que l'état d'usure de la buse avait une influence considérable sur la qualité de la construction. En effet, lors de l'utilisation d'une buse dont le cône extérieur 2 (troisième et dernier cône constitutif de la buse par lequel transite le gaz de protection externe) est détérioré par les réflexions du faisceau laser sur la surface de travail, sur le substrat et sur la surface des poudres (puissances réfléchies par le massif P_{rm} et par les poudres P_{rp}), un écroulement périodique des couches les unes sur les autres est observé. L'examen au MEB de la surface latérale des murs projetés témoigne d'un écroulement symétrique d'une couche sur deux (Figure 134a). Cet écroulement n'est pas observé sur la surface latérale des murs réalisés avec une buse neuve (Figure 134b). L'origine de cet écroulement est certainement liée à une dissymétrie du refroidissement selon le sens de projection. En effet, l'état usé d'un coté de la buse affecte l'écoulement du gaz de protection, conduisant à une diminution de la chaleur dissipée par convection. L'augmentation de la température et/ou du volume du bain liquide serait alors à l'origine de l'écroulement de la couche de part et d'autre de la couche précédente. Des essais complémentaires dans un seul sens de projection (+ ou - X), avec extinction du faisceau laser lors du retour de la buse, ont confirmé la dissymétrie du refroidissement dans le cas de la buse usagée. Suite à cette constatation, le matériau constitutif du cône extérieur de la buse a donc été remplacé par un autre matériau dont l'absorbance vis à vis du rayonnement Nd:YAG est moindre. Toutes les études présentées dans ce manuscrit ont été réalisées avec une buse qui ne se dégrade pas sous l'effet du rayonnement laser.



(a) *(b)*

Figure 134 - Image MEB en mode SE de la surface latérale de murs P300V300Dm1 réalisés sur machine Limoges avec la buse coaxiale Gérailp usagée (a) et neuve (b): écroulement d'une couche sur deux dans le cas de la buse usagée

5.2.4 INFLUENCE DES TEMPORISATIONS

Les temporisations sont les temps d'arrêt marqués à chaque point de rebroussement, i.e. entre chaque couche, pendant lequel le laser est éteint. Notre dispositif ne permet toutefois pas de stopper l'alimentation de la poudre pendant cette période.

L'influence des temporisations sur l'histoire thermique du mur a été évaluée afin d'apprécier ses conséquences sur l'état métallurgique et la qualité géométrique du mur. On cherchera en particulier à rendre compte d'une temporisation minimale permettant de stabiliser la géométrie du mur dans des conditions sévères de projection.

Le relevé de température de la quinzième couche d'un mur P300V300Dm1 de soixante couches sans temporisation est comparé à celui d'un mur construit avec une temporisation de quatre secondes entre chaque couche (Figure 137). Les temporisations ne semblent pas avoir d'influence sur les températures pic. En revanche, la température de recuit décroît considérablement avec les temporisations. En effet, pour une temporisation de quatre secondes entre chaque couche, la température de recuit descend généralement en dessous de 368 °C (limite de la fenêtre de mesure du pyromètre) sans jamais dépasser 400 °C alors qu'elle se maintient aux environs de 500 °C pour le mur sans temporisation. Comme explicité dans le chapitre 3, rappelons que nos instrumentations réalisées au moyen d'un pyromètre IR donnent une valeur moyennée de la température du fait de la taille importante de la tache d'analyse.

Les temporisations ont un effet sur la stabilité de construction car elles limitent l'échauffement du mur, notamment au niveau des points de rebroussement, et évitent donc l'écroulement de celui-ci (Figure 135). En effet, une temporisation de 2 secondes permet d'obtenir une construction stable sans écroulement aux points de rebroussement pour la paramétrie P300V300Dm1. Pour une temporisation de 16 secondes, l'oxydation superficielle disparaît pratiquement de la surface latérale du mur. Ces deux effets vont dans le sens d'une diminution de la température du mur, confirmée par les instrumentations menées au moyen du pyromètre IR (Figure 137).

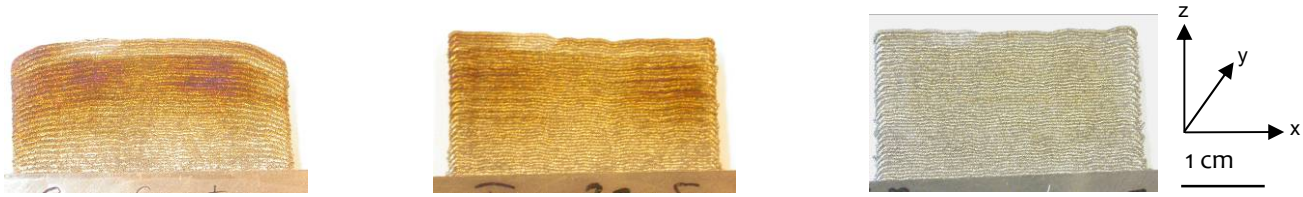
De plus, la microstructure du TA6V évolue avec les temporisations (Figure 136). Ceci est particulièrement visible pour la paramétrie P600V300Dm3 pour laquelle une temporisation de 16 secondes entraîne la formation d'une microstructure trempée majoritairement α' (très faible contraste chimique au MEB en mode BSE) alors que les murs sans temporisation et avec une temporisation de 2 secondes présentent une microstructure $\alpha+\beta$. La température atteinte dans le cas du mur réalisé avec une temporisation de 16 secondes n'est pas suffisante pour assurer un recuit efficace de la microstructure afin de déstabiliser la phase α' obtenue suite à la trempe.

Pour la paramétrie P300V300Dm1, le rendement massique Rm est relativement stable pour des temporisations de 0 à 16 secondes (Figure 138). En revanche, ce rendement chute pour des temporisations plus élevées. Les caractéristiques géométriques Happ et eapp sont relativement stables pour 2, 8 et 16 secondes de temporisation. Pour un mur construit sans temporisation, Happ diminue et eapp augmente du

fait de l'écroulement du mur. On observe les mêmes tendances pour le mur réalisé avec une temporisation de 32 secondes qui sont dues cette fois-ci au fait que la déposition d'une nouvelle couche se fait sur un mur froid. En effet, le bain liquide formé est relativement « froid », ce qui limite la quantité de particules de poudre qui peuvent être fusionnées lorsqu'elles sont injectées dans le bain. Le rendement massique Rm est donc réduit et la hauteur des couches également.

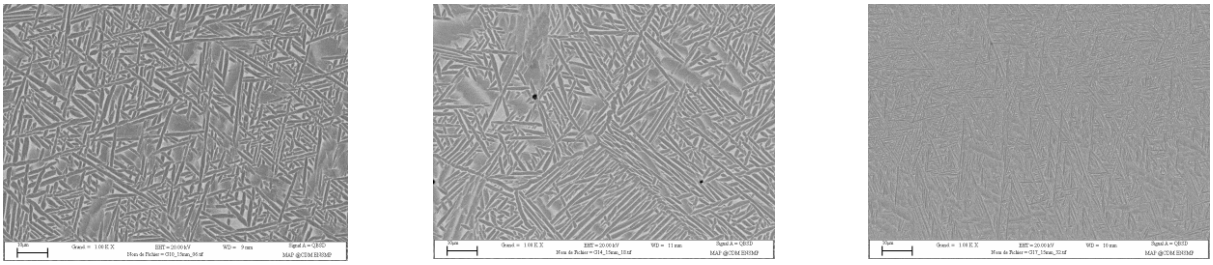
Pour la paramétrie P600V300Dm3, le rendement massique Rm et les dimensions des couches Happ et eapp diminuent à mesure que la temporisation augmente (Figure 139). L'augmentation de la durée des temporisations a pour effet de diminuer la température globale du mur en construction. Ceci limite la quantité de particules de poudre qui peuvent être fusionnées lors de leur arrivée dans le bain. On peut également imaginer, dans le cas d'un mur sans temporisation, qu'une partie du mur entourant le bain liquide soit à une température suffisante pour que les particules de poudre qui n'ont pas intégré le bain soient agglomérées dans cette zone du mur. L'introduction de temporisations limiterait ce phénomène du fait de la diminution de la température du mur.

Au vu de ces conclusions, nous avons choisi de travailler avec une temporisation de 2 secondes qui n'affecte pas ou peu la microstructure brute de projection (même microstructure que celle du mur sans temporisation), qui permet en outre d'obtenir une stabilité de construction, notamment aux points de rebroussement et pour laquelle un temps de construction correcte est conservé. L'oxydation superficielle des parois latérales du mur n'est toutefois pas totalement supprimée. L'étude des paramètres du 1er ordre ainsi que la fabrication des optima et des éprouvettes de traction ont donc été réalisés avec 2 secondes de temporisation entre chaque couche.



(a) temporisation 0s *(b) temporisation 2s* *(c) temporisation 16s*

Figure 135 - Influence de la durée des temporisations sur la stabilité de construction (écroulement) et sur l'oxydation superficielle du mur P300V300Dm1



(a) temporisation 0s *(b) temporisation 2s* *(c) temporisation 16s*

Figure 136 - Influence de la durée des temporisations sur la microstructure du TA6V : images MEB en mode BSE du centre du mur P600V300Dm3

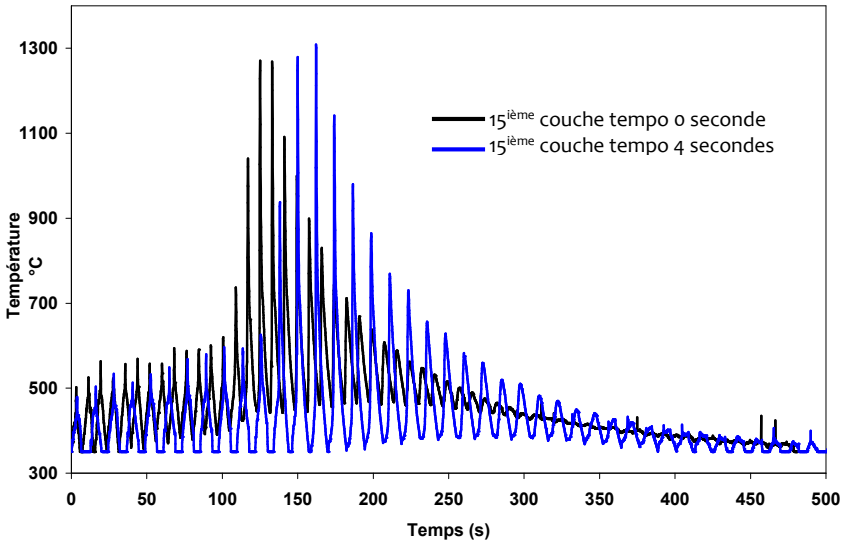


Figure 137 - Influence des temporisations : comparaison du relevé de la température sur la quinzième couche d'un mur P300V300Dm1 de 60 couches sans et avec temporisation de 4 secondes

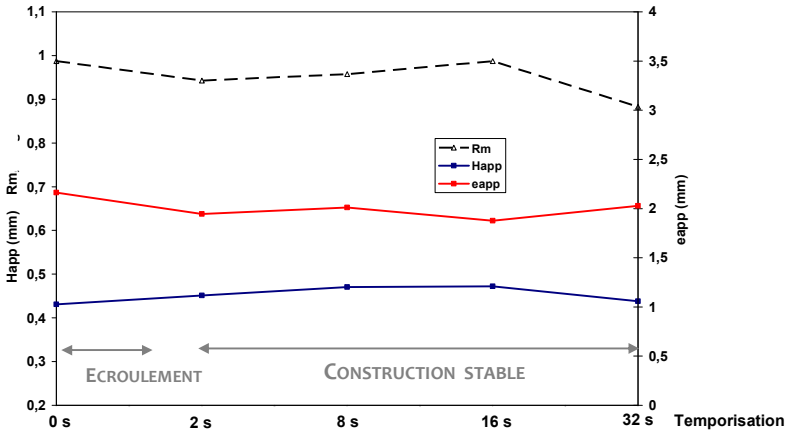


Figure 138 - Influence de la durée des temporisations sur le rendement massique Rm et les caractéristiques géométriques Happ et eapp d'un mur P300V300Dm1 de 60 couches

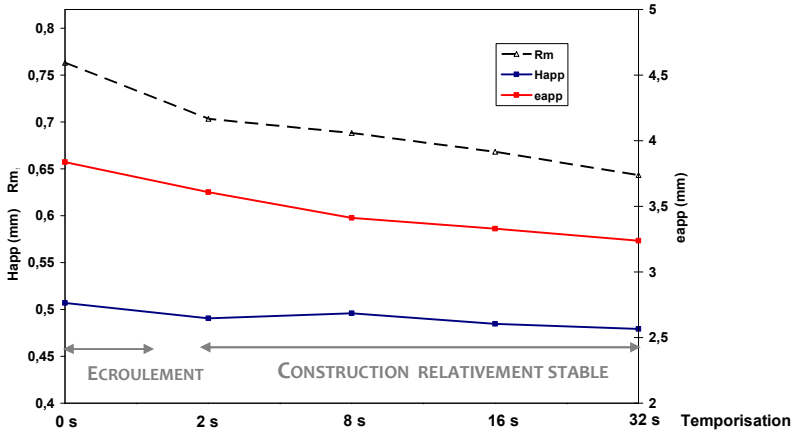


Figure 139 - Influence de la durée des temporisations sur le rendement massique Rm et les caractéristiques géométriques Happ et eapp d'un mur P600V300Dm3 de 60 couches

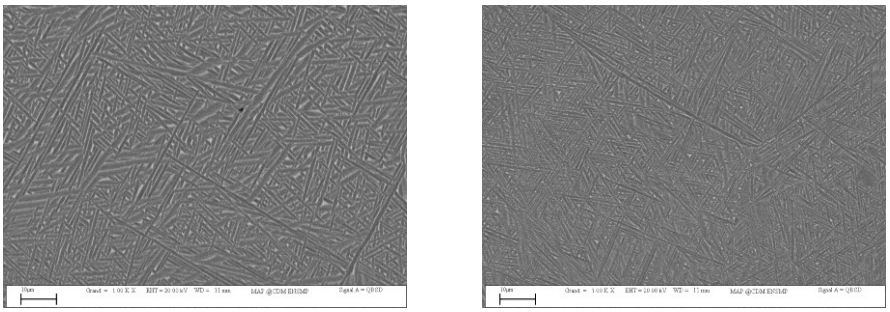
5.2.5 INFLUENCE DU SUBSTRAT

Nous avons été amenés lors de nos essais de projection des murs et cordons à utiliser des substrats de dimensions 200x100 mm² avec une épaisseur de 4 mm ou bien de 9 mm selon la disponibilité. L'objectif de cette étude a été donc d'apprécier l'effet de l'épaisseur du substrat sur la micro et macrostructure du mur P600V300Dm3 en utilisant un substrat de TA6V laminé de 1,6 mm, 4 mm et 9mm d'épaisseur (la longueur et la largeur du substrat étant par ailleurs identiques pour les trois épaisseurs).

L'utilisation d'un substrat fin entraîne le grossissement de la microstructure : les lattes de phases α s'épaississent (Figure 140). De plus, le mur a tendance à s'écrouler pour un substrat fin. L'effet de l'épaisseur du substrat sur la morphologie des grains n'a pas pu être étudié car la paramétrie choisie pour ces essais conduit à la formation de grains équiaxes quelque soit l'épaisseur du substrat. On note en revanche une légère augmentation de la taille des grains pour un substrat fin. La même étude a été menée pour la paramétrie P300V300Dm1 mais nous n'avons pas noté d'évolution nette de la micro et macrostructure du mur en fonction de l'épaisseur du substrat. Pour un substrat fin, la quantité d'énergie utile pour la construction du mur qui peut être dissipée par conduction est limitée par la taille réduite du substrat. Il en résulte un échauffement du substrat, et donc du mur, qui conduit au grossissement de la micro et macrostructure (taille des phases et des grains).

A la lumière de cette expérience, il semble que le chauffage du substrat permettrait d'obtenir une croissance équiaxe des grains dans le cas d'une paramétrie qui conduit à une croissance colonnaire des grains sans préchauffage du substrat. Ceci reste à vérifier.

Certains auteurs relatent un effet de l'épaisseur du substrat sur le type et le taux de porosité constatés dans le mur en TA6V. Des porosités de type manque de fusion entre couche sont majoritaires dans le cas de murs construits sur un substrat fin alors que des porosités sphériques dues à des gaz occlus apparaissent plus fréquemment pour des murs sur substrats épais [KOB00]. Nous n'avons pas confirmé cette tendance étant donné l'absence de porosité pour la paramétrie choisie.



(a) substrat de 1,6 mm d'épaisseur *(b) substrat de 9 mm d'épaisseur*

Figure 140 - Influence de l'épaisseur du substrat sur la microstructure de murs P600V300Dm3 en TA6V : images MEB en mode BSE du centre du mur non attaqué

5.2.6 INFLUENCE DE LA GRANULOMETRIE DE LA POUDRE

Pour caractériser l'influence de la répartition granulométrique de la poudre sur les propriétés du mur, nous avons réalisé des essais pour deux paramétries P300V300Dm1 et P600V300Dm3 (substrat de 9 mm d'épaisseur). Trois répartitions granulométriques de poudre ont été testées : 25-45 µm, 45-75 µm et 125-250 µm (Figure 141).

Les résultats montrent que la répartition granulométrique de la poudre influe sur la stabilité de construction : l'utilisation de la granulométrie la plus fine (25-45 µm) permet d'éviter l'écroulement du mur pour les deux paramétries (Figure 141). Ceci entraîne une augmentation du rendement massique et de la hauteur des couches Happ accompagnée par une diminution de l'épaisseur du mur eapp (Figure 143 et Figure 144). Notons que le rendement massique est quasiment de 100% (99% exactement) pour la paramétrie P600V300Dm1 dans le cas de l'utilisation d'une poudre fine. En revanche, pour la granulométrie

la plus élevée 125-250 µm, les murs ont tendance à s'écrouler pour les deux paramétries, ce qui se traduit par une augmentation de eapp et par une diminution de Happ et du Rm (Figure 143 et Figure 144).

Au vu des profils réalisés au rugosimètre (Figure 141) et des observations MEB de la surface latérale des murs (Figure 142 a et d), nous avons constaté que la rugosité augmentait avec la répartition granulométrique.

De plus, la microstructure est de plus en plus trempée et les grains tendent vers une structure équiaxe à mesure que la granulométrie de la poudre diminue. Ceci est particulièrement clair pour le mur P600V300Dm3 dont la microstructure obtenue pour la granulométrie 125-250 µm présente un faible contraste $\alpha+\beta$ et devient majoritairement α' (absence de contraste) pour la granulométrie 25-45 µm (Figure 142 c et f). Les grains sont colonnaires pour la granulométrie 125-250 µm alors qu'ils sont équiaxes pour les poudres fines (Figure 142 b et e).

Toutes ces tendances peuvent s'expliquer par les phénomènes inhérents à l'interaction de la poudre avec le laser. Les poudres de gros diamètres (125-250 µm) arriveront vraisemblablement dans le bain à une température inférieure à celle que peuvent atteindre les poudres fines (25-45 µm) du fait de leur volume plus important qui nécessite davantage d'énergie pour être porté en température. De plus, nous avons noté que l'utilisation de poudres de gros diamètre perturbait l'écoulement du jet de poudre et qu'un grand nombre de particules était projeté en dehors du bain liquide. Tout ceci concourt à limiter la proportion des poudres qui participent à la construction, diminuant ainsi le rendement massique et par là même la hauteur des couches Happ.

L'obtention de grains équiaxes avec des poudres fines peut avoir deux explications. La première réside dans la prise en compte du nombre de particules de poudre qui intègrent le bain liquide. Celui-ci est supérieur dans le cas des poudres fines par rapport aux poudres grossières, du fait de leur petite taille, du meilleur rendement massique et de la meilleure homogénéité du jet de poudre qu'elles procurent. Ceci contribue donc à augmenter le nombre de nucleus dans le bain liquide, ce qui favorise la formation de grains équiaxes [GAU99]. Une autre explication consisterait à considérer l'établissement d'un gradient thermique plus faible ou bien d'une plus grande vitesse du front de solidification (voir diagramme G-Vs du chapitre 3) dans le cas du mur fabriqué avec des poudres fines. Des essais d'instrumentation en température permettraient de confirmer cette hypothèse.

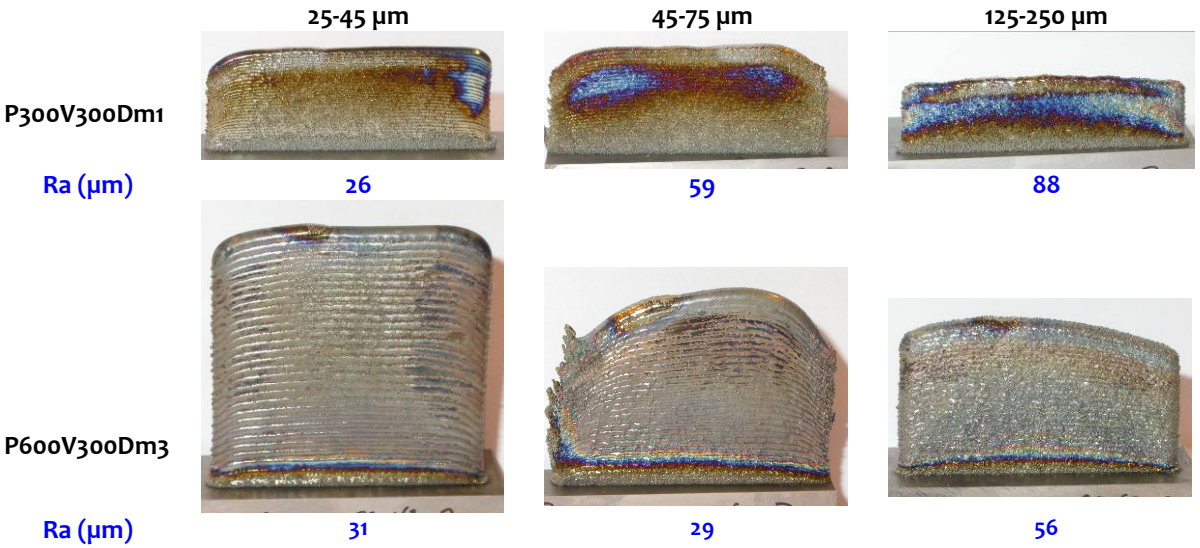
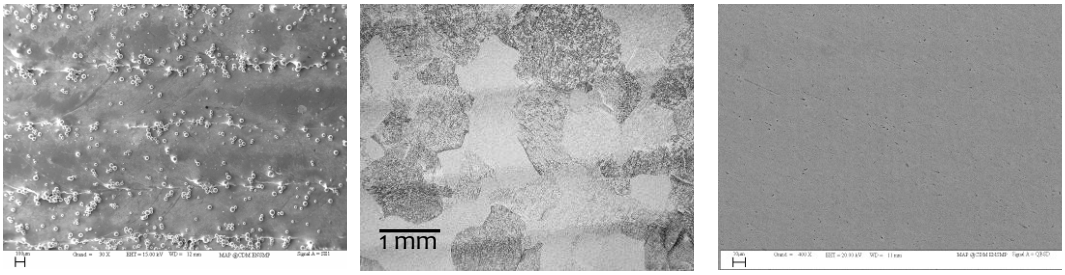


Figure 141 - Influence de la granulométrie de la poudre sur la stabilité de construction (écroulement) et sur la rugosité Ra des murs P300V300Dm1 et P600V300Dm3 de 60 couches

25-45 µm

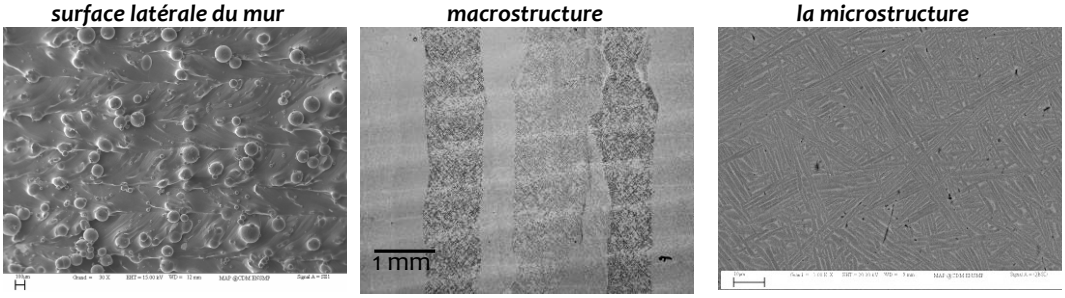


(a) Image MEB de la surface latérale du mur

(b) Image MO de la macrostructure

(c) Image MEB en mode BSE de la microstructure

125-250 µm



(d) Image MEB de la surface latérale du mur

(e) Image MO de la macrostructure

(f) Image MEB en mode BSE de la microstructure

Figure 142 - Influence de la granulométrie de la poudre sur la rugosité ainsi que sur la macro et microstructure du mur P600V300Dm3

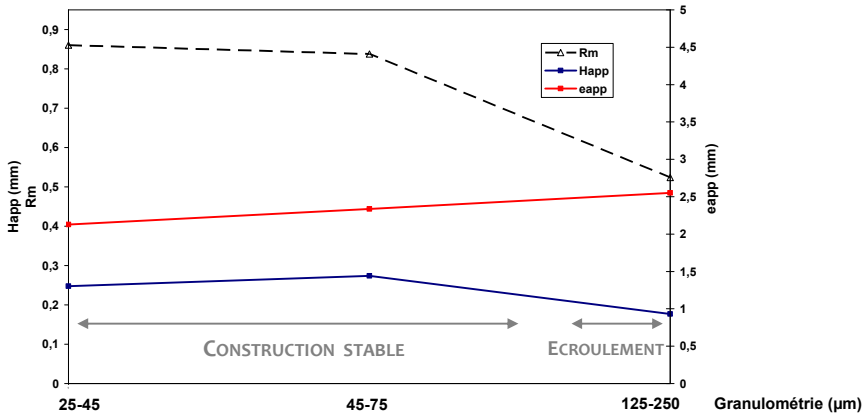


Figure 143 - Influence de la granulométrie de la poudre sur le rendement massique Rm et les caractéristiques géométriques Happ et eapp d'un mur P300V300Dm1 de 60 couches

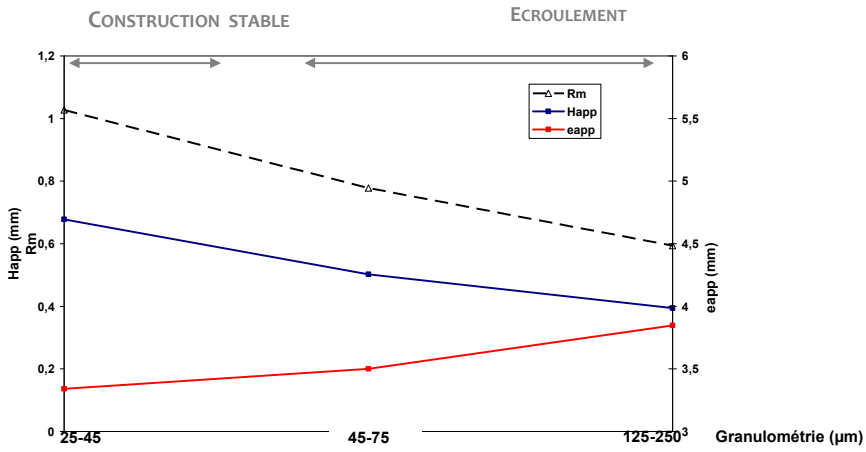


Figure 144 - Influence de la granulométrie de la poudre sur le rendement massique Rm et les caractéristiques géométriques Happ et eapp d'un mur P600V300Dm3 de 60 couches

5.3 ETUDE PARAMETRIQUE DU PREMIER ORDRE

L'étude paramétrique du procédé de projection sur la machine Limoges a pour but de déterminer l'influence des paramètres d'entrée du 1er ordre (P, V et Dm) sur les paramètres de sortie du procédé. Cette étude a été menée sur deux géométries : le cordon et le mur. L'intérêt de travailler sur des géométries différentes est d'une part d'apprécier si l'influence des paramètres du premier ordre est dépendante du nombre de couches et d'autre part d'établir des modèles phénoménologiques adaptés à chaque géométrie. Le modèle prédictif de la géométrie du cordon a pour but d'être utilisé pour la construction des pièces complexes qui nécessitent l'utilisation de stratégies de remplissage et de contour. En effet, le remplissage implique le recouvrement et l'empilement de cordons successifs. Afin d'assurer un remplissage exempt de porosité, il devient incontournable de connaître la forme du cordon (angle de "mouillage") et ses dimensions (épaisseur, hauteur, surface, zone affectée thermiquement et zone refondue). L'objectif du modèle phénoménologique applicable au mur est de caractériser les fenêtres de fonctionnement permettant d'obtenir les caractéristiques géométriques, métallurgiques et économiques souhaitées pour les pièces.

5.3.1 ETUDE PARAMETRIQUE DU 1ER ORDRE SUR GEOMETRIE 1D : LE CORDON

L'étude paramétrique sur cordon a été menée pour le TA6V et pour l'Inconel 718 projetés. Les cordons ont été construits en utilisant la configuration de travail optimisée 2 (WD=3,5mm, $Defoc_P$ =-1,5mm, $Defoc_L$=6,5mm) pour laquelle nous avons montré au chapitre 4 que l'interaction du faisceau laser avec le faisceau de poudre en amont du bain était négligeable. La poudre utilisée est de granulométrie 45-75µm pour le TA6V et 30-62µm pour l'IN718. La puissance laser utilisée varie de 100 à 600 ou 800 watts selon qu'il s'agisse du TA6V ou de l'Inconel 718, la vitesse de balayage de la table XY varie de 100 à 2000 mm/min et enfin le débit massique de poudre varie de 1 à 9 g/min, ce qui correspond à des débits volumiques de 0.23 à 2 cm^3/min pour le TA6V et de 0.13 à 1 cm^3/min pour l'Inconel 718. Les caractéristiques de sortie du cordon sont évaluées par analyse d'images sur les coupes métallographiques des échantillons.

Les paramètres de sortie pour le cordon sont d'une part les dimensions du cordon Happ, eapp et Sapp (surface apparente du cordon) et d'autre part les dimensions de la zone refondue H_{ZR} (hauteur de zone refondue) et e_{ZR} (épaisseur de zone refondue) ainsi que les dimensions de la zone affectée thermiquement H_{ZAT} (hauteur de ZAT) et e_{ZAT} (épaisseur de ZAT) (Figure 145). La hauteur totale de la zone du substrat affectée par la déposition du cordon (H_{ZR}+H_{ZAT}) est nommée hauteur de dilution H_{DIL}. L'angle de contact θ entre le cordon et le substrat est également caractérisé, ce qui permet de classifier les cordons selon trois morphologies : le type I pour un angle $\theta < 90°$, type II pour un angle $\theta = 90°$ et type III pour un angle $\theta > 90°$ (Figure 146). La valeur de l'angle θ influe sur la qualité du recouvrement entre cordons c'est-à-dire sur le manque de matière qui peut éventuellement subsister lors de la juxtaposition de deux cordons successifs dans la direction Y (X étant la direction de balayage). Il semble que cet angle doit être inférieur à 80° pour assurer un recouvrement correct [FEL03 tiré de OLI05]. Le taux de refusion D% traduisant l'amplitude de la zone refondue entre le cordon et le substrat peut s'exprimer ainsi [BI06, OLI05, LAG97]:

$$D\% = \frac{H_{ZR}}{H_{ZR} + H_{app}}$$

La zone diluée constituée de la zone refondue et de la zone affectée thermiquement possède une forme curviligne telle que sa hauteur H_{DIL} est maximale au centre du cordon (Figure 145 et Figure 146). Ce profil particulier est vraisemblablement la conséquence de la répartition gaussienne d'une part de l'intensité laser et d'autre part de la concentration des particules dans le jet de poudre [OLI05]. La puissance transmise au niveau du mur suite à l'interaction du laser avec le nuage de particules a en effet le profil d'une gaussienne tronquée avec une intensité maximale au centre de la tache laser [HUA05]. En outre, la conception de la buse coaxiale implique que le faisceau de poudre est focalisé au centre du bain liquide. L'énergie emmagasinée par les particules lors de leur trajet hors de la buse est donc préférentiellement distribuée au centre du cordon [OLI05]. Néanmoins, il a été montré dans le chapitre 4 que pour notre configuration de travail optimisée 2, l'interaction entre le faisceau de poudre et le faisceau laser était négligeable. Dans notre cas, la forme curviligne de la zone diluée semble donc uniquement due à la répartition gaussienne du faisceau laser.

La surface du cordon Sapp est directement liée à la quantité de poudre qui participe à la construction quantifiée par le rendement massique Rm. Le rendement massique géométrique Rmg a été déterminé à partir de la masse volumique du matériau ρ et des valeurs expérimentales de Sapp et de Ml (=Dm/V) : $Rmg = \rho \cdot Sapp \cdot (1/Ml)$. Nous n'avons pas évalué le rendement massique pesé Rm du fait de l'imprécision de mesure liée à la faible masse du cordon comparativement au substrat relativement lourd.

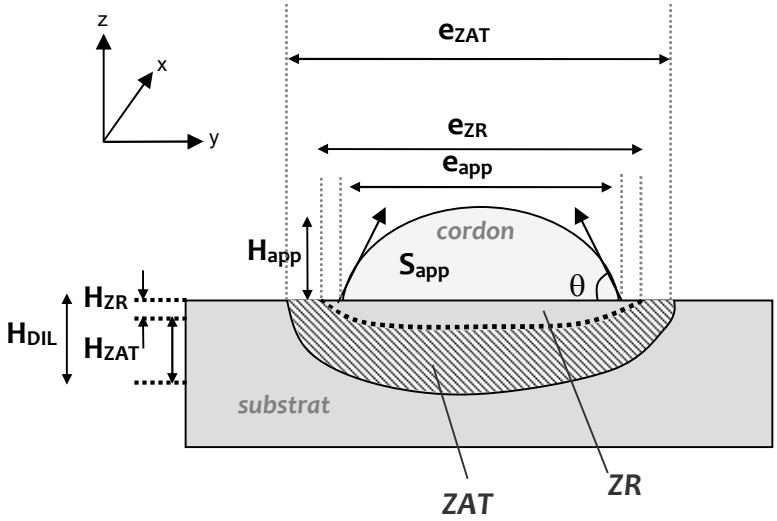


Figure 145 – Paramètres de sortie du cordon

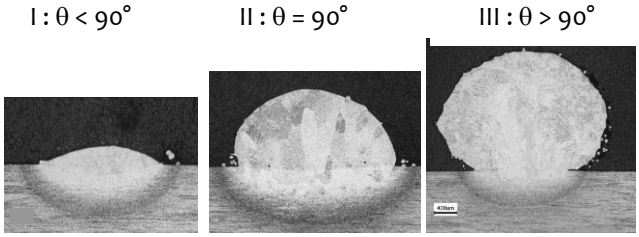


Figure 146 – Différents types de cordon (exemple du TA6V)

5.3.1.1 Approche expérimentale

Les principales tendances paramétriques relatives aux dimensions du cordon sont présentées Figure 149 pour le TA6V et Figure 151 pour l'Inconel 718. Nous avons choisi de représenter l'influence de P, V et Dm sur la hauteur Happ et l'épaisseur eapp du cordon ainsi que sur sa hauteur de la zone refondue H_{ZR}. La hauteur de ZAT, H_{ZAT}, créée dans le substrat est difficilement mesurable dans le cas de l'Inconel 718 car elle n'est pas ou peu révélée par l'attaque chimique. Les points expérimentaux non représentés correspondent à une absence de construction du cordon pour les paramètres PVDm en question. Nous remarquons que les tendances paramétriques ne sont pas nécessairement identiques pour les deux matériaux. Les tendances paramétriques pour le cordon observées dans la littérature, outre le fait qu'elles varient avec les conditions expérimentales adoptées (type de laser, de buse…), dépendent du matériau considéré [BI06, ZHA07, JOU97, OLI05, PEN05, KRE95].

Domaine de fonctionnement du procédé

Dans la large gamme paramétrique étudiée, certaines conditions n'ont pas permis de construire un cordon de qualité satisfaisante. Les problèmes rencontrés sont soit des instabilités du bain liquide qui génèrent un cordon non continu et/ou irrégulier ou bien des manques de liaison avec le substrat qui provoquent le détachement ou l'absence totale d'adhésion du cordon.

Pour les deux matériaux, les manques d'adhésion ont été observés pour des P et V faibles et des Dm élevés (P≤200W et V≤200 mm/min et Dm ≥5 g/min pour le TA6V et Dm≥ 9 g/min pour l'Inconel 718 ; P=200W, V=400mm/min et Dm=9g/min pour les deux matériaux).

Pour le TA6V, les cordons irréguliers sont obtenus pour des P faibles (≤200W), des V élevées (≥800 mm/min) et des Dm élevés (≥ 2 g/min) (Figure 147a).

Pour l'IN718, nous identifions plusieurs types de défauts du cordon :

- Un cordon irrégulier où très peu de poudre participe à la construction obtenu pour des puissances faibles (P≤200W) et des débits massiques élevés (Dm≥2 g/min) indépendamment de la vitesse ou bien pour des puissances moyennes (P=350W), des vitesses élevées (V≥800 mm/min) et des débits massiques élevés (Dm≥2 g/min) (Figure 147b),
- Un cordon discontinu avec la formation de « billes de fusion » obtenu pour des V faibles (V=200 mm/min) et des P et Dm relativement élevés (P≥350W et Dm≥2 g/min) ou bien pour des puissances moyennes (P=350W) et des vitesses et des débits massiques élevés (V≥400 mm/min et Dm≥5 g/min) (Figure 147c).

(a) TA6V P200V2000 avec Dm3, 5, 7 et 9 (de droite à gauche) : cordons irréguliers

(b) IN718 P200V1300 avec Dm3, 5, 7 et 9 (de gauche à droite) : cordons irréguliers

(c) IN718 P350V200 avec Dm3, 5, 7 et 9 (de gauche à droite) : cordons discontinus

Figure 147 - Type d'irrégularités observées sur les cordons pour certaines plages paramétriques.

Influence de P, V, Dm sur la hauteur du cordon Happ

L'influence de la puissance laser sur la hauteur du cordon est relativement complexe :

- La hauteur du cordon Happ est indépendante de la puissance laser pour des débits massiques faibles (Dm≤1g/min) et pour des vitesses de balayage élevées qu'il s'agisse du TA6V ou de l'Inconel 718 (V≥800 mm/min pour l'Inconel 718 et V≥400 mm/min pour le TA6V) (Figure 149a et Figure 151a).
- Pour le TA6V, la hauteur du cordon Happ semble augmenter linéairement avec la puissance pour des vitesses de balayage plus faibles (V=100mm/min) avec un débit massique de 1g/min (Figure 149a). La vitesse de balayage seuil à partir de laquelle la puissance laser a une influence sur la hauteur des cordons dépend du débit massique de poudre utilisé. En effet, pour une vitesse de 400 mm/min, la puissance laser influe sur Happ à partir d'un débit massique de 2 g/min (**Figure 149**g). En revanche, pour une vitesse de 800 mm/min, la puissance laser influe sur la hauteur des cordons Happ à partir d'un débit massique de 5 g/min, ce qui signifie que dans ce cas Happ est indépendant de P pour des débits inférieurs à 5 g/min.
- Pour l'Inconel 718, Happ augmente avec P pour des vitesses de balayage faibles (V<400mm/min), néanmoins au delà d'une certaine valeur de la puissance laser (P>400W), Happ décroît (Figure 151a). Cette diminution de Happ ne traduit pas un affaissement du cordon mais un changement de la forme du cordon en fonction de l'énergie linéique P/V. En effet corrélativement à la diminution de Happ, l'épaisseur du cordon eapp ainsi que la hauteur de zone refondue H_{ZR} augmentent (Figure 150). L'influence de El sur la forme du cordon a également été constatée dans la littérature pour un alliage base nickel [PEN05].

La hauteur du cordon Happ décroît de façon hyperbolique en fonction de la vitesse pour les deux matériaux (Figure 149d et Figure 151d).

L'accroissement du débit massique de poudre entraîne l'augmentation de la hauteur du cordon pour le TA6V et pour l'Inconel 718 (Figure 149g et Figure 151g). Dans le cas du TA6V, il est possible d'entrevoir un changement de pente (dHapp/dDm) des courbes à partir d'un débit massique de 3g/min, au-delà la pente est relativement constante. Ce changement est vraisemblablement lié à la transition entre un nuage de poudre dilué et un nuage de poudre opaque [PEL93]. En effet, l'augmentation du Dm opacifie progressivement le nuage de poudre car la concentration volumique des particules augmente proportionnellement à Dm. Ceci a pour conséquence d'intensifier le phénomène de réflexions multiples qui a lieu au sein du jet de poudre. L'énergie absorbée par les poudres est ainsi accrue entraînant l'augmentation de la hauteur du cordon Happ. Puis à partir d'un débit massique critique (Dm=3g/min), le faisceau de poudre devient très dense voire opaque et l'énergie apportée par le laser n'est pas suffisante pour fondre l'intégralité de la poudre projetée. Cette hypothèse semble être confirmée par le fait que la pente observée pour une puissance de 800W est supérieure à celle induite par une puissance de 200W laquelle est quasi-nulle (Figure 149g). Le fait que ce changement de pente ne soit pas observé dans le cas de l'Inconel 718 peut s'expliquer si l'on considère le débit volumique Dv de la poudre projetée. En effet, étant donné que la masse volumique de l'Inconel 718 est quasiment double de celle du TA6V, la concentration volumique des particules pour un débit massique de poudre donné est divisée par deux. De ce fait, il se peut qu'un débit massique de 9 g/min pour l'Inconel 718 ne suffise pas pour obtenir un nuage dense.

Influence de P, V, Dm sur l'épaisseur du cordon eapp

L'épaisseur du cordon eapp varie quasiment linéairement en fonction de la puissance pour les deux matériaux (Figure 149b et Figure 151b). L'épaisseur du cordon est équivalente à la largeur du bain liquide [LI03]. Ainsi, pour des puissances faibles, étant donné que la densité d'énergie du faisceau laser est de type gaussien, la largeur du bain formé sur le substrat est inférieure au diamètre du faisceau laser car les bords du faisceau n'apportent pas suffisamment d'énergie pour fondre le matériau. A mesure que la puissance augmente, la largeur du bain et donc l'épaisseur des cordons eapp croissent. Il existe vraisemblablement une limite haute pour la largeur du bain et donc pour l'épaisseur des cordons lorsque la puissance laser est suffisante pour apporter une énergie de fusion au substrat sur l'ensemble du diamètre laser. L'épaisseur du cordon eapp tendrait donc à se stabiliser à partir d'une puissance laser seuil pour des vitesses de balayage relativement élevé. C'est ce que l'on commence à entrevoir dans le cas du TA6V pour une puissance de 800W et une vitesse de 800mm/min (Figure 149b).

Le débit massique de poudre Dm et la vitesse de balayage V influent sur eapp chacun de façon identique pour les deux matériaux : eapp diminue de façon non linéaire avec l'augmentation de V (Figure 149e et Figure 151e) et croît légèrement avec l'augmentation de Dm (Figure 149h et Figure 151h).

Influence de P, V, Dm sur la ZAT et la ZR

Les paramètres d'entrée du procédé ont la même influence sur la zone refondue et sur la zone affectée thermiquement. Les tendances observées pour la ZR sont donc identiques à celles obtenues pour la ZAT.

La hauteur de la zone refondue augmente à peu près linéairement avec la puissance. La pente de la courbe semble indépendante de la vitesse de balayage sauf pour le TA6V avec une vitesse V de 100 mm/min pour laquelle l'accroissement de H_{ZR} en fonction de la puissance est beaucoup plus rapide. L'augmentation de la puissance permet d'apporter toujours plus d'énergie au substrat, créant ainsi une zone refondue ZR et une ZAT plus importantes. Pour des vitesses faibles dans le cas du TA6V, le temps d'interaction t_{bal} ($=\phi_L/V$) du bain avec le faisceau laser est plus grand, ce qui peut concourir à augmenter l'énergie absorbée par le substrat. Les hauteurs de ZR et de ZAT pour des vitesses faibles sont donc plus importantes.

L'accroissement de la vitesse implique une diminution rapide de la hauteur de la zone refondue pour les deux matériaux. Néanmoins dans le cas de l'IN718, pour des vitesses faibles jusqu'à 300 mm/min, H_{ZR} tend à augmenter puis atteint une valeur maximale pour la vitesse de 300 mm/min et enfin décroît pour des vitesses de balayage supérieures.

La hauteur de zone refondue décroît également avec le débit massique de poudre pour les deux matériaux.

En résumé, l'épaisseur de la zone refondue e_{ZR} et de la zone affectée thermiquement e_{ZAT} croissent avec P, décroissent avec V et décroissent très légèrement avec Dm.

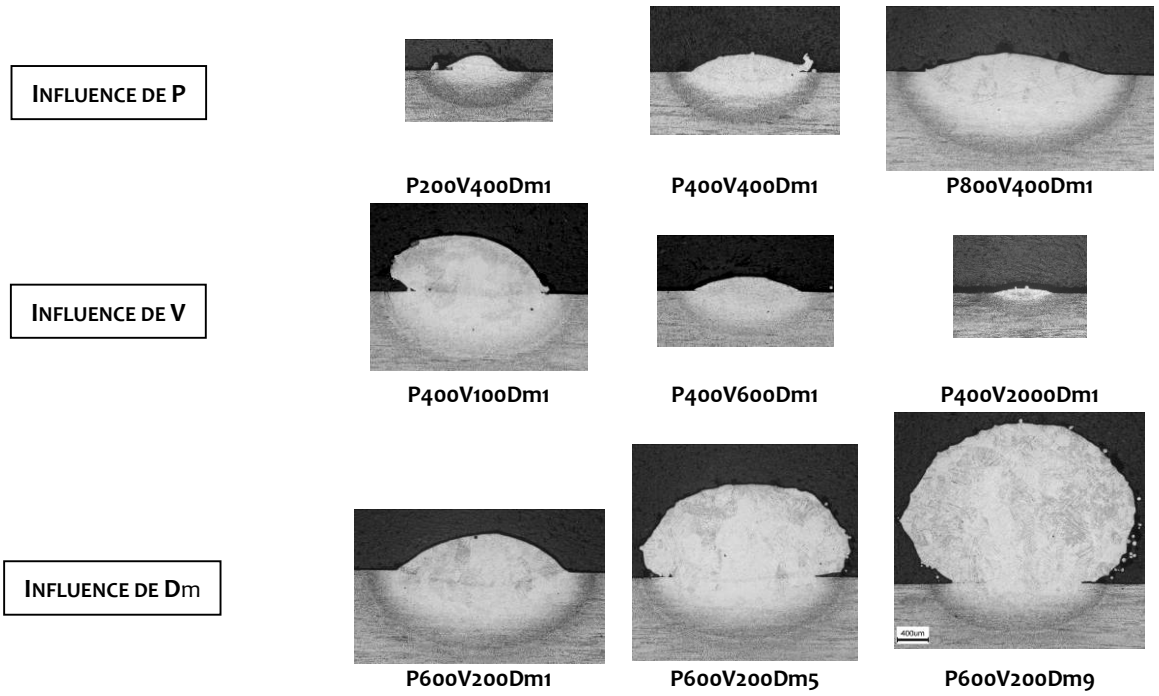


Figure 148 - Influence de PVDm sur les caractéristiques géométriques et typologies des cordons en TA6V

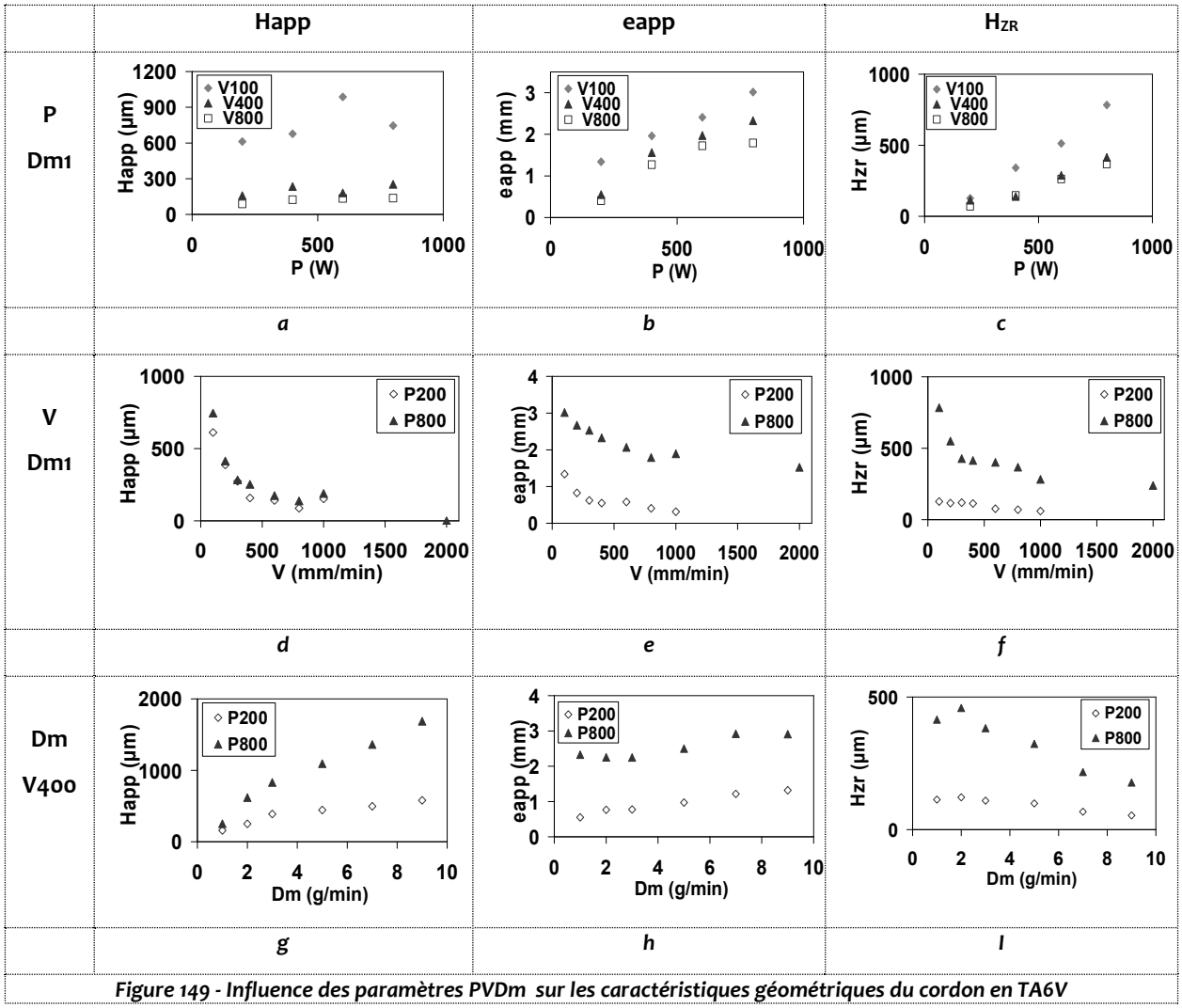


Figure 149 - Influence des paramètres PVDm sur les caractéristiques géométriques du cordon en TA6V

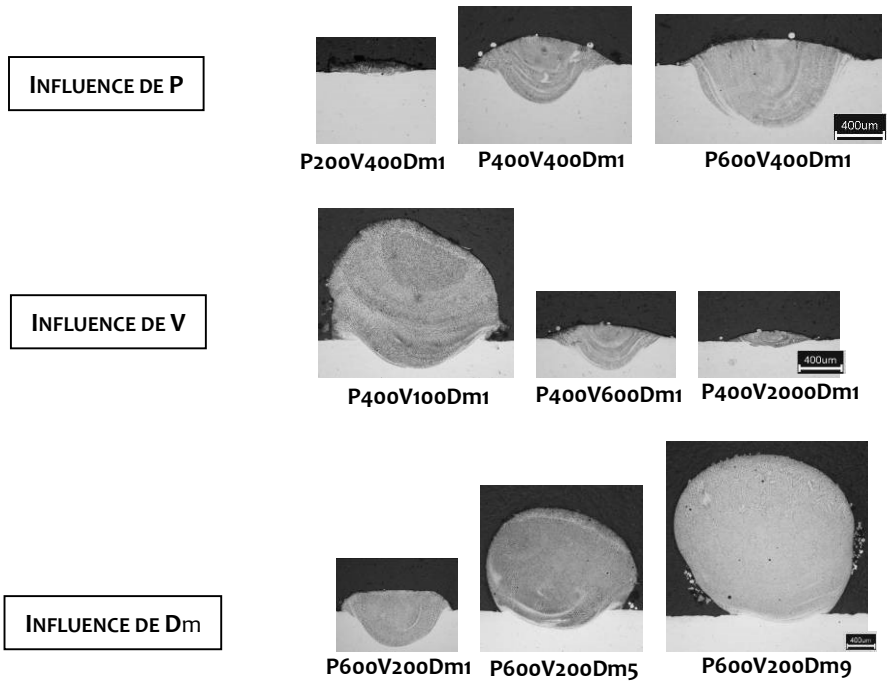


Figure 150 - Influence de PVDm sur les caractéristiques géométriques et typologies des cordons en IN718

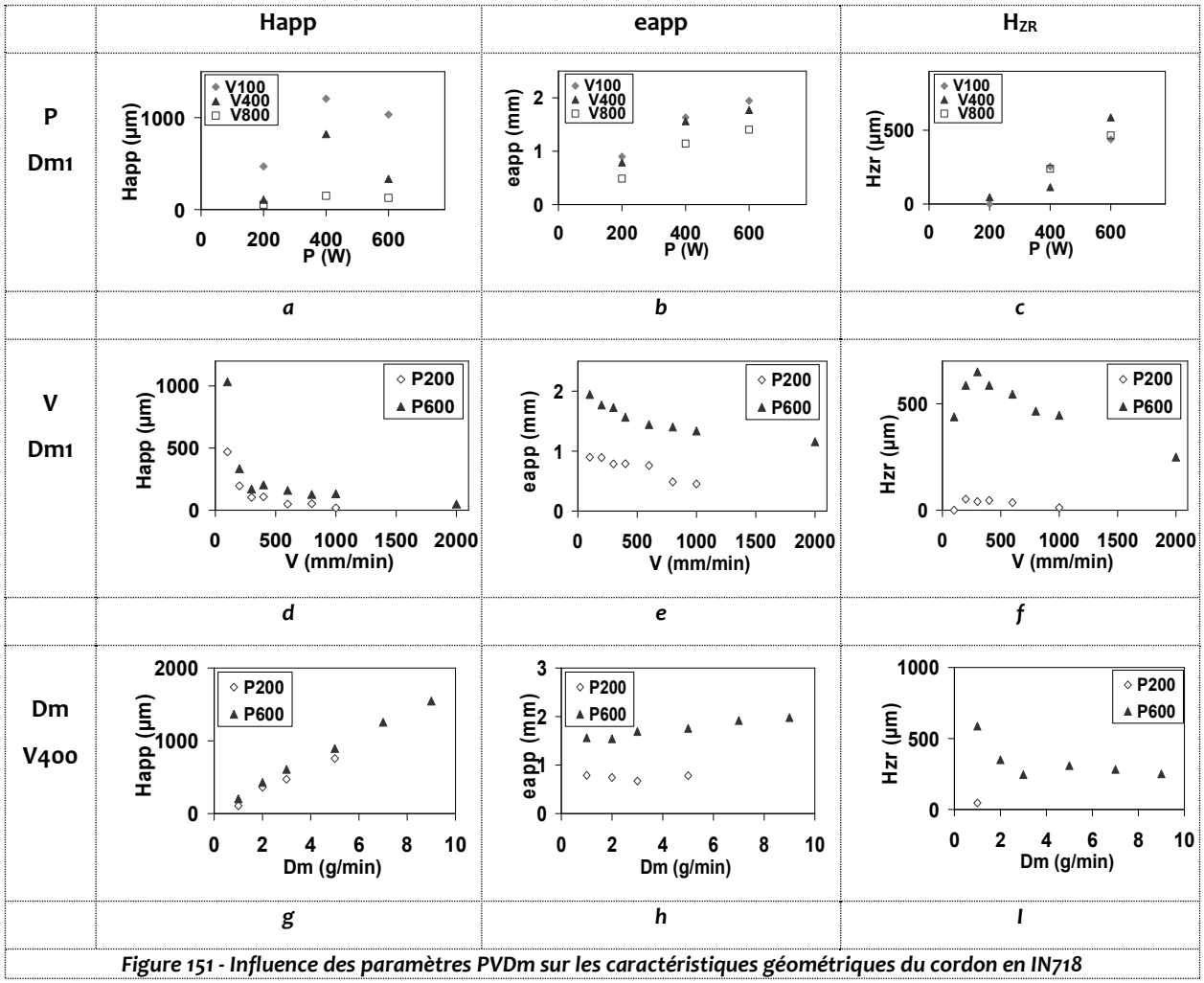


Figure 151 - Influence des paramètres PVDm sur les caractéristiques géométriques du cordon en IN718

Résumé de l'influence des paramètres P, V et Dm sur les caractéristiques géométriques du cordon

La compréhension des tendances paramétriques exposées précédemment nécessiterait une connaissance plus approfondie des phénomènes d'interaction d'une part du faisceau de poudre avec le faisceau laser en amont du bain et d'autre part de l'interaction du faisceau laser, du bain et des particules de poudre lors de leur arrivée au niveau du mur (chapitre 4).

Nous pouvons néanmoins apporter quelques hypothèses quant à l'origine des tendances paramétriques observées :

- La puissance laser P influe sur la densité énergétique de la tache laser et sur la quantité d'énergie absorbée par les poudres et le substrat. L'épaisseur du cordon eapp tend à augmenter avec la puissance. En effet, l'augmentation de P implique une répartition énergétique plus élevée, notamment sur les bords du faisceau laser. L'épaisseur du cordon eapp augmente avec P à l'instar de la largeur du bain créé au niveau du substrat puisque l'énergie apportée par le laser est suffisamment importante sur une large partie de la tache laser pour pouvoir fondre un volume relativement important dans le substrat. Comme l'énergie transmise au substrat augmente avec la puissance, la hauteur de zone diluée (ZAT+ZR) augmente également avec la puissance.

- La vitesse de balayage V influe sur le temps d'interaction du bain avec le laser $t_{bal} = \phi_L/V$. Ainsi, pour des vitesses de balayage faibles, le temps d'interaction est relativement long. L'énergie absorbée par le substrat est grande, ce qui provoque la formation d'un bain liquide de taille importante et donc une épaisseur de cordon eapp conséquente. De plus, le nombre de particules qui atteignent le bain est élevé de par l'ampleur de la taille du bain et du temps pendant lequel celui-ci est entretenu. La hauteur de couche Happ tend donc à augmenter lorsque la vitesse de balayage est faible. L'augmentation de la vitesse de balayage va par conséquent conduire à la diminution de la taille du bain et donc de eapp, Happ et Sapp. Pour des vitesses extrêmes (V>2000 mm/min), l'énergie apportée n'est plus suffisante et il n'y a pas formation du cordon. Pour les mêmes raisons évoquées ci-dessus, l'augmentation de la vitesse génère la diminution de la zone diluée. Néanmoins, une singularité apparaît dans le cas de l'IN718 pour des vitesses faibles (Figure 151f). En effet, la zone diluée augmente dans un premier temps puis décroît pour des vitesses supérieures à 300 mm/min. Il semble qu'il y ait compétition entre la puissance dissipée pour fondre la poudre et la puissance absorbée par le substrat. Pour des vitesses faibles, la puissance absorbée par les poudres est majoritaire, conduisant à une surface de cordon Sapp importante et une faible zone diluée (Figure 150).

- Le débit massique de poudre Dm va essentiellement jouer sur la concentration volumique des particules dans le jet de poudre. La densité du nuage de poudre conditionne l'interaction de la poudre avec le laser lors de leur trajet de la sortie de la buse au bain liquide. De plus, dans le cas d'un nuage opaque (non dilué), les phénomènes de réflexions multiples accroissent l'énergie absorbée par les particules de poudre. Par conséquent, le débit massique de poudre Dm influe sur l'atténuation de la puissance laser et sur la quantité d'énergie qui va être transmise au substrat. Néanmoins, l'étude paramétrique menée ici est réalisée pour une configuration de travail où l'interaction laser-poudre en amont du bain a été considérée comme négligeable (chapitre 4). Il est envisageable que le débit massique de poudre influence également l'interaction bain-laser-poudre mais ce sujet n'a pas été traité dans la présente étude.

5.3.1.2 Modèle phénoménologique

A partir des données expérimentales que nous venons d'expliciter, nous avons établi un modèle phénoménologique qui décrit l'influence des paramètres d'entrée P, V et Dm sur les caractéristiques du cordon. Pour cela, nous avons déterminé les paramètres combinés qui présentent la meilleure corrélation avec les caractéristiques du cordon. Pour chacun des principaux paramètres de sortie du cordon, le meilleur paramètre combiné ainsi que le coefficient de corrélation R^2 associé sont présentés dans le Tableau 33. La hauteur affectée dans le substrat H_{DIL} pour l'Inconel 718 n'a pas pu être exprimée en raison de la difficulté de mesurer la hauteur de ZAT.

Ces lois phénoménologiques décrivant l'influence des paramètres P, V, Dm sur les caractéristiques du cordon permettent de construire des cartographies du procédé où apparaissent les courbes d'iso-valeurs des paramètres de sortie en fonction des trois paramètres d'entrée. Il est alors possible d'établir une cartographie P=f(Ml) pour chaque matériau qui permet de déterminer la plage paramétrique pour laquelle le cordon possède les caractéristiques de sortie désirées.

Cette cartographie de procédé s'avère particulièrement utile lors du choix des paramètres d'entrée lors de la construction d'une pièce. Etant donné que nous n'effectuons pas pour l'instant de recyclage de la poudre, nous cherchons généralement des conditions paramétriques PVDm qui assure un rendement massique conséquent, ce qui permet de sélectionner une fenêtre paramétrique adéquate dans la cartographie. Aussi, la connaissance de Happ que génèrent les paramètres PVDm choisis permet de programmer convenablement l'incrément de montée de la buse ΔZ ($\Delta Z = \Delta Z_0 = Happ$). Afin d'assurer un recouvrement optimal entre deux cordons constitutifs du remplissage d'une zone de la pièce, la prévision de eapp et de la typologie du cordon permet la programmation adéquate de l'écart ΔY ou ΔX entre cordons successifs. Dans le cas où le substrat fait partie intégrante de la pièce à construire, il peut être intéressant de connaître la profondeur H_{DIL} sur laquelle il va être affecté.

La **Figure 152** représente la cartographie P-Ml du TA6V établie à partir des données expérimentales recueillies pour le cordon. Les trois points expérimentaux, représentatifs de trois paramétries PVDm distinctes, qui sont placés sur la cartographie montrent que le modèle traduit correctement les tendances observées expérimentalement (Tableau 34). Ceux-ci se trouvent en effet correctement situés entre les iso-valeurs de la cartographie pour la plupart des caractéristiques de sortie des cordons. Néanmoins, les caractéristiques Sapp et H_{DIL} pour le point P600V200Dm7 et eapp et Rmg pour le point P800V400Dm1 sont moins bien décrites par les iso-valeurs de la cartographie. Ceci s'explique par le fait que le modèle phénoménologique a été déterminé à partir de corrélations plus ou moins ad hoc entre les paramètres combinés et les caractéristiques de sortie (Tableau 33), et souffre donc d'un manque de précision dans certains domaines de la cartographie. Des points d'essais (P,Ml) supplémentaires permettraient d'améliorer ce modèle.

	TA6V		**IN718**	
Caractéristiques de sortie du cordon	**Paramètre combiné optimal**	**R^2**	**Paramètre combiné optimal**	**R^2**
Happ	$\sqrt{P \cdot Ml}$	**0,94**	$\sqrt{P \cdot Ml}$	**0,96**
eapp	$P\sqrt{Ml}$	**0,81**	$P\sqrt{Ml}$	**0,89**
Sapp	$\sqrt{P}Ml$	**0,92**	$\sqrt{P}Ml$	**0,86**
H_{DIL}	$P\sqrt[3]{Ml}$	**0,96**	-	-
D%	$\sqrt{P / Ml}$	**0,82**	$\sqrt{P / Ml}$	**0,72**

Tableau 33 – Paramètre combiné optimal et coefficient de corrélation associés à chaque paramètre de sortie du cordon TA6V et IN718

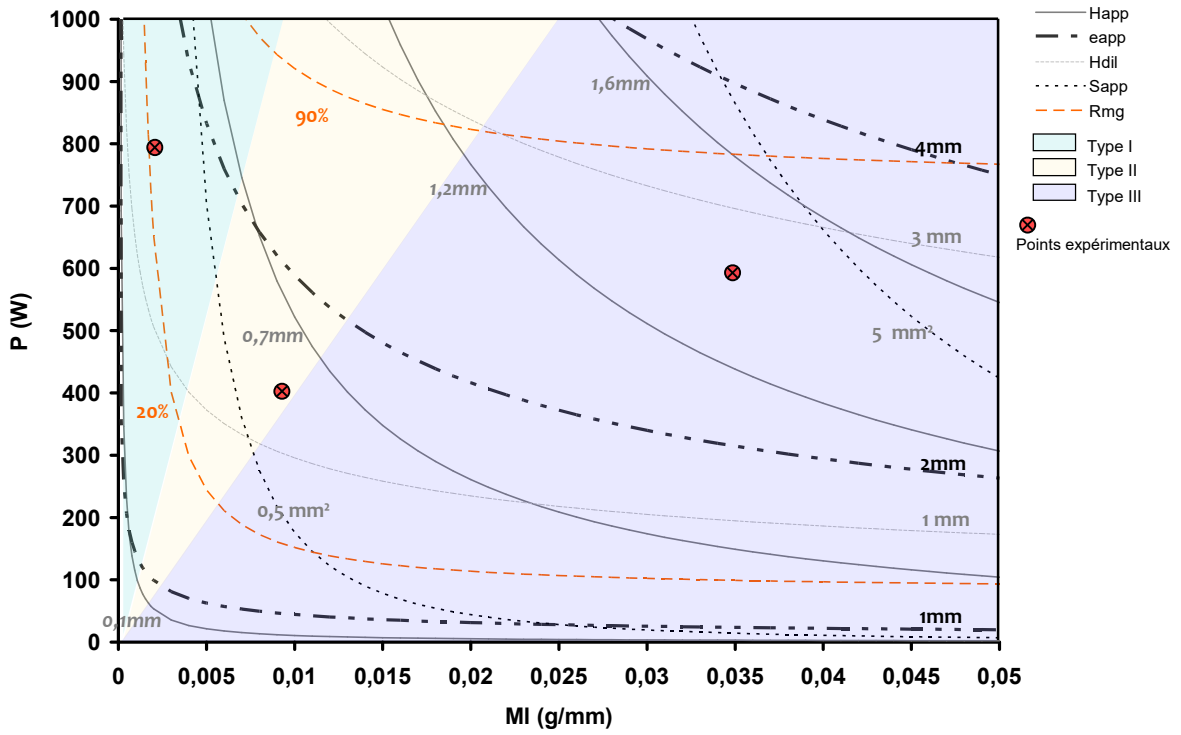


Figure 152 - Cartographie du procédé de projection laser traduisant l'influence des paramètres du 1er ordre P, V, Dm (Ml=Dm/V) sur les caractéristiques géométriques du cordon (Happ, eapp, Sapp, H_{DIL}), le rendement massique géométrique Rmg et la typologie du cordon en TA6V

Point expérimental	Ml (g/mm)	Happ (mm)	eapp (mm)	Sapp (mm²)	H_{DIL} (mm)	Typologie	Rmg (%)
P400V100Dm1	0,01	0,68	1,96	1,05	1,23	II	47
P600V200Dm7	0,035	1,44	2,77	3,37	1,03	III	43
P800V400Dm1	0,0025	0,25	2,33	0,36	1,48	I	63

Tableau 34 – Validation du modèle phénoménologique à partir de trois points expérimentaux PVDm de l'étude paramétrique du 1er ordre sur le cordon TA6V

5.3.2 ETUDE PARAMETRIQUE DU 1ER ORDRE SUR GEOMETRIE 2D : LE MUR

5.3.2.1 Approche expérimentale

L'objectif de l'étude paramétrique sur la géométrie 2D est d'une part de déterminer des optima de projection (chapitre 3) qui seront caractérisés mécaniquement (chapitre 6) et d'autre part d'établir un modèle phénoménologique qui rend possible la construction de cartographies de procédé. L'étude paramétrique a été menée de façon complète pour le TA6V et de façon moindre pour l'Inconel 718. Par conséquent, nous ne détaillerons que les tendances paramétriques du TA6V. Le travail mené sur l'Inconel a néanmoins permis de sélectionner des optima de projection (chapitre 3).

Des murs en TA6V ont été construits en utilisant la configuration de travail optimisée 2 (WD=3,5mm, $Defoc_P$ =-1,5mm, $Defoc_L$=6,5mm), avec une poudre de 45-75µm et avec des temporisations de 2 secondes entre chaque couche afin d'éviter l'échauffement aux points de rebroussement. Nous avons utilisé une puissance laser variant de 200 à 500 W, une vitesse allant de 100 à 800 mm/min et un débit massique variant de 1 à 7 g/min. Nous avons limité la puissance laser et le débit de poudre afin d'éviter d'une part l'échauffement de la buse lors de l'utilisation de puissances trop élevées et d'autre part l'obstruction du système de distribution de poudre avec des débits massiques trop importants. Le modèle phénoménologique du TA6V a été construit à partir des données expérimentales de 42 murs de 30 couches construits dans la gamme

paramétrique citée ci-dessus. Nous avons estimé qu'à partir de trente couches les dimensions de celles-ci sont stabilisées (paragraphe 5.2.1 de ce même chapitre). Les paramètres de sortie étudiés sont la hauteur par couche Happ, l'épaisseur par couche eapp, le rendement massique pesé Rm et la vitesse de construction V_{const} pour une longueur balayée (largeur du mur) de 40mm. Nous n'avons pas réalisé d'étude systématique sur la hauteur de la zone refondue et de la ZAT (H_{ZR} et H_{ZAT}) car celles-ci ne sont pas toujours visibles sur les coupes métallographiques des murs projetés après attaque chimique.

Les tendances paramétriques observées pour le mur ne sont pas identiques à celles obtenues pour le cordon (Figure 153).

La vitesse de balayage V et le débit massique de poudre Dm ont la même influence sur la hauteur Happ du mur ou du cordon TA6V, à savoir : Happ diminue rapidement avec V et augmente linéairement avec Dm (Figure 153 d et g). Pour des puissances faibles (P≤200W), Happ n'évolue plus à partir d'un certain débit massique (Dm = 5g/min) car la puissance n'est pas suffisante pour fondre l'excédent de poudre.

En revanche, l'influence de la puissance est différente selon qu'il s'agisse du mur ou du cordon TA6V. Alors que Happ du cordon était quasiment indépendant de P, excepté pour des vitesses de balayage faibles pour lesquelles elle augmentait avec P, Happ du mur de trente couches diminue avec la puissance, d'autant plus vite que V est faible (Figure 153a). Ceci s'explique vraisemblablement par l'écroulement des cordons sur eux-mêmes du fait de l'échauffement du mur au fur et à mesure de sa construction. La décroissance de Happ avec P est d'autant plus rapide que la vitesse de balayage est faible car le temps d'interaction t_{bal} entre le bain et le laser est élevé, ce qui intensifie l'échauffement du mur.

L'influence de P et de V sur eapp sont les mêmes pour le mur et le cordon : eapp augmente avec P et diminue avec V (Figure 153 b et e). L'accroissement du débit massique de poudre Dm tend à faire augmenter l'épaisseur eapp du cordon et du mur (Figure 153 h). Néanmoins, pour des puissances faibles (P≤200W), l'épaisseur par couche eapp du mur décroît avec le débit massique de poudre, ce qui n'est pas le cas pour le cordon. Il semble que pour une puissance faible, il n'y ait pas suffisamment d'énergie pour fondre l'ensemble de la poudre projetée. La diminution du rendement massique pesé Rm se répercute alors sur eapp et non pas sur Happ.

Le rendement massique pesé Rm tend à diminuer avec V et Dm (Figure 153 f et i) alors qu'il augmente avec P (Figure 153 c). Il semble que Rm se stabilise à partir d'une puissance de 350W, ce qui signifie que l'ensemble de la poudre injectée en direction du bain est fondu. Les pertes sont vraisemblablement liées à des particules de poudre qui sont mal focalisées et qui sont dirigées en dehors du bain liquide. On note pour les fortes puissances une incohérence au niveau des tendances observées sur l'influence du Dm vis à vis du Rm. En effet, alors que Happ et eapp augmentent avec Dm pour P = 500 W, le Rm diminue avec le Dm. Or, les dimensions des couches, Happ et eapp, sont directement liées à la quantité de poudre qui participe à la construction et donc au Rm. Cette incohérence peut vraisemblablement s'expliquer par le fait que les mesures de la dimension des couches sont faites au pied à coulisse dans le cas de l'étude paramétrique sur géométrie 2D, ce qui introduit des incertitudes.

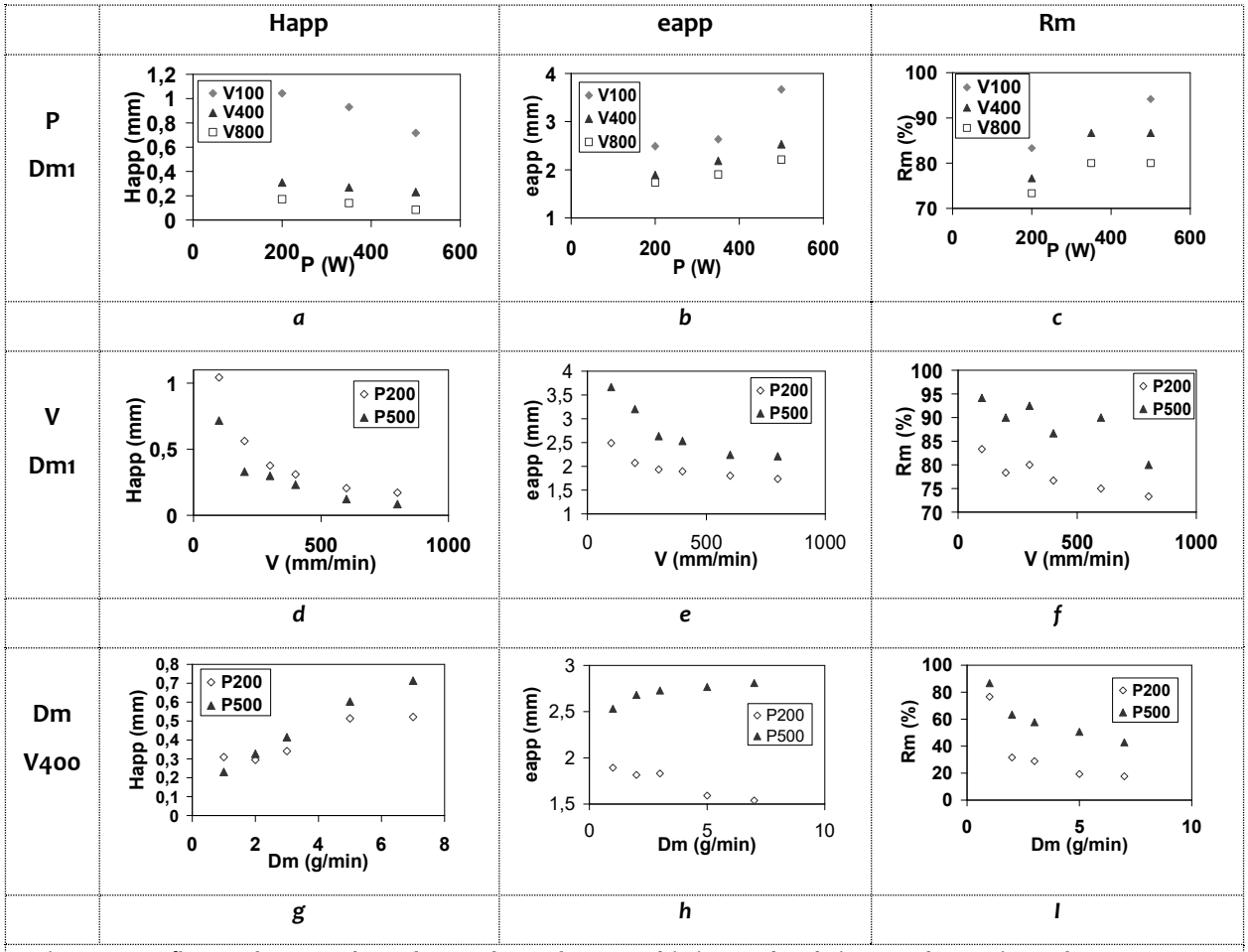


Figure 153 - Influence des paramètres du 1er ordre sur les caractéristiques géométriques et économiques du mur en TA6V

5.3.2.2 Modèle phénoménologique

D'après les données expérimentales présentées ci-dessus, des paramètres combinés possédant les meilleures corrélations avec les caractéristiques du mur ont été déterminés (Tableau 35). On note que les paramètres combinés présentant la meilleure corrélation avec les paramètres de sortie du mur sont différents de ceux du cordon. A partir de ces paramètres combinés, des cartographies du procédé adaptées à la construction d'un mur 2D en TA6V peuvent être établies (Figure 155 et Figure 156). Sur ces cartographies sont représentées les courbes d'iso-valeurs de Happ et eapp, les zones où la construction présente des défauts tels que des manques d'adhésion entre couches ou des porosités sphériques (zones hachurées), les plages paramétriques où la microstructure est majoritairement $\alpha+\beta$ ou bien α' et enfin la frontière de part et d'autre de laquelle les murs présentent des grains colonnaires ou équiaxes.

Les cartographies P-V (Dm fixé à 3 g/min) et Dm-V (P fixée à 350W) (Figure 155 et Figure 156) permettent de sélectionner une fenêtre paramétrique permettant d'obtenir des couches d'une certaine dimension (adaptées au tranchage CAO de la pièce) et une microstructure (phases) et macrostructure (grains) en adéquation avec les propriétés d'usage requises pour la pièce à construire. Néanmoins, ces cartographies sont adaptées à une géométrie bien particulière qui est le mur. Or, les stratégies employées pour la construction de pièces complexes peuvent induire des zones qui sont recuites de nombreuses fois du fait des passages successifs du laser, ce qui génère des différences de microstructures au sein de la pièce. En conséquence, ces cartographies ne seront pas toujours applicables à la construction de pièces réelles, en l'occurrence pour la prédiction des phases en présence.

Sur la cartographie P-V, le mur présente des grains équiaxes pour des vitesses faibles et des grains colonnaires pour des vitesses élevées. La macrostructure des murs est révélatrice des conditions de

gradient thermique et de vitesse de solidification du bain liquide qui s'établissent dans le mur lors de sa construction [BON02, BON06].

La microstructure α' est principalement obtenue sauf pour des vitesses de balayage faibles et des puissances élevées qui génèrent une microstructure $\alpha+\beta$. Dans ces conditions, le temps d'interaction t_{bal} du bain avec le laser est grand (car V est faible) et la puissance est élevée. L'énergie apportée est donc importante, ce qui provoque l'échauffement du mur assurant un recuit efficace de la microstructure qui évolue alors vers l'état d'équilibre du TA6V ou bien des vitesses de trempe suffisamment lentes pour générer la formation des phases $\alpha+\beta$ lors de la solidification des bains liquides.

Néanmoins, pour des vitesses très lentes (V≤200 mm/min), les murs présentent des manques de liaison. Ce manque de liaison n'est pas consécutif à une absence de zone refondue. En effet, les coupes métallographiques des murs projetés dans le coin supérieur gauche de la cartographie P-V présentent une hauteur de ménisque (i.e. caractéristique du volume de liquide formé) bien supérieur à la hauteur de couche Happ. Par exemple, le mur P350V200Dm3 présente des ménisques d'environ 1500µm de haut alors que la hauteur par couche Happ est de 671µm (Figure 154). La zone refondue lors de la construction d'une nouvelle couche est donc quasiment constituée de l'intégralité de la couche précédente. Le coin inférieur droit de la cartographie présente également une zone de construction avec défauts où l'on observe un manque voire une absence de liaison entre couches et entre la première couche et le substrat. Ceci résulte probablement d'une zone refondue insuffisante du fait d'une énergie linéique apportée trop faible (P faible et V élevée). Nous constatons des porosités sphériques dans les murs construits pour des vitesses faibles et des puissances faibles.

Pour la cartographie Dm-V, les grains sont équiaxes dans la partie gauche et colonnaires dans la partie droite. La microstructure est principalement $\alpha+\beta$ sauf pour des vitesses et débits massiques élevés pour lesquels les recuits ne semblent pas efficaces pour déstabiliser la microstructure trempée ou bien pour avoir des vitesses de trempe suffisamment lentes et ainsi générer la formation des phases $\alpha+\beta$ lors de la solidification des bains liquides. La cartographie présente trois zones de paramétrie pour lesquelles les murs ont des défauts de construction. Un manque d'adhésion entre ménisques est constaté dans la partie supérieure gauche de la cartographie pour des valeurs de Dm élevées et des V faibles. Des porosités sphériques sont observées pour des débits massiques faibles et vitesses faibles et de façon moins prononcée pour des vitesses moyennes et débits massiques élevés.

Certains points expérimentaux ont été placés sur les cartographies P-V et Dm-V (Figure 155 et Figure 156) et les paramètres de sortie des murs correspondants (Tableau 36) sont en bonne adéquation avec le modèle. La différence qui peut exister pour certains points entre la valeur expérimentale d'un paramètre de sortie et celle prédite par le modèle phénoménologique a pour origine le déficit de corrélation entre les paramètres combinés choisis et le paramètre de sortie considéré (Tableau 35) inhérent au manque de points expérimentaux.

A partir de ces cartographies, nous avons sélectionné des optima de projection dont la microstructure a déjà été présentée au chapitre 3, à savoir les paramétries A P350V800Dm3, B P200V400Dm1, C P500V400Dm1 et D P350V400Dm3 qui sont représentatives des quatre types de micro et macrostructures possibles pour le TA6V : respectivement colonnaire α', équiaxe α', colonnaire $\alpha+\beta$ et équiaxe $\alpha+\beta$. Pour l'Inconel 718, des optima de projection ont également été sélectionnés : il s'agit de la paramétrie G P500V200Dm3 dendritique équiaxe et de la paramétrie H P500V800Dm3 dendritique colonnaire. Notons que les caractéristiques géométriques des optima exposés au chapitre 3 ne sont pas tout à fait en adéquation avec les cartographies du procédé détaillées ici. En effet, les murs de trente couches construits en vue de l'établissement du modèle phénoménologique et les optima de projection de 80mm de haut (dans la direction Z) projetés en vue des caractérisations mécaniques ne possèdent pas les mêmes dimensions de couches. Ceci peut provenir du fait que le nombre de couches est différent mais nous avons également constaté lors de tous les essais de projection menés dans le cadre de cette thèse que la reproductibilité du procédé n'était pas parfaite. En effet, il a pu être constaté une différence pouvant aller jusqu'à 50% de la valeur initiale de Happ d'une campagne d'essais à l'autre. Nous n'avons pas d'explications claires sur ce phénomène. Des fluctuations du débit massique de poudre en cours de construction du mur ont pu être néanmoins constatées. De plus, les puissances utilisées (200 à 500W pour le mur en TA6V) se situent dans la limite basse du domaine de fonctionnement du laser de 4000W. En outre, nous n'avons pas

quantifié la reproductibilité des déplacements (i.e. la vitesse de balayage) imposés par la commande numérique de la machine Limoges. Les variations pouvant affectées les paramètres d'entrée du 1er ordre sont éventuellement à l'origine du manque de reproductibilité constaté du procédé. Les différentes études menées dans cette thèse ont donc chacune été réalisées lors d'une seule campagne afin de s'affranchir de l'effet de la non reproductibilité du procédé.

	TA6V	
Caractéristiques de sortie du mur	**Paramètre combiné optimal**	**R^2**
Happ	Ml	**0,88**
eapp	$P/\sqrt{V}$	**0,96**
Rm	$\sqrt[3]{P} \Big/ Dm \cdot \sqrt[4]{V}$	**0,89**
V_{const}	$\sqrt{Dm}$	**0,91**

Tableau 35 – Paramètre combiné optimal et coefficient de corrélation associés à chaque paramètre de sortie du mur de trente couches en TA6V

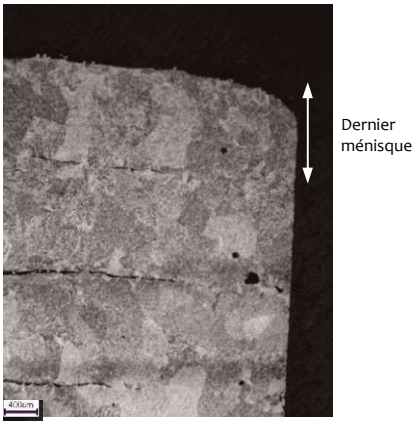


Figure 154 - Manques de liaison entre ménisques observés sur le mur P350V200Dm3 en TA6V

Point expérimental	**Happ (mm)**	**eapp (mm)**	**microstructure**	**macrostructure**
P500V400Dm3	**0,414**	**2,72**	**α+β**	**équiaxe**
P350V400Dm1	**0,269**	**2,18**	**α+β**	**équiaxe**
P200V400Dm3	**0 ,340**	**1,83**	**α'**	**équiaxe**
P350V800Dm1	**0,139**	**1,90**	**α+β**	**colonnaire**
P350V400Dm7	**0,606**	**2,18**	**α+β**	**équiaxe**
P500V800Dm3	**0,259**	**2,20**	**α'**	**colonnaire**

Tableau 36 – Validation du modèle phénoménologique à partir de points expérimentaux PVDm de l'étude paramétrique du 1er ordre sur mur TA6V de trente couches

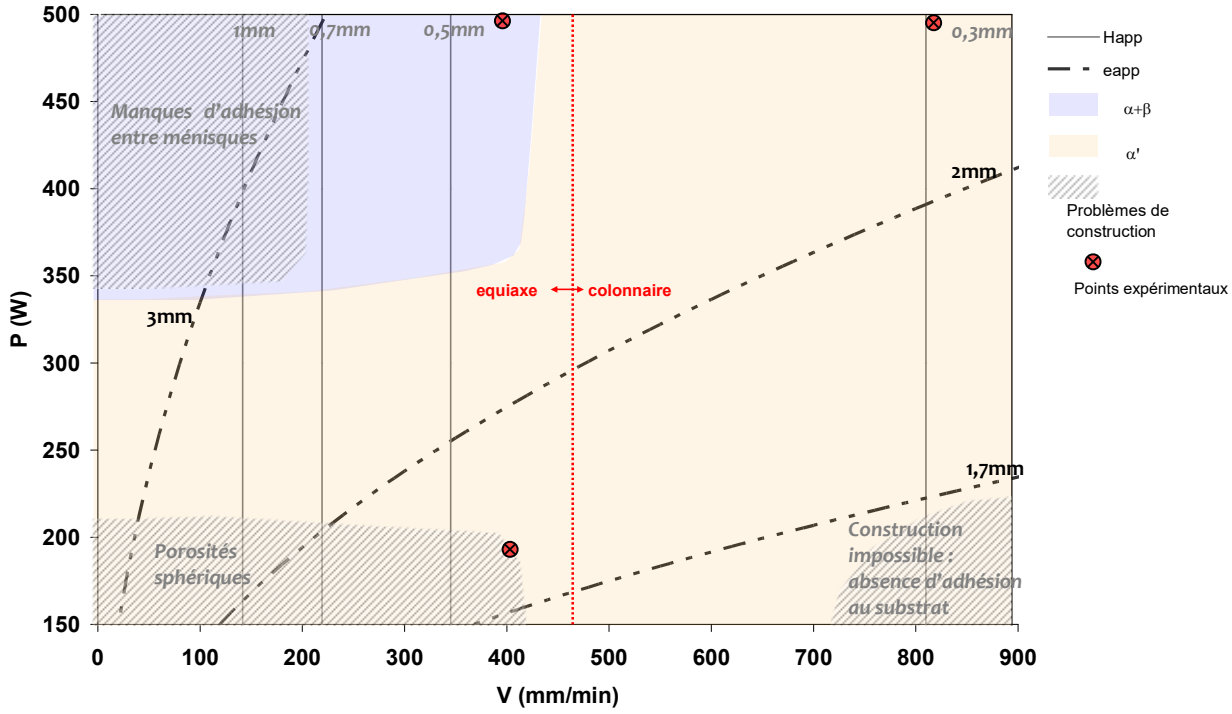


Figure 155 - Cartographie P-V du procédé de projection laser traduisant l'influence des paramètres du 1er ordre P et V, pour un débit massique Dm de 3g/min, sur les caractéristiques géométriques et métallurgiques du mur en TA6V de trente couches

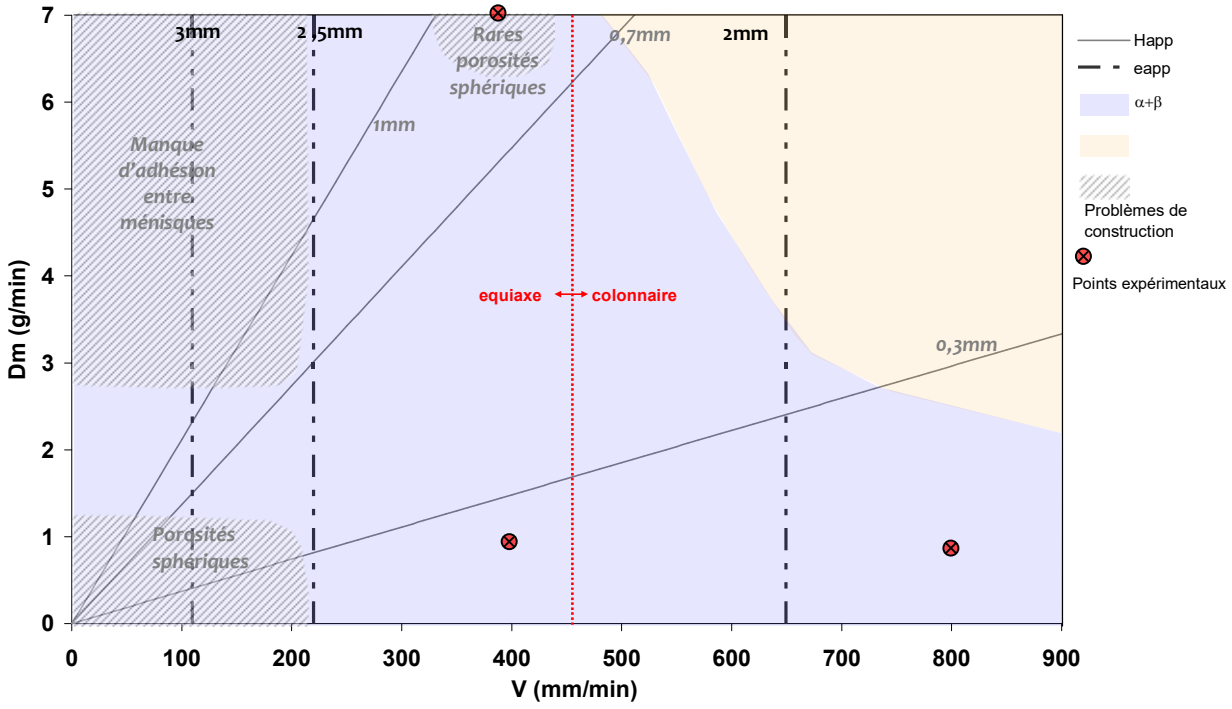


Figure 156 – Cartographie Dm-V du procédé de projection laser traduisant l'influence des paramètres du 1er ordre Dm et V, pour une puissance P de 350 W, sur les caractéristiques géométriques et métallurgiques du mur en TA6V de trente couches

L'intérêt de ce type d'étude paramétrique est donc de connaître par avance les caractéristiques géométriques et métallurgiques de la pièce (en l'occurrence ici le mur) en fonction des paramètres d'entrée choisis. Un des enjeux de la fabrication directe est de réaliser des pièces de manière compétitive et donc de limiter le temps de fabrication total. Ce temps comprend le temps de projection a proprement parlé auquel s'ajoute le temps de préparation en amont de la fabrication, c'est-à-dire le temps de traitement du fichier CAO, le temps de programmation machine ainsi que le temps nécessaire à d'éventuelles études préliminaires comme l'étude paramétrique dans le cas de projection de nouveaux matériaux. Or, une étude paramétrique systématique pour chaque nouveau matériau projeté requiert un temps de travail relativement long. Une amélioration du modèle phénoménologique que nous venons d'établir consisterait donc à pouvoir prédire les cartographies d'un autre matériau sans l'avoir projeté auparavant de manière à limiter le temps de fabrication. Il apparaît effectivement possible de translater une paramétrie optimale d'un matériau connu vers un matériau qui n'a pas encore été étudié en projection laser en comparant les propriétés thermo-physiques des deux matériaux puisqu'elles sont à l'origine de leur comportement. La méthode explicitée par F.J KALHEN et al. [KAH01] peut être appliquée dans ce but. Cette méthode consiste à exprimer 14 paramètres adimensionnels qui combinent différents paramètres d'entrée du procédé et qui sont compris dans une gamme de valeur identique pour tous les matériaux.

5.4 CONCLUSION DU CHAPITRE

Les paramètres influant sur le procédé de projection laser peuvent être du premier ordre ou du second ordre selon leur degré d'influence sur les caractéristiques métallurgique, géométrique et économique des pièces projetées.

L'étude des paramètres du second ordre a permis de déterminer l'influence de certains de ces paramètres sur la qualité de la construction. Une configuration de travail optimisée a ainsi pu être mise en évidence et a été utilisée pour l'étude des paramètres du premier ordre ainsi que pour la construction des optima de projection, caractérisés mécaniquement au chapitre 6. En effet, cette configuration de travail optimisée assure une construction suffisamment stable, sans avoir recours à l'utilisation d'un contrôle procédé, pour permettre l'élaboration de murs de 80 mm de haut à partir desquels les éprouvettes de traction ont été prélevées. La stabilité de construction est également fortement liée au choix de l'incrément de montée de la buse dans la direction de construction Z.

Les paramètres de sortie du mur et du cordon sont fortement liés aux paramètres du premier ordre qui sont la puissance laser P, la vitesse de balayage V et le débit massique de poudre Dm. Ainsi, la gamme paramétrique PVDm étudiée permet d'obtenir une gamme variée de dimensions de couches (ou de cordons), de rugosité et de rendement massique Rm (de 20 à 100%).

Suite à l'étude des paramètres du premier ordre, des cartographies du procédé de projection laser ont été élaborées. Elles ont été établies pour la construction de cordons et de murs en TA6V. Ces cartographies permettent de choisir les paramètres de puissance laser P, de vitesse de balayage V et de débit massique de poudre Dm en fonction des caractéristiques de sortie souhaitées en termes de microstructure (phase), macrostructure (grains), caractéristiques géométriques (Happ, eapp) et critères économiques (Rm notamment) de la construction. Les tendances paramétriques observées sur le cordon (géométrie 1D) et sur le mur (géométrie 2D) sont différentes et donnent lieu à des cartographies de procédé distinctes.

6 TRAITEMENTS THERMIQUES ET CARACTERISATION MECANIQUE

6 TRAITEMENTS THERMIQUES ET CARACTERISATION MECANIQUE 216

6.1 OPTIMISATION DES TRAITEMENTS THERMIQUES 217
6.1.1 Démarche de l'étude *217*
6.1.2 Optimisation des traitements thermiques du TA6V *218*
6.1.2.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées 220
6.1.2.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées 223
6.1.3 Optimisation des traitements thermiques de l'Inconel 718 ..... *225*
6.1.3.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées 226
6.1.3.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées 231
6.1.4 Traitements thermiques de l'AlSi10Mg *231*
6.2 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE 232
6.2.1 Caractérisation mécanique du TA6V *234*
6.2.1.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication 234
6.2.1.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques 236
6.2.2 Caractérisation mécanique de l'Inconel 718 ..... *244*
6.2.2.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication 244
6.2.2.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques 245
6.2.3 Caractérisation mécanique de l'AlSi10Mg *251*
6.3 CONCLUSION DU CHAPITRE 254

Les microstructures obtenues par fabrication directe résultent de conditions thermiques particulières (chapitres 3 et 4). Sachant que les microstructures conditionnent directement les propriétés mécaniques, il convient de les maîtriser (chapitre 5) ou bien de proposer des traitements thermiques appropriés si en l'état le cahier des charges n'est pas satisfait. Ce chapitre concerne donc l'optimisation de traitements thermiques adaptés aux microstructures obtenues par fabrication directe. Les optima de projection laser aisni que les éprouvettes de SLM seront testés principalement en traction à l'ambiante, bruts de fabrication et suite à l'application des traitements thermiques optimisés.

6.1 OPTIMISATION DES TRAITEMENTS THERMIQUES

Il a été montré aux chapitres 3 et 5 que les murs obtenus par projection laser ou fusion sélective par laser pouvaient présenter des micro et macrostructures différentes selon la zone du mur considérée. Ceci est d'autant plus vrai pour les pièces complexes qui, du fait de l'utilisation de stratégies de construction, connaissent des histoires thermiques variables. Les pièces finies présentent alors des tailles et types de grains variés ainsi que des microstructures plus ou moins sévèrement trempées (chapitre 7).

De plus, les pièces obtenues en fabrication directe, soumises à une succession de cycles thermiques et de refroidissements rapides lors de leur construction, sont sujettes aux contraintes résiduelles, voire aux déformations résiduelles (distorsions) à l'issue de la fabrication ou d'un traitement de détensionnement. L'inhomogénéité macro et microstructurale ainsi que la présence de contraintes résiduelles au sein de la pièce concourent à limiter ses propriétés d'usage. Afin d'envisager l'utilisation de pièces produites en fabrication directe pour des applications réelles où elles seront éventuellement soumises à de fortes contraintes, il convient d'entreprendre une démarche d'optimisation des traitements thermiques post-fabrication.

L'optimisation des traitements thermiques d'un matériau est une tâche complexe qui nécessite la compréhension des phénomènes thermodynamiques et cinétiques des changements de phase mis en jeu lors des remontées en température et des refroidissements successifs [DES03, 04, 04b]. Dans le cadre de cette étude, il est simplement envisagé d'adapter les températures et les temps de maintien à partir des traitements thermiques usuellement utilisés dans l'industrie aéronautique pour les matériaux obtenus par coulée, procédé qui génère des microstructures qui peuvent s'apparenter à celles obtenues en fabrication directe.

6.1.1 DEMARCHE DE L'ETUDE

L'objectif des traitements thermiques est d'homogénéiser la microstructure, de relaxer les éventuelles contraintes résiduelles tout en limitant les distorsions et d'optimiser les propriétés mécaniques de la pièce. A cette fin, deux approches ont été envisagées selon l'application visée, à savoir (Figure 157) :

- une stratégie haute température adaptée aux pièces fortement sollicitées en privilégiant l'accroissement des propriétés mécaniques aux dépens de la relaxation des contraintes résiduelles,
- une stratégie basse température réservée aux pièces peu sollicitées visant prioritairement à éviter leur distorsion mais susceptible de générer des déformations en service.

La stratégie haute température consiste à appliquer, dans un premier temps, un traitement d'homogénéisation à très hautes températures (supérieures à celles des remises en solution standard) visant à réduire par diffusion les différences de compositions chimiques et les inhomogénéités microstructurales résultantes de la solidification. Ce maintien à haute température est suivi d'une trempe rapide qui permet d'obtenir une solution solide sursaturée en éléments d'alliage. En pratique, le traitement d'homogénéisation est un maintien de plusieurs heures à des températures de l'ordre de 80% de la température de fusion de l'alliage [DES04]. Dans un second temps, le matériau subira un traitement de durcissement afin d'améliorer ses propriétés mécaniques via un détensionnement, la précipitation de phases durcissantes et/ou un retour progressif des phases à l'équilibre.

La stratégie basse température consiste en un maintien à relativement basse température, domaine dans lequel la microstructure évolue peu mais subit néanmoins un détensionnement partiel ou complet.

Les traitements d'homogénéisation visent à réduire les anisotropies microstructurales mais ne permettent pas de modifier ni la taille, ni le type des grains. En d'autres termes, une simple montée en température dans le cas du TA6V et de l'Inconel 718 ne permet pas d'affiner ni même d'homogénéiser la macrostructure (grains) de la pièce brute de fabrication directe. En effet, contrairement aux aciers qui présentent lors de la montée en température une transformation allotropique par germination et croissance induisant un affinage de la structure [DES04], les deux matériaux étudiés ne sont pas sujets à des phénomènes de recristallisation lors des traitements d'homogénéisation [COM95]. Nous chercherons simplement à limiter le grossissement excessif du grain lors des traitements thermiques en modérant les températures d'homogénéisation bien que les grains du matériau brut de fabrication aient déjà une taille relativement importante (chapitre 3).

L'optimisation des traitements thermiques a été menée sur les optima de projection de la machine Limoges à partir de murs en TA6V et IN718 à grains équiaxes ainsi que sur des échantillons fusionnés par SLM en TA6V et IN718 fournis par le CLFA (chapitre 3). L'ensemble des traitements thermiques a été conduit dans un four tubulaire opérant de l'ambiante à 1200°C sous vide primaire (10^{-2} torr). Les traitements ont été effectués sous vide de manière à éviter la formation d'oxydes en surface, notamment pour le TA6V, bien que les traitements conventionnels s'effectuent généralement sous argon.

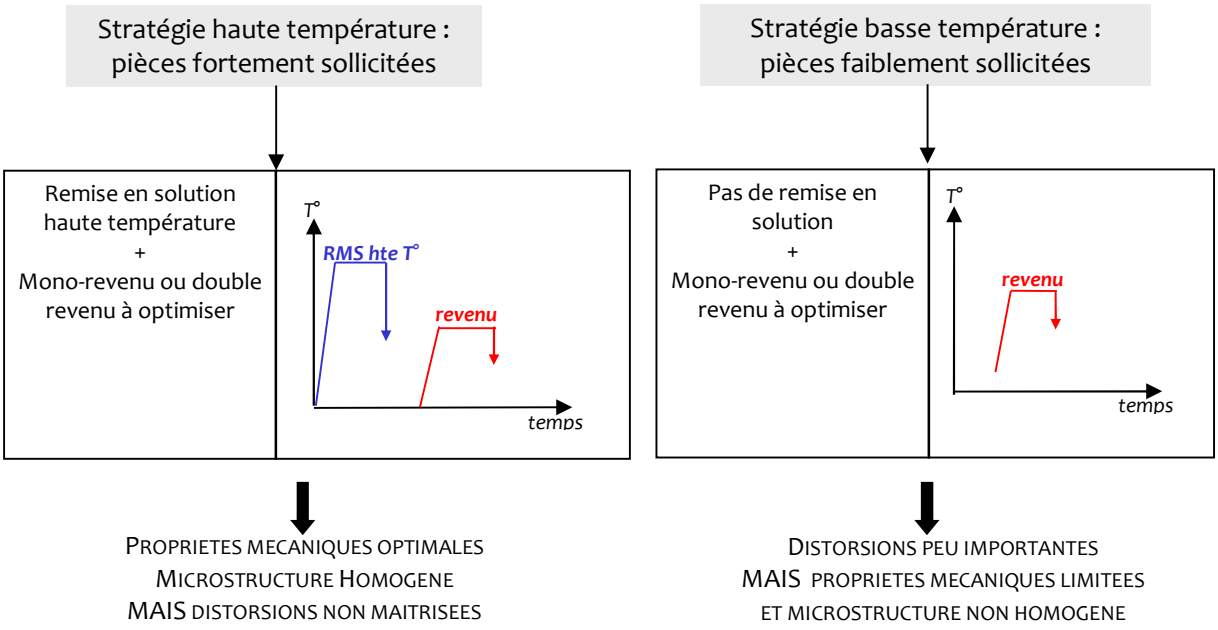


Figure 157 - Stratégies adoptées pour la mise en place de traitements thermiques adaptés à l'utilisation en service de pièces obtenues par fabrication directe

6.1.2 OPTIMISATION DES TRAITEMENTS THERMIQUES DU TA6V

Les alliages de titane ont une réponse aux traitements thermiques qui est liée d'une part à leur faible caractère durcissant (la martensite α' obtenue suite à la trempe n'est pas durcissante) et d'autre part à leur forte hérédité microstructurale. Cette hérédité ne peut pas être effacée lors des remontées en température car il n'y a pas de phénomène de germination par diffusion qui pourrait être à l'origine d'une régénération ou d'une normalisation de la microstructure [COM95]. Le mécanisme de durcissement du TA6V va donc consister à faire précipiter la phase d'équilibre α à partir de la structure $\alpha'+\beta m$ résultante d'une trempe. La précipitation d'autres phases comme ω, α'' ou α_2 (Ti_3Al) peuvent également durcir le TA6V mais elles provoquent par ailleurs la fragilisation de l'alliage.

Les traitements conventionnels du TA6V consistent à effectuer au choix (Tableau 37) :

- un traitement d'adoucissement qui consiste à restaurer et à détensionner la microstructure. On distingue un recuit à basse température (480-650°C) pour le détensionnement des contraintes

résiduelles et un recuit à plus hautes températures (690-870°C) qui permet en plus du détensionnement d'augmenter les propriétés mécaniques.

- un traitement de durcissement constitué d'une remise en solution et d'un vieillissement dont le but est d'homogénéiser la microstructure et d'améliorer les propriétés mécaniques. Ce traitement permet de faire précipiter la phase α tout en conservant une fraction de phase α primaire (mise en solution sub-transus), ce qui permet d'atteindre un compromis résistance-ductilité-ténacité avantageux [DES03]. Pour des températures de remise en solution situées dans le haut du domaine $\alpha+\beta$, la microstructure est majoritairement aciculaire procurant ainsi une meilleure ténacité et tenue en fluage. Des températures de remises en solution situées dans le bas du domaine $\alpha+\beta$ tendent à améliorer la résistance et la tenue en fatigue. Compte tenu de la relativement faible trempabilité du TA6V, le temps de transfert de la pièce traitée entre le four et le milieu de trempe doit être limité. En effet, la résistance maximale à la traction Rm décroît d'environ 1200 à 880 MPa pour des temps de transfert de respectivement 0,5 et 60 secondes [COM95]. De plus, le milieu de trempe doit présenter un fort pouvoir refroidissant afin que la trempe soit énergétique : l'eau est le milieu généralement utilisé. Pour le revenu de durcissement, la réponse du TA6V est rapide mais limitée : en effet, la dureté croît au maximum de seulement 25 HV_{30} [COM95].

Le choix des températures de traitements est conditionné par d'une part l'objectif du traitement thermique qui est d'homogénéiser ou de détensionner la microstructure et d'autre part la nécessité de limiter le grossissement des grains lors de l'utilisation de hautes températures de traitement. En effet, un grossissement exagéré du grain nuit à la ductilité et à la tenue en fatigue du TA6V [DES03]. Nous avons vu au chapitre 2 que la température, au même titre que le temps de maintien, favorise le grossissement du grain. Néanmoins, J.F.GIL et al. ont montré que pour une température de remise en solution de 1050°C, la taille de grains du TA6V augmentait très rapidement pendant les 15-20 premières minutes de traitement puis leur vitesse de croissance diminuait jusqu'à devenir pratiquement nulle lorsque les grains atteignaient une taille d'environ 1mm du fait de la diminution de la force motrice conséquente à la diminution du nombre de joints de grains [GIL01]. Or, les grains obtenus en fabrication directe sont relativement gros et peuvent facilement atteindre 1 mm, ce qui nous laisse supposer que leur évolution sera limitée lors des traitements thermiques ultérieurs.

Les temps de traitement sont choisis de manière à obtenir une température homogène dans toute la pièce avant l'arrêt du traitement thermique (trempe). Ceci est d'autant plus critique sur les alliages de titane comparativement aux autres matériaux car ils présentent une conductivité thermique relativement faible qui leur confère une faible trempabilité. Le temps de traitement va bien entendu dépendre de la taille de la pièce à traiter de façon à ce que celle-ci soit à une température homogène au moment de pratiquer la trempe (environ une minute par millimètre d'épaisseur selon [COM95]). La température étant homogène dans toute la pièce, les temps de maintien vont permettre aux différents éléments chimiques de diffuser afin d'homogénéiser la microstructure.

L'atmosphère du four dans lequel sont réalisés les traitements thermiques est particulièrement critique dans le cas du TA6V du fait de son avidité pour l'oxygène. C'est pourquoi nous avons préféré réaliser tous nos traitements sous vide afin d'éviter une contamination supplémentaire en oxygène qui, comme nous l'avons évoqué au chapitre 3, est déjà particulièrement élevée sur les pièces brutes de fabrication directe. Le milieu de trempe utilisé est l'eau pour l'arrêt des remises en solution et l'air pour l'arrêt des revenus.

Les essais ont été menés sur des morceaux de murs d'environ 10x10x2 mm^3 situés au centre des murs afin d'éviter les zones présentant une métallurgie particulière comme le bas ou le haut du mur (chapitre 3). Compte tenu du fait qu'un simple traitement thermique ne pourra pas homogénéiser l'anisotropie macrostructurale en termes de taille et type de grains, l'optimisation des traitements thermiques a uniquement été réalisée sur les optima de projection laser qui présentent une macrostructure équiaxe, à savoir la paramétrie B équiaxe α' et la paramétrie D équiaxe $\alpha+\beta$. Les mêmes traitements ont également été appliqués à des échantillons de fusion sélective par laser qui nous ont été fournis par la société CLFA et qui présentent une structure colonnaire α'. Sur les paramétries présentant une microstructure α' brute de fabrication, nous nous sommes dispensés d'une remise en solution en estimant que la microstructure était déjà suffisamment homogène avant de subir le revenu à moyenne température, ceci toujours dans un souci de limiter les distorsions résiduelles qui sont indésirables puisque l'objectif est de ne pas ré-usiner la pièce après sa fabrication.

Traitement thermique	Remise en Solution (RMS)	Revenu (R)
Détensionnement (gamme possible)	**-**	**480 à 870°C pendant 0,25 à 8h**
Détensionnement couramment utilisé dans l'industrie aéronautique pour le TA6V	**-**	**730°C pendant 2h sous argon Trempe à l'air**
Traitement de durcissement (gamme possible)	**900 à 970 °C pendant 0,1 à 1 h**	**480°C à 560°C pendant 4 à 12 h Ou 570°C à 700°C pendant 2 à 4 h**
Traitement de durcissement couramment utilisé dans l'industrie aéronautique pour le TA6V	**T_β - 30°C sous argon Trempe à l'eau**	**700°C pendant 2h sous argon Trempe à l'air**

Tableau 37 - Traitements thermiques conventionnels du TA6V [COM95, COL04]

6.1.2.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées

L'optimisation du traitement haute température a été divisé en deux tâches : la recherche d'une température et d'un temps adéquats pour d'une part la remise en solution et d'autre part le revenu.

Optimisation de la remise en solution

Pour les traitements thermiques conventionnels du TA6V (Tableau 37), la remise en solution est généralement effectuée en deçà du transus β de manière à limiter le grossissement des grains et à conserver une fraction de phase α, appelée alors α primaire, afin d'obtenir le meilleur compromis de propriétés mécaniques suite au revenu ultérieur. Dans le cas de notre étude, la problématique est différente en ce sens que l'objectif de la remise en solution est d'homogénéiser des microstructures qui peuvent varier de part et d'autre de la même pièce. Nous ne souhaitons pas toujours conserver de la phase α primaire suite à la remise en solution car celle-ci pourrait avoir des compositions différentes au sein de la pièce puisqu'elle n'a pas nécessairement été formée selon les mêmes conditions de température et de refroidissement.

Ainsi, pour la température de remise en solution on cherchera à repasser au dessus du transus β de manière à obtenir une microstructure homogène α' suite à la trempe à l'eau. De plus, étant donné la relative grande taille de grains que présente le brut de fabrication, la remise en solution au delà du transus semble raisonnable dans la mesure où la force motrice de la croissance de grains sera limitée.

Ne connaissant pas précisément la valeur du transus β dans le cas des murs fabriqués en projection et fusion sélective par laser (la contamination en oxygène décalant le transus vers les hautes températures comme indiqué au chapitre 2), nous avons effectué des remises en solution à 900°C, 960°C, 1000°C et 1050°C pendant 1 heure suivies d'une trempe à l'eau sur des échantillons issus de murs de type D équiaxe α+β.

A mesure que la température de traitement augmente, la fraction de phase α diminue alors celle de la phase β augmente. De plus, la taille des lamelles de phase α non remise en solution augmente avec la température alors que la microstructure brute de fabrication présentait une microstructure très fine (Figure 159). Cette évolution s'accompagne d'une modification de la composition des deux phases en accord avec le diagramme de phase, à savoir que leur composition se rapproche de la composition nominale à mesure que la température de RMS augmente (Tableau 38). On note en effet une modification du contraste chimique entre les deux phases sur les images MEB en mode BSE sur des échantillons non attaqués (Figure 159). Ceci est confirmé par les pointés WDS effectués dans les phases α et β des échantillons traités à 900°C/1h et 1000°C/1h (Tableau 38). La concentration en vanadium des deux phases diminue et la composition de la phase β se rapproche de la composition nominale à mesure que la température augmente.

La phase α est totalement transformée en β pour un traitement à 1050°C. Le traitement à 1000°C n'est pas suffisant pour homogénéiser la microstructure bien que l'on soit au dessus de la valeur théorique du transus β du TA6V situé à environ 980°C. Ceci s'explique par le fait que les échantillons obtenus avec la

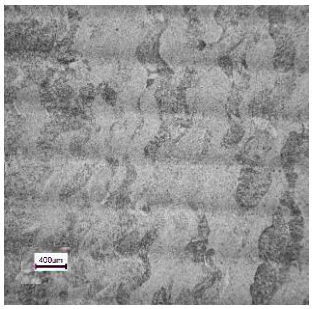
machine Limoges sont contaminés en oxygène lors de leur fabrication. Or, nous avons vu au chapitre 2 que le taux d'oxygène dissous dans le TA6V tendait à décaler le transus β vers les hautes températures telle que $T_\beta = 937 + 242,7[O]$ avec [O] la concentration massique en oxygène (%) [KAH86]. Ainsi selon cette formule, dans le cas de nos échantillons fabriqués sur la macine Limoges et dont le taux d'oxygène mesuré est d'environ 0,26% (chapitre 3), le transus serait supérieur à 1000°C.

La mesure des microduretés Vickers sous 2kg indiquent que la dureté tend à augmenter lorsque la température de remise en solution augmente (Figure 159). C'est ce qui est généralement constaté dans la littérature [JOV06, HAD77].

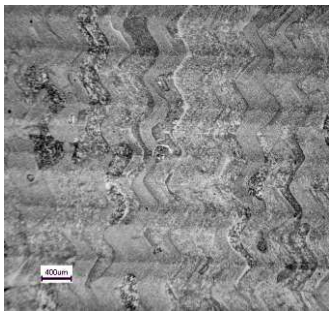
La taille de grains des échantillons est relativement stable pour des temps de traitements d'une heure et jusqu'à des températures de traitements de 1000°C (Figure 158). En revanche, pour la remise en solution à 1050°C au dessus du transus, les grains grossissent de façon conséquente. Lors d'une remise en solution incomplète (≤1000°C), la phase α persistante semble bloquer la croissance des grains. Malgré l'accroissement de la taille de grains, nous avons choisi la remise en solution à 1050°C/1h de manière à homogénéiser la structure brute de fabrication et tester ultérieurement la conséquence de ce traitement sur les propriétés mécaniques du matériau.

	Ti (wt.%)	V (wt.%)	Al (wt.%)	Fe (wt.%)	O (wt.%)
Projeté D traité 900°C/1h					
phase α	**90,18**	**2,36**	**6,42**	**0,05**	**2,35**
phase β	**88,01**	**4,88**	**5,58**	**0,29**	**2,13**
Projeté D traité 1000°C/1h					
phase α	**90,24**	**1,66**	**6,59**	**0,03**	**2,50**
phase β	**88,30**	**4,31**	**5,67**	**0,14**	**2,29**

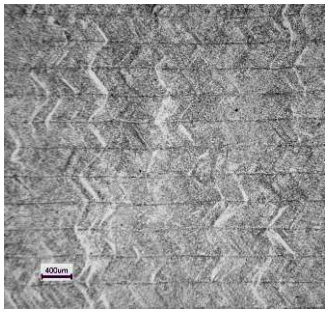
Tableau 38 - Evolution de la composition massique (WDS) des phases α et β en fonction de la température de remise en solution (temps de traitement d'une heure)



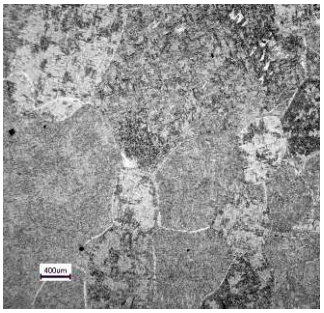
Paramétrie D – brute de projection



Paramétrie D - recuit 730°C/2h

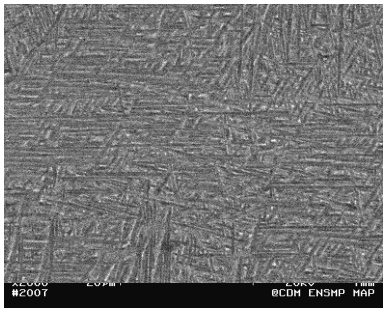


Paramétrie D- RMS 1000°C/1h



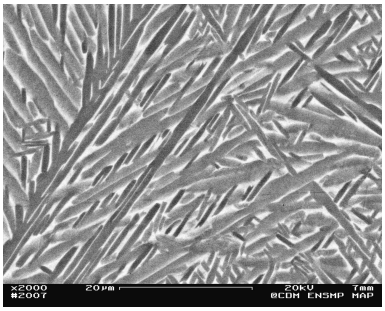
Paramétrie D- RMS 1050°C/1h

Figure 158 - Evolution de la taille de grains en fonction des températures et des temps de traitements thermiques



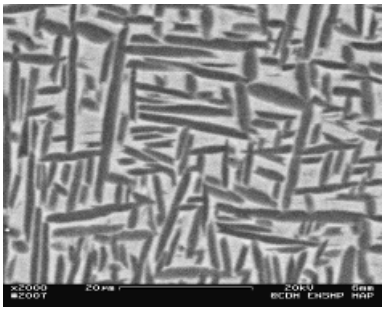
Paramétrie D équiaxe $\alpha+\beta$ brute de projection laser

HV_{2kg} = 371 ± 13



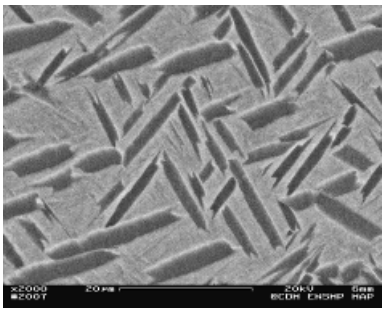
900°C/ 1h

HV_{2kg} = 349 ± 7



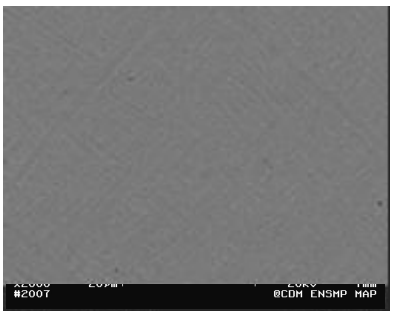
960°C/ 1h

HV_{2kg} = 344 ± 4



1000°C/ 1h

HV_{2kg} = 391 ± 7



1050°C/ 1h

HV_{2kg} = 363 ± 9

20 µm

Figure 159 – Images MEB en mode BSE sur échantillons non attaqués : Influence de la température de remise en solution sur la microstructure de la condition paramétrique D équiaxe $\alpha+\beta$ du TA6V projeté laser – temps de traitement d'une heure sous vide

Optimisation du revenu

L'optimisation des traitements thermiques ne pouvant pas être réalisée par la recherche du pic de dureté car le TA6V ne durcit pas ou peu sous l'effet des traitements thermiques, nous nous sommes alors basés sur les travaux exposés dans la littérature pour déterminer une température de recuit optimale. Ainsi, pour des revenus de 15h, la température optimale de revenu se situe autour de 700°C pour laquelle les propriétés mécaniques Rm, $Rp_{0.2}$ et A% sont maximales corrélativement à une dureté minimale (Figure 34) [HAD77]. Des temps de traitements de 15h n'étant pas rentables industriellement, nous avons vérifié que les mêmes tendances en termes de dureté étaient observées pour des traitements de 2h, le traitement à 700°C pendant 2h étant par ailleurs le revenu conventionnel du TA6V (Tableau 37). Ainsi, des recuits de 2h à 600, 700 et 800°C après une remise en solution à 1050°C pendant 1h ont été réalisés sur les échantillons projetés dans la paramétrie D. Les duretés HV_{2kg} obtenues suite à ces traitements sont respectivement de 431±13, 391±6 et 399±5. Le traitement à 700°C pendant 2h engendre donc la dureté minimale, ce qui laisse supposer que les propriétés mécaniques seront maximales pour ce traitement.

Le traitement optimisé du TA6V pour la stratégie haute température consiste donc en :

- **un traitement d'homogénéisation à 1050°C pendant 1h sous vide suivi d'une trempe à l'eau,**
- **un revenu à 700°C pendant 2h sous vide suivi d'une trempe à l'air.**

6.1.2.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées

Dans le cadre de la stratégie adaptée aux pièces faiblement sollicitées, les températures de traitements doivent permettrent de relaxer au mieux les contraintes résiduelles inhérentes à la fabrication directe. La température et le temps du recuit de détensionnement vont influer sur le taux de relaxation des contraintes résiduelles. Ainsi, un traitement à 540°C pendant 5h permet de relaxer 50% des contraintes résiduelles alors que l'intégralité des contraintes est relaxée pour un traitement de 730°C pendant 1h (Figure 160).

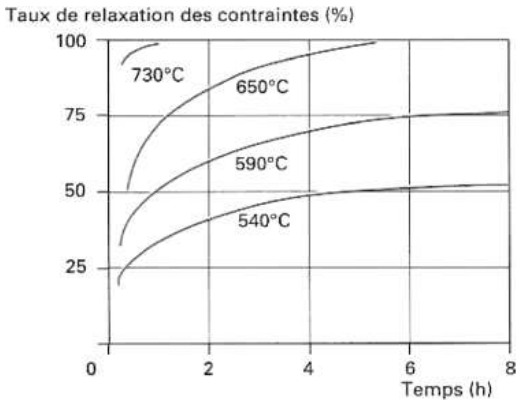


Figure 160 - Influence du temps et de la température du recuit de détensionnement sur le taux de relaxation des contraintes résiduelles présentes dans le TA6V [COM95]

L'objectif de cette étude est donc de déterminer un traitement de détensionnement adapté aux pièces obtenues par fabrication directe en choisissant une température modérée qui permette de relaxer une partie des contraintes internes sans déformer démesurément la pièce. L'absence de distorsions semble un but difficilement atteignable par l'utilisation de traitements thermiques puisque les pièces issues de la fabrication directe présentent inéluctablement des contraintes internes de par leur histoire thermique complexe. Une des solutions envisageables est d'adapter la stratégie de construction en termes de temporisations et de parcours de balayage laser dans le but de limiter les contraintes résiduelles. Cette possibilité d'amélioration de la fabrication directe implique de comprendre davantage l'influence des stratégies de balayage sur l'état final de la pièce en termes de micro et macrostructure et de contraintes et déformations résiduelles. Ceci est précisément le but de la modélisation par éléments finis qui est menée dans le cadre du projet PROFIL conjointement par l'Ecole des Mines de Paris et le Gérailp. Une pièce à parois fines faiblement bridées aura tendance à se déformer lors de la construction alors qu'une pièce massive se déformera principalement à l'issue du post-traitement thermique.

Les essais ont consisté à traiter thermiquement des échantillons issus de murs projetés laser de paramétrie B et des murs fusionnés laser (SLM) avec :

- des températures de traitement de 550°C et 650°C,
- des temps de traitement de 30 minutes, 1h, 2h, 4h et 8h,
- comparés au traitement de détensionnement conventionnel aéronautique de 730°C pendant 2h.

L'effet de ce traitement sur la relaxation des contraintes résiduelles n'a pas pu être évalué car les essais ont été menés sur des morceaux de murs peu épais qui sont probablement exempts de contraintes puisqu'elles ont été relaxées durant leur découpe. Nous avons en revanche quantifié l'effet du traitement de détensionnement sur l'évolution de la dureté et de la microstructure des échantillons.

Les essais de microdureté HV_{2kg} montrent qu'il y a peu d'évolution concernant la dureté quelque soit les temps et les températures de traitements dans la gamme étudiée (Figure 161). Du point de vue de la microstructure, dès les basses températures (550°C) et ceci même pour des temps courts (dès 30min), un contraste chimique apparaît alors qu'il était absent des images BSE de l'échantillon brut de fabrication (Figure 161). Le recuit de détensionnement induit vraisemblablement le retour progressif à l'équilibre de la phase martensitique α' brute de fabrication ($\alpha' \rightarrow \alpha+\beta$) même pour des revenus à aussi basses températures. Néanmoins, nous n'observons pas de différence notable entre les microstructures obtenues suite à un traitement à 550°C, 650°C ou 730°C pendant 2 heures (Figure 161). D'après la littérature, il semble que la décomposition de la martensite en $\alpha+\beta$ soit complète pour des températures supérieures à 800°C [GIL96]. De plus, la taille de grains n'évolue guerre même pour une température de revenu de 730°C (Figure 158). J.F.GIL et al. ont montré que les grains du titane pur n'évoluent quasiment pas pour un traitement de 700°C pendant 2h (ils passent de 50 à 60µm) [GIL95].

Le traitement optimisé du TA6V pour la stratégie basse température consiste donc à effectuer un traitement à 730°C pendant 2h sous vide, qui est le traitement standard utilisé dans l'industrie aéronautique. En effet, il n'a pas été constaté de différences notables en termes de microstructure lors des recuits réalisés pendant 2h de 550 à 730°C. Pour les murs, qui sont des structures peu sujettes aux contraintes résiduelles, on choisit d'effectuer un traitement de détensionnement à relativement haute température (730°C). En revanche, dans le cas de pièces dont l'état de contraintes résiduelles est élevé, il serait plus judicieux d'effectuer un traitement à 550°C pendant 2h de manière à limiter la relaxation des contraintes et donc les distorsions des pièces.

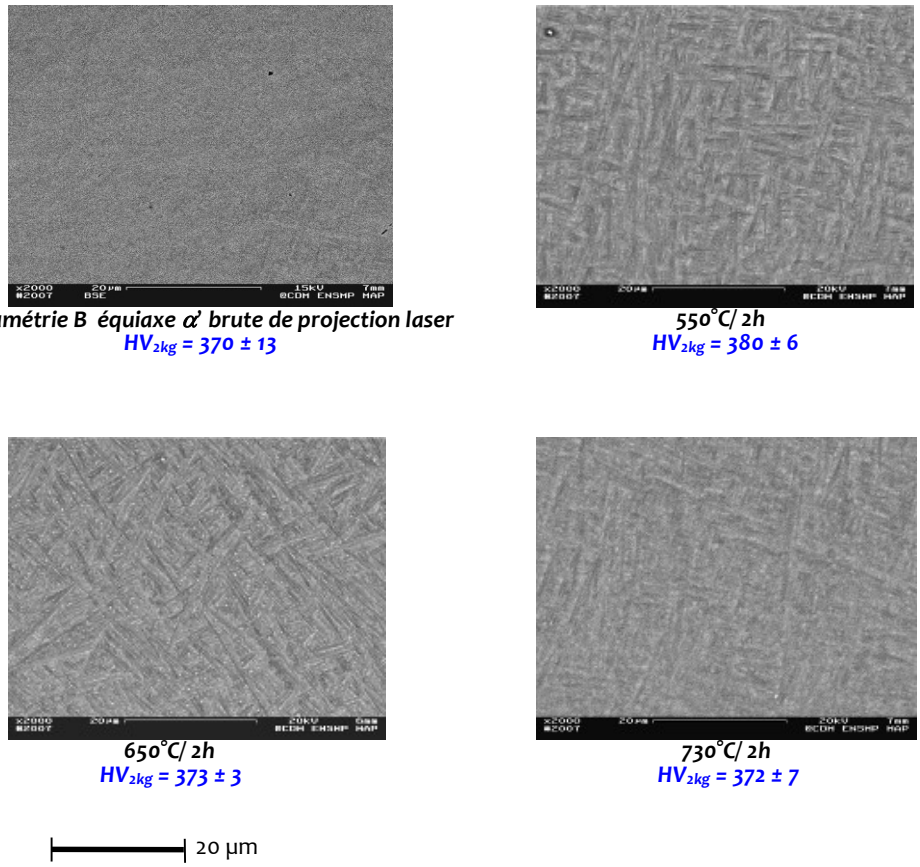


Figure 161 – Images MEB en mode BSE sur échantillons non attaqués : Influence de la température de revenu de détensionnement sur la microstructure de la condition paramétrique B équiaxe α' du TA6V projeté laser – temps de traitement de 2 heures sous vide

6.1.3 OPTIMISATION DES TRAITEMENTS THERMIQUES DE L'INCONEL 718

Les mécanismes de durcissement de l'Inconel 718 sont différents de ceux du TA6V. En effet, contrairement aux alliages de titane qui sont peu durcissants, les superalliages bases nickel dont l'Inconel 718 sont durcit pas trois mécanismes [chapitre 2, MON96]:

- la précipitation des phases durcissantes γ'et γ'',
- la précipitation des carbures et borures,
- le durcissement par solution solide.

L'objectif des traitements thermiques de l'Inconel 718 est de remettre en solution les précipités durcissants γ' et γ'' formés de manière non contrôlée lors de l'élaboration puis de les faire précipiter de façon homogène dans la pièce traitée thermiquement afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. On distingue pour l'IN718, selon qu'elles soient partielles ou non, les remises en solution subsolvus et supersolvus qui sont respectivement réalisées en deçà ou au delà du solvus de la phase δ. L'intérêt d'une remise en solution partielle est de conserver une taille de grains fine : la phase delta située aux joints de grains et non remise en solution permet de bloquer leur croissance. Pour des remises en solution supersolvus, la taille de grains tend à augmenter et la quantité d'éléments chimiques remis en solution est plus grande.

La remise en solution est suivie d'une trempe qui permet de conserver à l'ambiante une solution solide sursaturée en éléments d'alliage en vue de la précipitation des phases durcissantes par revenu.

En ce qui concerne les traitements de détensionnement des superalliages bases nickel, pour les matériaux qui durcissent par précipitation, les traitements de relaxation des contraintes sont généralement effectués lors de la remise en solution ou du revenu de précipitation.

L'atmosphère utilisée pour les traitements thermiques des superalliages base nickel peut être l'air (jusqu'à 900°C), un gaz neutre, l'azote ou le vide. Dans le cas de notre étude nous avons utilisé pour l'IN718 le même four sous vide que pour les essais de traitements thermiques sur le TA6V dans la mesure où nous souhaitons éviter l'oxydation de surface des pièces qui ne seront pas ré-usinées.

En pratique, la remise en solution de l'Inconel 718 s'effectue à 955°C et le traitement de précipitation est constitué d'un double revenu (DR) qui permet de faire précipiter puis coalescer les phases durcissantes γ' et γ''. On distingue conventionnellement dans l'industrie aéronautique un DR long et un DR court, ce dernier conduisant à un gain de temps de traitement mais à une légère baisse de ductilité [MON96]. Dans le cadre de notre étude, le mode d'arrêt utilisé est l'air aussi bien pour les remises en solution que pour les revenus.

Traitement thermique	**Remise en Solution (RMS)**	**Revenu (R)**
Détensionnement	**-**	**DR**
Traitement d'homogénéisation	**1095°C / 2h**	
Traitement de durcissement	**955°C pendant 1h Trempe à l'air ou huile**	***DR long*** **720°C/8h, descente à 620°C à 50°C/h suivi d'un maintien pendant 8h** ***DR court*** **760°C/3h descente à 650°C à 50°C/h suivi d'un maintien pendant 4h**

Tableau 39 - Traitements thermiques couramment utilisés dans l'industrie aéronautique pour l'IN718

6.1.3.1 Traitement haute température : stratégie pièces fortement sollicitées

L'optimisation du traitement haute température a été divisé en deux tâches : la recherche d'une température et d'un temps adéquats pour d'une part la remise en solution et d'autre part le revenu.

Optimisation de la remise en solution

La remise en solution standard de l'Inconel 718 s'effectue à 955°C pendant 1h. Néanmoins, dans le cas de nos échantillons obtenus par fabrication directe, la microstructure de l'Inconel 718 est de type dendritique et présente au niveau de l'espace interdendritique des phases de Laves que l'on cherche à éliminer par traitement thermique de par leur nocivité vis à vis des propriétés mécaniques. Il est donc nécessaire d'avoir recours à des traitements d'homogénéisation pour effacer cette microstructure du brut de fabrication.

Nous avons donc recherché la température de remise en solution qui permet de dissoudre les phases de Laves compatible avec l'absence de liquation des eutectiques à bas point de fusion. En pratique, la remise en solution doit être inférieure à environ 1140°C qui est le solvus des phases de Laves obtenues par fonderie [BAE86, NIS78 tiré de BAE86].

Cette recherche d'optimisation de la remise en solution a été effectuée sur trois paramétries qui présentent des phases de Laves de nature et de composition différentes, à savoir les paramétries G, H en projection laser (DMD) et la paramétrie en fusion sélective par laser (SLM).

Le traitement d'homogénéisation de l'Inconel 718 couramment utilisé dans l'aéronautique est un traitement à 1095°C pendant 2h. Les essais de remise en solution réalisés sur les échantillons projetés de type G dendritiques équiaxes montrent qu'une remise en solution standard à 955°C pendant 1h ne permet pas d'effacer la structure dendritique ni d'éliminer totalement les phases de Laves (Figure 163). On constate également la présence de fines aiguilles au niveau des phases de Laves non dissoutes ou partiellement

dissoutes. Il semble que ces aiguilles soit la phase delta qui précipite autour des phases de Laves du fait de la concentration en niobium plus importante dans ces zones suite à la remise en solution partielle des phases de Laves (Figure 163). Les essais montrent qu'une remise en solution à 1045°C pendant 1h suffit pour l'homogénéisation de la microstructure des échantillons de SLM qui présentent de fines phases de Laves peu concentrées en éléments d'alliage. En revanche, les paramétries G et H des échantillons de DMD dont les phases Laves sont plus concentrées en éléments d'alliage et de tailles plus importantes nécessitent vraisemblablement, bien que ceci n'est pas été vérifié, une remise en solution à 1095°C pendant 2 heures pour atteindre l'homogénéisation (Figure 163). La microstructure après trempe présente alors une absence de phases de Laves et de nombreux carbures qui n'ont pas été remis en solution. On note que certains carbures ont une taille plus importante après la remise en solution suggérant qu'un phénomène de coalescence peut s'opérer lors de ce traitement (Figure 163). La dureté HV_{2kg} tend à diminuer avec la température de remise en solution. Cette diminution de dureté traduit la remise en solution des quelques phases durcissantes γ' et γ'' formées dans le brut de fabrication.

Les grains sont peu observables sur les coupes métallographiques des échantillons d'IN718 que ce soit par microscopie optique ou électronique. Néanmoins, il semble que le traitement à 1095°C/2h affecte peu la taille de grains, ceux-ci étant vraisemblablement bloqués par les carbures primaires situés aux joints de grains (Figure 162). Cet effet de blocage des joints de grains par les carbures lors des maintiens en température a été constaté dans la littérature lors de HIP à 1160°C d'échantillons en IN718 projetés laser [BLA05].

Il semble donc que les microstructures obtenues en fabrication directe soient relativement aisées à homogénéiser du fait de la faible dimension des phases de Laves. En effet, certains auteurs relatent une insuffisance de dissolution des phases de Laves brutes de fonderie pour un traitement thermique à 1090°C pendant 24h [BAE86], à 1095°C pendant 1h [CAR89, RAD88], ou bien à 1060°C pendant 1 heure [BOU89], la dissolution complète des phases de Laves et la répartition homogène des éléments d'alliage étant atteintes pour un traitement à 1140°C pendant 10 heures [CAR89] ou bien 1150°C pendant 1 heure [BOU89]. En revanche, les microstructures de l'Inconel 718 soudé laser, plus proches de celle de la fabrication directe, s'homogénéisent pour des températures équivalentes à celles optimisées dans cette étude. En effet, les auteurs observent une dissolution complète des phases de Laves pour des traitements à 1080°C pendant 20 minutes [JAN05] et à environ 1040°C pendant 1 heure [GOB96].

Nous choisirons donc la remise en solution à 1095°C pendant 2h pour toutes les paramétries de l'IN718 afin d'homogénéiser la microstructure brute de projection laser, c'est-à-dire pour dissoudre les phases de Laves et homogénéiser la concentration en éléments d'alliage dans tout le volume de l'échantillon. Les éléments d'alliage sont ensuite maintenus en sursaturation dans la matrice par une trempe rapide à l'air.

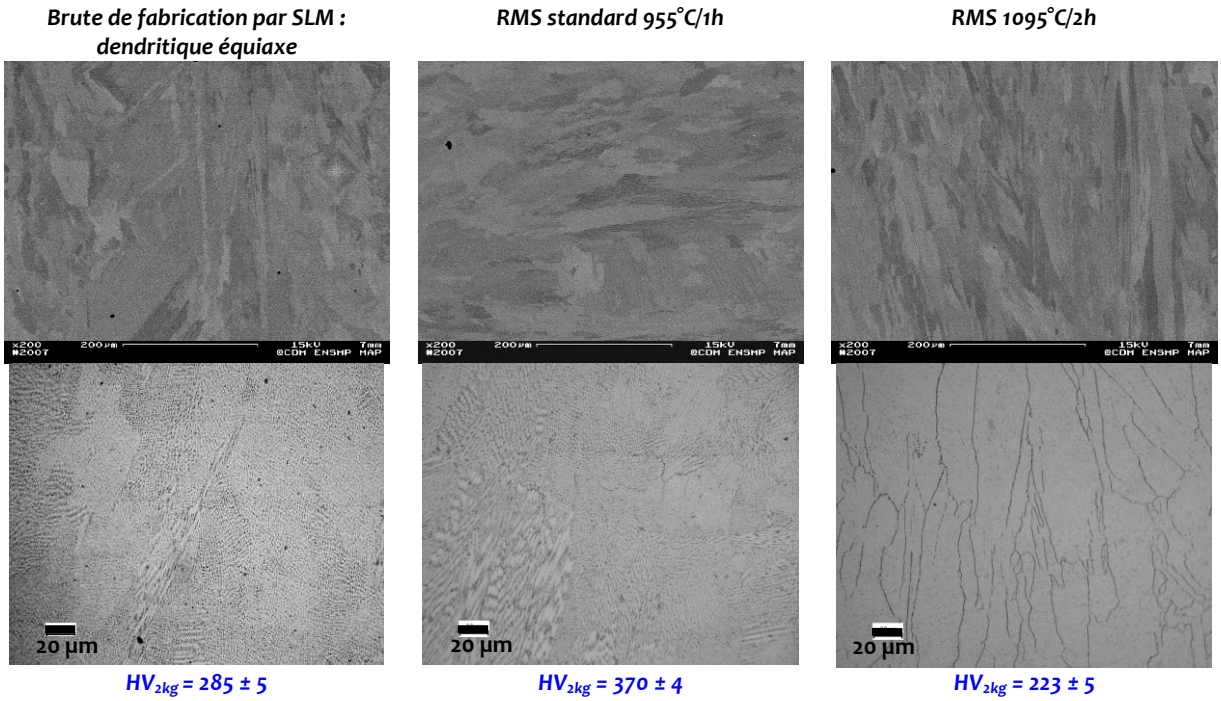


Figure 162 - Images MEB en mode BSE (1er ligne) et MO (2ième ligne) d'échantillons SLM illustrant l'évolution de la taille de grains en fonction de la remise en solution appliquée

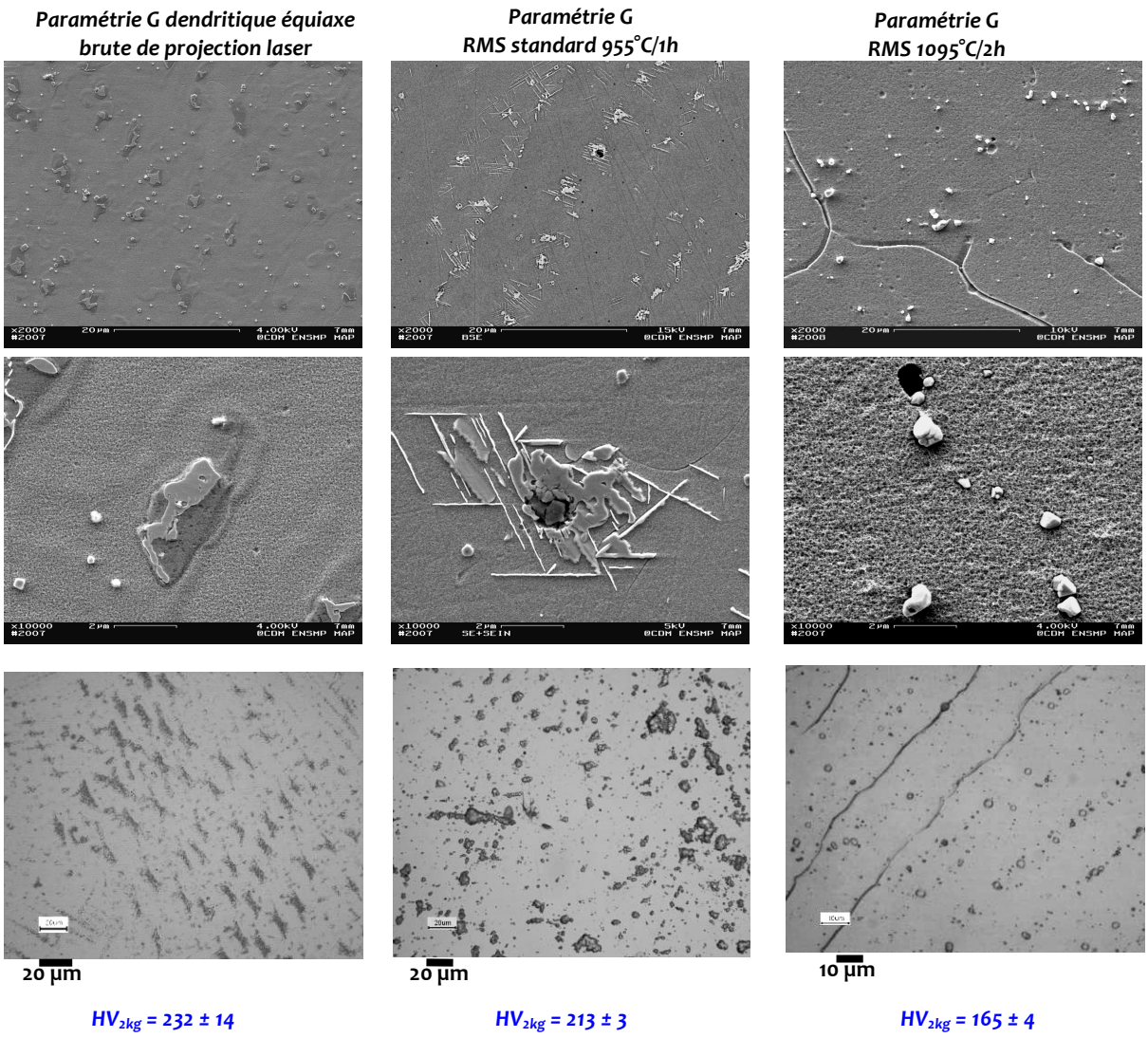


Figure 163 – Images MEB en mode SE sur échantillons attaqués : Influence de la température de remise en solution sur la microstructure de la paramétrie G dendritique équiaxe de l'IN718 projeté laser – temps de traitements de 1 à 2 heures sous vide, trempe à l'air

Optimisation du revenu

Nous avons choisi d'effectuer, suite à la remise en solution et à la trempe consécutive, un traitement de précipitation noté P_δ de la phase delta au niveau des joints de grains à 930°C pendant 1 heure [RAD88] de manière à stabiliser les joints de grains et améliorer les propriétés mécaniques, en fluage notamment. Ce choix de traitement implique une diminution des éléments d'alliage disponibles pour la précipitation ultérieure des phases durcissantes mais permet de tester lors des essais de traction présentés plus loin dans ce chapitre un traitement proche de celui réalisé sur des pièces de fonderie dans le domaine aéronautique.

Pour le traitement de précipitation P_δ, nous avons comparé sur la paramétrie G l'effet des doubles revenus standard court et long (Tableau 39) avec un mono-revenu à 650°C dont le temps a été optimisé. Nous avons choisi de réaliser le mono revenu à 650°C car il s'agit d'une température intermédiaire entre les deux températures de traitement du DR long. Ce traitement est également rapporté dans la littérature [RAD88].

Les remises en solution précédant les revenus ont une influence sur la dureté in fine du matériau (Tableau 40). En effet, la dureté après un DR long est maximale pour une remise en solution préalable à 1095°C pendant 2 heures pour laquelle la répartition et la quantité d'éléments d'alliage disponibles sont optimales.

En revanche, le traitement standard à 955°C pendant 1 heure provoque la précipitation de la phase delta autour des phases de Laves partiellement dissoutes, ce qui limite les éléments d'alliage disponibles pour le revenu de durcissement ultérieur. L'application du DR long sur un échantillon brut de projection, sans remise en solution préalable, permet d'obtenir une dureté correcte (405 ± 6 HV_{2kg}), ce qui implique que la quantité de niobium disponible est encore relativement élevée même suite à la formation des phases de Laves lors de la fabrication. D'autre part, on note qu'il n'y pas d'écart significatif de dureté entre l'échantillon ayant subi le traitement de précipitation de la phase delta entre la RMS et le DR et celui qui a subit directement le DR après la RMS (Tableau 40). Ceci montre que le traitement de précipitation de la phase delta aux joints de grains est relativement peu consommateur de niobium et ne compromet pas la précipitation ultérieure des phases durcissantes γ' et γ''.

Pour une remise en solution de 1095°C pendant 2h suivie d'un traitement de précipitation de la phase delta à 930°C pendant 1h, les résultats de la Figure 164 montrent que le traitement le plus efficace reste le double revenu comparé au mono-revenu à 650°C (Tableau 40). Les échantillons traités avec un DR court présentent une dureté équivalent voire supérieure à ceux traités avec le DR long. Pour des mono-revenus de longue durée équivalente à celle du DR long, la dureté obtenue suite au mono-revenu à 650°C reste bien inférieure à celle obtenue avec un DR long. La dureté est maximale pour un traitement de 12 heures puis diminue pour un traitement de 20 heures (Figure 164). L'augmentation de dureté avec un mono-revenu de 30 minutes à 12 heures traduit la précipitation de plus en plus importante de phases durcissantes γ' et γ''. La diminution de dureté pour un traitement de 20 heures peut s'expliquer par la coalescence des précipités durcissants pour des temps trop longs [SLA00].

Le traitement optimisé pour la stratégie haute température consiste donc à effectuer un traitement d'homogénéisation à 1095°C pendant 2h sous vide suivi d'une trempe à l'air, puis un traitement de précipitation de la phase delta à 930°C pendant 1h sous vide suivi d'une trempe à l'air, et enfin un double revenu long (DR long) de précipitation des phases γ' et γ'' à 720°C pendant 8h puis à 620°C pendant 8h sous vide suivi d'un arrêt à l'air.

Traitement	Paramétrie G brute	Paramétrie G brute + DR long	Paramétrie G + RMS 955°C/1h + DR long	Paramétrie G + RMS 1095°C/2h + DR long	Paramétrie G + RMS 1095°C/2h + Pδ 930°C/1h + DR long	Paramétrie G + RMS 1095°C/2h + Pδ 930°C/1h + DR court
Dureté	232 ± 14 HV2kg	405 ± 6 HV2kg	398 ± 6 HV2kg	429 ± 8 HV2kg	439 ± 11 HV2kg	447 ± 8 HV2kg

Tableau 40- Influence des remises en solution précédant les revenus sur la dureté de l'IN718

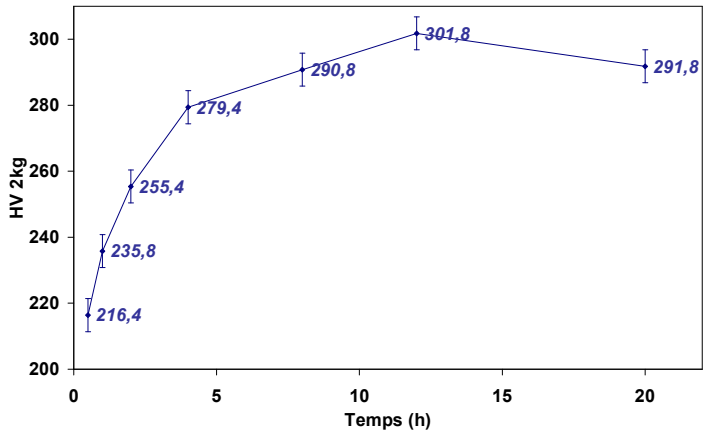


Figure 164 – Evolution de la dureté de la paramétrie G en fonction du temps du mono-revenu à 650°C après RMS à 1095°C/2h et Pδ à 930°C/1h

6.1.3.2 Traitement basse température : stratégie pièces faiblement sollicitées

Pour la stratégie basse température, le traitement de détensionnement retenu est le double revenu long (DR long). En effet, nous avons vu précédement (Tableau 40) que l'application du DR long sur un échantillon brut de projection, sans remise en solution préalable, permet d'obtenir une dureté correcte (405 ± 6 HV2kg).

6.1.4 TRAITEMENTS THERMIQUES DE L'ALSI10MG

Il n'a pas été mené d'optimisation des traitements thermiques pour l'alliage AlSi10Mg obtenu par fusion sélective par laser. Nous avons choisi de réaliser un traitement thermique standard de type T6 composé d'une remise en solution à 530°C pendant 5h sous argon suivie d'une trempe à l'eau froide puis d'un vieillissement à 180°C pendant 6h sous argon. Ce traitement efface la microstructure eutectique brut de fusion laser ainsi que la trace des bains fondus et entraîne d'une part l'apparition de fins précipités durcissants de type Mg_2Si non visibles à l'échelle des observations réalisées, puis d'autre part l'apparition de bien plus gros précipités de Si peu durcissants (visibles sur les images de la 2ième ligne RMS et RMS+R de la Figure 165). En revanche, les gros précipités dits primaires riches en titane présents dans le brut de fabrication ne sont pas quant à eux remis en solution (chapitre 3).

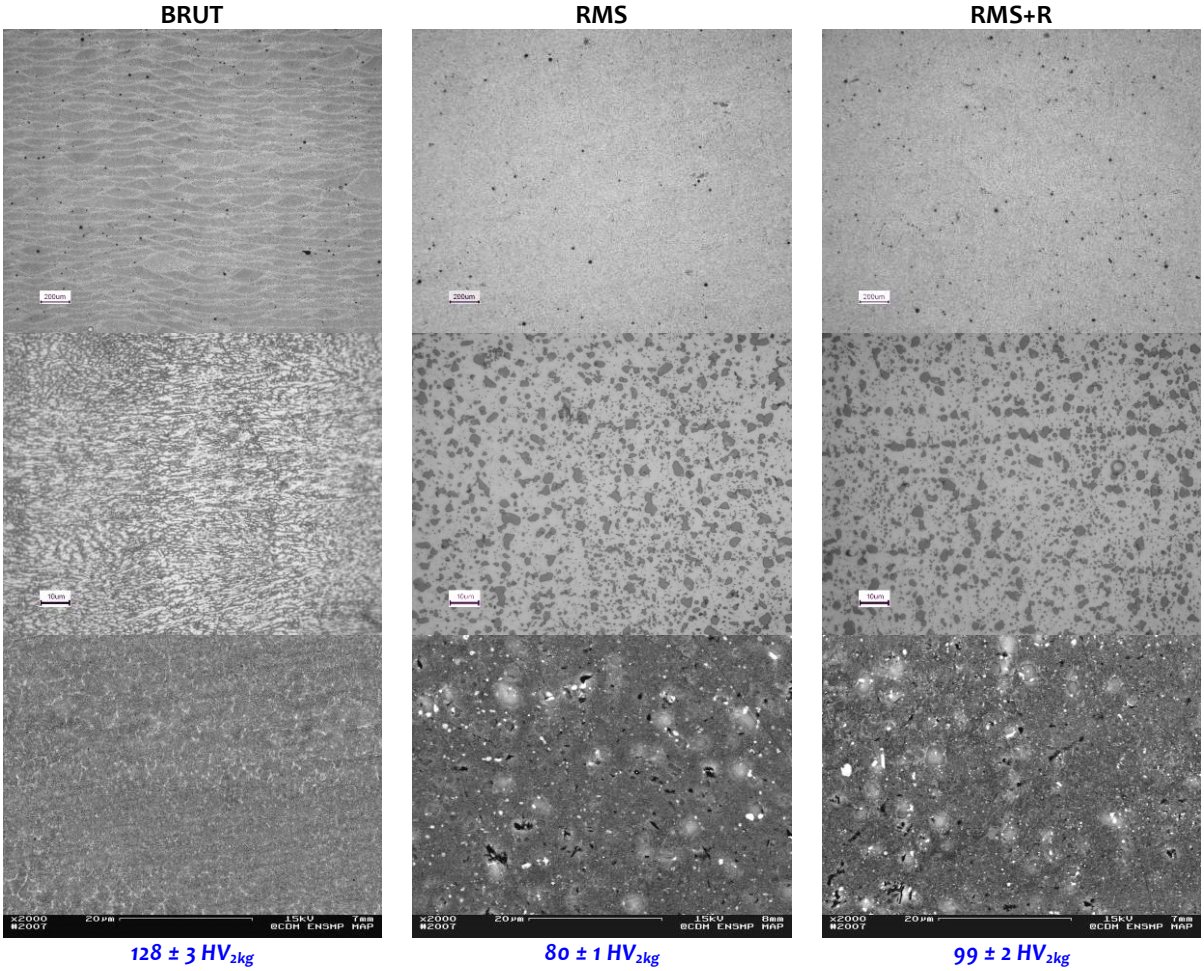


Figure 165 – Microstructure de l'AlSi10Mg brut de fusion sélective par laser, après RMS (remis en solution puis trempe) et après RMS+R (remis en solution puis trempe + revenu) observée au microscope optique (1er et 2ième lignes) et au MEB en mode BSE (3ième ligne)

6.2 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE

Des essais de traction à l'ambiante ont été entrepris afin de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux bruts de fabrication et de ceux traités thermiquement selon les deux stratégies hautes et basses températures définies ci-avant. Les essais ont été menés à 20 °C sur une machine de traction à vis de type ZWICK avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Une instrumentation par extensomètre à couteaux est réalisée pour le suivi de l'allongement de l'éprouvette lors de l'essai. Toutes les paramétries exposées au chapitre 3 ont été caractérisées (Tableau 41), à savoir :

- pour le TA6V : les conditions A, B, C, D, E et F pour la projection laser et les éprouvettes fournies par la société Poly-Shape pour la fusion sélective par laser,
- pour l'Inconel 718 : les conditions G, H, I, et J pour la projection laser et les éprouvettes fournies par le CLFA pour la fusion sélective par laser,
- pour l'AlSi10Mg : seules des éprouvettes de fusion sélective par laser fournies par la société Poly-Shape ont été caractérisées.

Pour assurer une reproductibilité des essais, trois éprouvettes pour une même condition ont été testées. Les éprouvettes ont été préalablement traitées thermiquement selon les besoins de l'étude puis usinées à partir d'ébauches de projection et fusion laser. Elles ont d'abord été rectifiées dans l'épaisseur puis détourées au fil par électro-érosion afin d'atteindre les géométries et dimensions souhaitées. La longueur totale de l'éprouvette est de 70 mm, la longueur utile est d'environ 26 mm et la largeur utile est de 5 mm (**Figure 167**). L'épaisseur de l'éprouvette dépend de l'épaisseur de l'ébauche initiale (mur). En effet, excepté pour les paramétries E et I et les éprouvettes de SLM, les murs servant d'ébauches sont uniquement constitués d'un empilement de cordons dans la direction Z (mono-cordon) et possèdent donc une épaisseur déterminée par les paramètres P, V et Dm choisis. Ainsi, l'épaisseur des éprouvettes varie de 1,5 à 3 mm (Tableau 41). Pour les paramétries E et I qui sont des constructions multi-cordons constituées d'une enveloppe et d'un remplissage, les épaisseurs testées sont plus importantes de manière à caractériser aussi bien le contour que le remplissage, voire l'interface entre ces deux zones.

Les éprouvettes obtenues par projection laser ont été testées dans le sens Z de la construction perpendiculairement aux couches dit sens travers ST, mais également dans le sens perpendiculaire à l'axe Z de construction soit parallèlement aux couches dit sens long SL pour les paramétries présentant une anisotropie microstructurale, soit les paramétries A, C et H (Figure 167). Les éprouvettes de fusion laser (SLM) en IN718 et TA6V n'ont pu être testées que dans le sens long SL (Figure 167). Les éprouvettes obtenues par SLM en AlSi10Mg ont été sollicitées dans les deux sens SL et ST (Figure 167).

A partir des courbes contrainte-déformation (σ_N - ε_N) obtenues pour chaque éprouvette, les caractéristiques mécaniques en traction du matériau ont été évaluées, à savoir :

- le module d'Young E,
- la limite d'élasticité $Rp_{0,2}$ déterminée à 0,2% de déformation plastique,
- la résistance maximale à la traction Rm,
- l'allongement à rupture A%,

Le module d'Young est déterminé à partir du relevé de l'extensomètre à couteaux et de la variation de charge appliquée sur l'éprouvette durant l'essai. Sur certaines éprouvettes, le module d'Young a également été déterminé par jauges de déformation et par méthode vibratoire. La méthode vibratoire est une technique non destructive qui permet la mesure des constantes élastiques d'un matériau : le module d'Young E et de torsion G. Elle consiste à exciter une éprouvette de manière à la mettre en vibration. La fréquence de résonance dépend de la masse, de la forme, des dimensions et de la rigidité de l'éprouvette, c'est-à-dire de son module. Dans le cas de notre montage, l'éprouvette parallélépipédique est maintenue en son centre par un système adéquat alors qu'un solénoïde placé au niveau d'une de ses extrémités induit une vibration de l'éprouvette. L'utilisation d'une masse additionnelle dans un matériau magnétique placée sur l'extrémité de l'éprouvette s'avère nécessaire du fait du caractère amagnétique du TA6V et de l'IN718. La fréquence de résonance de l'éprouvette est mesurée par un capteur piézoélectrique. Les résultats de mesure du module d'Young montrent que les trois techniques utilisées (jauges de déformation, extensomètre à couteaux, méthode vibratoire) donnent des valeurs relativement proches (Tableau 45).

Les éprouvettes testées ont été préalablement contrôlées par radiographie X (travaux MBDA) suite à leur surfaçage afin de détecter d'éventuels défauts tels que des manques de liaisons entre couches, manques de fusion ou bien des porosités sphériques. L'objectif de ce pré-contrôle est également d'appréhender la sensibilité de cette technique vis à vis du contrôle des pièces de fabrication directe. Les éprouvettes présentent globalement très peu de défauts observables. Par ailleurs, les clichés RX révèlent, dans le cas des paramétries à grains colonnaires, des structures orientées qui semblent correspondre aux grains.

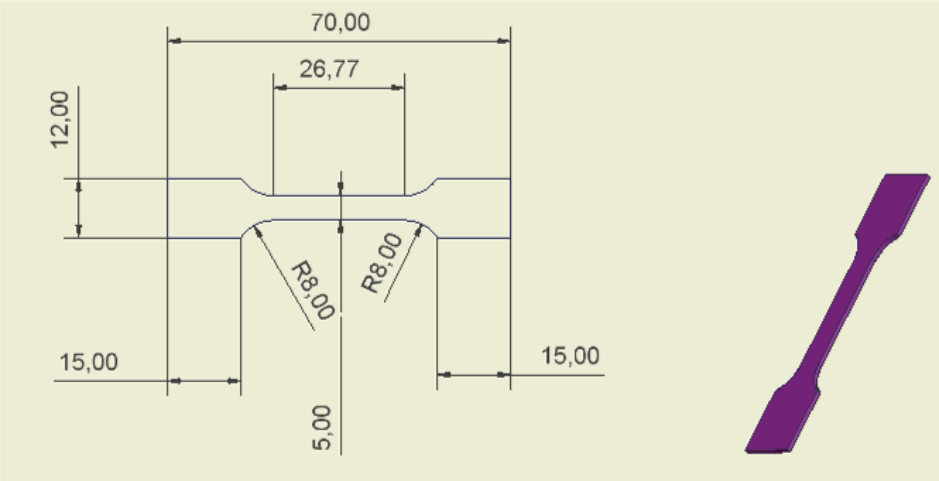


Figure 166 - Définition de la géométrie et des dimensions des éprouvettes de traction

Matériau	Procédé	Paramétrie	Grains/phases	Epaisseur moyenne des éprouvettes brutes (mm)	Epaisseur moyenne des éprouvettes usinées (mm)	Sens de sollicitation
TA6V	DMD	A	Colonnaire α'	1,7	1,07	SL / ST
	DMD	B	Equiaxe α'	1,5	0,80	ST
	DMD	C	Colonnaire α+β	2,4	1,48	SL / ST
	DMD	D	Equiaxe α+β	2	1,46	ST
	DMD	E	Multi-cordons Colonnaire α'	4,4	2,49	ST
	DMD	F	Mono-cordons Equiaxe α+β	2,9	1,53	ST
	SLM	Poly-Shape	Colonnaire α'	3	1,49	SL
IN718	DMD	G	Dendritique équiaxe	2,98	1,43	ST
	DMD	H	Dendritique colonnaire	1,98	1,23	SL / ST
	DMD	I	Dendritique équiaxe	3,55	2,02	ST
	DMD	J	Dendritique équiaxe	2,20	1,46	ST
	SLM	CLFA	Dendritique équiaxe	2	0,98	SL
AlSi10Mg	SLM	Poly-Shape	Dendritique	3,5	2,99	SL / ST

Tableau 41 - Récapitulatif des paramétries et microstructures assiociées, des épaisseurs moyennes des éprouvettes et du sens de sollicitation adopté lors des essais de traction à l'ambiante

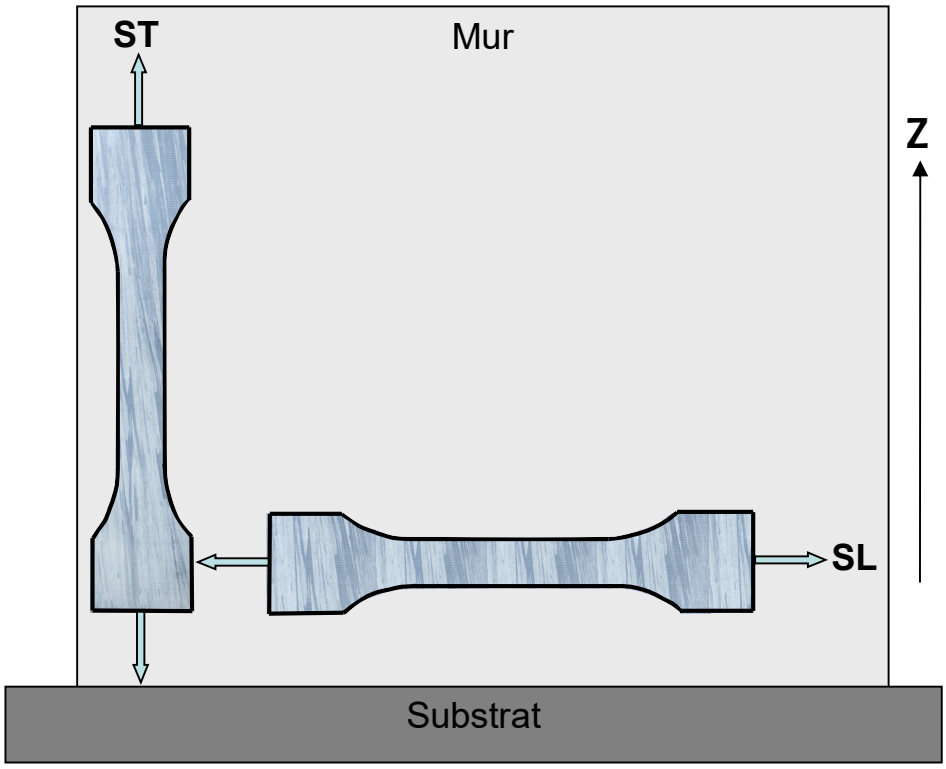


Figure 167 – Définition des sens de sollicitation SL (sens long) et ST (sens travers)

6.2.1 CARACTERISATION MECANIQUE DU TA6V

6.2.1.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication

Les résultats montrent que la résistance en traction du TA6V brut de fabrication directe est comparable voire supérieure à celle du matériau conventionnel coulé comme forgé (Tableau 43, Figure 169a et Figure 170). Les bonnes propriétés de résistance mécanique en traction du TA6V obtenu par projection laser ont également été constatées dans la littérature [HED06, GRO06]. Cette résistance élevée à l'état brut de fabrication peut s'expliquer notamment à partir des éléments apportés par la littérature (chapitre 2) :

- La présence de phases hors d'équilibre dans le TA6V telles que α' ou β métastable entraîne une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance maximale à la traction [DAJ91, LAM90],
- Suite à un traitement thermique dans le domaine bêta, la résistance maximale à la traction ainsi que la limite d'élasticité ont tendance à augmenter lorsque la vitesse de trempe croît [GIL01]. Or les murs obtenus par fabrication directe sont, comme nous l'avons évoqué au chapitre 3, soumis à des vitesses de trempe très élevées,
- La contamination en oxygène induit une augmentation de la résistance maximale à la traction [GAO07, PIT04, KAH86]. Or, nous avons vu que celle-ci pouvait atteindre plus de 2500 ppm (Tableau 21) pour les paramétries de la machine Limoges (A à D),
- la finesse des microstructures engendrées par les vitesses de trempe élevées mises en jeu dans ce procédé peut être également à l'origine de la résistance mécanique élevée.

En revanche, excepté pour les paramétries C et F, la ductilité du TA6V est assez faible voire médiocre (très faible allongement et absence de striction) pour les paramétries B, D et E dont le comportement est fragile (Figure 170). Plusieurs hypothèses peuvent être émises pour expliquer ce manque de ductilité à l'état brut de fabrication :

- La contamination en oxygène qui tend à fragiliser le matériau et donc à limiter sa ductilité,
- Les vitesses de trempe mises en jeu lors de la fabrication des éprouvettes qui diffèrent selon les paramétries. En effet, F.J.GIL et al. ont montré qu'une augmentation de la vitesse de trempe depuis 1100°C induisait une diminution de la ductilité corrélativement à une augmentation de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité [GIL01] (chapitre 2),

- La présence de défauts qui jouent le rôle de sites d'amorçage pour la rupture : il peut s'agir de manque d'adhésion, de manque de fusion, de manque de matière ou bien de porosités sphériques. Le contrôle radiographique des éprouvettes après leur mise à épaisseur, a révélé que les éprouvettes de paramétrie E présentaient des défauts linéaires perpendiculaires au sens de construction Z qui semblent être des manques d'adhésion entre couches. Rappelons que la paramétrie E est la seule qui fait l'objet d'une stratégie de construction. Le faciès de rupture d'une éprouvette de paramétrie E à l'état brut de fabrication révèle un manque fusion entre couches au niveau de la zone de remplissage (Figure 168c). On note de surcroît dans ces zones la présence de poudres non fondues. Dans le cas des paramétries B et D, le contrôle radiographique n'a pas révélé la présence de défauts. En revanche, ce sont les deux paramétries pour lesquelles la zone refondue ZR est la plus faible : elle est constituée de 0,15 couche pour B et de 1 couche pour D. Cette faible zone refondue peut être à l'origine d'une déficience de liaison entre couches indétectable avec les moyens CND mis en œuvre dans ce projet. Les faciès de rupture des éprouvettes B et D à l'état brut de fabrication témoignent d'une rupture fragile dans certaines zones avec vraisemblablement pour l'éprouvette B un amorçage en surface qui conduit à un faciès plan en bordure d'éprouvette (Figure 168a et b). Il semblerait que l'amorçage soit lié à une faible liaison entre couches puisqu'il n'est observé aucune déchirure ductile dans les zones à faciès plan comme si il n'y avait pas eu de continuité de matière et que l'on peut noter la présence de particules de poudre non fondues dans ces zones.

Les paramétries C et F font néanmoins preuve d'un comportement ductile remarquable dès l'état brut de fabrication couplé d'une excellente résistance mécanique. En effet, l'allongement à rupture d'une des trois éprouvettes testées peut atteindre 32% dans le cas de la paramétrie C et 22% pour la paramétrie F.
Le faciès de rupture d'une éprouvette de paramétrie C brute révèle une rupture ductile (Figure 168d). De plus, les courbes contrainte-déformation pour ces deux paramétries C et F témoignent de l'occurrence d'un phénomène de striction révélateur de la ductilité du matériau (Figure 170). Dans le cas de la paramétrie F, cette ductilité importante est sans doute liée à la finesse de la taille de grains (chapitre 3) étant donné que les phases en présence pour les paramétries C et F sont semblables. Dans le cas de la paramétrie C, les grains sont au contraire de taille relativement importante (chapitre 3). La présence de grains colonnaires semble, dans le cas présent, être à l'origine de cette ductilité notable dans la direction de construction. En effet, l'allongement à rupture observé sur les éprouvettes sollicitées parallèlement au sens de croissance des grains, à savoir le sens ST, est plus important que lorsque la sollicitation est réalisée perpendiculairement à l'axe de croissance des grains (sens SL). Ceci est constaté pour les deux paramétries A et C qui présentent des grains colonnaires (Tableau 43).

Les modules d'Young obtenus par fusion sélective par laser (SLM) sont plus bas que ceux obtenus en projection laser (DMD). Cet effet peut être expliqué en partie par la contamination en oxygène qui est supérieure dans le cas de la projection laser avec la machine Limoges (Tableau 21). L'accroissement du module d'Young du TA6V avec l'augmentation de la teneur en oxygène a effectivement été relaté dans la littérature [LEE90, KAH86] tel que (chapitre 2) :

$$E(GPa) = Eo(TTH) + 13{,}5[O]$$

La paramétrie présentant les meilleures propriétés mécaniques à l'état brut de fabircation en termes de résistance et de ductilité est la paramétrie C obtenue sur la machine Limoges pour laquelle les éprouvettes sont sollicitées dans le sens de la construction, c'est-à-dire selon la direction de croissance des grains colonnaires. Malgré la forte contamination en oxygène de cette paramétrie, qui dépasse la limite des 2000 ppm généralement tolérée pour le TA6V [EYL90], les propriétés en traction pour cette paramétrie sans post-traitement dépassent notablement celles du matériau forgé. D'après les résultats du chapitre 3, cette paramétrie est celle qui présente la zone refondue entre couches la plus importante puisqu'elle est constituée de 4,9 couches. Il semble donc que la hauteur de zone refondue soit un critère important pour l'obtention de bonnes propriétés mécaniques car elle assure une liaison forte entre chaque couche. Néanmoins, compte tenu de la taille de grains importante observée pour la paramétrie C, il est vraisemblable que les propriétés en fatigue oligo-cyclique ne soient pas optimales.

F.J.KAHLEN et al. ont montré que la résistance mécanique de l'acier 304L obtenu par projection laser est maximale pour une forte puissance [KAH01]. En effet, la taille du bain liquide étant plus grande pour de

forte puissance, la surface d'échange avec le milieu environnant est maximale, conduisant à des pertes thermiques par convection et rayonnement importantes. Le gradient thermique qui s'établit dans le bain au droit du front de solidification est faible car le ratio d'énergie dissipée par conduction n'est plus majoritaire. La vitesse de trempe du bain résultante est lente, ce qui conduit à la formation d'une structure cristalline avec peu de défauts à l'origine de l'optimum de résistance mécanique observé sur l'acier 304L projeté laser [KAH01]. Or dans le cas de la paramétrie C pour la projection laser du TA6V, la puissance est élevée (500W) avec un débit massique de poudre faible (1 g/min). Nous constatons par ailleurs que la surface supérieure du bain est importante (5,52 mm^2) comparée aux autres paramétries, ce qui permet d'évoquer l'hypothèse citée précédemment par KAHLEN et al. pour expliquer cette optimum des propriétés mécaniques.

6.2.1.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques

L'application des traitements thermiques optimisés à basse comme à haute température n'engendre pas d'amélioration et conduit dans la plupart des cas à une dégradation des propriétés mécaniques en traction (Tableau 43, Figure 169b et Figure 170). En effet, les traitements basse et haute températures (BT et HT) tendent à diminuer la résistance à rupture, la limite d'élasticité et particulièrement la ductilité du matériau. De plus, le traitement haute température induit systématiquement une rupture fragile de l'éprouvette avant d'atteindre la limite d'élasticité $Rp_{0,2}$ du matériau, hormis pour les paramétries E et F et les éprouvettes fusionnées laser pour lesquelles la rupture a lieu après la limite d'écoulement. La comparaison des faciès de rupture des éprouvettes C brutes et traitées thermiquement montre que la rupture devient fragile à mesure que la température de traitement thermique augmente (Figure 168 d, e et f). Le module d'Young est également sensiblement affecté par l'application des traitements thermiques (Tableau 43).

Cette dégradation des propriétés de traction, notamment de la ductilité, résultante de l'application des traitements thermiques peut avoir plusieurs origines :

- L'augmentation de la taille de grains lors des maintiens en température, notamment lors de la remise en solution à 1050°C (traitement HT). Le traitement de détensionnement (traitement BT) ne semble pourtant pas modifié celle-ci au regard des micrographies qui ont été réalisées lors de l'étude de l'optimisation des traitements thermiques (paragraphe 6.1.2 de ce même chapitre). De plus, dans la littérature, un traitement de détensionnement équivalent (788°C pendant 2h) améliore la ductilité du TA6V obtenu par projection laser qui passe de 3,7 à 5,2 % [GRO06].

- La contamination en oxygène qui peut induire une fragilisation du matériau et réduire sa ductilité. Cette contamination peut avoir plusieurs origines :
  - Les éprouvettes ont été traitées thermiquement avant leur usinage. Les ébauches ont donc été traitées sous vide à l'état brut de fabrication sans ôter préalablement la couche d'oxydation superficielle. Lors du traitement thermique sous vide, l'oxyde superficiel a pu être réduit et une partie de l'oxygène contenu dans l'oxyde a pu se solubiliser dans le TA6V, et ce d'autant plus que la température de traitement est élevée. La contamination en oxygène peut également provenir de l'atmosphère du four bien que celle-ci soit controlée (vide primaire). La mesure du taux d'oxygène sur les ébauches des éprouvettes avant et après traitement thermique montre que le traitement haute température HT induit une forte contamination en oxygène (exemple de la paramétrie C et F) (Tableau 42). En revanche, le traitement basse température BT n'a pas d'incidence sur la teneur en oxygène de l'ébauche (exemple de la paramétrie C et SLM). L'accroissement du taux d'oxygène suite au traitement HT est similaire pour la paramétrie F et la paramétrie C alors que la paramétrie F ne présente pas d'oxydation superficielle observable suite à sa fabrication sur la machine Optomec contrairement à la paramétrie C qui est oxydée en surface suite à sa fabrication sur la machine Limoges. La contamination en oxygène semble donc plutôt provenir de l'atmosphère du four lors de traitements thermiques à haute température.
  - Lors du traitement thermique dans le four tubulaire, les ébauches des éprouvettes ont été placées sur un support en alumine. Or, le TA6V peut, dans certaines conditions de température et de pression partielle d'oxygène, réduire l'alumine et ainsi s'enrichir d'une certaine quantité d'oxygène. Cependant d'après le diagramme d'Ellingham, l'alumine (Al_2O_3) est plus stable que le rutile (TiO_2). De plus, l'ATD menée sur les poudres (Figure 53)

montre qu'une réaction entre le creuset alumine et le TA6V intervient mais à plus haute température (au delà de 1500°C).

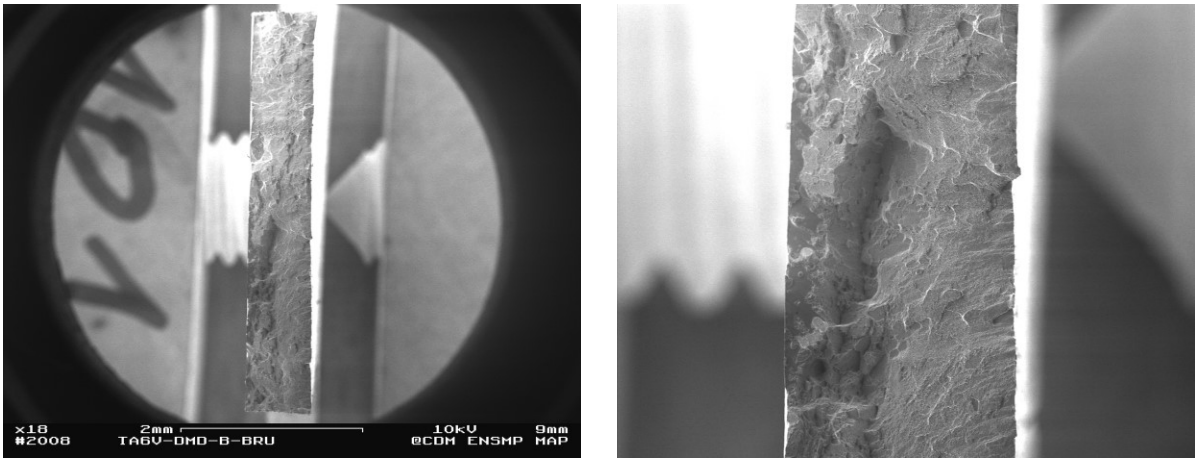
La comparaison de la teneur en oxygène des ébauches DMD traitées BT de paramétrie A, C et F, dont l'allongement à rupture est respectivement de 8%, 17% et 13%, indique que pour les paramétries A et F, le taux d'oxygène peut expliquer l'abattement en allongement. En revanche, pour la paramétrie C, la forte teneur en oxygène dans l'éprouvette brute ne semble pas affecter sa ductilité et ne permet pas d'expliquer l'abattement des propriétés de traction observé entre l'éprouvette brute et traitée BT. La contamination en oxygène a un impact sur la fragilisation du TA6V traité HT mais ne semble pas être à l'origine de l'abattement des propriétés de traction pour les éprouvettes traitées BT au regard du taux d'oxygène des paramétrie C et SLM.

- Le traitement de détensionnement induit une diminution des contraintes résiduelles introduites par les vitesses de trempe élevées inhérentes aux procédés de fabrication directe. Ceci peut peut-être être à l'origine de la légère diminution de la résistance du matériau suite au traitement BT.

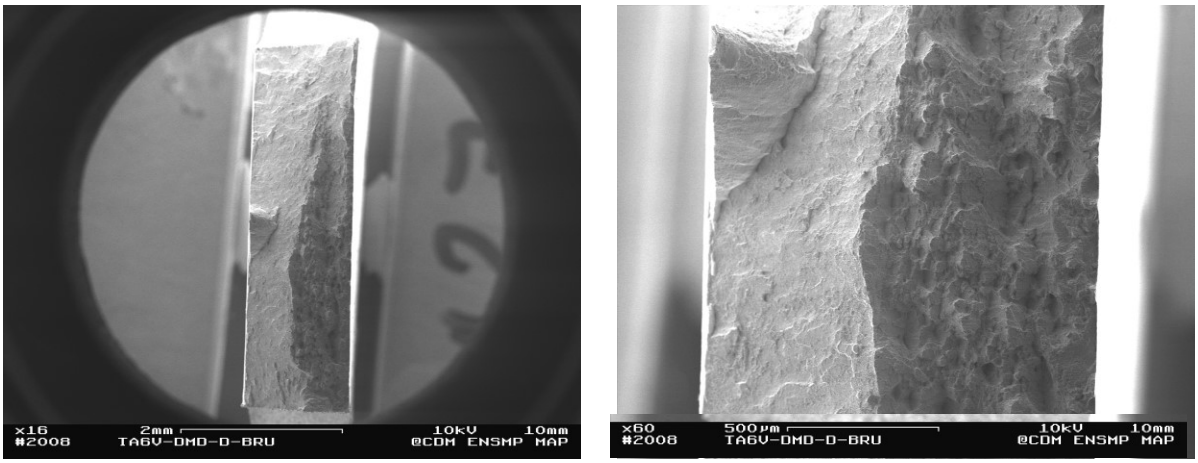
Le traitement HIP mené sur les éprouvettes de SLM est comparable à un traitement sub-solvus de détensionnement proche du traitement BT si ce n'est qu'il cicatrice l'essentiel des défauts (manques de fusion, manques de matière, porosité, …) et qu'il destabilise de manière plus marquée la phase α' en $\alpha+\beta$. Ce traitement HIP permet de conserver, voire d'améliorer l'allongement à la rupture par rapport à celui déduit des éprouvettes traitées BT. Toutefois, il induit une baisse de la limite d'élasticité et de la résistance maximale à la traction, le situant plutôt proche des caractéristiques du conventionnel coulé que du conventionnel forgé.

Paramétrie	**C Brut**	**C Traité BT**	**C Traité HT**	**F Brut**	**F Traité BT**	**F Traité HT**	**SLM Brut**	**SLM Traité BT**	**A Traité BT**
Taux d'oxygène (ppm)	**2685**	**2650**	**3340**	**1410**	**1255**	**2505**	**1540**	**1530**	**2280**

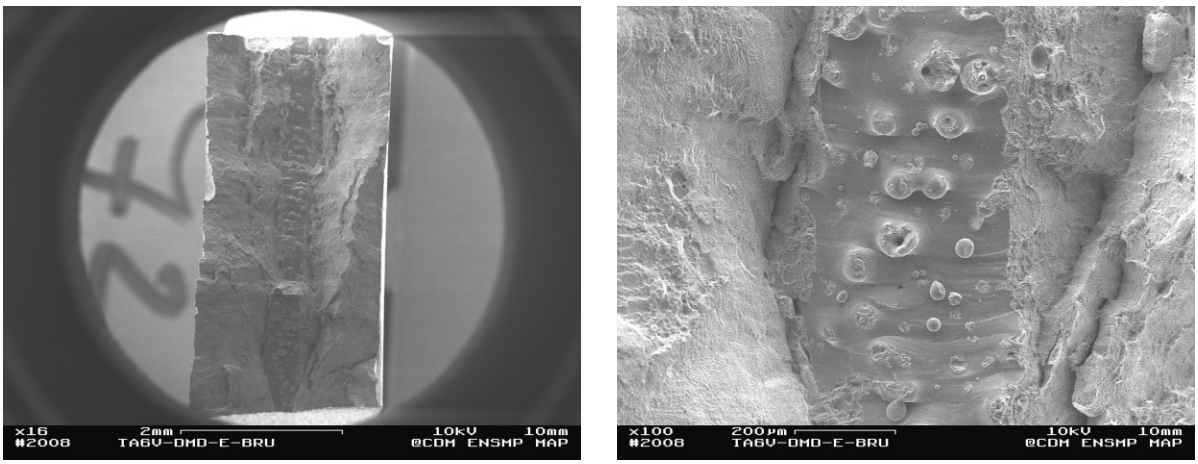
Tableau 42 - Influence de la température de traitement thermique sur la teneur en oxygène des ébauches de traction (mesure par fusion réductrice et détection IR)



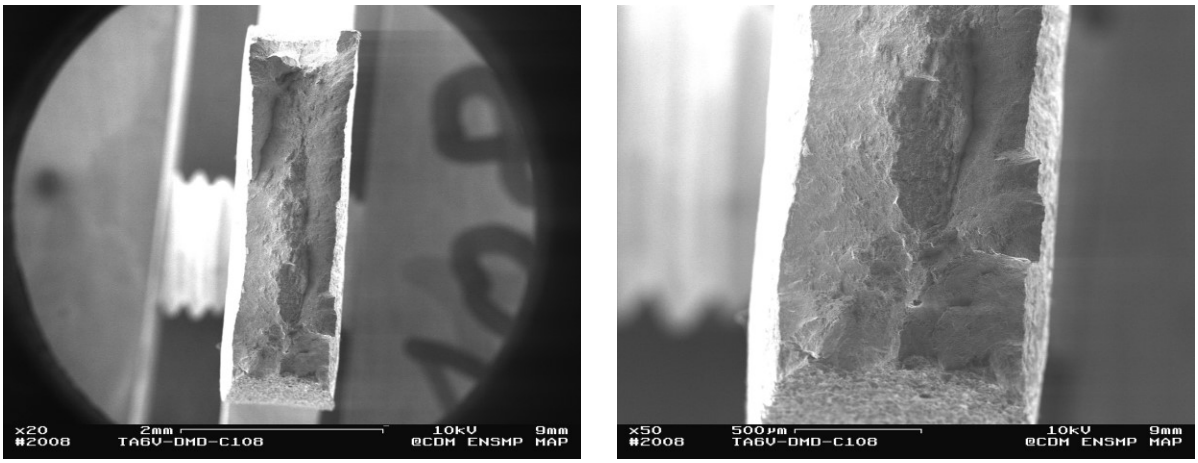
(a) Faciès de rupture de la paramétrie B brute de fabrication



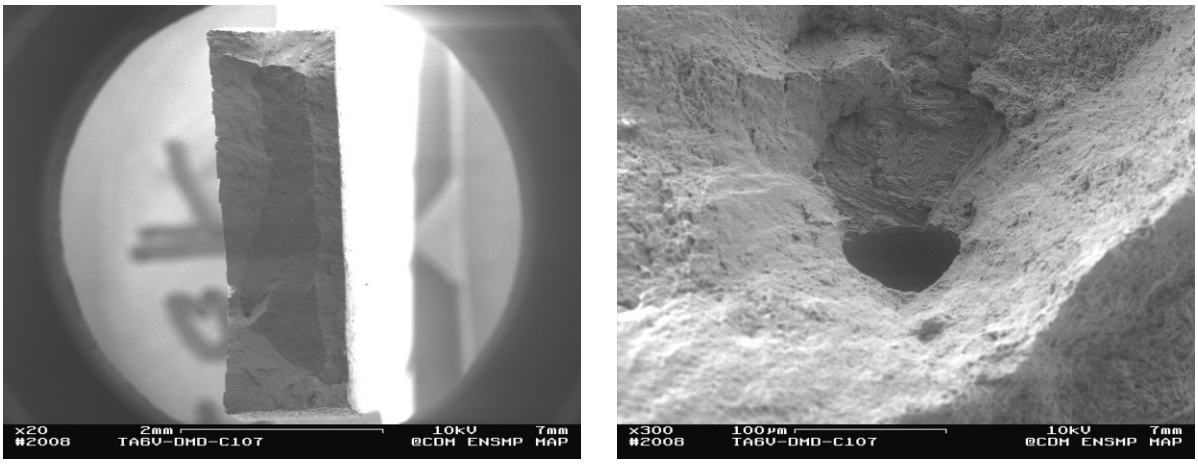
(b) Faciès de rupture de la paramétrie D brute de fabrication



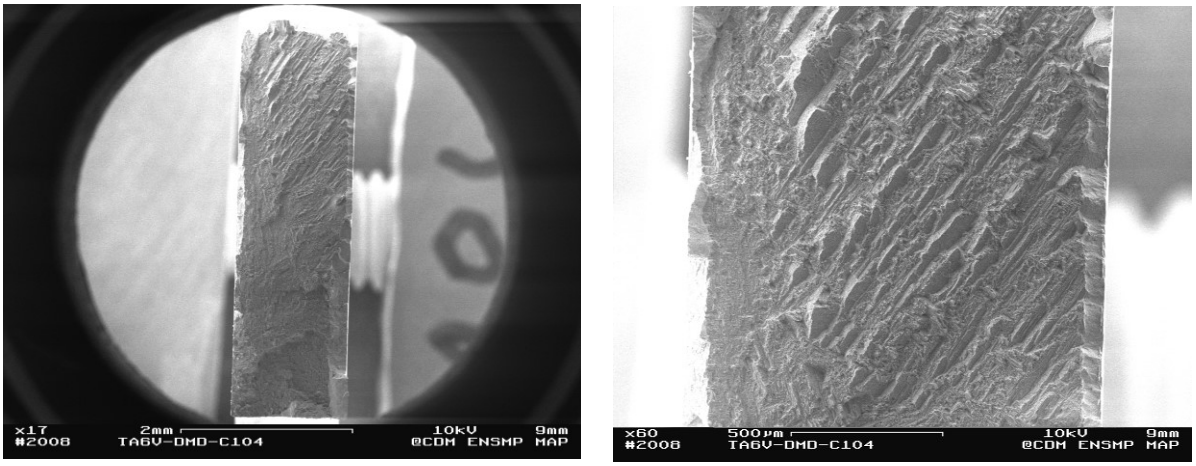
(c) Faciès de rupture de la paramétrie E brut de fabrication



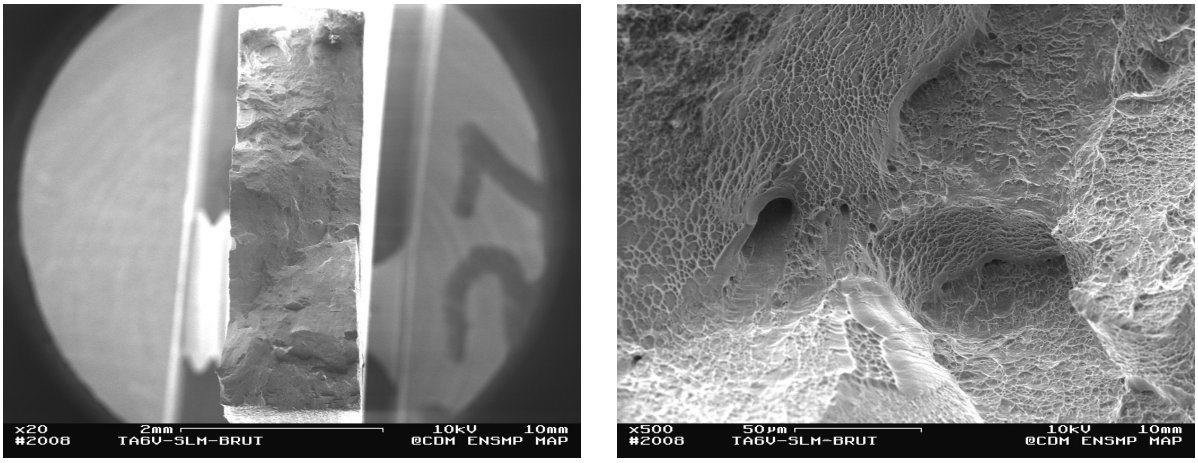
(d) Faciès de rupture de la paramétrie C brute de fabrication



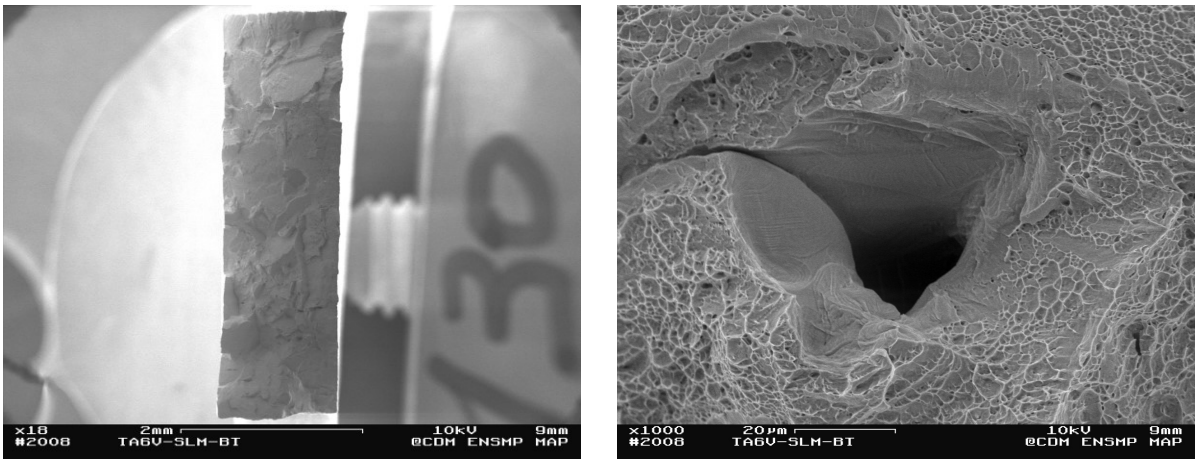
(e) Faciès de rupture de la paramétrie C traitée BT



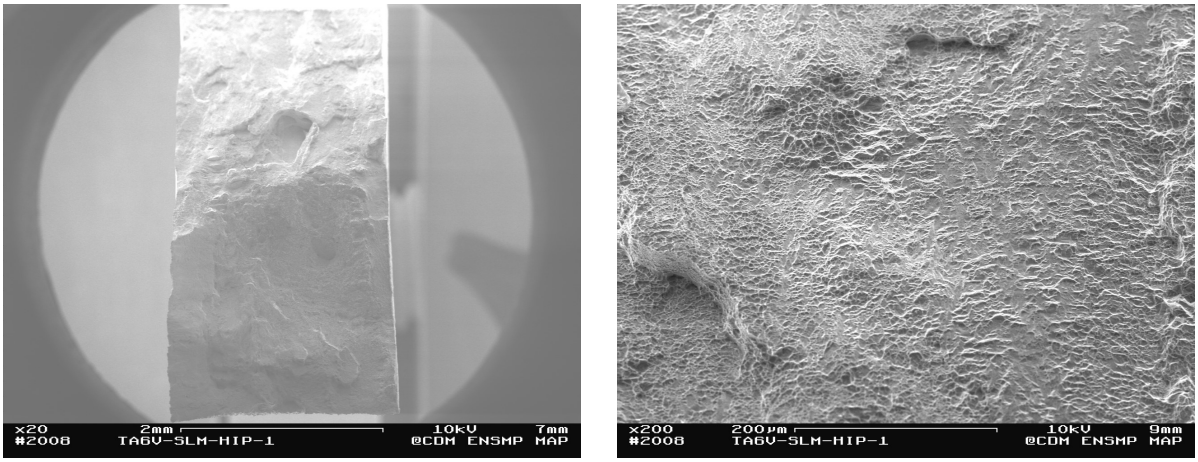
(f) Faciès de rupture de la paramétrie C traitée HT



(g) Faciès de rupture de la paramétrie SLM brut

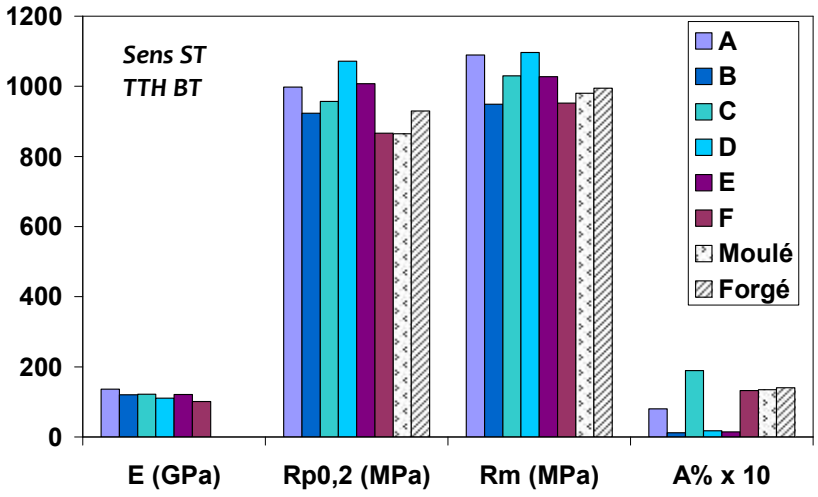


(h) Faciès de rupture de la paramétrie SLM traitée HT

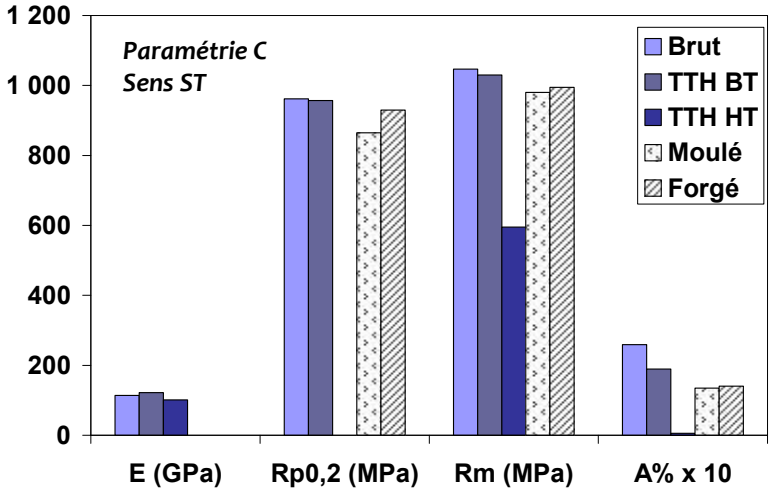


(i) Faciès de rupture de la paramétrie SLM traitée HIP

Figure 168 - Faciès de rupture des éprouvettes de traction du TA6V obtenu par DMD et SLM



(a)



(b)

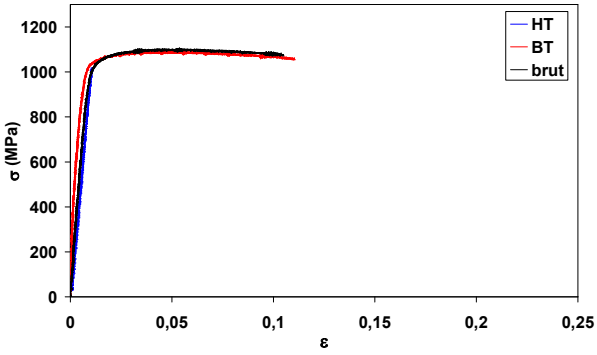
Figure 169 - Comparaison des caractéristiques en traction du TA6V obtenu par projection laser (a) en fonction de la paramétrie choisie (sens ST, traitement thermique BT) et (b) en fonction du traitement thermique appliqué (condition C, sens ST)

PARAMETRIE	E (GPa) *Extensomètre à couteaux* (*)	E (GPa) *Méthode vibratoire*	$Rp_{0.2}$ (MPa) (*)	Rm (MPa) (*)	A (%) (*)
A (colonnaire, α')					
ST					
Brut	**119 ± 9**	**118**	**1012 ± 3**	**1113 ± 4**	**8 ± 1**
Traité BT	**136 ± 9**	**115**	**998 ± 36**	**1089 ± 3**	**8 ± 2**
Traité HT	**105 ± 2**	**-**	**-**	**911 ± 70**	**0,8 ± 0,1**
SL					
Brut	**116 ± 4**	**119**	**1043 ± 24**	**1160 ± 2**	**6 ± 1**
Traité BT	**112 ± 9**	**118**	**1088 ± 19**	**1157 ± 13**	**5 ± 1**
Traité HT	**101 ± 4**	**-**	**-**	**910 ± 48**	**0,8 ± 0,04**
B (équiaxe, α')					
ST					
Brut	**133 ± 13**	**109**	**1048 ± 7**	**1099 ± 13**	**1,5 ± 0,2**
Traité BT	**120 ± 10**	**112**	**923 ±151**	**948 ± 163**	**1,2 ± 0,3**
Traité HT	**-**	**-**	**-**	**-**	**-**
C (colonnaire, α+β)					
ST					
Brut	**114 ± 3**	**126**	**961 ± 10**	**1046 ± 2**	**22 ± 4**
Traité BT	**122 ± 10**	**123**	**957 ± 3**	**1030 ± 5**	**17 ± 4**
Traité HT	**98 ± 7**		**-**	**595 ± 51**	**0,5 ± 0,02**
SL					
Brut	**120 ± 42**	**116**	**1040 ± 18**	**1116 ± 20**	**11 ± 3**
Traité BT	**107 ± 6**	**119**	**1029 ± 6**	**1105 ± 19**	**10 ± 1**
Traité HT	**106**		**-**	**772**	**0,7**
D (équiaxe, α+β)					
ST					
Brut	**114 ± 6**	**123**	**1094 ± 4**	**1125 ± 2**	**2,2 ± 0,4**
Traité BT	**111 ± 3**	**122**	**1071 ± 27**	**1096 ± 34**	**1,7 ± 0,3**
Traité HT	**101 ± 1**		**-**	**630 ± 67**	**0,6 ± 0,08**
E (colonnaire, α')					
ST					
Brut	**119 ± 3**	**121**	**1023 ± 13**	**1044 ± 25**	**1,3 ± 0,2**
Traité BT	**121 ± 2**	**125**	**1007 ± 11**	**1028 ± 6**	**1,4 ± 0,2**
Traité HT	**110 ± 16**		**1112 ± 18**	**1136 ± 13**	**1,9 ± 0,3**
F (équiaxe, α+β)					
ST					
Brut	**109 ± 7**	**120**	**865 ± 9**	**980 ± 6**	**17 ± 4**
Traité BT	**101 ± 4**	**121**	**866 ± 11**	**952 ± 12**	**13 ± 6**
Traité HT	**95 ± 2**		**1041 ± 30**	**1115 ± 17**	**7 ± 1**
Fusionné SLM					
SL					
Brut	**95 ± 4**		**1109 ± 6**	**1174 ± 2**	**7 ± 1**
Traité BT	**85 ± 5**		**1026 ± 12**	**1083 ± 2**	**14 ± 3**
Traité HT	**96 ± 8**		**1005 ± 11**	**1073 ± 4**	**5 ± 1**
Traité HIP (920°C/2h - 1000bar)	**97±2**		**881 ± 9**	**970 ± 5**	**18 ± 2**
Conventionnel coulé			**865**	**980**	**13,5**
Conventionnel forgé			**930**	**995**	**14**

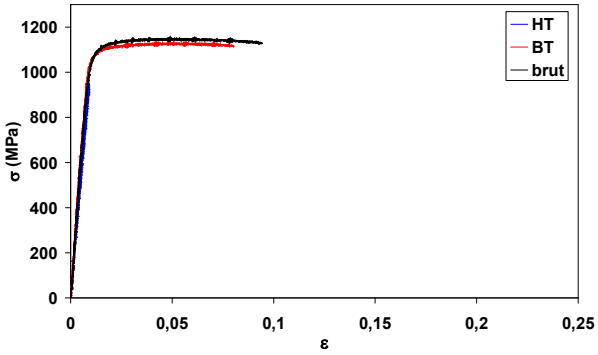
(*) Valeur moyenne à partir des résultats de trois éprouvettes identiques

Tableau 43 - Récapitulatif des essais de traction réalisés sur les optima de projection et fusion sélective par laser du TA6V

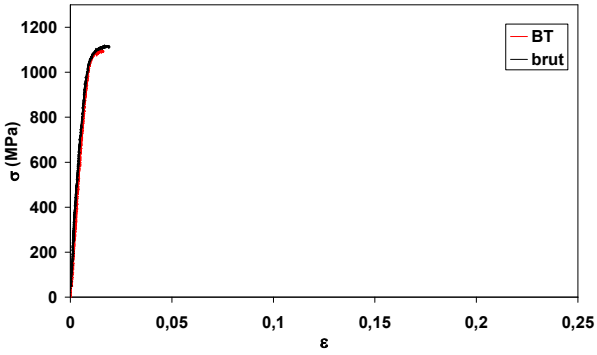
Paramétrie A monocordon Limoges : P350V800Dm3
Colonnaire α'
Sens ST



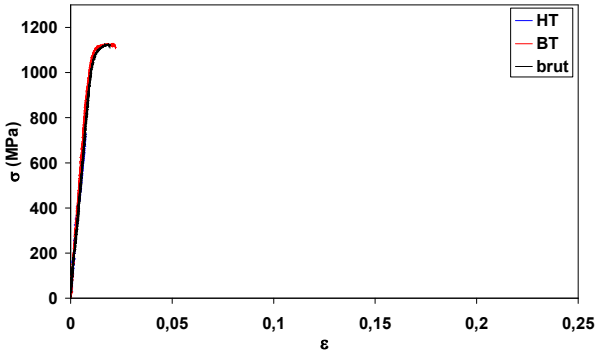
Paramétrie A monocordon Limoges : P350V800Dm3
Colonnaire α'
Sens SL



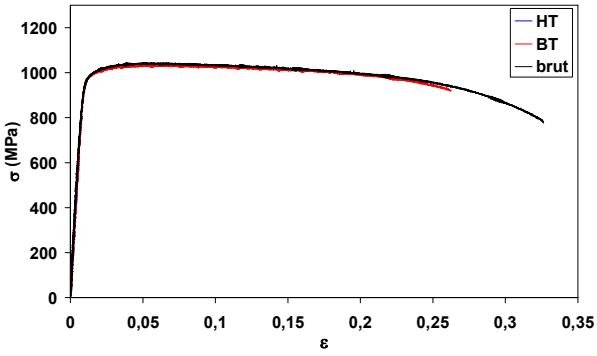
Paramétrie B monocordon Limoges : P200V400Dm1
Equiaxe α'
Sens ST



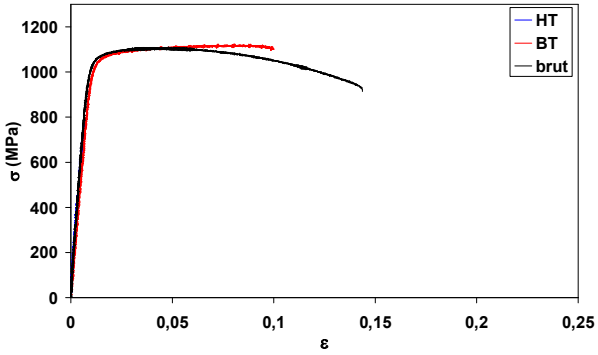
Paramétrie D monocordon Limoges : P350V400Dm3
Equiaxe α+β
Sens ST



Paramétrie C monocordon Limoges : P500V400Dm1
Colonnaire α+β
Sens ST



Paramétrie C monocordon Limoges : P500V400Dm1
Colonnaire α+β
Sens SL



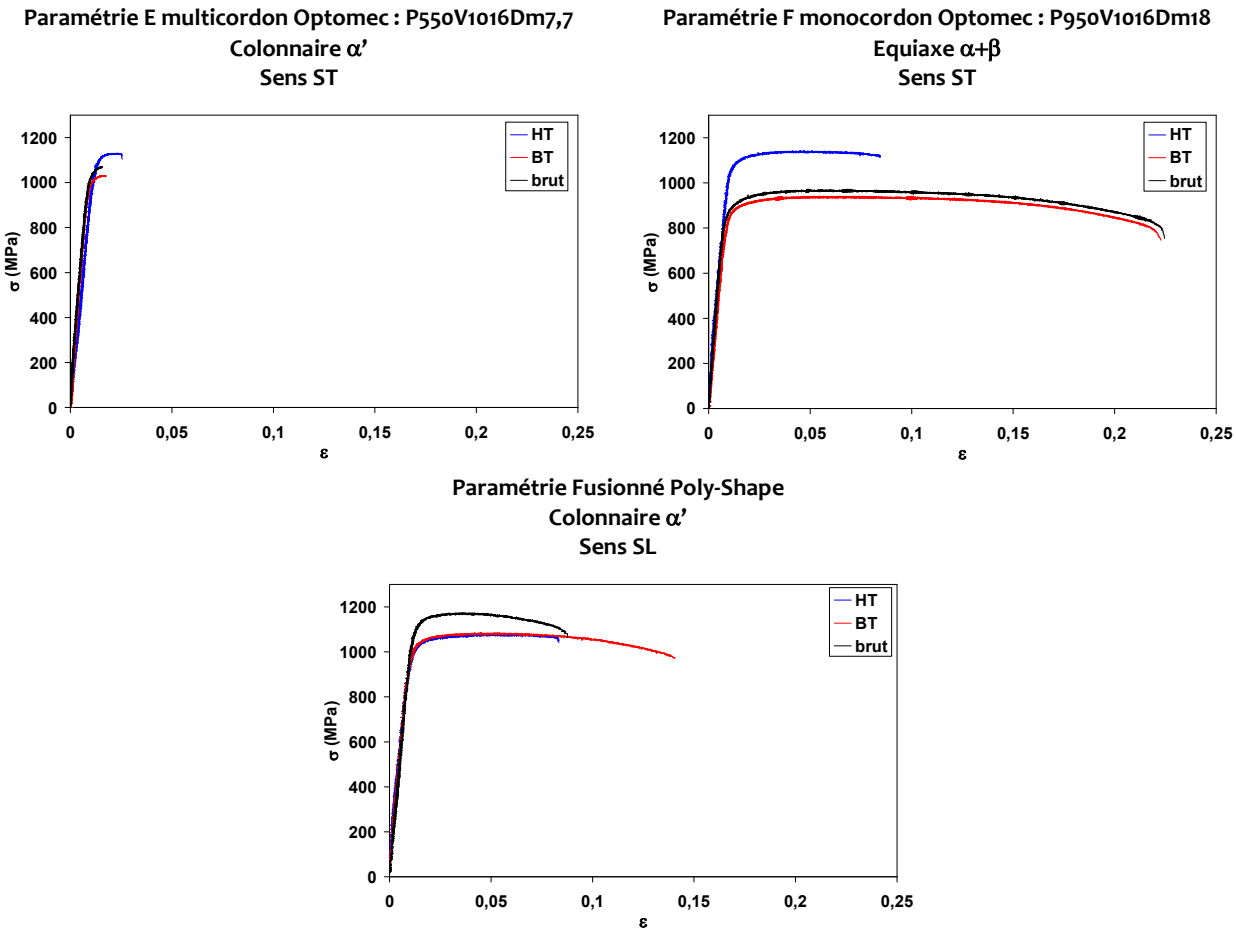


Figure 170 - Courbes contrainte-déformation obtenues à l'issue des essais de traction réalisés sur les optima de projection et fusion sélective par laser du TA6V

6.2.2 CARACTERISATION MECANIQUE DE L'INCONEL 718

6.2.2.1 Propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication

Le matériau brut de fabrication possède une résistance assez basse couplée à un allongement à rupture assez élevé comparativement aux propriétés du matériau conventionnel coulé comme forgé. Celui-ci peut effectivement atteindre 45% au maximum dans le cas d'éprouvettes DMD de paramétrie J. Cet allongement élevé peut s'expliquer par l'absence ou la faible précipitation de phases durcissantes γ' et γ'' dans le brut de fabrication (chapitres 2 et 3), aussi bien pour le procédé DMD que SLM.

Ceci peut paraître surprenant étant donné le caractère fragilisant des phases de Laves présentes dans le matériau brut de fabrication qui tendent à diminuer la ductilité de l'IN718. Rappelons en effet que les phases de Laves sont généralement responsables d'une diminution de la résistance et de la ductilité en traction, de la ténacité et des propriétés en fatigue et en fluage [JAN05, SCH91].

Il semble donc que les phases de Laves générées par fabrication directe ne soient pas pénalisantes dans le matériau brut de fabrication vis à vis des propriétés mécaniques compte tenu de leur morphologie, de leur taille et de leur fraction volumique. Des résultats similaires menés dans la littérature ont montré l'influence de la nature des phases de Laves sur leur degré de nocivité [JAN05]. La faible résistance mécanique du matériau brut de fabrication a pour origine l'absence ou la faible proportion de précipités durcissants dans les échantillons bruts de projection comme nous l'avons vu au chapitre 3. En effet, les mesures de dureté (Tableau 40) confirment la faible proportion de phases durcissantes dans l'IN718 brut de fabrication.

6.2.2.2 Propriétés mécaniques après traitements thermiques

D'une façon générale, les caractéristiques mécaniques des éprouvettes en IN718 issues de la fabrication directe et traitées thermiquement présentent des caractéristiques en traction intermédiaires entre les propriétés du matériau coulé et forgé, parfois même supérieures à celles du forgé (Tableau 45, Figure 172a, Figure 173). Des résultats similaires sont obtenus dans la littérature pour de l'IN718 projeté laser [XIA08].

L'influence des traitements thermiques est notable (Tableau 45, Figure 172b, Figure 173). En effet, les deux traitements optimisés dans le cadre de cette étude permettent d'obtenir un bon compromis entre la résistance mécanique et la ductilité du matériau. On note que le traitement à basse température constitué d'un double revenu standard (DR long) permet déjà d'améliorer remarquablement les propriétés mécaniques en traction alors que les résidus de phases de Laves demeurent au sein de la microstructure. Le traitement à haute température qui vise à homogénéiser la microstructure brute de fabrication apporte un accroissement supplémentaire des propriétés mécaniques en termes de résistance mécanique et parfois même en termes d'allongement comparé au traitement BT, sans toutefois atteindre la ductilité du brut de fabrication.

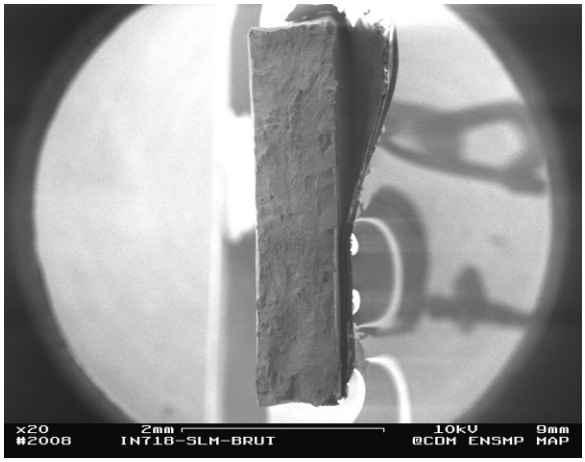
Nous avons vu précédement que les phases de Laves ne semblaient pas nocives du point de vue des propriétés de traction dans l'IN718 brut de fabrication. Les traitements thermiques BT et HT diminuent l'allongement à rupture du fait de l'accroissement de résistance mécanique qu'ils apportent. On note néanmoins que pour la plupart des paramétries, l'allongement est minimal pour le traitement BT et augmente légèrement pour le traitement HT. Cette différence d'allongement à rupture entre le BT et le HT s'explique vraisemblablement par les résidus de phases de Laves non dissous qui fragilisent le matériau dans le cas du traitement BT. L'absence de nocivité des phases de Laves à l'état brut de fabrication peut alors s'expliquer par le fait que ces défauts ne sont pas soumis à de fortes contraintes lors de la sollicitation en traction puisqu'ils sont entourés d'une matrice molle car pauvre en phases durcissantes γ' et γ''.

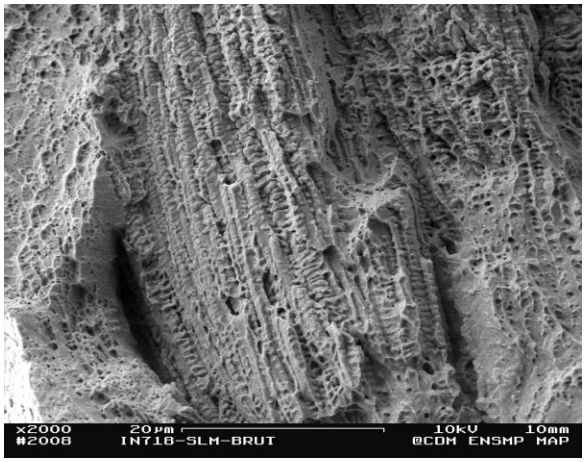
La mesure du taux d'oxygène par fusion réductrice et détection IR dans deux ébauches de la paramétrie J brute et traitée HT (Tableau 44) indique que le traitement thermique à haute température n'induit pas de contamination comme celle observée pour les ébauches en TA6V : l'IN718 est moins avide d'oxygène que le TA6V.

Paramétrie	J Brut	J traité HT
Taux d'oxygène (ppm)	97	77

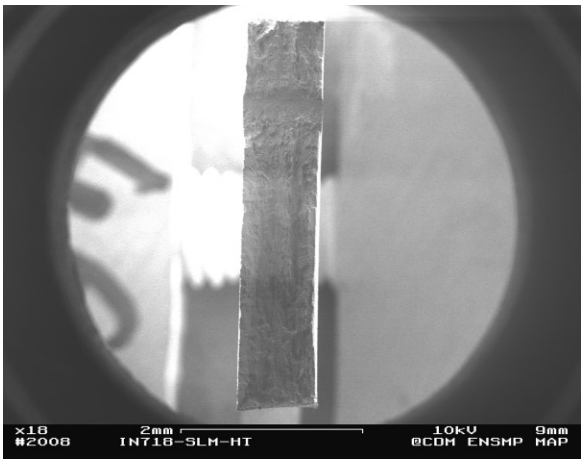
Tableau 44 - Influence du traitement thermique haute température HT sur la contamination en oxygène dissous de la paramétrie J (mesure par fusion réductrice et détection IR)

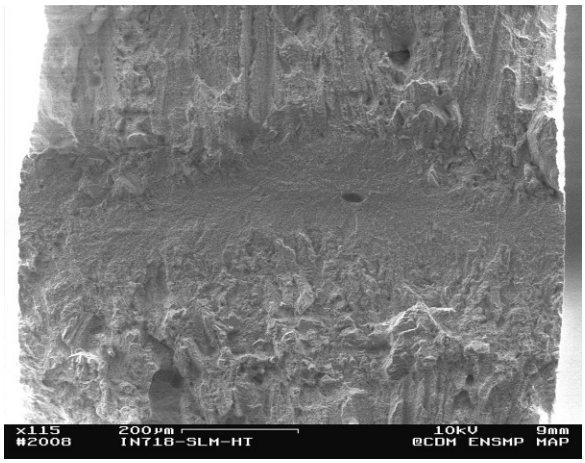
L'observation des faciès de rupture menée sur les paramétries G et SLM montre la présence récurrente de porosités sphériques (Figure 171). Les éprouvettes SLM à l'état brut de fabrication révèlent la microstructure dendritique observée sur les coupes métallographiques (chapitre 3) (Figure 171 a). L'éprouvette SLM traitée HT présente un amorçage de la rupture au niveau de la zone de reprise qui avait été décrite au chapitre 3 lors de l'analyse des coupes métallographiques (Figure 171 b). Le faciès de rupture des éprouvettes G brutes et traitées BT et HT témoigne d'une rupture ductile (Figure 171 c, d, e).. De plus, le faciès de l'éprouvette G traitée BT révèle la présence de « déchirures » au fond des cupules qui semblent être liées à la subsistance de phases de Laves non dissoutes (Figure 171d).



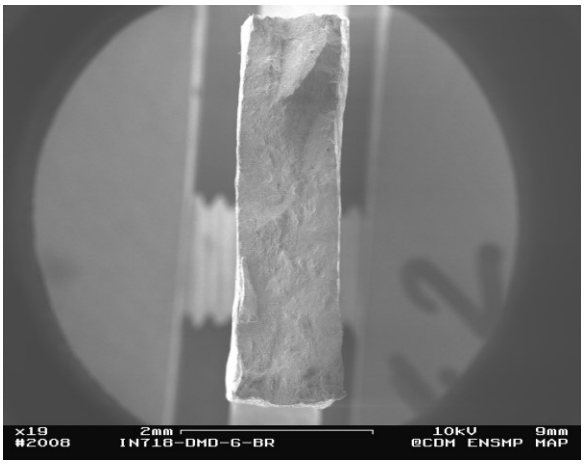


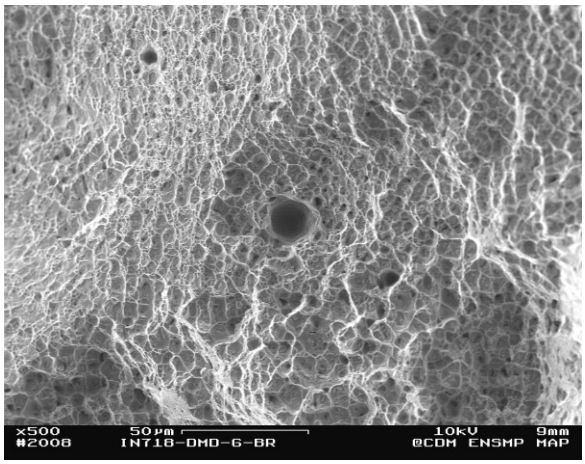
(a) Faciès de rupture de la paramétrie SLM brute de fabrication



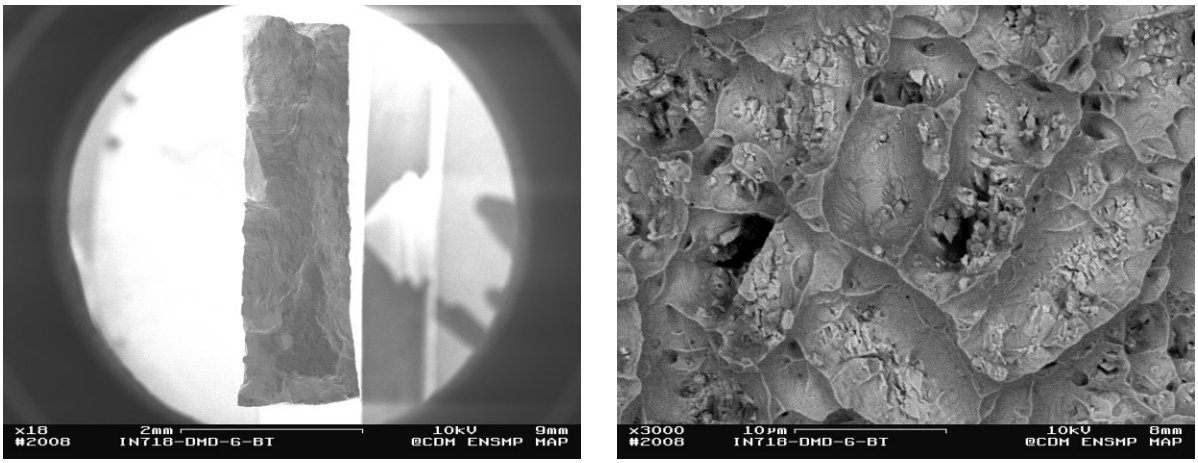


(b) Faciès de rupture de la paramétrie SLM traitée HT

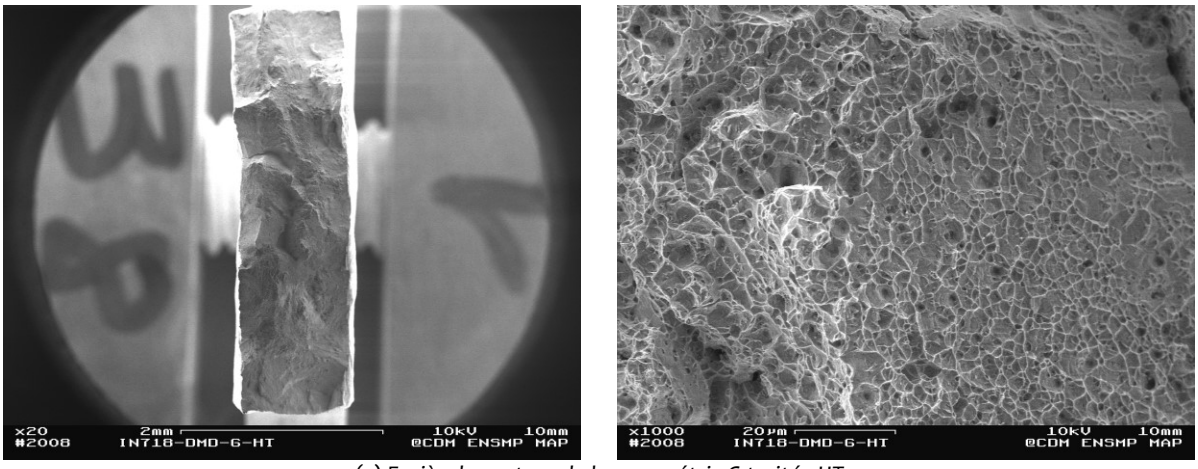




(c) Faciès de rupture de la paramétrie G brute de fabrication

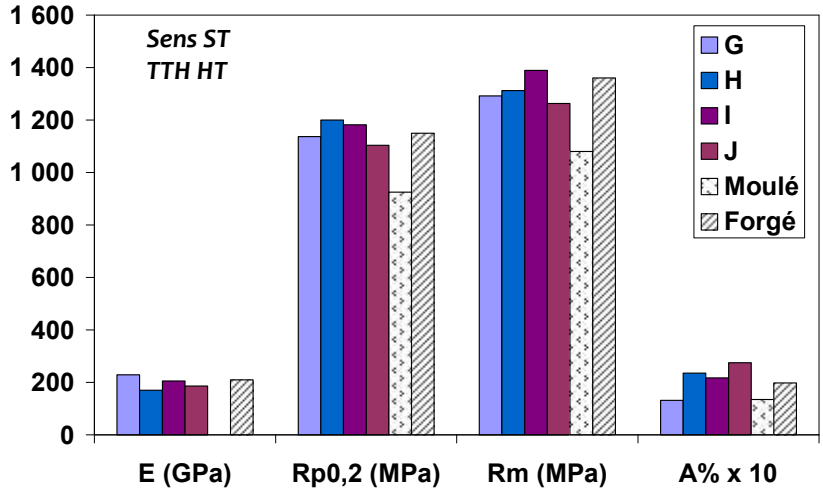


(d) Faciès de rupture de la paramétrie G traitée BT

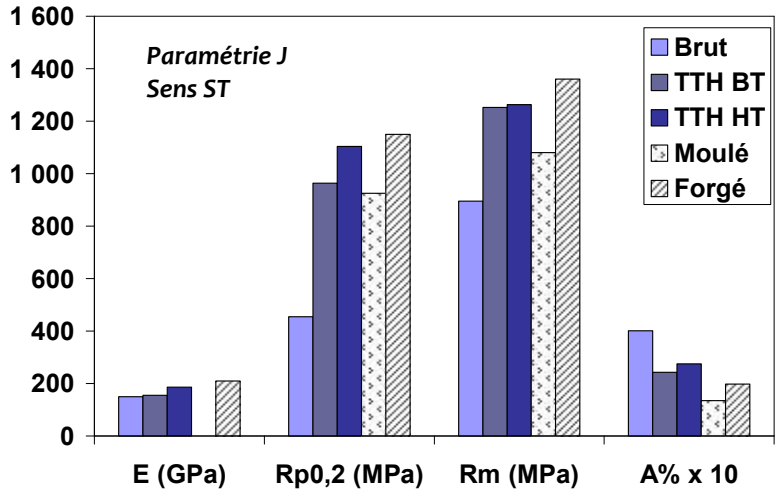


(e) Faciès de rupture de la paramétrie G traitée HT

Figure 171 - Faciès de rupture des éprouvettes de traction de l' IN718 obtenu par projection laser (DMD, sens ST) et par fusion sélective laser (SLM, sens SL)



(a)



(b)

Figure 172 - Comparaison des caractéristiques en traction de l'IN718 obtenu par projection laser (a) en fonction de la paramétrie choisie (sens ST, traitement thermique HT) (b) en fonction du traitement thermique appliqué (condition J, sens ST)

PARAMETRIE	E (GPa) *Extensomètre à couteaux* (*)	E (GPa) *Méthode vibratoire*	E (GPa) *Jauge de déformation*	$Rp_{0.2}$ (MPa) (*)	Rm (MPa) (*)	A (%) (*)
G						
ST						
Brut	**154 ± 32**	**216**		**496 ± 18**	**930 ± 10**	**26 ± 7**
Traité BT	**224 ± 7**	**226**		**974 ± 19**	**1278 ± 17**	**18 ± 0,8**
Traité HT	**228 ± 19**	**208**		**1136 ± 10**	**1292 ± 4**	**13 ± 3**
H						
ST						
Brut	**129 ± 12**	**127**		**508 ± 11**	**818 ± 51**	**21 ± 7**
Traité BT	**122 ± 10**	**124**		**973 ± 20**	**1145 ± 10**	**18 ± 2**
Traité HT	**148 ± 47**	**131**	**152**	**1155 ± 60**	**1248 ± 109**	**18 ± 7**
SL						
Brut	**166 ± 41**	**180**		**508 ± 13**	**900 ± 14**	**31 ± 7**
Traité BT	**161 ± 14**	**177**		**1012 ± 8**	**1280 ± 23**	**15 ± 6**
Traité HT	**142 ± 13**	**174**	**165**	**1169 ± 36**	**1288 ± 27**	**14 ± 9**
I						
ST						
Brut	**238**	**216**		**850**	**1049**	**32**
Traité BT	**215 ± 7**	**216**		**1144 ± 9**	**1441 ± 34**	**14 ± 4**
Traité HT	**204 ± 5**	**223**	**216**	**1181 ± 23**	**1389 ± 22**	**21 ± 2**
J						
ST						
Brut	**149 ± 27**	**192**		**455 ± 9**	**895 ± 2**	**40 ± 3**
Traité BT	**155 ± 8**	**205**		**963 ± 8**	**1251 ± 9**	**24 ± 1**
Traité HT	**174 ± 14**	**196**	**183**	**1070 ± 43**	**1257 ± 6**	**26 ± 1**
Fusionné SLM						
SL						
Brut	**150**		**173**	**634 ± 27**	**992 ± 6**	**23 ± 2**
Traité BT	**205 ± 22**	**192**		**1205 ± 27**	**1229 ± 15**	**1,2 ± 0,1**
Traité HT	**180 ± 4**	**189**		**1184 ± 12**	**1254 ± 55**	**1,5 ± 0,2**
Conventionnel coulé				**925**	**1080**	**13,5**
Conventionnel forgé				**1150**	**1360**	**19,8**

(*) Valeur moyenne à partir des résultats de trois éprouvettes identiques

Tableau 45 - Récapitulatif des essais de traction réalisés sur les optima de projection et fusion sélective par laser de l'IN718

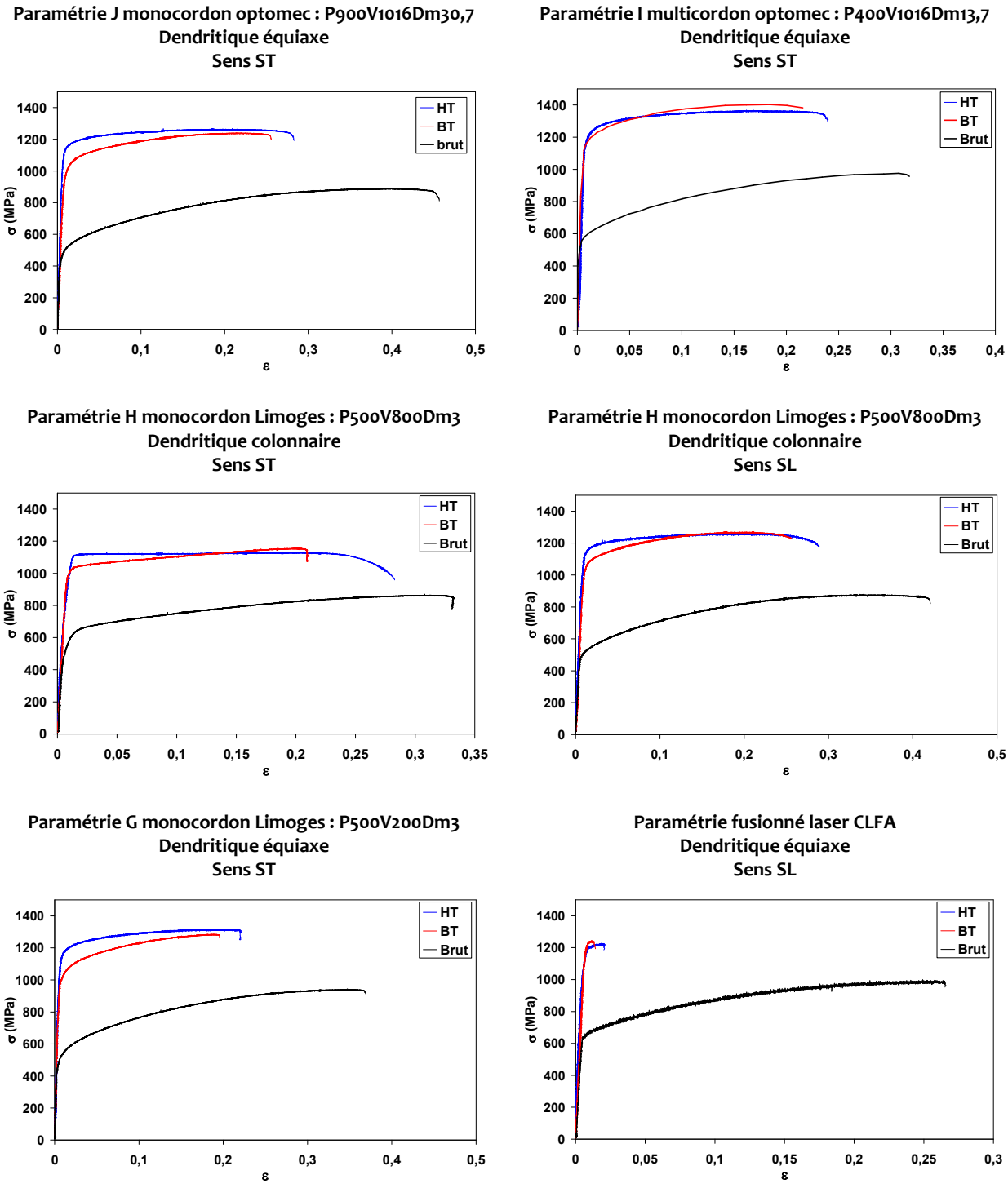


Figure 173 – Courbes contrainte-déformation obtenues à l'issue des essais de traction réalisés sur les optima de projection et fusion sélective par laser de l'IN718

6.2.3 CARACTERISATION MECANIQUE DE L'AlSi10Mg

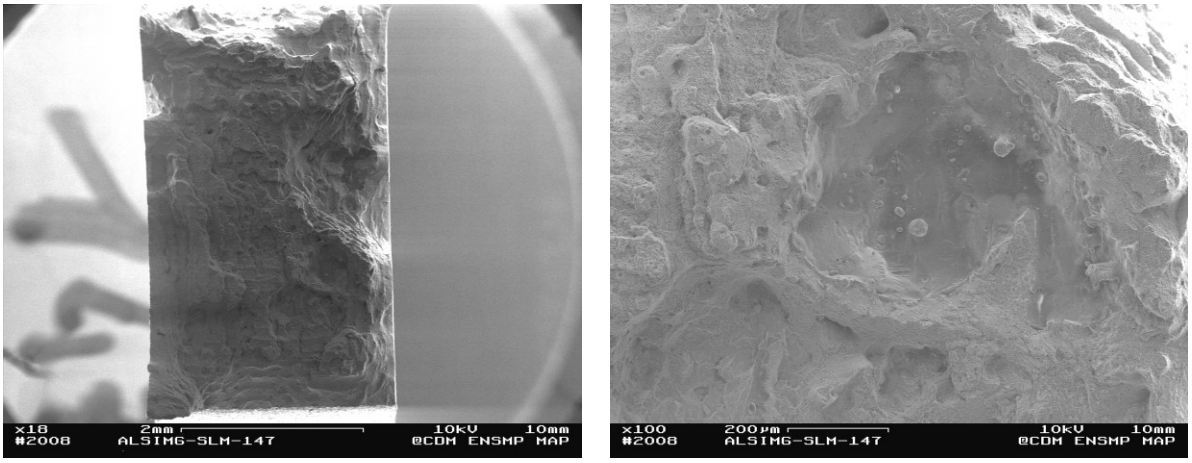
Les échantillons en alliage d'aluminium fournis par la société Poly-Shape ont été testés en traction selon le sens ST et SL respectivement perpendiculairement et parallèlement aux couches.

Quelque soit l'éprouvette (traitement thermique, sens de sollicitation), les propriétés du matériau sont toujours supérieures au matériau coulé en coquille sauf pour le module d'Young qui reste toujours inférieure à la valeur conventionnelle (Tableau 46).

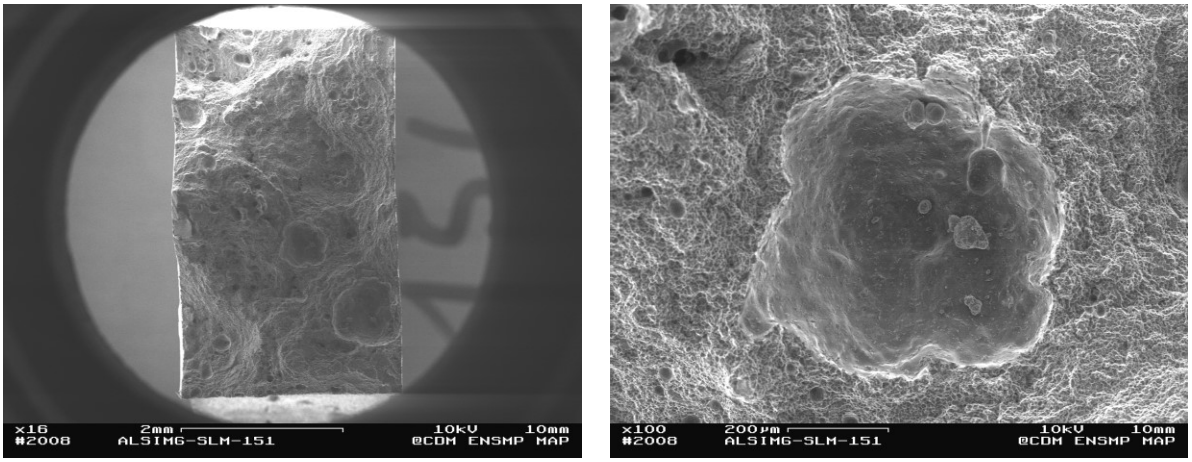
Le matériau brut de fabrication présente des propriétés différentes selon qu'il s'agisse du sens ST ou SL. En effet, le module d'élasticité et l'allongement à rupture sont plus importants dans le cas des éprouvettes sollicitées dans le sens long SL. Il semble au vu de ces tendances que les défauts sont moins nombreux ou moins nocifs dans le sens SL que dans le sens ST car E et A% sont sensibles aux défauts.

L'application du traitement thermique standard T6 engendre une forte amélioration de la ductilité dans le sens SL et une dégradation dans le sens ST. Ainsi, pour le sens SL, le module d'élasticité et la ductilité du matériau sont augmentés par rapport au matériau brut de fabrication. L'allongement à rupture passe même de 5 à 16% environ alors que le matériau conventionnel de fonderie traité T6 présente un allongement de seulement 1%. On note un changement de comportement du matériau lors de la traction : on n'observe plus le phénomène d'écrouissage sur les éprouvettes traitées thermiquement contrairement aux éprouvettes brutes (Figure 175).

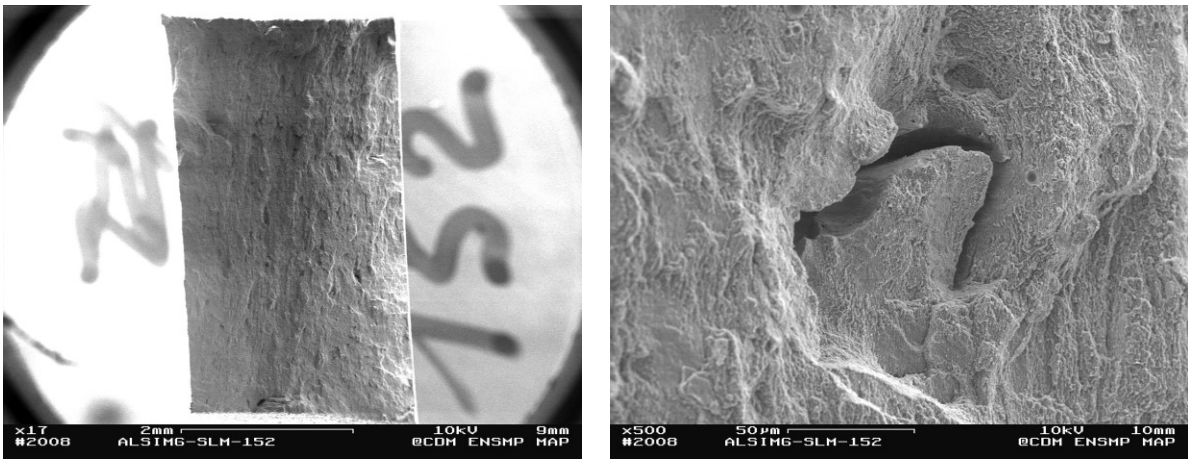
Les faciès de rupture révèlent la présence de petites porosités sphériques, déjà observées sur les coupes métallographiques (chapitre 3), qui sont parfois tapissées d'un film d'oxyde (alumine). Cela prouve que le gaz occlus véhicule suffissement d'oxygène pour oxyder le métal fondu. On note que l'éprouvette traitée TL, sens SL présente un faciès particulièrement ductile (Figure 174d), ce qui est en accord avec les allongements à rupture observés. Pour l'ensemble des éprouvettes, l'origine de la rupture revêt systématiquement une large plage oxydée correspondant à un manque de fusion entre couches que l'on observe sur les coupes métallographiques (chapitre 3), laquelle constitue une importante discontinuité de matière. Selon le sens de sollicitation ST ou SL, le défaut d'amorçage a soit respectivement la forme d'un « cratère » (Figure 174 a et b) ou bien d'une fissure en cuvette (Figure 174 c et d). On observé le plus souvent au niveau du défaut d'amorçage la présence de poudres non fondues (Figure 174 a et b).



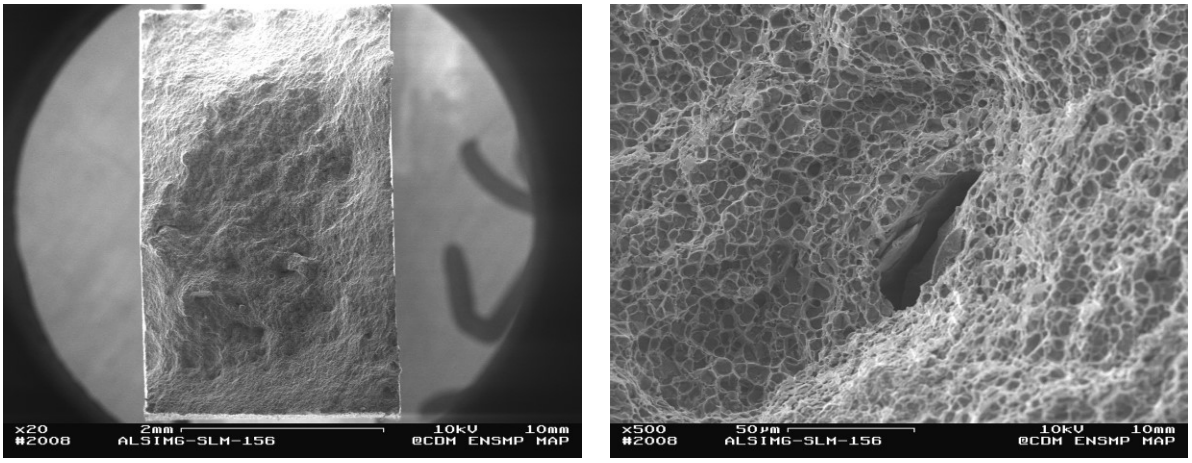
(a) Faciès de rupture de la paramétrie SLM brute de fabrication, sens ST



(b) Faciès de rupture de la paramétrie SLM traitée T6, sens ST



(c) Faciès de rupture de la paramétrie SLM brute de fabrication, sens SL



(d) Faciès de rupture de la paramétrie SLM traitée T6, sens SL

Figure 174 - Faciès de rupture des éprouvettes de traction de l'AlSi10Mg obtenues par fusion sélective par laser

PARAMETRIE	E (GPa) *Extensomètre à couteaux* (*)	$Rp_{0.2}$ (MPa) (*)	Rm (MPa) (*)	A (%) (*)
ST				
Brut	**51 ± 2**	**276 ± 1**	**373 ± 26**	**2,3 ± 0,5**
Traité T6	**58 ± 2**	**296 ± 12**	**311 ± 8**	**1,4 ± 0,5**
SL				
Brut	**61 ± 2**	**267 ± 27**	**394 ± 55**	**5,4 ± 0,3**
Traité T6	**68 ± 6**	**271 ± 2**	**318 ± 2**	**16,8 ± 0,5**
Conventionnel coulé coquille : D357, traité T6 (référence Dassault Aviation)	**70**	**>220**	**>280**	**>3**

(*) Valeur moyenne à partir des résultats de trois éprouvettes identiques

Tableau 46 - Récapitulatif des essais de traction réalisés sur les éprouvettes Poly-Shape de fusion sélective par laser en AlSi10Mg

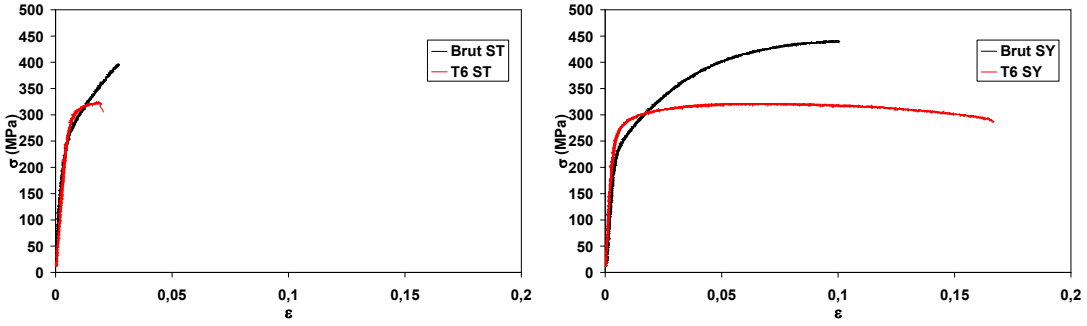


Figure 175 – Courbes contrainte-déformation obtenues à l'issue des essais de traction réalisés sur les éprouvettes Poly-Shape de fusion sélective par laser en AlSi10Mg

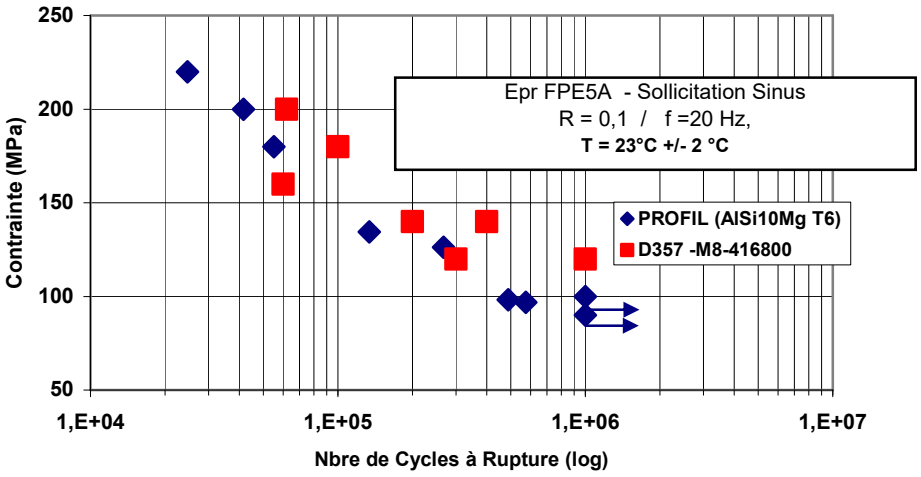


Figure 176 – Courbe contrainte-nombre de cycles à rupture obtenue suite aux essais de fatigue oligo-cyclique à l'ambiante réalisés sur 9 éprouvettes d'AlSi10Mg en SLM traitées T6 comparés à ceux réalisés sur un alliage similaire (D357) obtenu par fonderie traité T6 (travaux Dassault Aviation)

6.3 CONCLUSION DU CHAPITRE

Les murs obtenus par fabrication directe peuvent présenter des inhomogénéités microstructurales : les phases en présence ainsi que la taille et la morphologie des grains peuvent varier au sein de celui-ci (chapitre 3). Ceci est a fortiori d'autant plus vrai pour une pièce dont l'histoire thermique est plus complexe que celle subi par le mur lors de sa construction (chapitre 7). Cette histoire thermique particulière (chapitre 3) est également à l'origine de contraintes résiduelles ou de distorsions résiduelles dans les pièces et murs obtenus par fabrication directe.

Il convient alors d'envisager des traitements thermiques post-fabrication afin de pallier les conséquences des conditions thermiques inhérentes à la fabrication directe. Pour les deux matériaux étudiés (TA6V et IN718), deux stratégies ont été adoptées pour l'optimisation des traitements thermiques :

- une stratégie pour les pièces fortement sollicitées dont le but est d'améliorer les propriétés mécaniques. Ce traitement comprend un traitement d'homogénéisation de la microstructure réalisé à haute température suivi d'une trempe énergétique puis d'un recuit. L'obtention d'un optimum des propriétés mécaniques se fait au détriment des distorsions résiduelles qui peuvent apparaître suite à la montée à haute température.
- une stratégie pour les pièces faiblement sollicitées dont le but est de détensionner la microstructure sans viser nécessairement l'obtention de propriétés mécaniques optimales.

Pour les deux matériaux, un traitement d'homogénéisation et un traitement de détensionnement ont ainsi été déterminés.

Les optima de fabrication directe de projection laser et de fusion sélective par laser présentés aux chapitres 3 et 5 ont ensuite été testés en traction à l'ambiante, à l'état brut de fabrication et traités thermiquement selon les traitements d'homogénéisation et de détensionnement définis précédemment.

Les résultats montrent que les propriétés en traction dépendent de la paramétrie utilisée, du sens de sollicitation par rapport à l'axe de construction, ainsi que des traitements thermiques appliqués.

En ce qui concerne le TA6V, le matériau à l'état brut de fabrication directe est généralement plus résistant que le matériau forgé mais présente une ductilité souvent insuffisante. Néanmoins pour certaines paramétries, les propriétés en traction à l'état brut de fabrication sont comparables voire supérieures à celles du matériau forgé en termes de résistance et de ductilité. La présence de phases hors d'équilibre, les vitesses de trempe élevées induites par les procédés de fabrication directe, la contamination en oxygène, la finesse des microstructures, la hauteur de zone refondue et l'orientation cristalline semblent être des facteurs qui concourent à l'obtention des propriétés en traction, parfois remarquables pour certaines paramétries, du TA6V obtenu par fabrication directe.

En revanche, l'application de traitements thermiques, quelque soit la paramétrie de procédé utilisée, tend à dégrader les propriétés mécaniques. La contamination en oxygène durant le traitement thermique haute température explique partiellement cet abattement des propriétés en traction.

Les propriétés de traction de l'Inconel 718 à l'état brut de projection sont inférieures à celles du matériau obtenu par fonderie, et ce quelque soit la paramétrie utilisée, du fait de la faible quantité de phases durcissantes γ' et γ''. En revanche, l'application des traitements thermiques conduit à des propriétés équivalentes voire supérieures à celles du matériau forgé.

L'alliage d'aluminium de fonderie AlSi10Mg obtenu par fusion sélective par laser a été testé en traction et en fatigue oligocyclique. Les propriétés en statique et en dynamique sont équivalentes à celles du matériau obtenu par fonderie, et ce même à l'état brut de fabrication en ce qui concerne les propriétés de traction.

L'origine de la rupture (observée sur les faciès des éprouvettes) est très souvent des défauts de fabrication tels que des porosités de gaz occlus, des manques de liaison entre couches ou bien des manques de matière ou de fusion.

7 APPLICATIONS INDUSTRIELLES

7 APPLICATIONS INDUSTRIELLES 256

7.1 REALISATION DE DEMONSTRATEURS PAR FABRICATION DIRECTE 257
7.2 EXPERTISE METALLURGIQUE DE PIECES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE 258
7.2.1 *Pièces obtenues par fusion selective par laser* 258
7.2.1.1 Porte moteur F7X en AlSi10Mg 258
7.2.1.2 Support d'équipement en TA6V 263
7.2.2 *Pièces obtenues par projection laser* 267
7.2.2.1 Ferrure Tigre projetée en TA6V 268
7.2.2.2 Ferrure Tigre projetée en IN718 : Expertise d'une âme brute de fabrication 273
7.3 FAISABILITE DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE 275
7.3.1 *Démarche utilisée pour la fabrication directe de pieces saines* 275
7.3.2 *Etude économique de la fabrication directe* 277
7.4 CONCLUSION DU CHAPITRE 280

CONCLUSION GENERALE 282

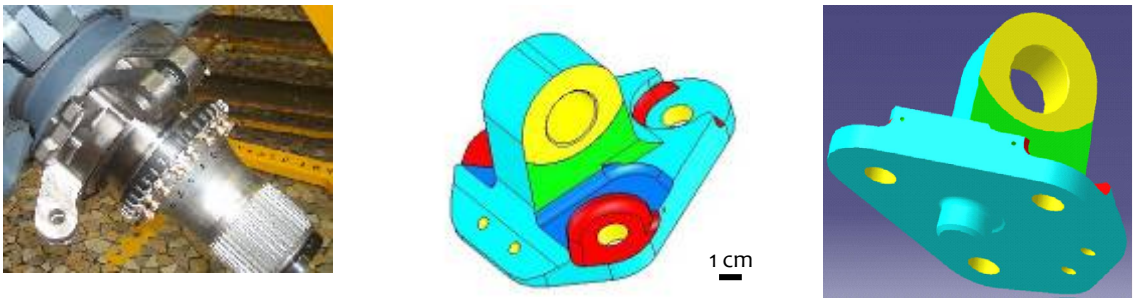
L'objectif du projet PROFIL est d'évaluer le potentiel de deux technologies de fabrication directe, à savoir la projection et la fusion laser, vis à vis des applications aéronautiques. Pour cela, des démonstrateurs, c'est-à-dire des pièces types représentatives d'applications industrielles des partenaires du projet PROFIL, sont construites par projection et/ou fusion laser soit par le Gérailp, soit par des fabricants extérieurs. Ces démonstrateurs sont conventionnellement fabriqués par une autre filière d'élaboration (forge, fonderie, …).

7.1 REALISATION DE DEMONSTRATEURS PAR FABRICATION DIRECTE

En fonction de leur géométrie et de leur dimension, la fabrication des démonstrateurs retenus par les industriels de PROFIL est plus ou moins adaptée à l'une ou l'autre des deux technologies de fabrication directe (SLM et DMD) étudiées dans le cadre de ce projet. Certains démonstrateurs nécessiteraient une reconception car leur géométrie n'est pas adaptée à la construction par fabrication directe, que se soit en projection ou en fusion sélective par laser. La redéfinition des pièces, s'il y a lieu, doit se faire tout en conservant leurs fonctions premières et leurs caractéristiques mécaniques. Dans la mesure du possible, on cherche à limiter les post-traitements en privilégiant une élaboration près des cotes et un fini de surface acceptable (Ra ≈ 3 µm).

Certaines de ces pièces obtenues par fabrication directe ont été expertisées métallurgiquement de manière à évaluer leur santé matière. Après l'obtention d'une paramétrie qui garantit une santé matière (absence d'oxydes et de porosités ouvertes), les pièces seront alors testées sur banc de structure après un HIP, suivi éventuellement d'un traitement thermique et d'un usinage aux cotes. Ces essais structuraux permettront de déterminer les propriétés mécaniques des pièces dans le cas de sollicitations équivalentes à celles subies en service.

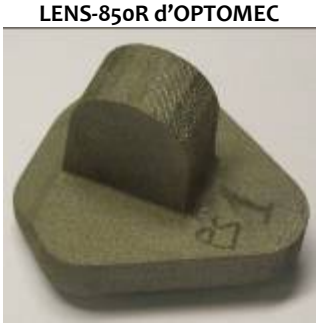
Une des pièces phares du projet PROFIL est une ferrure moteur du Tigre d'Eurocopter (Figure 177). Cette pièce, fortement sollicitée en service, a été sélectionnée en vue d'un essai de structure de référence afin d'établir une comparaison entre la fabrication directe et les procédés conventionnels. Cette pièce conventionnellement en TA6V, est, dans le cadre du projet PROFIL, fabriquée en TA6V et en Inconel 718 par divers fournisseurs aussi bien en SLM qu'en DMD (Figure 178) et sera testée ultérieurement en fatigue sur le banc d'Eurocopter. Les ferrures fabriquées par les divers fournisseurs présentent des stratégies de construction, des temps de fabrication, des qualités dimensionnelles, une santé matière et des rugosités différentes.



(a) Ferrure en TA6V sur moteur du Tigre de chez Eurocopter *(b) Vue supérieure du fichier CAO de la ferrure* *(c) Vue inférieure du fichier CAO de la ferrure*

Figure 177 – Démonstrateur phare du projet PROFIL : ferrure tigre d' Eurocopter

Echelle	**0,75**	**1**	**1**
Matériau	**IN718**	**TA6V**	**IN718**
Procédé	**Projection laser (DMD)**	**Fusion FE (EBM)**	**Projection laser (DMD)**
Fournisseur	**Gérailp**	**ARCAM**	**ENISE**
Machine	**LENS-850R d'OPTOMEC**	**EBMS12 d'ARCAM**	**TrumaForm DMD505 de Trumpf**



Echelle	**1**	**1**	**1**
Matériau	**TA6V**	**IN718**	**TA6V**
Procédé	**Fusion sélective laser (SLM)**	**Fusion sélective laser (SLM)**	**Fusion sélective laser (SLM)**
Fournisseur	**Poly-Shape**	**MB Proto**	**EOS**
Machine	**TrumaForm LF250 de Trumpf**	**Realizer II de MCP**	**EOSINT M270 de EOS**

Figure 178 - Ferrure Tigre d'Eurocopter réalisée au moyen de deux technologies de fabrication directe par divers fournisseurs

7.2 EXPERTISE METALLURGIQUE DE PIECES OBTENUES PAR FABRICATION DIRECTE

7.2.1 PIECES OBTENUES PAR FUSION SELECTIVE PAR LASER

7.2.1.1 Porte moteur F7X en AlSi10Mg

Une écope, également appelée porte moteur central ou entrée d'air, du F7X de chez Dassault Aviation a été réalisée par fusion sélective par laser en AlSi10Mg par le CLFA (Figure 179). En raison de ses dimensions qui excèdent la taille maximale constructible par la machine Trumpf utilisée par le CLFA, la pièce a été produite en deux parties qui ont ensuite été assemblées par soudage conventionnel (Figure 179 b), l'ensemble ayant été recouvert d'une peinture aéronautique par Dassault Aviation (Figure 179c). La pièce a ensuite été montée sur moteur puis testée en vol à l'état brut de fabrication et sans traitement thermique de type T6, car le nombre d'heures de vols (test de 60 heures de vol) et les charges subies ne le justifiaient pas (Figure 179 a).

Expertise métallurgique

Cette pièce a nécessité l'utilisation de supports de construction lors de sa réalisation pour soutenir les plans situés en contre dépouille par rapport à l'axe de construction Z : il s'agit des plans XY situés perpendiculairement par rapport à l'axe de construction (Figure 182).

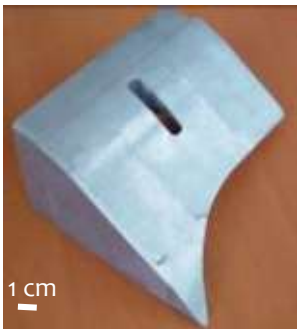
La pièce a été découpée selon plusieurs plans perpendiculaires à son axe de construction de façon à caractériser les plans XY parallèles aux couches et selon plusieurs plans contenant l'axe Z (axe de construction) perpendiculaires aux couches (Figure 182). Qu'il s'agisse des coupes métallographiques réalisées sur la pièce ou sur les murs (chapitre 3), la microstructure observée est dendritique dans tout le

volume de la pièce : cette microstructure s'apparente à une solidification d'un alliage hypoeutectique dont le solide primaire est constitué de dendrites (Al) entourées d'un liquide eutectique binaire L→ (Al) + (Si). Il semble que la solidification soit trop rapide pour atteindre l'eutectique ternaire L→ (Al) + (Si) + Mg_2Si. En effet, à ce stade aucunes observations et analyses n'ont montré l'existence de précipités Mg_2Si. On note en outre la présence de gros précipités pouvant atteindre 50 µm riches en titane, fer, silicium et aluminium.

Les grains ne sont pas visibles sur les coupes métallographiques après attaque chimique. En revanche, l'attaque chimique révèle une juxtaposition de lignes curvilignes révélatrices des bains liquides (**Figure 180**).

(a) Porte moteur central montée sur le F7X de Dassault Aviation

(b) Porte moteur central réalisée en deux parties par le CLFA en SLM



(c) Assemblage des deux parties par soudage et recouvrement de l'ensemble par une peinture

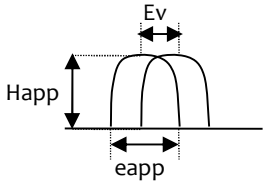
Figure 179 - Porte moteur central du F7X de Dassault Aviation réalisée par fusion sélective par laser en AlSi10Mg par le CLFA

Identification de la stratégie de construction

La stratégie employée par le fabricant pour la réalisation de cette pièce n'est pas connue. Néanmoins, l'observation en microscopie électronique de la surface supérieure des murs ainsi que l'analyse des coupes métallographiques réalisées sur les murs 2D et la pièce 3D ont permis d'identifier la stratégie de construction. Cette stratégie semble identique qu'il s'agisse des murs 2D ou de la pièce 3D. L'observation au MEB de la surface des murs témoigne d'une construction par contour et remplissage (chapitre 3). De plus, le balayage des couches s'effectue par zones. Lors de la consolidation d'une couche, celle-ci est segmentée en petits carrés dans lesquels un balayage des cordons est réalisé (Figure 183). Ces carrés ont approximativement la même dimension pour les murs 2D et la pièce 3D, c'est-à-dire environ 4 mm^2. Cette construction par zones laisse des traces sous forme de lignes parallèles à la direction Z de construction qui sont visibles à l'œil nu sur les coupes métallographiques mais difficilement observables en microscopie. Par ailleurs, les couches sont empilées à 0°/90° : le balayage des cordons dans les zones carrées s'effectue à 0° pour la couche N puis à 90° pour la couche N+1 par rapport au repère de construction (Figure 180).

L'attaque chimique des coupes métallographiques révèlant la trace des bains liquides (Figure 180), leurs dimensions sont aisément identifiées :

- Largeur moyenne eapp du bain : 355 µm
- Hauteur moyenne Happ du bain : 104 µm
- Surface moyenne Sapp du bain : 0,025 mm^2
- Taux de recouvrement T_r entre deux cordons successifs : environ 25%
  Le taux de recouvrement est défini comme suit [BEN07] (Ev = écart vecteur) :



$$T_r = 1 - (Ev / eapp)$$

Le volume important des bains vis à vis de la taille des particules de poudre indique que le diamètre du faisceau laser utilisé pour la construction est relativement grand ou que le faisceau est défocalisé.

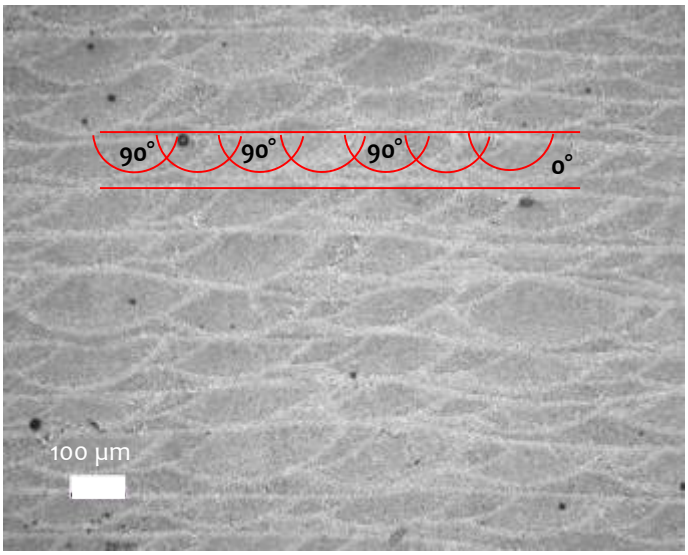


Figure 180 - Coupe métallographique longitudinale XZ d'un mur en AlSi10Mg : observation et représentation schématique de la stratégie 0°/90°

Analyse de la porosité

Le taux volumique de porosité déterminé par la méthode des trois pesées menée sur les murs est inférieur à la limite basse détectable par la technique, soit <0,5% (chapitre 3). En revanche, le taux de porosité de la pièce 3D est plus important comme l'indique les micrographies, notamment sur les coupes parallèles à l'axe Z sur lesquelles on observe des manques de matière (Figure 183). L'origine de ces manques de matière peut être des défauts de mise en couche, un taux de recouvrement entre cordons mal adapté ou bien une stratégie de construction non optimale. Aussi, la porosité associée à de tels défauts est distribuée de manière hétérogène dans la pièce. La méthode des trois pesées réalisée sur un morceau de la pièce indique un taux de porosité égale à 1,56%. Cependant, le calcul de ce taux de porosité total nécessite la connaissance de la valeur de la masse volumique théorique du matériau. Or celle-ci n'est pas connue précisément. Nous avons choisi de prendre la valeur de 2,67 $g.cm^{-3}$ correspondant à la masse volumique d'un alliage équivalent. Trois types de porosités sont rencontrés dans les coupes métallographiques des murs et de la pièce :

- Manque de matière pouvant s'étendre sur une longueur de 1 mm,
- Macroporosité sphérique de 5-10 µm environ,
- Microporosité sphérique (< 1 µm).

Les manques de matière se trouvent essentiellement localisés entre couches et peuvent s'étendre sur une ou plusieurs couches conduisant ainsi à des défauts alignés dans le sens de construction. De plus, les porosités sphériques sont essentiellement localisées au niveau des points de rebroussement c'est à dire au niveau des contours des carrés dans lesquels sont effectués les balayages successifs des cordons ainsi qu'au niveau de l'enveloppe extérieure (contour) de la pièce et des murs. Ce phénomène est particulièrement visible sur les coupes métallographiques XY réalisées sur les murs et sur certaines coupes métallographiques de la pièce (Figure 181). Ceci peut s'expliquer par le fait que ces zones à forte concentration de fines porosités sont refusionnées plusieurs fois et ainsi détiennent une plus grande quantité de gaz occlus.

Sur les coupes XY perpendiculaires à l'axe de construction Z (Figure 183), on observe la construction en zone carrée avec une concentration des porosités parfaitement sphériques au niveau des points de rebroussement et seulement quelques manques de fusion. Sur les coupes parallèles à l'axe de construction Z (**Figure 183**), on peut distinguer un taux de porosité plus important que sur les coupes XY, notamment des manques de matière.

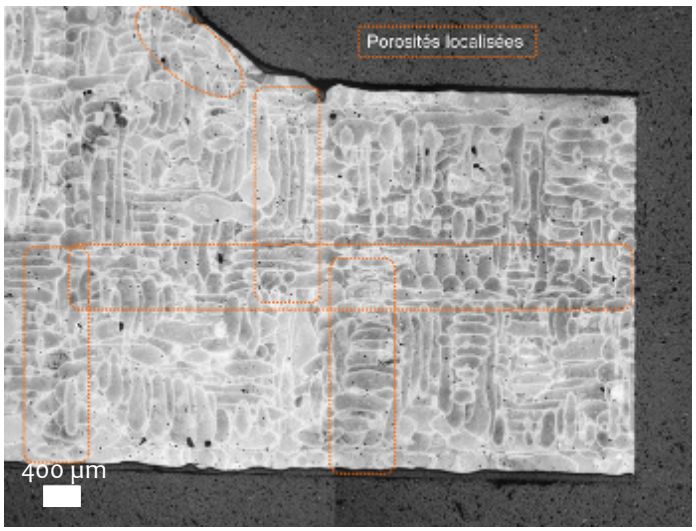


Figure 181 - Porosités sphériques localisées au niveau des points de rebroussement sur la pièce porte moteur central (exemple de la coupe XY3)

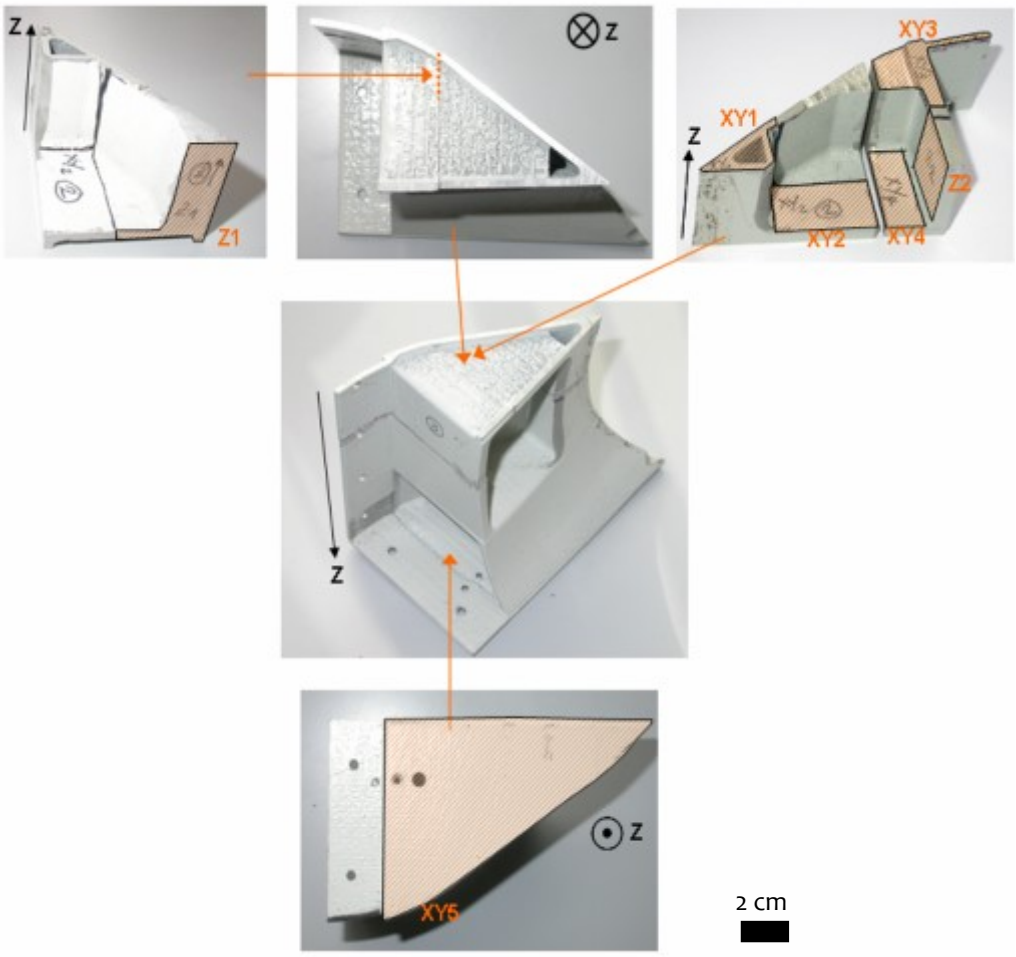
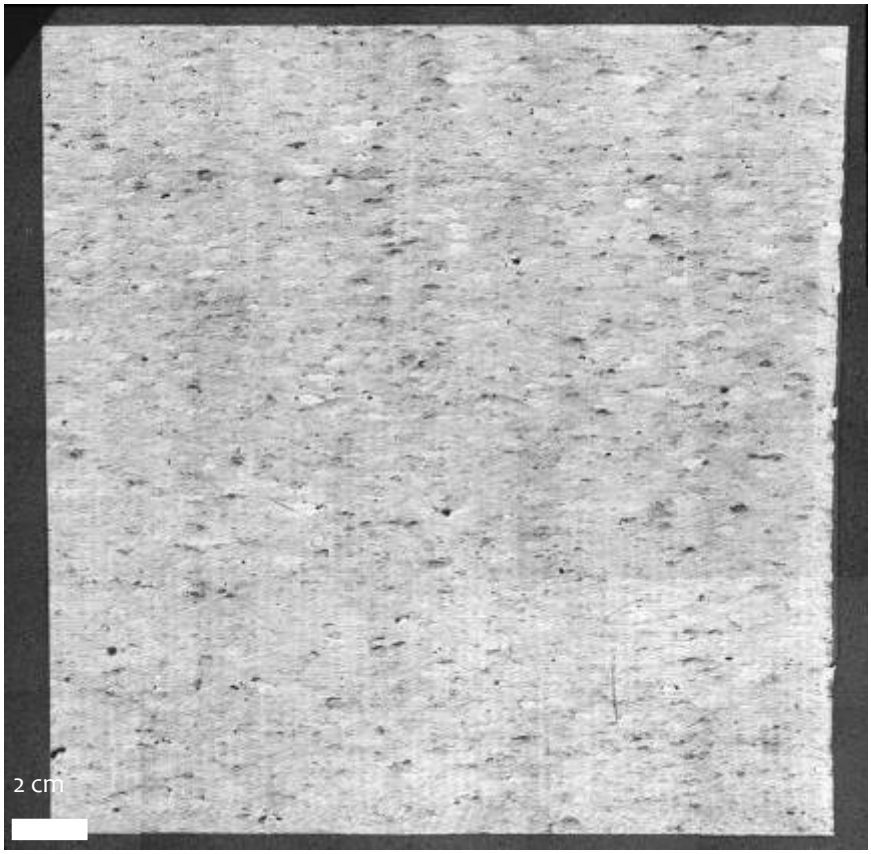
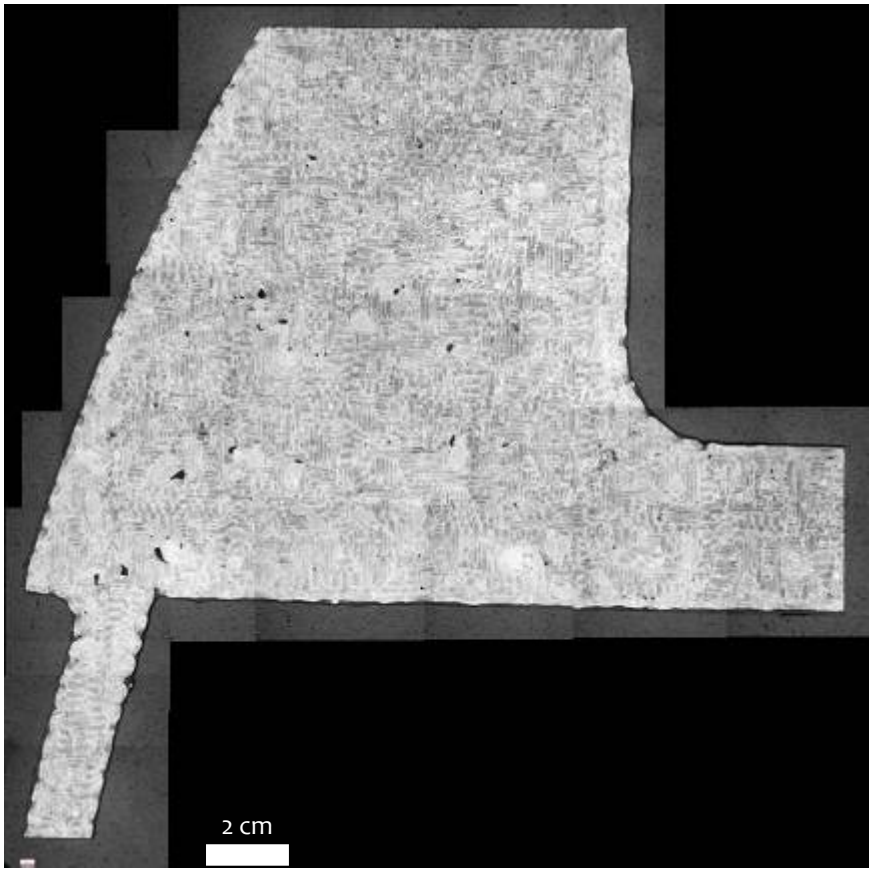


Figure 182 –Représentation des plans de coupe réalisés sur la pièce porte moteur central



Z2



XY3

Figure 183 - Coupes métallographiques attaquées de diverses parties de la pièce porte moteur central

7.2.1.2 Support d'équipement en TA6V

Des supports d'équipement du Rafale de chez Dassault Aviation ont également été réalisés par fusion sélective par laser, l'un (Figure 184 b) en Inox 316L par la société MB Proto sur machine MCP HEK puis testé en vol et l'autre (Figure 184 c) en TA6V par le CLFA sur machine Trumpf non testé en vol. Une expertise métallurgique a été menée sur la pièce en TA6V qui a subi un traitement conventionnel de détensionnement suite à la fabrication dont les temps et température de traitement ne nous ont pas été communiqués par le fabricant.

(a) Support d'équipement du Rafale de Dassault Aviation

(b) Support d'équipement en Inox 316L réalisé par MB Proto (machine MCP) par fusion sélective par laser

(c) Support d'équipement en TA6V réalisé par Inno-Shape (machine Trumpf) par fusion sélective par laser

Figure 184 – Supports d'équipement du Rafale de Dassault Aviation réalisés par SLM en TA6V et Inox 316L

Expertise métallurgique

Une coupe parallèle à l'axe de construction présumé (coupe Z1), une coupe perpendiculaire à l'axe Z (coupe XY1) ainsi que deux faces orientées par rapport à l'axe Z (coupe CD1 située à environ +45° par rapport à l'axe Z et CD2 situé à -45° par rapport à ce même axe) ont été observées. La Figure 186 représente les différentes coupes réalisées. Le TA6V obtenu par SLM dans ces conditions de paramétrie présente des grains colonnaires de plusieurs mm de long (Figure 187 a).

La microstructure est fine et de type $\alpha+\beta$ résultante du traitement thermique conventionnel appliqué à la pièce, la microstructure brute de fabrication étant vraisemblablement α'. La macrostructure et la microstructure sont relativement homogènes dans tout le volume de la pièce. Deux profils de 40 pointés de microdureté Vickers HV_{2kg} ont été réalisés sur les coupes Z1 et CD1. Il apparaît que la dureté est constante quelque soit la coupe métallographique et sa valeur moyenne est de 375 ± 9 HV. Cette valeur de dureté est supérieure à celle du TA6V conventionnel laminé présentant une microstructure d'équilibre $\alpha+\beta$ équiaxe (environ 320 HV_{2kg}). Cette valeur est toutefois équivalente à celle obtenue pour le TA6V brute de projection (380 HV_{2kg}) et pour les murs en TA6V fabriqués par fusion laser par Poly-Shape sans post-traitement présentés au chapitre 3 (372 ± 11 HV).

Une analyse de la quantité d'oxygène dissous dans le matériau, menée par fusion réductrice et analyse IR, a montré que le taux d'oxygène était de 3910 ppm. Cette valeur peut paraître élevée pour une pièce réalisée dans une enceinte de fabrication d'argon recyclée en dynamique dont le taux d'oxygène résiduel est contrôlé et maintenu en dessous de 100 ppm. Néanmoins, le traitement thermique de détensionnement ayant été effectué sous atmosphère d'argon statique, la contamination en oxygène pendant cette étape est plus que probable.

Identification de la stratégie de construction

La stratégie de construction est peu visible pour cette pièce car les bains liquides n'ont pu être révélés par l'attaque chimique. Cependant, la coupe CD2 présente des lignes suivant lesquelles sont alignés les manques de matière et qui sont vraisemblablement révélatrices de la stratégie d'empilements des couches

(Figure 187 c). De plus, des lignes apparaissent sur les coupes métallographiques au même titre que sur celles issues de la pièce porte moteur central en AlSi10Mg. Ces lignes représentent la trace de la construction par zone carrée. Ces carrés ont une dimension de 4 mm² environ. Il semble d'après l'orientation de ces lignes que l'axe Z, choisi comme référence pour réaliser les coupes métallographiques, ne soit pas le véritable axe de construction. En effet, l'orientation de ces lignes indique que la pièce a été positionnée de manière à ce que les faces CD1 et CD2 ne soient pas construites avec un angle de construction trop important mais suivant l'axe réel Z' de construction (Figure 185).

Analyse de la porosité

La pièce présente peu de porosités sphériques dues à du gaz occlus et seuls des défauts de type manque de matière ont été observés. La taille de ces défauts varie de 20 à 400 µm environ. Les coupes métallographiques CD1, Z1 et XY1 présentent peu de défauts (au maximum une dizaine de défauts pour la coupe Z1). En revanche, la coupe CD2 présente un taux de porosité beaucoup plus élevé : les manques de matière sont alignés suivant des lignes probablement résultantes de la stratégie d'empilement des couches (Figure 187 c). La porosité a été évaluée par la méthode des trois pesées à partir d'un morceau représentatif de la pièce. Le taux de porosité est inférieur à 1%.

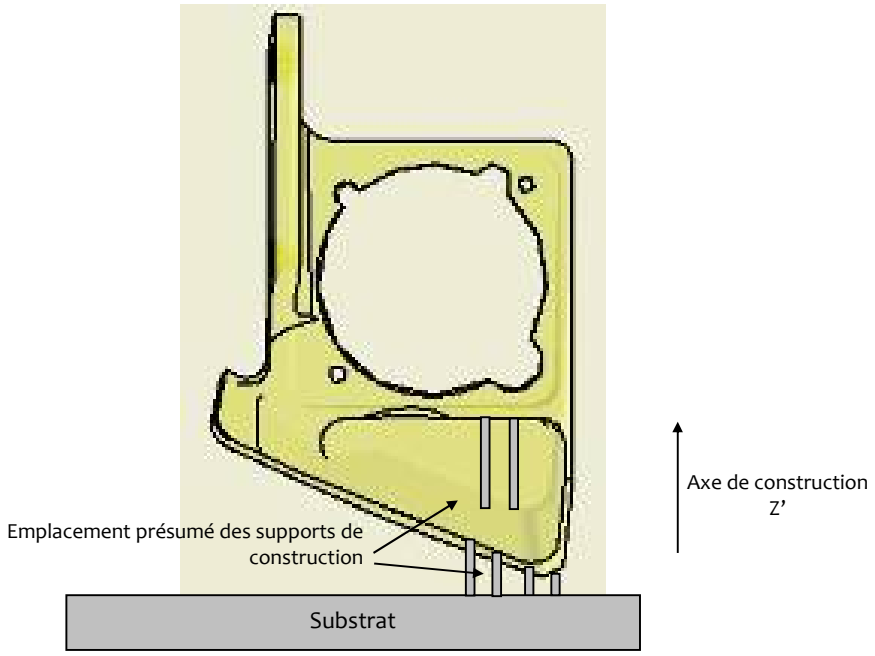


Figure 185 – Orientation de l'axe de construction réel Z' de la pièce support de montre de Dassault Aviation et emplacement présumé des supports de construction

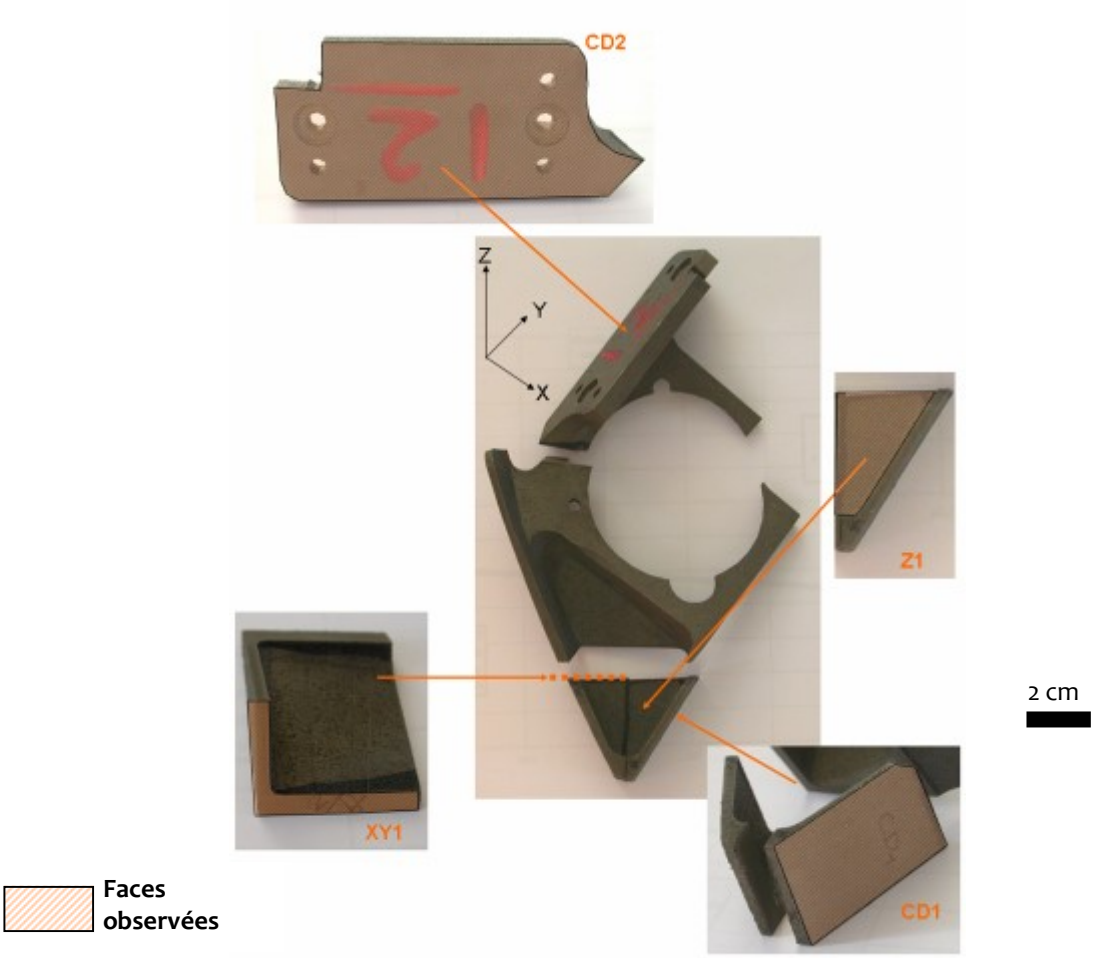
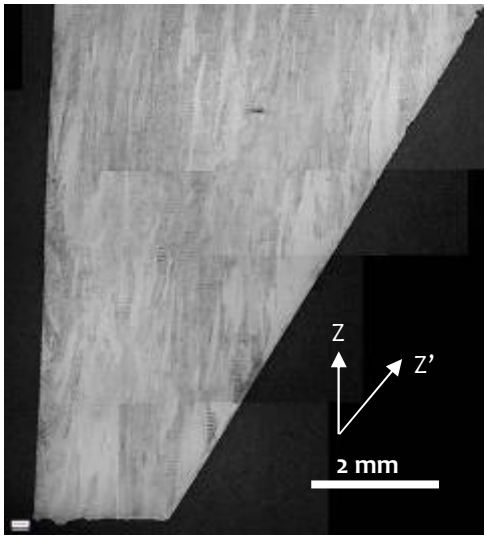
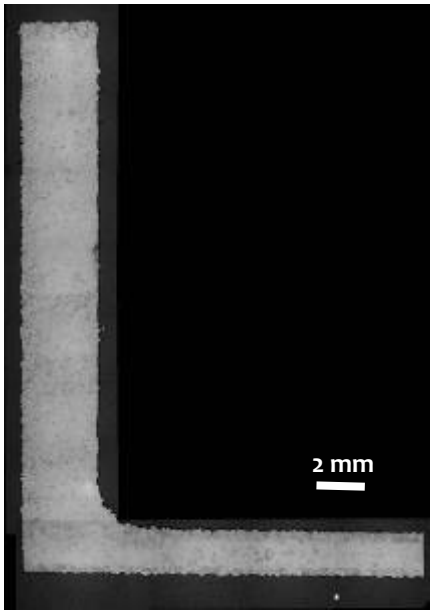


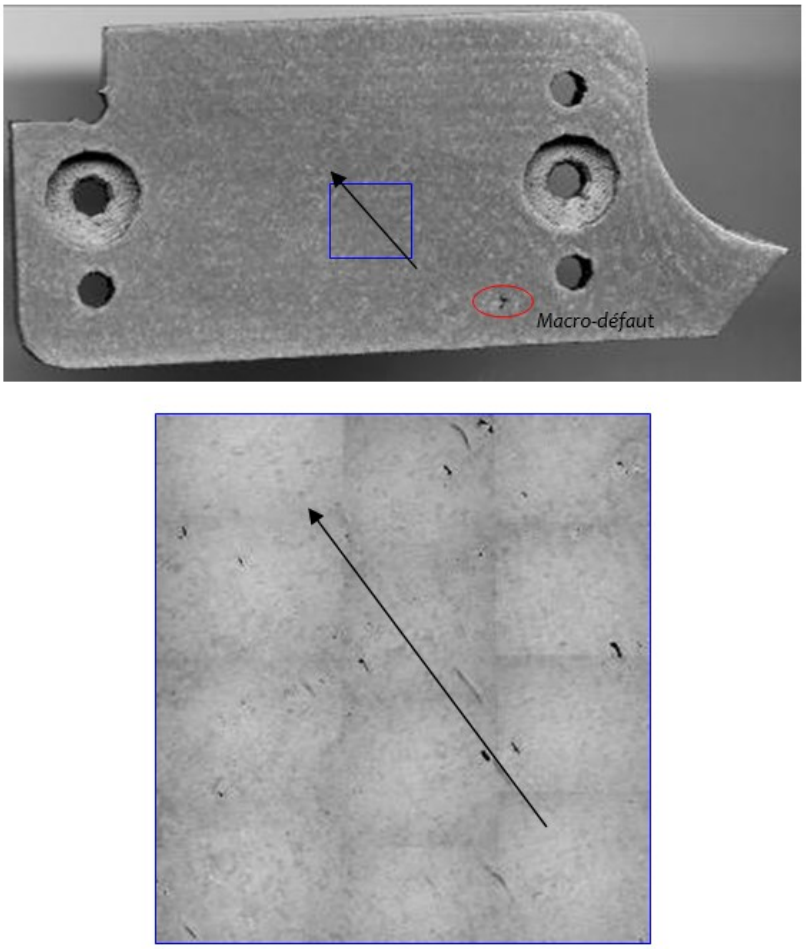
Figure 186 – Représentation des plans de coupe réalisés sur le support d'équipement en TA6V



(a) Micrographie optique de la coupe métallographique Z1 (zone proche du plateau de fabrication) : grains colonnaires



(b) Micrographie optique de la coupe métallographique XY1 : grains équiaxes



(c) Coupe métallographique CD2 : alignement des porosités suivant des lignes probablement résultantes de la stratégie d'empilement des couches

Figure 187 - Coupes métallographiques de diverses parties de la pièce support d'équipement

7.2.2 PIECES OBTENUES PAR PROJECTION LASER

La ferrure Tigre d'Eurocopter, démonstrateur phare du projet PROFIL, a été réalisée par le Gérailp en projection laser en TA6V et IN718 au moyen de la machine LENS-850R d'OPTOMEC.

Dans l'état actuel de maîtrise des procédés de fabrication directe par DMD, Il apparaît difficile d'obtenir une pièce ayant une bonne santé matière, qui respecte les cotes et le fini de surface requis pour l'application visée et qui de surcroît est acceptable du point de vue technico-économique (temps de fabrication, quantité de poudre utilisée et quantité de poudre recyclable, rendement massique, etc.). Il s'agit donc d'opter pour un compromis de propriétés ou bien de privilégier une des caractéristiques de la pièce. La ferrure obtenue par fabrication directe ayant pour vocation d'être testée en fatigue sur banc à un haut niveau de chargement, il a été fait le choix de privilégier la santé matière de la pièce. Ainsi, une ébauche de ferrure a dans un premier temps été réalisée en ajoutant une surépaisseur au niveau de ses cotes et en simplifiant volontairement sa géométrie initiale (Figure 203). En effet, les lamages et les différents orifices ont été éliminés, notamment le trou central au niveau de la chape supérieure (Figure 188).

Cette adaptation de la géométrie de la pièce permet de contourner les difficultés relatives à la mise en place de supports de construction dans les zones de contre-dépouille. L'utilisation de supports de construction génère en effet un temps de fabrication plus important et conduit à la mise en place d'opérations de destruction de ces supports qui peuvent être onéreuses et délicates.

Néanmoins, ce choix de construction implique nécessairement une étape d'usinage de finition de manière à obtenir les cotes et le fini de surface requis. C'est pourquoi une surépaisseur de 2mm a été prévue lors de la fabrication de l'ébauche. La mise en place de l'opération d'usinage de finition permet en outre de pallier les distorsions inhérentes à la relaxation des contraintes résiduelles lors du HIP ou des traitements thermiques.

Préalablement à l'usinage, un traitement de compactage isostatique à chaud (Hot Isostatic Pressing : HIP), suivi éventuellement d'un traitement thermique, a parfois été conduit afin d'une part de garantir l'absence de porosité, de manque de fusion, de matière ou bien de liaison entre couches et d'autre part d'homogénéiser la microstructure au sein des pièces. Le HIP est effectué avec ou sans conteneur selon que la porosité soit débouchante en surface ou non. En effet le fait que l'enveloppe de la pièce soit étanche est la condition nécessaire à l'efficacité du HIP. Dans le cas contraire, l'utilisation d'un conteneur acier rempli de poudre d'alumine dans lequel est placée la pièce fera office d'enveloppe étanche. Un test à l'éthanol est ainsi mené sur les pièces avant la réalisation éventuelle du HIP : la pièce est plongée dans un bain d'éthanol, la remontée éventuelle de bulles d'air indiquant alors la présence de porosités débouchantes.

La stratégie de construction du Gérailp pour la fabrication de cette pièce consiste à construire dans un premier temps l'âme centrale sur un support de construction, lui-même construit sur un substrat de TA6V laminé de 9 mm d'épaisseur, puis successivement les deux oreilles latérales, suivi de la chape supérieure et enfin du pion central situé sur la face inférieure de la pièce (Figure 188).

Cette stratégie en plusieurs étapes nécessite le repositionnement de la pièce entre chaque étape, ce qui peut conduire à des dérives géométriques. La ferrure est construite avec une paramétrie différente pour le contour (enveloppe) et le remplissage avec un empilement croisé de 0°/90° des cordons d'une couche à l'autre. Cette stratégie de construction (enveloppe/ remplissage) et de balayage (croisement des cordons) permet d'une part de garantir une bonne qualité topographique de la ferrure tout en minimisant le temps de fabrication et d'autre part de rendre isotrope sa microstructure.

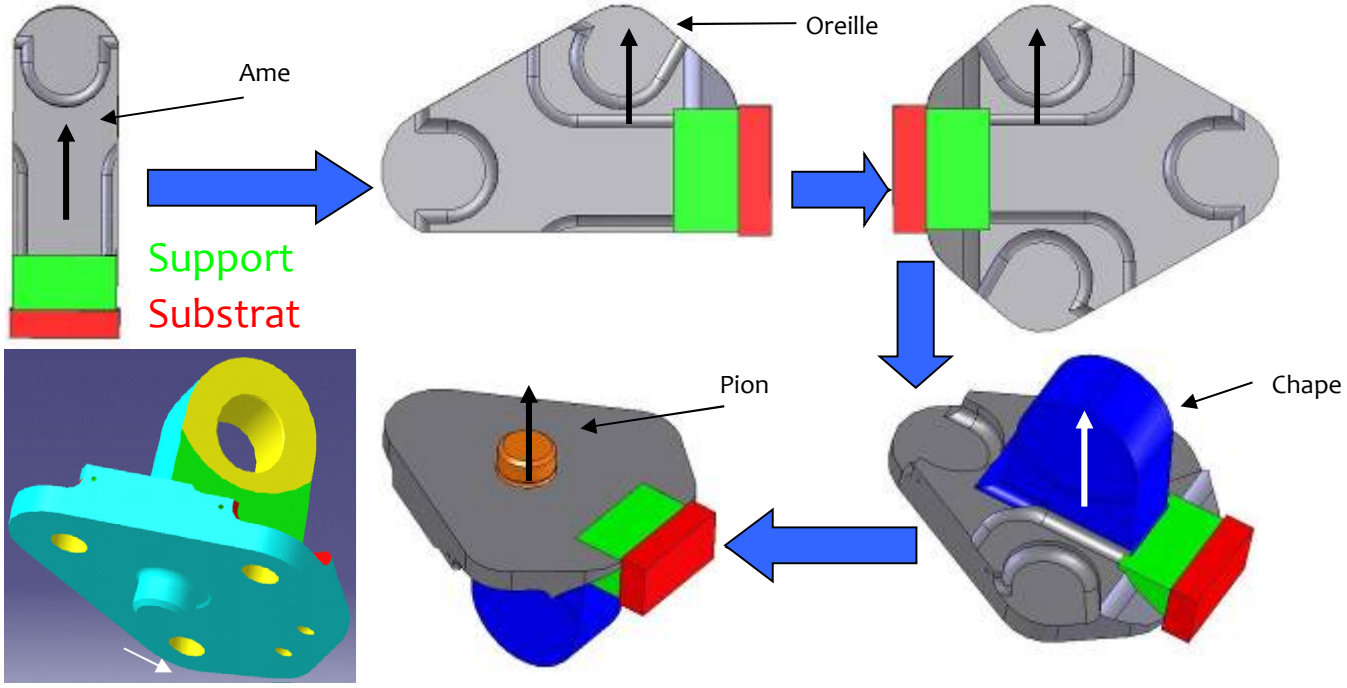


Figure 188 - Stratégie de construction en 5 étapes adoptée par le Gérailp pour la fabrication des ferrures Tigre en TA6V et IN718 [AUB07]

7.2.2.1 Ferrure Tigre projetée en TA6V

Expertise d'une âme brute de fabrication

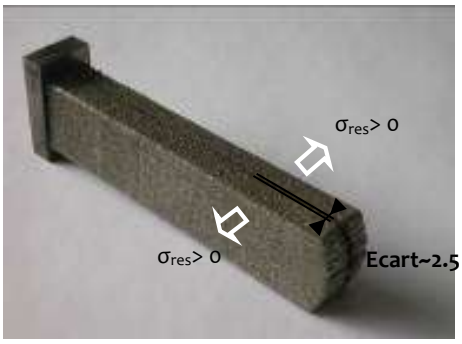
L'expertise métallurgique a été menée uniquement sur l'âme centrale des ferrures. L'âme expertisée (Figure 189 a) est construite avec plusieurs reprises qui sont représentatives des étapes de construction successives de la ferrure (Figure 188). Avant chaque reprise, un passage laser sans apport de poudre est réalisé sur la dernière couche projetée afin de créer une surface lisse et réchauffer cette zone de manière à optimiser l'accroche des couches suivantes. Suite à la découpe au fil par électroérosion (EDM) de l'âme dans le sens de la longueur (sens de l'empilement des couches), on observe un écartement important entre les deux parties de l'âme résultant de la relaxation des contraintes résiduelles de fabrication (Figure 189 b). Le sens de courbure des deux demi-âmes révèle si la pièce est soumise à des contraintes de compression ou de traction. Dans le cas présent, il s'agit vraisemblablement de contraintes de traction.

L'étude de la coupe métallographique de l'âme centrale en TA6V a révélé une assez bonne homogénéité macrostructurales : on observe des grains colonnaires de l'ordre du millimètre dans l'ensemble de l'âme aussi bien dans l'enveloppe qu'au cœur de l'âme (Figure 190 et Figure 192). Ces grains colonnaires s'orientent dans le sens du gradient thermique (i.e. sens de la construction) et peuvent traverser plusieurs couches lorsque la liaison entre couches est assurée par une zone de dilution suffisante. De plus, on note que les reprises réalisées suite aux arrêts machine volontaires (reprises basse et haute) ou involontaires (reprise milieu) provoquent une modification locale de la macrostructure et microstructure (Figure 190, Figure 191 et Figure 192). En dehors des reprises, la microstructure est de type martensitique α' avec des joints de grains de type α_m (Figure 191 b) et sa dureté est de l'ordre de 365 ± 5 HV. Au niveau des zones de reprise, on observe une orientation particulière des fines aiguilles de martensite qui sont alignées perpendiculairement au sens de construction (Figure 191 a). Cette orientation résulte vraisemblablement du traitement de refusion superficielle réalisé au laser sans apport de poudre avant chaque reprise.

Du point de vue de la porosité, on observe des manques de liaison entre couches localisés préférentiellement dans les zones de reprise particulièrement au niveau de l'interface substrat/âme (Figure 192). En revanche, l'adhésion des couches du remplissage avec celles du contour apparaît correcte. Des porosités sphériques liées à l'occlusion de gaz sont également constatées mais restent limitées en nombre.

Le taux de porosité dans la zone de remplissage s'élève à 2% (mesure par méthode des trois pesées sur une âme entière). Le test à l'éthanol met en évidence que l'enveloppe de l'âme est étanche, ce qui signifie qu'il n'y a pas de porosité ouverte au niveau du contour de l'âme.

(a) Ame expertisée en TA6V projetée laser par le Gérailp



(b) Mise en évidence de l'existence et du signe des contraintes résiduelles par des méthodes mécaniques semi-destructives

Figure 189 - Ame centrale projetée en TA6V de la ferrure Tigre

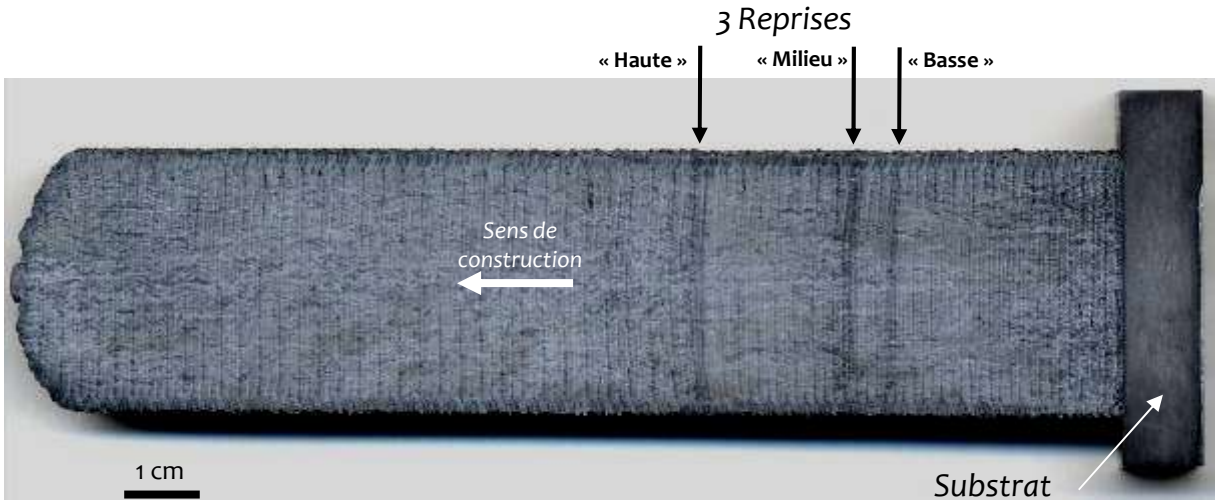
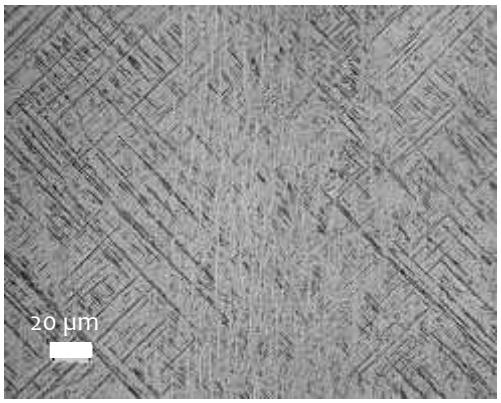
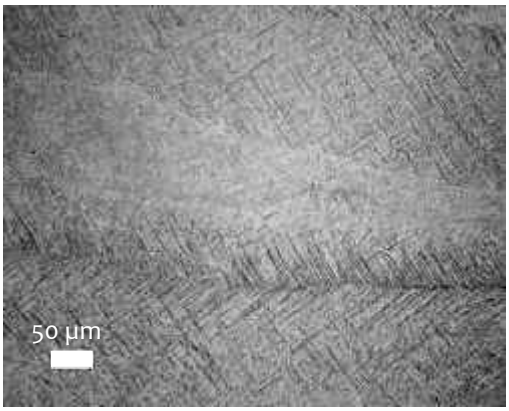


Figure 190 - Coupe métallographique attaquée de l'âme centrale projetée en TA6V de la ferrure Tigre



(a) Alignement des aiguilles de martensite α' dans la zone de reprise



(b) Microstructure martensitique α' et joints de grains α_m dans les zones hors reprise

Figure 191 - Images MO de la microstructure de la coupe métallographique attaquée de l'âme centrale projetée en TA6V de la ferrure Tigre

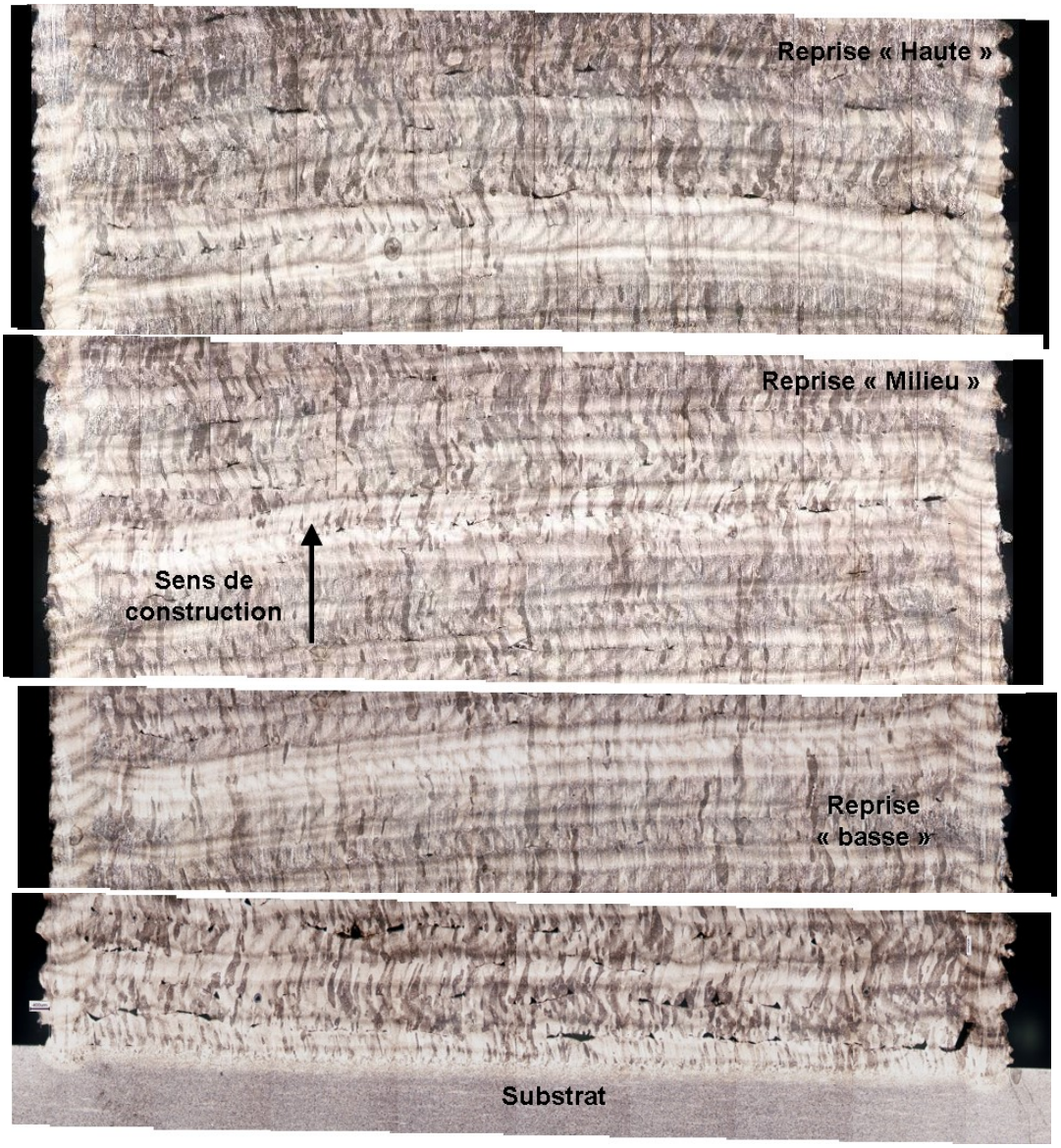


Figure 192 - Images MO de la coupe métallographique attaquée de l'âme centrale projetée en TA6V de la ferrure Tigre : Macrostructure à l'interface substrat/âme et au niveau des reprises « basse », « milieu » et « haute »

Expertise d'une âme hippée

Suite au constat d'un taux de porosité de l'âme qui est inacceptable vis à vis du test sur banc des propriétés en fatigue de la ferrure, une seconde âme réalisée avec la même paramétrie que la première a été traitée par HIP (Bodycote). L'objectif de la mise en place d'une procédure HIP sur une des deux âmes est d'une part de déterminer l'efficacité de ce traitement sur la suppression des porosités ainsi que des manques de fusion et de liaison entre couches, et d'autre part de mesurer ses conséquences sur la métallurgie de la pièce et sur la relaxation de ses contraintes résiduelles.

Cette âme a été construite sur un mur de projection laser d'épaisseur 7 mm et non pas sur un substrat laminé comme pour l'âme brute présentée précédemment (Figure 193). Sur la face opposée de ce substrat se trouve un début d'âme dont la construction a été stoppée suite à problème de fabrication.

Le traitement HIP a été réalisé sans conteneur (le test à l'éthanol ayant été concluant) à 920±10 °C pendant 2h sous 1000±50 bars d'argon suivi d'un refroidissement légèrement inférieur à 10°C/min. Aucun traitement thermique n'est effectué sur le TA6V suite au HIP car celui-ci fait office de traitement d'homogénéisation et de détensionnement.

L'âme « hippée » a été découpée en deux le long de sa plus grande dimension (plan YZ) par EDM. L'absence d'écartement entre les deux demi-âmes suite à la découpe fil indique que les contraintes résiduelles ont été relaxées lors du traitement HIP (Figure 193). Aucune distorsion résultante du HIP n'est visible à l'œil nu.

La coupe métallographique présente une macrostructure à grains colonnaires aussi bien à coeur que dans l'enveloppe de l'âme (Figure 194). La taille de grains est sensiblement la même que celle observée sur l'âme brute, ce qui indique que le HIP ne génère pas de grossissement exagéré des grains (Figure 195 a).

En outre, l'ensemble de l'âme est exempt de porosité, ce qui démontre l'efficacité du HIP vis à vis de la cicatrisation des manques d'adhésion observées sur l'âme brute. Néanmoins, dans le début d'âme située de l'autre coté du substrat, la porosité n'a pas été cicatrisée, notamment à l'interface substrat/âme (Figure 194). Deux hypothèses sont émises pour expliquer cette porosité élevée :

- la paramètrie utilisée pour ce début d'âme étant différente de celle utilisée pour toutes les âmes suivantes, la porosité y était certainement très élevée avant le HIP et ce traitement s'avère insuffisant pour la cicatriser,
- la porosité dans cette zone peut renfermer des gaz occlus qui se dilatent lors du cycle de montée en température. L'enveloppe peut alors éclater sous l'effet de la pression des gaz, empêchant la fermeture de la porosité.

La microstructure de l'âme ayant subi un HIP est de type $\alpha+\beta$ et on note la présence d'un liseré de phase α au niveau des joints de grains (Figure 195b). Le traitement de HIP fait donc bien office de traitement thermique puisque la microstructure martensitique α' brute de fabrication a évolué vers une microstructure d'équilibre $\alpha+\beta$.

Une diminution de dureté est observée entre l'âme traitée par HIP (316 ± 5 HV_{2kg}) et l'âme brute de fabrication (365 ± 5 HV_{2kg}). Cette diminution de dureté est difficilement explicable par les changements microstructuraux comme il a été explicité précédemment (chapitres 2, 3 et 6). Cependant, la relaxation des contraintes résiduelles irait dans le sens d'une diminution de dureté (chapitre 3).

Enfin, au niveau des zones de reprise, on observe également une orientation de la microstructure perpendiculairement à l'axe de construction. Il s'agit cette fois-ci de l'orientation des lattes de phase α et non plus des aiguilles de phase α' comme dans le cas de l'âme brute (Figure 196). Par aillaurs, on a pu constater que les valeurs de dureté sous 2 kg et sous 30 kg sont voisines aussi bien dans les zones de reprise et hors reprise, et ce quel que soit le plan de coupe (longitudinale ou transversale).

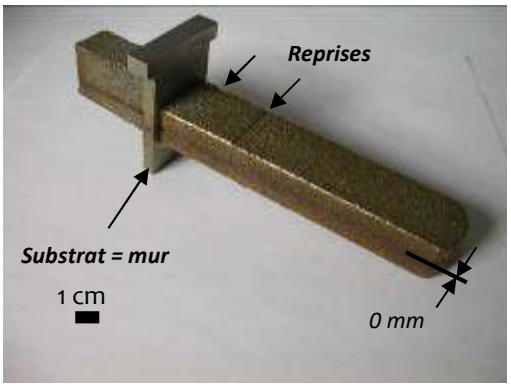


Figure 193 - Ame centrale en TA6V de la ferrure Tigre projetée par le Gérailp puis « hippée» par Bodycote : observation de l'absence de déformation suite à la découpe fil par EDM

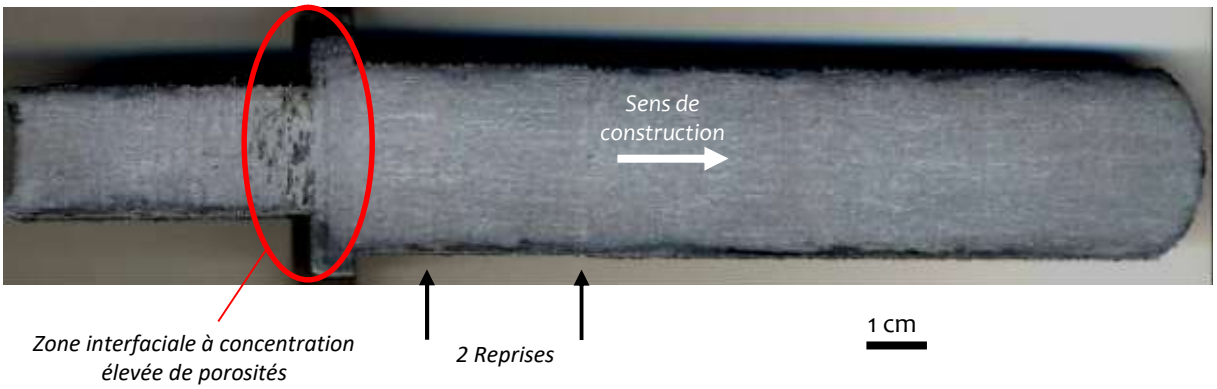
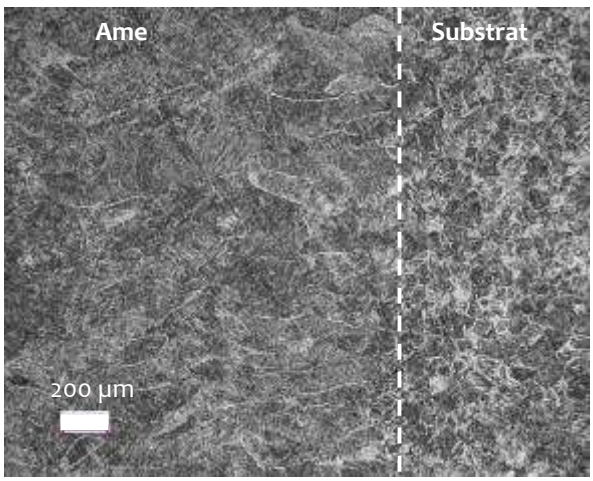
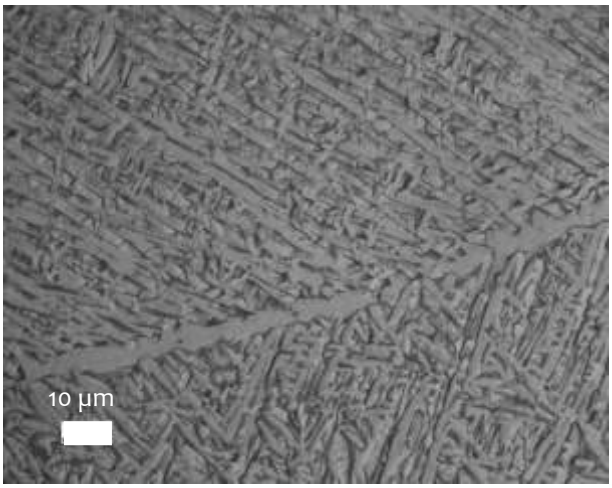


Figure 194 - Coupe métallographique attaquée de l'âme centrale en TA6V de la ferrure Tigre projetée par le Gérailp et traitée par HIP chez Bodycote.



(a) Microstructure de l'interface substrat/âme après traitement HIP



(b) Microstructure α+β de l'âme « hippée » et présence de joints de grains de phase α

Figure 195 - Images MO de la microstructure de l'âme centrale en TA6V de la ferrure Tigre projetée puis traitée par HIP sans conteneur

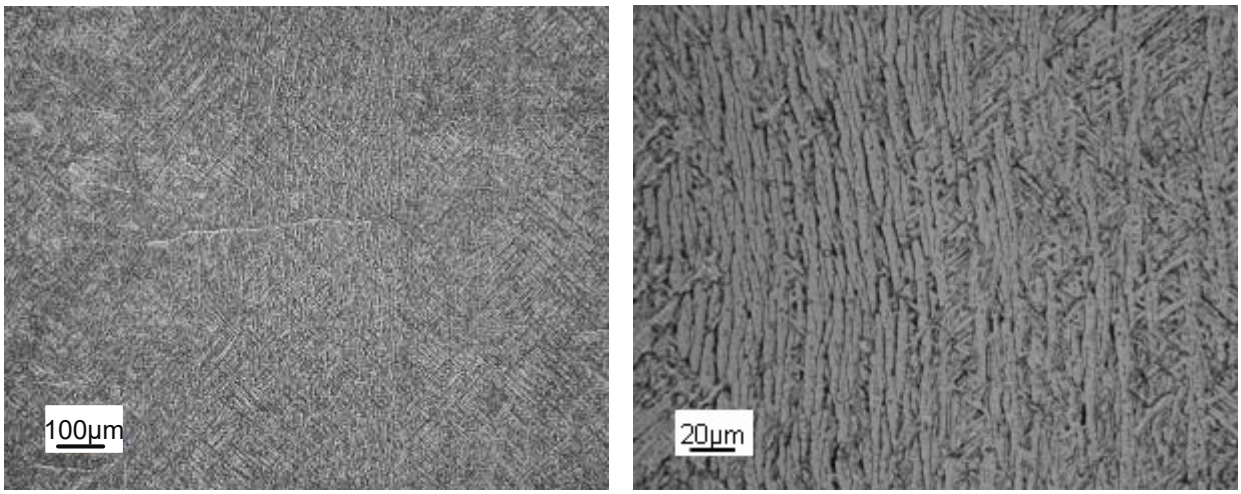


Figure 196 - Images MO du changement microstructural de la zone de reprise avant de l'âme centrale en TA6V de la ferrure Tigre projetée puis traitée par HIP sans conteneur

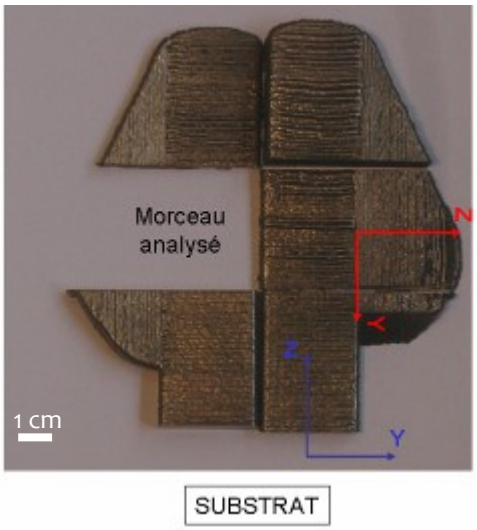
7.2.2.2 Ferrure Tigre projetée en IN718 : Expertise d'une âme brute de fabrication

L'âme centrale ainsi qu'une des deux oreilles de la ferrure Tigre d'Eurocopter a été projetée par le Gérailp et une partie de cette construction a été expertisée (Figure 197). Dans le morceau analysé, on retrouve une reprise dans l'âme et une autre dans l'oreille.

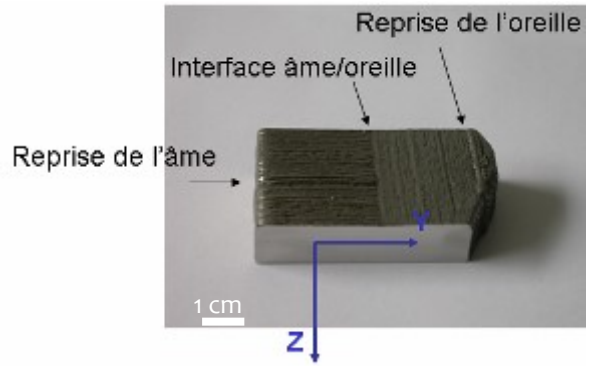
La microstructure observée est de type dendritique équiaxe dans l'ensemble du morceau analysé (Figure 199 et Figure 200). Les porosités rencontrées sont de trois types : des macro ou microporosités sphériques liées à des gaz occlus ainsi que des manques de fusion ou d'adhésion (Figure 198). L'ensemble du morceau analysé présente un grand nombre de microporosités sphériques au niveau du remplissage et quelques macroporosités sphériques au niveau de l'enveloppe et de l'interface entre l'enveloppe et le remplissage. Les manques de fusion ou d'adhésion sont essentiellement localisés au niveau de la reprise dans l'oreille et dans l'âme, l'interface entre l'âme et l'oreille étant saine (Figure 198). Toute porosité confondue, celle-ci s'élève à plus de 3,5%. La paramétrie a de ce fait dû être améliorée pour atteindre une porosité inférieure à 3% selon la démarche générale qui a été adoptée dans PROFIL pour la réalisation des démonstrateurs alimentant les essais structuraux (Figure 204).

Une différence de dureté entre l'âme (327 ± 7 HV2kg) et l'oreille (hors reprise) (280 ± 4 HV2kg) traduit une histoire thermique distincte dans ces deux parties. L'âme, qui a subi un recuit visiblement plus efficace du fait de la construction de l'oreille, présente une fraction volumique de précipités durcissants □' et □'' plus importante que celle observée au niveau de l'oreille et donc une dureté plus élevée.

La présence d'oxydes de type Al_2O_3 enrichis en titane est à noter (Figure 201). Suite à cette observation, la contamination en oxygène de l'enceinte de projection a été rigoureusement contrôlée (taux d'oxygène inférieur à 200 ppm) de façon à exclure la formation d'oxydes indésirables et l'emploi de poudres recyclées a été proscrit.



(a) Ame centrale et oreille de la ferrure Tigre projetée en IN718 par le Gérailp



(b) Morceau analysé en IN718 comprenant un bout d'âme et d'oreille

Figure 197 - Ame centrale et oreille de la ferrure Tigre projetée en IN718 par le Gérailp

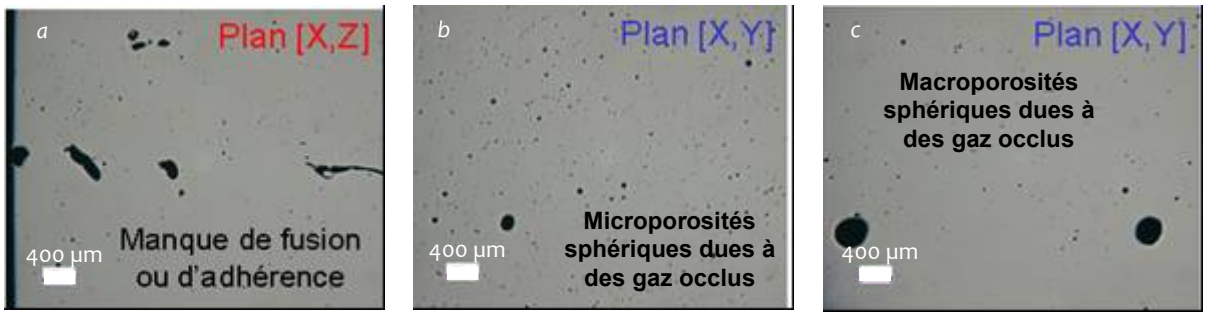


Figure 198 - Types de porosités rencontrées dans l'âme et l'oreille de la ferrure Tigre projetée en IN718

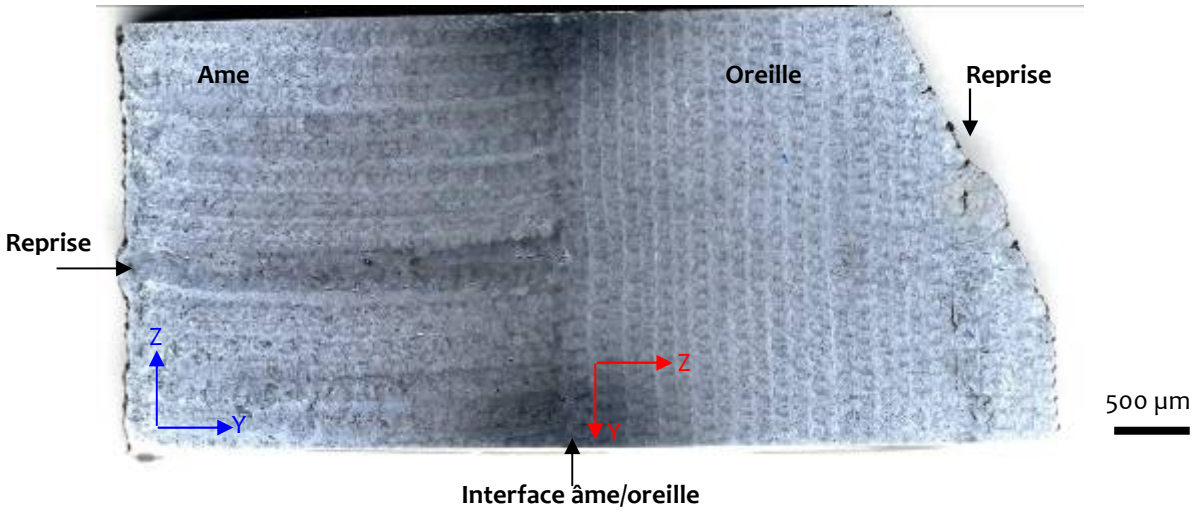
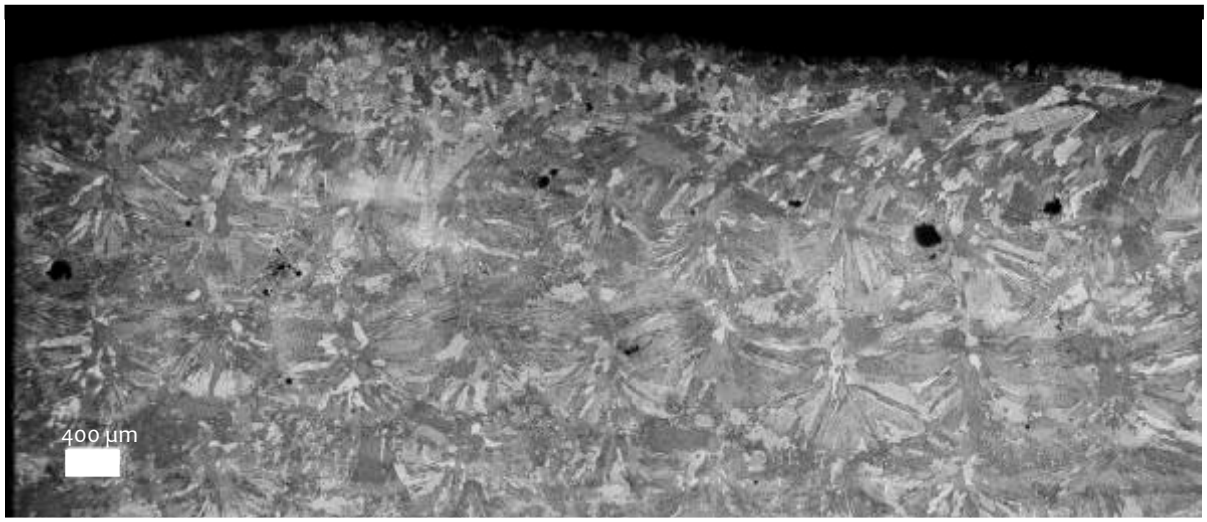
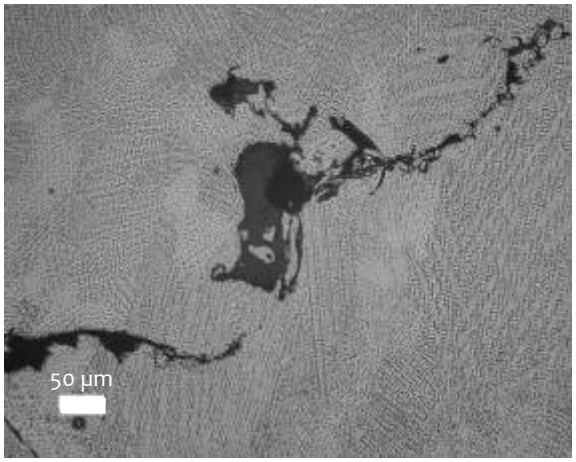


Figure 199 – Coupe métallographique attaquée du morceau analysé de l'ensemble âme+oreille en IN718 projetée par le Gérailp





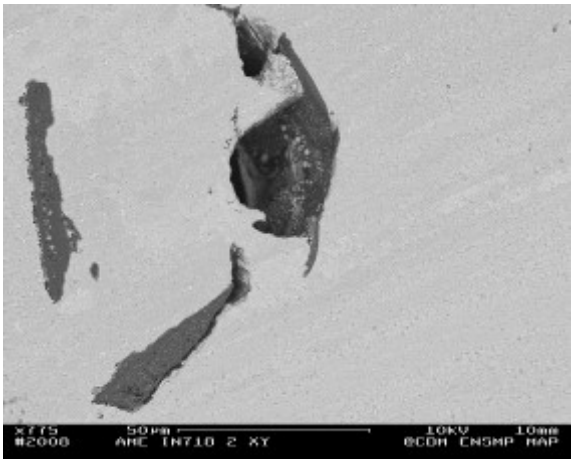


Image MO d'un oxyde « filandreux » *Image MEB en mode BSE d'un oxyde*

Figure 201 - Oxydes de type Al_2O_3 enrichis en titane observés dans l'âme et l'oreille projetées en IN718

7.3 FAISABILITE DES TECHNOLOGIES DE FABRICATION DIRECTE

7.3.1 DEMARCHE UTILISEE POUR LA FABRICATION DIRECTE DE PIECES SAINES

L'expertise des pièces de fabrication directe montre que les micro et macrostructures observées peuvent être hétérogènes, spécialement en projection laser où les étapes et reprises de construction sont fréquentes. Dans le cas de la projection laser, des distorsions sont observées sur les pièces relativement massives lors de leur découpe fil par EDM. Elles sont les témoins de la présence de contraintes résiduelles inhérentes à la fabrication. En revanche, les pièces obtenues par SLM se déforment beaucoup moins lors de leur découpe fil et semblent donc être moins sujettes aux contraintes résiduelles. Cette différence entre les deux procédés provient vraisemblablement de conditions thermiques mises en jeu qui sont différentes en termes de température, de gradient de température et de vitesse de refroidissement. Ceci peut notamment s'expliquer par les différences importantes concernant les critères énergétiques inhérents à ces deux procédés (chapitre 3).

Les pièces ne sont jamais totalement exemptes de défauts, même pour des paramétries optimisées. C'est pourquoi une procédure de HIP a été envisagée afin de cicatriser les porosités présentes dans les pièces qui seront soumises à des essais structuraux. Il est à noter néanmoins que les porosités sphériques (remplies de gaz) sont difficilement éliminées par le HIP. Les oxydes ne sont quant à eux pas du tout éliminés par le traitement de HIP.

De plus, le traitement HIP permet la relaxation des contraintes résiduelles et des distorsions sont donc à prévoir sur les pièces. Un relevé tridimensionnel d'une ferrure Tigre en TA6V avant et après le traitement HIP (Figure 202) montre effectivement une modification des cotes de la pièce, d'une part liée à la densification de la pièce et d'autre part induite par des distorsions résiduelles (travaux Eurocopter).

Le traitement HIP est réalisé avec ou sans conteneur en fonction des résultats du test à l'éthanol. Une pièce présentant des porosités débouchantes ne pourrait pas être compactée sans l'utilisation d'un conteneur en acier rempli de poudre d'alumine qui fait alors office d'enveloppe hermétique. Pour pallier les distorsions résultantes du HIP, les pièces sont dotées d'une surépaisseur en vue de la reprise en usinage jusqu'à leur forme et dimensions finales (Figure 203).

La démarche générale adoptée lors du projet PROFIL pour la fabrication directe de pièces, tout particulièrement dans le cas de la ferrure Tigre Eurocopter, est résumée sur le diagramme ci-dessous (Figure 204).

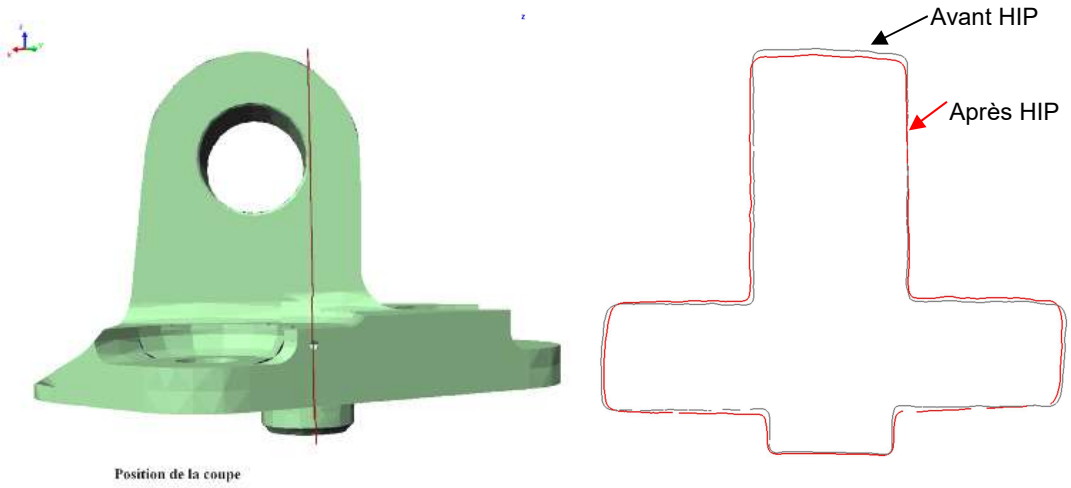


Figure 202 - Relevé tri-dimensionnel de la ferrure Tigre Eurocopter en TA6V, avant et après HIP (Travaux Eurocopter)

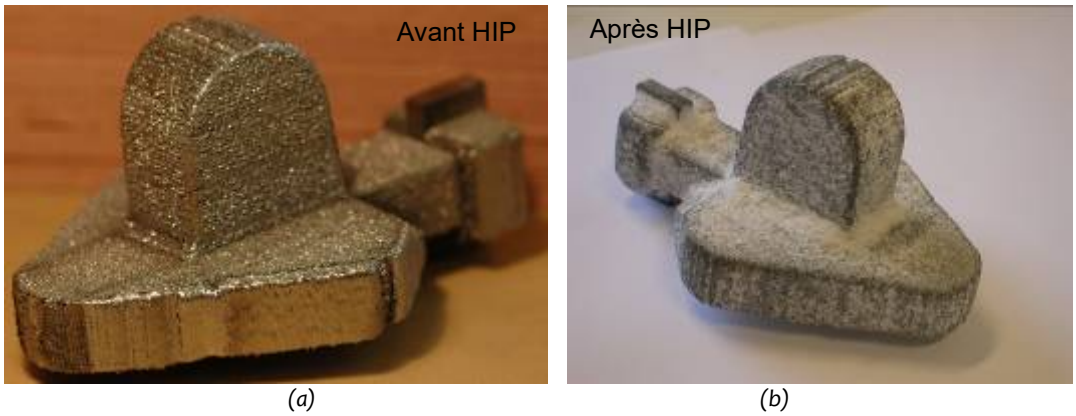


Figure 203- Ferrure Tigre d'Eurocopter en TA6V augmentée d'une surépaisseur de 2mm réalisée en projection laser par le Gérailp, avant et après HIP

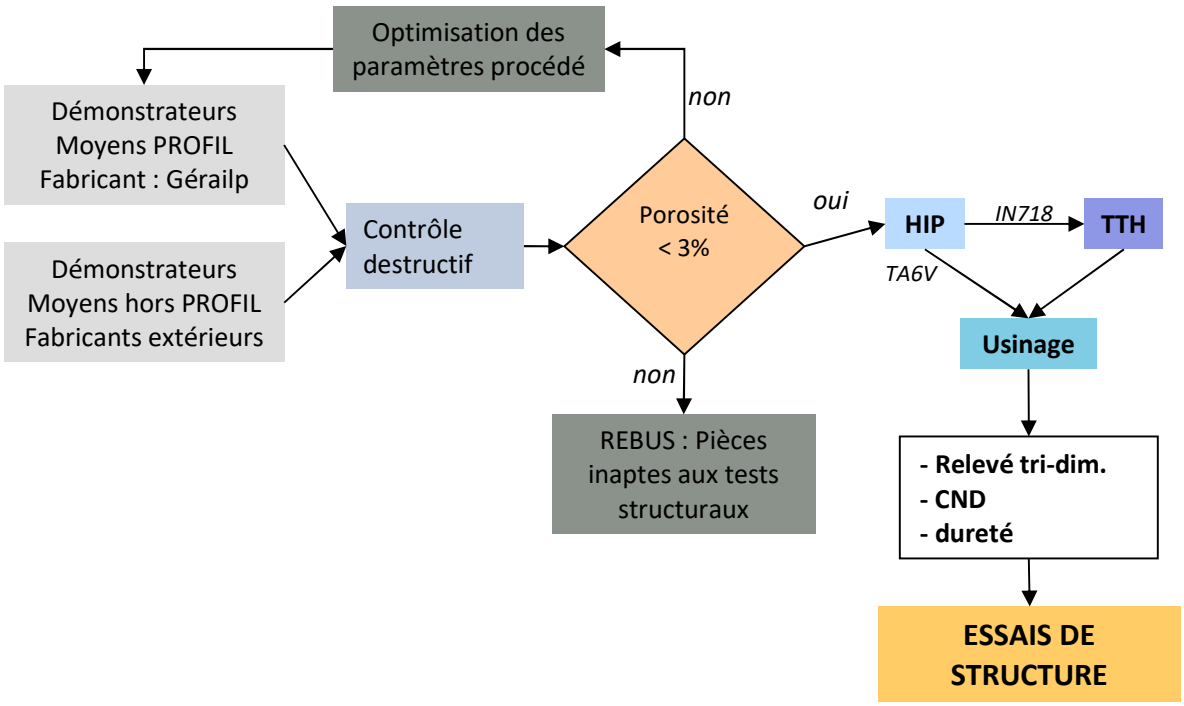


Figure 204 - Démarche générale adoptée pour la fabrication directe des démonstrateurs PROFIL

7.3.2 ETUDE ECONOMIQUE DE LA FABRICATION DIRECTE

Une étude technico-économique des procédés de fabrication directe a également été menée afin d'évaluer leur rentabilité comparée à celle des procédés conventionnels. L'étude économique a été menée sur une pièce de Dassault Aviation : il s'agit d'un rail de bec dont la géométrie oriente sa fabrication vers la projection laser (Figure 205).

L'étude économique de la fabrication de cette pièce en tenant compte des étapes complémentaires (HIP+TTH+CND+usinage) montre que les procédés de fabrication directe ne sont pas nécessairement rentables en termes de coût de fabrication et ceci est d'autant plus vrai que le nombre de pièces à fabriquer est élevé. Les délais de fabrication sont en revanche toujours plus avantageux en fabrication directe qu'en procédés conventionnels, tant que ces derniers nécessitent des outillages.

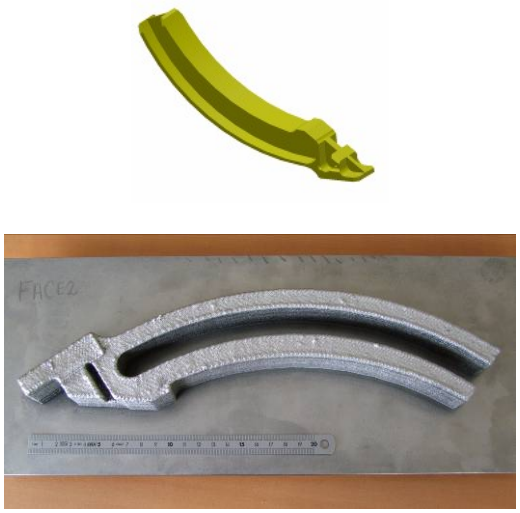
Dans le cas du rail de bec, l'élaboration conventionnelle de cette pièce par usinage dans la masse d'une ébauche laminée reste beaucoup moins onéreuse (Tableau 47). Notons que les frais récurrents de la fabrication directe sont très élevés (Tableau 47) : ils sont de l'ordre de 1000% par rapport à ceux de l'usinage conventionnel. Ces frais récurrents comprennent le temps d'utilisation de la machine de fabrication directe, le coût horaire de cette machine et d'autres frais annexes hors production comprenant notamment les frais de réception de la pièce et les contrôles effectués sur celle-ci.

Dans le cas où la maîtrise du procédé de projection soit telle que l'étape d'usinage post fabrication puisse être éliminée, les frais fixes associés à la fabrication directe ne représenteraient seulement qu'1% de ceux inhérents au procédé soustractif. La projection laser deviendrait donc concurrentielle par rapport à l'usinage dans la masse pour la fabrication de pièce unitaire.

De plus, bien que le procédé additif (projection laser) demande moins de matière que le procédé soustractif (usinage dans la masse), le coût de l'ébauche est beaucoup plus élevé qu'un bloc massif en raison du prix conséquent de la poudre et ceci sera d'autant plus vrai que la poudre sera fine et que le rendement massique de la projection laser sera faible.

En revanche, dans certains cas, la fabrication directe peut s'avérer plus avantageuse comparée à l'élaboration conventionnelle de la pièce. En effet, dans le cas de pièce dont la fabrication est onéreuse du fait de sa géométrie complexe, de son assemblage ultérieur ou bien de sa difficulté d'élaboration, la fabrication directe offre une alternative intéressante en termes de coût. A titre d'exemple, l'élaboration des pièces obtenues par chaudronnerie et nécessitant de multiples opérations de soudage pour leur assemblage, et donc de nombreux contrôles, est coûteuse. L'obtention de ces pièces par fabrication directe permettrait d'éliminer l'étape d'assemblage et donc de diminuer leur prix.

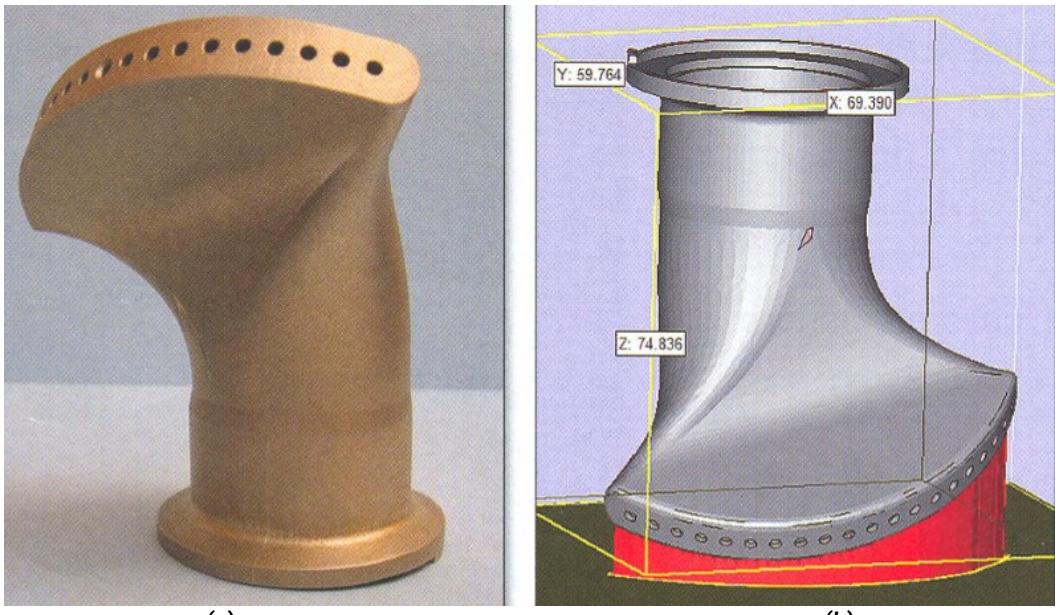
Un autre exemple pour lequel la fabrication directe est avantageuse en termes de coût et de temps de fabrication est une buse de désembuage, appelée « queue de carpe », pour le poste pilote du Rafale biplace de chez Dassault Aviation. Cette pièce est habituellement réalisée en deux parties, l'une en Kevlar et l'autre en aluminium, qui sont assemblées par collage puis protégées par oxydation anodique chromique et enfin peintes. La pièce a pu être fabriquée en bronze pour la démonstration et en une seule étape par fusion sélective laser (Figure 206) par la société EOS (sur machine EOSINT M270). La fabrication de cette pièce par fabrication directe a permis de produire 30 exemplaires en 10 jours contre 4 mois avec l'ancien procédé, avec en outre un coût réduit de moitié et une précision géométrique accrue dès la certification [HAR08] .



(a) Image CAO du rail de bec et rail de bec fabriqué en projection laser par le Gérailp de part et d'autre d'un substrat

(b) Rail de bec monté sur le rafale

Figure 205 - Démonstrateur de Dassault Aviation en TA6V pour essais structuraux : rail de bec du rafale



(a) *(b)*

Figure 206 - Fabrication par fusion sélective par laser (SLM) d'une buse de désembuage, appelée « queue de carpe », pour le poste pilote du Rafale biplace de chez Dassault Aviation : (a) pièce en bronze obtenue par EOS et (b) fichier CAO de la pièce indiquant son orientation ainsi que la position des supports de construction [HAR08]

Nombre de pièces fabriquées	***1***	***5***	***10***
Masse ébauche	***55%***	***55%***	***55%***
Coût de l'ébauche	***137%***	***137%***	***137%***
Frais fixes (programmation CFAO, …)	***91%***		
Frais récurrents	***1101%***	***1078%***	***1078%***
Coût par pièce	***179%***	***364%***	***467%***

Tableau 47 – Etude économique comparative de la fabrication d'un rail de bec de Dassault Aviation en TA6V par projection laser par rapport à de l'usinage conventionnel à partir d'un bloc laminé pris comme référence (100%) (source Dassault Aviation)

7.4 CONCLUSION DU CHAPITRE

L'expertise métallurgique de démonstrateurs par projection laser (DMD) et fusion sélective par laser (SLM) a révélé qu'en l'état actuel de la maîtrise de ces procédés, des défauts d'élaboration subsistent :

- les microstructures et les grains sont le plus souvent inhomogènes dans l'ensemble de la pièce,
- la rugosité de surface est élevée (Ra >10µm),
- des porosités de taille variable, bien qu'elles soient parfois en quantité réduite (<1%), sont systématiquement observées dans les pièces,
- des distorsions résiduelles surviennent fréquemment lors de la construction (pièces à parois fines ou non bridées) ou bien lors des post-traitements thermiques (pièces épaisses),
- des traces de supports de construction persistent car ceux-ci sont difficilement éliminables, notamment dans les zones de forte contre-dépouille.

Suite à ces constatations, la démarche adoptée pour la fabrication directe (DMD et SLM) des démonstrateurs du projet PROFIL, qui seront amenés à être évalués par des essais structuraux, consiste à élaborer une ébauche de la pièce en privilégiant la santé matière brute de fabrication et en garantissant une enveloppe étanche. Puis la pièce est traitée par HIP, avec l'utilisation d'un conteneur si l'enveloppe de la pièce est non étanche, et par d'éventuels traitements thermiques afin de réduire la porosité et les inhomogénéités microstructurales et également de détensionner les contraintes résiduelles. Enfin, la pièce est amenée aux cotes finales par usinage partiel ou complet de la surépaisseur de l'ébauche.

L'étude technico-économique démontre que ces technologies ne sont pas toujours avantageuses d'un point de vue économique pour les pièces relativement simples élaborées aisément par des procédés conventionnels. En revanche, ces technologies présentent un avantage dans le cas de pièces complexes dont l'élaboration nécessite par exemple de multiples opérations d'assemblage coûteuses. La fabrication directe permet dans ce cas de réduire les étapes de fabrication et donc de diminuer le coût et le délai de fabrication de la pièce.

CONCLUSION GENERALE

Les travaux présentés dans cette thèse s'inscrivent dans le cadre du projet PROFIL mené en collaboration avec cinq membres du GIFAS (SNECMA, Dassault Aviation, EADS, Eurocopter, MBDA), l'Ecole des mines de Paris, le Gérailp et Phénix System. Ce projet vise à développer deux technologies de fabrication directe de pièces métalliques, que sont la projection laser (DMD) et la fusion sélective par laser (SLM), dans le but d'industrialiser ces procédés. Deux machines de projection laser (une machine industrielle Optomec et un banc expérimental Limoges) ainsi qu'une machine SLM industrielle Phénix System ont été utilisées dans le cadre du projet.

Les technologies de fabrication directe, issues des techniques de prototypage rapide, ouvrent de nouvelles perspectives pour la production de pièces unitaires ou de petite série, qui peuvent être métalliques, céramiques ou polymères. Elles représentent en effet une alternative intéressante aux procédés conventionnels de fabrication tant elles présentent des avantages en termes de réduction des coûts et délais de fabrication, de flexibilité de conception et de propriétés des pièces obtenues. En outre, elles permettent d'ajouter de nouvelles fonctions à une pièce déjà existante ou bien de compléter une partie de la pièce qui est plus adaptée à des procédés additifs.

L'objectif de la fabrication directe est en effet de réaliser de façon rapide, flexible et automatisée, des pièces fonctionnelles qui répondent à des exigences en termes de géométrie, d'état de surface et de propriétés d'emploi. La projection laser et la fusion sélective par laser, qui sont les deux technologies sur lesquelles se sont focalisés les travaux menés dans le cadre du projet PROFIL, consistent à élaborer une pièce couche par couche à partir de poudres métalliques qui sont fusionnées par un faisceau laser.

Néanmoins, dans l'état actuel de la maîtrise de ces procédés, des inconvénients retardent leur intégration dans l'industrie. En effet, certaines caractéristiques des pièces comme la précision géométrique, l'état de surface, la santé métallurgique et les distorsions résiduelles sont encore mal maîtrisées. De plus, toutes les géométries de pièces ne sont pas accessibles par ces technologies. En effet, dans le cas de la fusion sélective par laser, la taille relativement réduite de l'enceinte de fabrication limite les dimensions des pièces constructibles par cette technologie. En projection laser, l'absence de soutènement par le lit de poudre comme c'est le cas en SLM, limite les géométries constructibles, notamment au niveau des angles de contre-dépouille.

L'objectif du projet PROFIL est donc de mieux appréhender la conception de pièces par ces procédés afin d'optimiser la qualité des pièces produites et d'envisager d'éventuels post-traitements de manière à pallier leurs défauts. Les travaux menés dans cette thèse visent à répondre à certaines tâches du projet dans le but d'améliorer la connaissance des procédés DMD et SLM d'un point de vue métallurgique, thermique et mécanique des pièces fabriquées.

Suite à une étude bibliographique concernant les deux matériaux phares du projet PROFIL (TA6V et IN718), une série d'expériences sur des géométries simples (cordons 1D et murs 2D) a été menée afin d'approfondir les connaissances dans les domaines de la solidification de bains liquides et de la formation de phases hors d'équilibre intervenant lors de la fabrication directe.

Des instrumentations en température par pyrométrie IR lors de la projection laser ont montré que le matériau subissait une trempe plus ou moins énergétique avec une vitesse de trempe pouvant atteindre 1000°C/s, puis une multitude de recuits anisothermes et cycliques de la partie du mur déjà construite provoqués par les passages successifs du faisceau laser.

Ces instrumentations ont ainsi permis de schématiser le profil de température qui s'établit dans un mur en TA6V lors de sa construction en projection laser. Etant donné que la construction est réalisée sur un substrat à température ambiante, la dissipation des calories s'effectue, au départ de la déposition, majoritairement par conduction via le substrat. Un gradient thermique s'établit alors dans le mur au fur et à mesure de sa construction puis, après un certain nombre de couches à partir duquel l'effet de pompage thermique du substrat n'est plus significatif, le mur atteint un régime quasi-stationnaire où la température

pic dans le bain et la température maximale de recuit dans le mur n'évoluent pratiquement plus en fonction de l'altitude de la couche projetée.

Il résulte de ces conditions thermiques particulières des microstructures singulières : les matériaux obtenus par projection laser sont trempés, puis la microstructure évolue vers une microstructure d'équilibre selon que les recuits cycliques sont plus ou moins efficaces. Les grains observés sont variables en termes de morphologie et de taille : des grains colonnaires ou équiaxes peuvent se former voire coexister dans un même mur. Ceci peut conduire à la formation de microstructures hétérogènes au sein d'un même mur, et a fortiori d'une même pièce. La nature des phases rencontrées dépend de la paramétrie utilisée mais varie également au sein d'un mur selon la direction Z de construction, c'est-à-dire en fonction du nombre de recuits qu'a subi la zone considérée. Certains matériaux forment à la solidification des dendrites liées aux conditions thermiques (G-Vs) du bain liquide et à l'étendue de l'intervalle de solidification du matériau considéré. La formation de ces dendrites s'accompagne d'une ségrégation chimique interdendritique que les recuits successifs suppriment difficilement, rendant indispensable pour certaines applications l'emploi de traitements d'homogénéisation.

Pour le TA6V, on observe ainsi des microstructures trempées hors d'équilibre, de type aciculaire ou lamellaire avec des tailles de lattes variables selon les conditions de refroidissement et de recuit. Les murs présentent des microstructures variant de la phase martensitique α', éventuellement accompagnée de phase bêta résiduelle β_r et de phase alpha massive α_m aux joints de grains, à la microstructure de Widmanstattën $\alpha+\beta$ dont la composition, la morphologie et la taille des lattes varient en fonction des conditions thermiques.

Pour l'IN718, les microstructures observées sont toujours de type dendritique avec des grains équiaxes ou colonnaires. Les phases en présence sont la solution solide γ, les carbures, nitrures et carbonitrures de titane et de niobium et les phases de Laves dont la composition, la taille et la morphologie varient avec les conditions de refroidissement.

En ce qui concerne la fusion sélective par laser, les microstructures observées sont généralement plus trempées et plus « homogènes » que celles obtenues en projection laser. La thermique mise en jeu pour ces deux procédés n'est très certainement pas la même. Elle diffère en termes de températures atteintes, de gradient de température et de vitesse de solidification comme de vitesse de refroidissement. En effet, la puissance laser, la défocalisation laser, l'interaction laser-poudre et le volume du bain liquide formé sont moindres que ceux de la projection laser. En revanche, la vitesse de balayage du faisceau laser et la conduction thermique sont plus importantes dans le cas du SLM. Ainsi, la ZAT entre chaque couche est fortement réduite en SLM et la microstructure des pièces est relativement homogène.

Des défauts peuvent être rencontrés dans les pièces et murs obtenus par fabrication directe : il s'agit de porosités sphériques dues à des gaz occlus de quelques microns à 500 µm, de manques de matière, des manques de liaison entre couche ou à l'interface substrat/mur ou bien encore des manques de fusion. Le problème de gaz occlus est souvent lié aux matériaux qui possèdent un large intervalle de solidification ou toute propriété favorisant la formation de liquide pendant un temps prolongé. Le manque de matière relève plutôt d'un problème lors de la mise en couche ou induit par la stratégie de construction employée. Le manque de liaison entre couche, de fusion entre couche ou à l'interface substrat/mur est davantage lié à la paramétrie utilisée.

Au niveau de l'état de surface, les murs réalisés en DMD révèlent une oxydation superficielle d'autant plus marquée pour les murs obtenus sur la machine Limoges. En effet, la protection locale assurée par l'apport d'un flux de gaz protecteur au travers de la buse coaxiale dans le cas de la machine Limoges semble moins efficace vis à vis de l'oxydation superficielle que la protection globale mise en œuvre dans le cas de la machine Optomec via l'enceinte de protection.

Le taux d'oxygène dissous dans les murs en TA6V, particulièrement avide d'oxygène, est quasiment deux fois supérieur dans le cas des murs réalisés avec la machine Limoges par rapport à ceux réalisés avec la machine Optomec ou bien par SLM et EBM. Il semble donc que la protection globale via l'enceinte de la machine Optomec, et des machines SLM et EBM, soit plus efficace vis à vis de la contamination en oxygène que la protection locale par apport de gaz neutre au travers de la buse installée sur la machine Limoges.

Mise à part cette contamination en oxygène par une mauvaise protection gazeuse, une seconde voie de contamination en oxygène est l'emploi de poudres recyclées qui devient incontournable dans le cas du SLM, le DMD pouvant fonctionner avec des rendements massiques de plus de 80%.

D'autre part, même pour une paramétrie optimisée, les murs réalisés en DMD possèdent une rugosité relativement importante : par exemple, pour le TA6V, elle est comprise entre 17 et 64 µm pour Ra et entre 141 et 421 µm pour Rt dans la gamme paramétrique étudiée. En SLM, la rugosité est 3 à 4 fois moins grande du fait de l'utilisation de poudres de granulométrie plus fines qu'en DMD et de par les faibles hauteurs de couches, autorisant le recours à des techniques de tribofinition directement après fabrication directe.

Afin d'appréhender les phénomènes thermiques à l'origine des microstructures hors d'équilibre obtenues de façon systématique aussi bien en projection laser (DMD) qu'en fusion sélective par laser (SLM), une approche expérimentale et analytique de l'interaction du faisceau laser avec les particules de poudre lors de leur trajet de la sortie de la buse jusqu'au bain liquide ont été entreprises. Elles ont permis d'évaluer la température de celles-ci à leur arrivée dans le bain et ont montré que l'interaction des particules de poudre avec le laser dépendait de plusieurs paramètres qui sont pour la plupart mal connus, ce qui limite la précision du modèle établi dans cette étude. La température d'arrivée des particules de poudre dans le bain peut toutefois varier de 700°C à 1700°C selon la valeur des paramètres du modèle et les hypothèses simplificatrices émises.

Après avoir évalué le bilan énergétique du procédé à environ 55%, un bilan thermique dans le mur obtenu par le procédé de projection laser a ensuite été établi par calcul des pertes thermiques par conduction et rayonnement, les pertes par convection étant alors déduites. Cette approche, basée en partie sur les indices métallurgiques du mur, permet de comprendre l'influence de la paramétrie du procédé sur la microstructure et en particulier sur la morphologie des grains (colonnaire ou équiaxe).

Une étude paramétrique de la projection laser a ensuite été menée afin d'évaluer l'influence des paramètres de projection sur les caractéristiques géométriques, métallurgiques et économiques des murs et des cordons construits. On distingue des paramètres du premier ordre et du second ordre selon leur degré d'influence sur les paramètres de sortie des pièces projetées.

L'étude des paramètres du second ordre a permis de déterminer l'influence de certains de ces paramètres sur la qualité de la construction et sur le rendement massique (ou de fusion) du procédé, comme par exemple la granulométrie de la poudre utilisée, l'épaisseur du substrat, les temporisations ou bien encore l'usure de la buse de projection. Une configuration de travail optimisée a pu être mise en évidence et a été utilisée pour l'étude des paramètres du premier ordre ainsi que pour la construction des optima de projection, caractérisés mécaniquement par la suite. En effet, cette configuration de travail optimisée, qui définit la distance de travail, l'incrément de montée en Z ainsi que la défocalisation laser et poudre optimales, assure une construction suffisamment stable sans avoir recours à l'utilisation d'un contrôle procédé. La stabilité de construction est également impactée par le choix de l'incrément de montée de la buse dans la direction de construction Z. La configuration de travail optimale permet également d'assurer une bonne protection gazeuse du bain ainsi qu'un rendement de fusion élevé.

Les paramètres de sortie du mur et du cordon sont fortement liés aux paramètres du premier ordre que sont la puissance laser P, la vitesse de balayage V et le débit massique de poudre Dm. Ainsi, la gamme paramétrique PVDm étudiée permet d'obtenir une gamme variée de dimensions de couches, de rugosité et de rendement massique Rm qui peut ainsi varier de 20 à 100%.

Des cartographies du procédé de projection laser ont pu ainsi être élaborées. Elles ont été établies pour la construction de cordons et de murs en TA6V. Ces cartographies permettent de choisir les paramètres de puissance laser P, de vitesse de balayage V et de débit massique de poudre Dm en fonction des caractéristiques de sortie souhaitées en termes de microstructure (phases), macrostructure (grains), caractéristiques géométriques (hauteur et épaisseur des couches) et critères économiques (rendement massique notamment) de la construction. Les tendances paramétriques observées sur le cordon (géométrie 1D) et sur le mur (géométrie 2D) sont différentes et donnent lieu à des cartographies de procédé distinctes.

Des optima de projection laser ainsi que les conditions de paramétrie SLM provenant de fournisseurs hors moyens PROFIL ont été sélectionnés pour leur représentativité des différentes microstructures qui peuvent être obtenues via les procédés DMD et SLM.

Comme évoqué précédemment, l'histoire thermique particulière à laquelle sont soumises les pièces est à l'origine de contraintes résiduelles ou de distorsions résiduelles à l'issue de leur fabrication directe. Il convient alors de déterminer des traitements adaptés aux microstructures obtenues par fabrication directe. Pour les deux matériaux étudiés (TA6V et IN718), deux stratégies ont été envisagées pour l'optimisation des traitements thermiques. D'abord, a été optimisée une stratégie pour les pièces fortement sollicitées dont le but est d'améliorer les propriétés mécaniques. Elle comprend un traitement d'homogénéisation de la microstructure réalisé à haute température suivi d'une trempe énergétique puis d'un recuit. L'obtention d'un optimum des propriétés mécaniques se fait alors au détriment des distorsions résiduelles qui peuvent apparaître suite à la montée à haute température. Ensuite, a été développée une stratégie pour les pièces faiblement sollicitées dont le but est de détensionner la microstructure, sans viser nécessairement l'obtention de propriétés mécaniques optimales.

Les optima de fabrication directe de la projection laser et fusion sélective par laser ont ensuite été testés en traction à l'ambiante, à l'état brut de fabrication et traités thermiquement selon les traitements d'homogénéisation et de détensionnement définis précédemment.

Les résultats montrent que les propriétés en traction dépendent de la paramétrie du procédé utilisé, du sens de sollicitation par rapport à l'axe de construction ainsi que des traitements thermiques appliqués.

En ce qui concerne le TA6V, le matériau à l'état brut de fabrication directe est généralement plus résistant que le matériau forgé mais présente une ductilité souvent insuffisante. Néanmoins pour certaines paramétries, les propriétés en traction à l'état brut de fabrication sont comparables voire supérieures à celles du matériau forgé en termes de résistance et de ductilité. Ces propriétés parfois remarquables peuvent alors s'expliquer par un certains nombres d'éléments : la présence de phases hors d'équilibre, les vitesses de trempe élevées, la contamination en oxygène, la finesse des microstructures, la hauteur de zone refondue entre couche et l'orientation cristalline semblent être des facteurs qui concourent à l'obtention des propriétés en traction du TA6V obtenu par fabrication directe.

En revanche, l'application de traitements thermiques, quelque soit la paramétrie de procédé utilisée, tend à dégrader les propriétés mécaniques du TA6V. La contamination en oxygène durant le traitement thermique haute température explique partiellement cet abattement des propriétés en traction, soulignant la nécessité de réaliser les traitements thermiques du TA6V dans un four avec une haute qualité de vide, de nettoyer les pièces de toute couche d'oxyde avant de les traiter et de les placer sur un support approprié.

Les propriétés de traction de l'Inconel 718 à l'état brut de projection sont inférieures à celles du matériau obtenu par fonderie, et ce quelque soit la paramétrie utilisée, du fait de la faible quantité de phases durcissantes γ' et γ''. En revanche, l'application des traitements thermiques conduit à des propriétés équivalentes voire supérieures à celles du matériau forgé.

L'alliage d'aluminium de fonderie AlSi10Mg obtenu par fusion sélective par laser a été testé en traction et en fatigue oligocyclique. Les propriétés en statique et en dynamique sont équivalentes à celles du matériau obtenu par fonderie, et ce même à l'état brut de fabrication en ce qui concerne les propriétés de traction.

L'origine des ruptures reste très souvent des défauts de fabrication tels que des porosités de gaz occlus, des manques de liaison entre couche ou bien des manques de matière ou de fusion. Par ailleurs, ces défauts s'accompagnent dans le cas de l'alliage d'aluminium, d'une péliculle d'oxyde plus ou moins épaisse, et dans le cas du TA6V, d'une trop grande quantité d'oxygène dissous. L'atmosphère de travail est ainsi un paramètre procédé prépondérant pour l'obtention de bonnes propriétés mécaniques. En effet, le HIP peut cicatriser les défauts de fabrication à conditions qu'ils soient exempts d'oxydes, connus pour inhiber la diffusion.

Enfin, des démonstrateurs du projet PROFIL obtenus par DMD et SLM ont été caractérisés métallurgiquement. Dans l'état actuel de maîtrise des procédés, des défauts d'élaboration subsistent au sein des pièces. Les microstructures et les grains sont le plus souvent inhomogènes dans l'ensemble de la pièce et des porosités de taille et de forme variables sont souvent observées. La rugosité de surface est relativement élevée (Ra >10µm). De plus, les conditions thermiques subies par la pièce conduisent à l'établissement de distorsions résiduelles (pièces à parois fines ou peu bridées) ou bien lors des post-traitements thermiques (pièces épaisses).

Ainsi, la démarche adoptée pour la fabrication directe (DMD et SLM) des démonstrateurs du projet PROFIL, qui seront amenés à être évalués par des essais structuraux par la suite, consiste à élaborer une ébauche de la pièce en privilégiant la santé matière brute de fabrication et en garantissant une enveloppe étanche. Puis la pièce est traitée par HIP et par d'éventuels traitements thermiques afin de réduire la porosité et les inhomogénéités microstructurales et également de détensionner les contraintes résiduelles. Enfin, la pièce est amenée aux cotes finales par usinage partiel ou complet de la surépaisseur de l'ébauche.

D'après l'étude technico-économique menée dans le cadre de PROFIL, ces technologies ne sont pas toujours avantageuses d'un point de vue économique, notamment pour les pièces relativement simples élaborées aisément par des procédés conventionnels. En revanche, ces technologies présentent un avantage dans le cas de pièces complexes dont l'élaboration nécessite par exemple de multiples opérations d'assemblage coûteuses. La fabrication directe permet dans ce cas de réduire les étapes de fabrication et donc de diminuer le coût et le délai de fabrication de la pièce.

Perspectives

Les travaux menés dans le cadre de cette thèse ont permis d'appréhender les propriétés des pièces et murs obtenues par DMD et SLM. Une démarche de compréhension des phénomènes thermiques associés à la fabrication directe, notamment la projection laser, a été entreprise dans le but d'apporter des éléments pour expliciter l'origine des microstructures et des changements de phase résultant de la fabrication directe.

Une investigation plus approfondie permettrait de comprendre davantage la métallurgie des pièces obtenues par fabrication additive. Tout d'abord, il s'agirait de réaliser une instrumentation du procédé DMD plus précise que celle menée dans cette thèse par l'utilisation pendant la construction du mur de thermocouples insérés au plus près du bain liquide, ou bien par utilisation d'une caméra thermique. Ceci apporterait une meilleure connaissance des températures, des gradients de températures et des vitesses de trempe et de recuit mis en jeu lors de construction par DMD. La faisabilité de l'instrumentation du procédé SLM, plus complexe qu'en DMD (Limoges) du fait de l'enceinte protectrice, pourra être étudiée.

D'autres part, les phases caractérisées dans les murs en TA6V, IN718 et AlSi10Mg pourront être confirmées par une observation plus fine au MET.

Comme il a été exposé précédemment, les propriétés mécaniques, notamment en traction, des murs obtenus par fabrication directe sont parfois supérieures à celles du matériau forgé, et ce parfois même à l'état brut de fabrication. Des éléments de réponses ont été apportés dans cette étude quant à l'origine de ces bonnes propriétés mécaniques en traction à l'ambiante. Des actions supplémentaires pourront être menées pour davantage de compréhension. L'état d'écrouissage du matériau brut de fabrication pourra être caractérisé par MET afin d'évaluer l'influence des trempes et revenu successifs imposés par la fabrication directe sur cette propriété. Un état d'écrouissage conséquent permettrait vraisemblablement d'expliquer en partie la résistance mécanique élevée obtenue sur le brut de fabrication du TA6V.

De plus, ces propriétés mécaniques étant fortement liées à la microstructure, l'utilisation des cartographies de procédé établies dans cette étude permettraient de sélectionner des paramètres qui optimisent la microstructure vis à vis des propriétés d'emploi désirées. Ces cartographies gagneraient cependant en robustesse en ajoutant des points expérimentaux à la base de données ayant servie à leur construction.

Les propriétés mécaniques en traction ont principalement été caractérisées dans cette étude. D'autres essais mécaniques pourront être menés tels que des essais de fatigue, de fluage ou de propagation de fissure. Compte tenu de la taille de grains plutôt grossière en fabrication directe comparée à celle du matériau forgé, les propriétés en fatigue pourraient ne pas être optimales alors que celles en fluage seraient a priori avantagées.

La modélisation de l'interaction laser/poudre pourra être poursuivie en apportant quelques améliorations au modèle :
- Une loi de type Beer-Lambert pourrait être utilisée afin de prendre en compte l'atténuation du faisceau laser par le nuage de poudre.
- Une répartition gaussienne de l'intensité laser pourrait être considérée au lieu de supposer une répartition d'intensité uniforme.
- Un palier de solidification des particules de poudre au refroidissement pourrait être considéré, au même titre que celui déjà intégré dans le programme au chauffage.
- Le début de l'interaction laser/poudre pourrait être mieux approché en exprimant l'interaction entre le faisceau conique de poudre et le faisceau laser comme une fonction de la distance de travail et de la défocalisation laser pour une géométrie de buse donnée.

Du point de vue des poudres utilisées pour la fabrication directe, les études menées amènent à proposer deux voies d'amélioration :
- Ajouter à la poudre des affineurs de la taille de grains dans le cas où les matériaux étudiés ne sont pas sujets à des phénomènes de recristallisation dus à des transformations allotropiques induisant une germination et croissance de phases lors de recuits successifs.
- Enrichir l'alliage de départ en élément le plus apte à s'évaporer (exemple de l'aluminium dans le cas du TA6V).

A l'issue de l'expertise de certains démonstrateurs fabriqués dans le cadre du projet PROFIL, nous avons fait le constat que les technologies de fabrication directe SLM et DMD étaient à l'heure actuelle peu rentables concernant la fabrication de pièces de géométrie relativement simple mais qu'elles s'avéraient prometteuses en ce qui concerne la fabrication de pièces complexes nécessitant conventionnellement des opérations d'assemblages coûteuse et chronophages.

Nous entrevoyons donc un certain nombre d'axes de développement qui permettraient de les rendre industrialisables :
- Le recyclage des poudres est une étape clef pour assurer une pérennité économique à ces procédés dont le rendement massique est rarement excellent.

- Un travail de re-conception des pièces pourra être mené de façon à rendre la géométrie de celle-ci plus adaptée aux technologies de fabrication directe.

- L'amélioration des stratégies de balayage et un choix judicieux des paramètres procédé permettrait de limiter, voire d'éliminer la porosité des pièces pour ainsi s'affranchir de post-traitements de HIP onéreux. De plus, une stratégie optimisée permettra d'accéder à des géométries de pièces plus complexes, notamment en projection laser.

- L'amélioration de la précision géométrie en termes d'adéquation des dimensions finales aux cotes de la pièce et en termes de rugosité de surface apporterait un allégement, voire une absence de post-opérations d'usinage. L'amélioration de la rugosité passe par un choix de paramètres procédé qui permettent d'obtenir des couches de hauteur faible et dont le ménisque est peu bombé, tout en assurant un temps de construction raisonnable. L'utilisation des cartographies de procédé peut apporter un aide concernant le choix de la plage paramétrique à utiliser. L'adéquation de la géométrie finale aux cotes de la pièce réside plutôt dans la maîtrise des distorsions résiduelles soit suite à la fabrication, soit suite aux traitements thermiques.

- L'utilisation de la modélisation par éléments finies, en cours de développement dans le cadre du projet PROFIL, sera un outil précieux pour optimiser les stratégies de balayage afin de limiter les distorsions résiduelles (toujours dans le but d'obtenir une pièce près des cotes) et de prévoir les micro et

macrostructures en fin de fabrication. La modélisation pourra également apporter des éléments quant aux choix du traitement thermique à appliquer afin d'optimiser les propriétés mécaniques et limiter les distorsions résiduelles.

Bibliographie

[AHM98] T. AHMED, H.J. RACK, Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys. Materials science and engineering A, 243, pp. 206-211, 1998.

[ALC] Les alliages de moulage, document aluminium Alcan.

[ALE04] F. ALEXANDRE, Aspects probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage INCO718, Thèse, Ecole des mines de Paris, 2004.

[AND92] E. ANDRIEU, R. MOLINS, H. GHONEM, A. PINEAU, Intergranular crack tip oxidation mechanism in a nickel-based superalloy, Materials science and engineering A, 154, pp. 21-28, 1992.

[AND07] C. ANDRE, Modélisation quantitative du procédé de frittage sélectif par laser : relation paramètres/microstructures. Thèse, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 2007.

[APP03] G. APPA RAO, M. KUMAR, M. SRINIVAS, D.S. SARMA, Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718. Materials science and engineering A, 355, pp. 114-125, 2003.

[APP03b] G. APPA RAO, K.S. PRASAD, M. KUMAR, Characterisation of hot isostatically pressed nickel base superalloy Inconel 718. Materials science and technology, 19, pp. 313-321, 2003.

[APP06] G. APPA RAO, M. SRINIVAS, D.S. SARMA, Influence of modified processing on structure and properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718. Materials science and engineering A, 418, pp. 282-291, 2006.

[APP06b] G. APPA RAO, M. SRINIVAS, D.S. SARMA, Effect of oxygen content of powder on microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel 718. Materials science and engineering A, 435-436, pp. 84-99, 2006.

[ASM88] ASM International, Titanium : A Technical Guide. American Society of Materials, Metal Park, 1988.

[ASM] Metals Handbook. Properties and selection : non ferrous alloys and special-purpose materials, Vol.2.

[AUB06] P. AUBRY et al. Rapport d'avancement Gérailp projet PROFIL 2005-2006.

[AUB07] P. AUBRY et al. Laser Additive Manufacturing for Aeronautical Components. Materials for Aerospace Applications, 22nd 3AF colloquium proceedings, novembre 2007.

[AZA04] S. AZADIAN, L.Y. WEI, R. WARREN, Delta phase precipitation in Inconel 718, Materials characterization, 53, pp. 7-16, 2004.

[BAE82] W.A. BAESLACK. Effect of solute banding on transformations in dissimilar titanium alloy weldments. Journal of materials science letters, 1, pp. 229-231, 1982.

[BAE84] W.A. BAESLACK, D.W. BECKER, F.H. FROES, Advances in titanium alloy welding metallurgy. Journals of metals, pp. 46-58, 1984.

[BAE86] W.A. BAESLACK, D.E. NELSON, Morphology of weld heat-affected zone liquation in cast alloy 718. Metallography, 19, pp. 371-379, 1986.

[BAN04] R. BANERJEE, D. BHATTACHARYYA, P.C. COLLINS et al. Precipitation of grain boundary α in a laser deposited compositionally graded Ti-8Al-xV alloy – an orientation microscopy study. Acta Materialia, 52, pp. 377-385, 2004.

[BAR62] J.F. BARKER. A superalloy for medium temperatures. Metal progress, 81, pp. 72-76, 1962.

[BAR74] H.J. BARTSCH. Handbook of mathematical formulas, Academic Press, pp. 528, 1974.

[BAR77] E. BARRA ROSA, P. LEHR, Caractérisation générale du titane et de ses alliages, groupe matériaux à haute résistance, Rapport Ecole Nationale Supérieure de Techniques Avancées, 1977.

[BEN07] J.R. BENZAKEN et al. Fabrication directe de pièces métalliques par fusion laser. Rapport de stage Mastère COMADIS, ENSMP, 2007.

[BER88]P. BERTHET. Déformations et contraintes en soudage. Publication de la Soudure Autogène, Eyrolles, 1988

[BER05] P. BERTRAND, A. IAKOVLEV, I. SMUROV. Laser cladding of functionnaly graded materials. Congrès international sur les procédés innovants INNOVMECA, Lyon 2005.

[BET74] W. BETTERIDGE, J. HESLOP. The Nimonic alloys and other nickel-base high temperature alloys. E. Arnold, 2nd Edition, 1974.

[BI05] G. BI et al. Temperature measurement and its application for monitoring and control in laser cladding. Proceedings of the Third international WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, Juin 2005.

[BI06] G.BI, A. GASSER, K. WISSENBACH et al. Identification and qualification of temperature signal for monitoring and control in laser cladding. Optics and lasers in engineering, 44, pp. 1348-1359, 2006.

[BI06b] G. BI, A. GASSER, K. WISSENBACH et al. Characterization of the process control for the direct laser metallic powder deposition. Surface & coatings technology, 201, pp. 2676-2683, 2006.

[BIS04] S. BISWAS, G.M. REDDY, T. MOHANDAS, C.V.S. MURTHY. Residual stresses in inconel 718 electron beam welds. Journal of materials science, 39, pp. 6813-6815, 2004.

[BLA05] P.L. BLACKWELL. The mechanical and microstructural characteristics of laser-deposited IN718. Journal of materials processing technology, 170, pp. 240-246, 2005.

[BON02] S. BONTHA, The effect of process variables on microstructure in laser-deposited materials, Thèse, Wright State University, 2002.

[BON06] S. BONTHA, N.W. KLINGBEIL, P.A. KOBRYN, H.L. FRASER. Thermal process maps for predicting solidification microstructure in laser fabrication of thin-wall structures. Journal of materials processing technology, 178, pp. 135-142, 2006.

[BOU80] G.K. BOUSE, P.W. SCHILKE. Process optimization of cast alloy 718 for water cooled gas turbine application. In : Superalloys 1980. ed. J.K Tien et al. American Society for Metals, pp. 303-310, 1980.

[BOU89] G.K. BOUSE. Application of modified phase diagram to the production of cast alloy 718 components. In : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A.Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 69-77, 1989.

[BOU91] S. BOURGUIGNON et al. Segregation of defects in wrought alloy 718-Management of industrial safeguards. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A.Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 193, 1991.

[BOY94] R. BOYER et al. Materials Properties Handbook : Titanium alloys. ASM International, 1994.

[BRA88] E.F. BRADLEY. Superalloys - A technical guide. ASM International, 1988.

[BRO82] C.R. BROOKS. Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys. American Society for Metals, 1982.

[BRU88] M. BRUN, N. ANOSHKIN, G. SHAKHANOVA. Physical processes and regimes of thermomechanical processing controlling development of regulated structure in the $\alpha+\beta$ titanium alloys. Materials science and engineering A, 243, pp. 77-81, 1988.

[BRO95] G. BROIHANNE, Fonderie et moulage du titane et des alliages de titane, Techniques de l'Ingénieur M 825, 1995.

[BUR91] M.G. BURKE et al. Precipitation in alloy 718: a combined AEM and APFIM investigation. In : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 337-345, 1991.

[CAI07] D. CAI, W. ZHANG, P. NIE et al. Dissolution kinetics of d phase and its influence on the notch sensitivity of inconel 718. Materials characterization, 58, pp. 220-225, 2007.

[CAO91] W.D. CAO etal. Differential thermal analysis (DTA) study of the homogeneization process in alloy 718. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 147-160, 1991.

[CAI92] G. CAILLIBOTTE. Etude expérimentale de la refusion superficielle des métaux par laser CO2 multikilowatts continu. Thèse, Université d'Aix-Marseille II, 1992.

[CAR89] R.G. CARLSON, J.F. RADAVICH. Microstructural characterization of cast 718. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 79-95, 1989.

[CAR06] P.A. CAROLL, A. PINKERTON et al. The effect of powder recycling in direct metal laser deposition on powder and manufacturing part characteristics. In : NATO Specialists Meeting AVT-139 Cost Effective Manufacture via Net Shape Processing. Editor NATO Research & Technology Organisation. Pp. NBR18-1 - NBR18-8

[CAS66] R. CASTRO, L. SERAPHIN. Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V. Mémoires Scientifiques de la revue de métallurgie LXIII, N°12, 1966.

[CAS05] L. CASTILLO. Study about the rapid manufacturing of complex parts of stainless steel and titanium. TNO Industrial Technology report with the collaboration of AIMME (Instituto tecnologico metalmecanico), 2005.

[CHE91] C. CHEN et al. A study of effects of phosphorous, sulfur, boron and carbon on laves and carbides formation in alloy 718. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A.Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 81-96, 1991.

[CHO05] J. CHOI, L. HAN, Y. HUA. Modeling and experiments of laser cladding with droplet injection. Journal of heat transfer, 127, pp. 978-986, 2005.

[CHU03] C.K. CHUA, K.F. LEONG, C.S. LIM. Rapid Prototyping, Principles and applications. World Scientific, 2003.

[CIE89] M.J.CIESLAK et al. The solidification metallurgy of alloy 718 and other Nb-containing superalloys. In : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 59-68, 1989.

[COL04] C. COLIN, PROJET RNMP/GIFAS Traitements thermiques de pièces prototypées laser, Note interne Centre des Matériaux ENSMP, 2004.

[COL00] M. COLOMBIE, Pratique des matériaux industriels, Les référentiels DUNOD, 2000.

[COM91] Y. COMBRES, B. CHAMPIN, La transformation des alliages de titane, Matériaux et techniques, Mai-juin 1991.

[COM95] Y. COMBRES, B. CHAMPIN, Traitements thermiques des alliages de titane, Techniques de l'Ingénieur M 1335, 1995.

[COM97] Y. COMBRES, Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages, Techniques de l'Ingénieur M 2355, 1997.

[COM99] Y. COMBRES, Propriétés du titane et de ses alliages, Techniques de l'Ingénieur M557, 1999.

[CON81] H. CONRAD. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium. Progress in materials science, 26, pp. 123-403, 1981.

[COR03] JP. CORDEBOIS, Fabrication par usinage, Industries et Technologies Matériaux, Dunod, 2003.

[COR06] A. CORNET, F. HLAWKA. Métallurgie mécanique – Du microscope au macroscopique. Technosup, Ellipses, 2006.

[COU05] N. COULON et al. New trends in laser sintering : analysis of the process and new applications, in : ICALEO® congress proceedings, pp. 286-295, 2005.

[COZ73] R. COZAR, A. PINEAU. Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys. Metallurgical transactions, 4, pp. 47-59, 1973.

[DAH93] N.B. DAHOTRE, M.H. Mc CAY et al. Effect of grain structure on phase transformation events in the inconel 718. Scripta metallurgica et materialia, 28, pp. 1359-1364, 1993.

[DAJ91] D. DAJNO. Rhéologie globale et structurale des alliages de titane TA6V et Betacez dans les domaines α+β et β. Thèse, INPG, 1991.

[DAS99] S. DAS, M. WOHLERT, J.J. BEAMAN, D.L. BOURELL. Processing of titanium net shapes by SLS/HIP. Materials and design, 20, pp. 115-121, 1999.

[DAV01] J.R. DAVIS. Nickel, Cobalt and Their Alloys, ASM Specialty Handbook, 2001.

[DES90] J.D. DESTEFANI. Introduction to titanium and titanium alloys. In : Metals Hanbook, Properties and selection: non ferrous alloys and special-purpose materials, vol. 2, pp. 592-633, 1990.

[DES94] Y. DESVALLEES et al. Delta phase in inconel 718 : mechanical properties and forging process requirements. In : Superalloys 718 – Metallurgy and applications. ed. E.A.Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 281-91, 1994.

[DES03] Y. DESALOS, Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages, Techniques de l'Ingénieur M1105, 2003.

[DES04] Y. DESALOS, Panorama métallurgique des traitements thermiques, Techniques de l'Ingénieur M1110, 2004.

[DES04b] Y. DESALOS, Bases métallurgiques des traitements thermiques, Techniques de l'Ingénieur M1111, 2004.

[DIN02] O.O. DINIZ NETO, R. VILAR. Physical-computational model to describe the interaction between a laser beam and a powder jet in laser surface processing. Journal of laser applications, 14, pp. 46-51, 2002.

[DIR05] A. DI RIENZO, Modélisation de pièces bonne matière par projection laser, Rapport de stage Mastère COMADIS, ENSMP, 2005.

[DUB00] P. DUBOIS et Al. Prototypage rapide. Techniques de l'Ingénieur BM7017, 2000.

[DUR03] M. DURHAM. Rapid prototyping : stereolithography, selective laser sintering and polyjet. Advanced materials & processes, pp. 40-42, Janvier 2003.

[EIS65] H.L. EISENSTEIN. Advances in technology of stainless steel and related alloys, in : ASTM STP 369, pp. 62-79, 1965.

[EYL84] D. EYLON et al. Effect of hot isostatic pressing and heat treatment on fatigue properties of Ti-6Al-4V castings. In : Titanium Science and Technology. Proceedings of the fifth International Conference on Titanium Congress-Center, Munich, septembre 1984.

[EYL90] D. EYLON et al. Titanium and titanium alloys casting. In : Metals Hanbook, Properties and selection: non ferrous alloys and special-purpose materials, vol. 2, pp. 634-646, 1990.

[EZU03] E.O. EZUGWU et al. An overview of the machinability of aeroengine alloys. Journal of materials processing technology, 134, pp. 233-253, 2003.

[FAN94] Z. FAN. The b→w transformation during room temperature aging in rapidly solidified Ti-6Al-4V alloy. Scripta metallurgica et materialia, 31, 11, pp. 1519-1524, 1994.

[FAU06] N.FAURE, S. REICHE. Approche d'un procédé innovant de fabrication rapide par fusion laser de poudres organiques et métalliques. Rapport de stage CTE 1er année, ENSMP, 2006.

[FEA94] X. FEAUGAS, Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxe d'un alliage de titane, Thèse, UTC, 1994.

[FEL03] I. FELDE et al. In : Proceedings from the 1st international surface engineering congress and the 13th IFHTSE congress, Colombus, ASM International, pp. 237, oct 2003.

[FIS03] P. FISCHER, V. ROMANO, H.P. WEBER and al. Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source, Acta materialia, 51, pp. 1651-1662, 2003.

[FRE91] A. FRENK, A.F.A. HOADLEY, J.D. WAGNIERE. In-situ technique for measuring the absorption during laser surface remelting. Metallurgical transactions, 22B, pp. 139-141, 1991.

[FU02] Y. FU, A. LOREDO, B. MARTIN, A.B. VANNES. A theoretical model for laser and powder particles interaction during laser cladding. Journal of materials processing technology, 128, pp. 106-112, 2002.

[GAO95] M. GAO, R.P. WEI. Grain boundary γ'' precipitation and niobium segregation in inconel 718. Scripta metallurgica et materialia, 32, pp. 987-990, 1995.

[GAO07] S.Y. GAO and Al. Research on laser direct deposition process of Ti-6Al-4V alloy. Acta metallurgica sinica, 20, pp. 171-180, 2007.

[GAU99] M. GAUMANN, S. HENRY, F. CLETON et al. Epitaxial laser metal forming : analysis of microstructure formation. Materials science engineering A, 271, pp. 232-241, 1999.

[GED05] H. GEDDA, A. KAPLAN, J. POWELL. Melt-solid interaction in laser cladding and laser casting. Metallurgical and materials transactions, 36B, pp. 683-689, 2005.

[GEN07] L. GENG et al. Oxidation behavior of alloy 718 at high temperature. Materials and design, 28, pp. 978-981, 2007.

[GER68] W.W. GERBERICH, G.S. BAKER. Toughness of two-phase 6Al-4V titanium microstructures. Applications related phenomena in titanium alloys. In : Application related phenomena in titanium alloys, ASTM STP 432, pp. 80-99, 1968.

[GIL91] F.L. GIL, J.A. PLANELL. Growth order and activation energies for grains growth of Ti-6Al-4V alloy in beta phase. Scripta metallurgica et materialia, 25, pp. 2843-2848, 1991.

[GIL95] F.X. GIL, D. RODRIGUEZ, J.A. PLANELL. Grain growth kinetics of pure titanium. Scripta metallurgica et materialia, 33, pp. 1361-1366, 1995.

[GIL96] F.X. GIL, D. RODRIGUEZ, J.A. PLANELL. Influence of tempering temperature and time on the α'-Ti-6Al-4V martensite. Journal of alloys and compounds, 234, pp. 287-289, 1996.

[GIL01] F.J. GIL, M.P. GINEBRA, J.M. MANERO, J.A. PLANELL. Formation of α-Widmanstätten structure: effect of grains size and cooling rate on the widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy. Journal of alloys and compounds, 329, pp. 142-152, 2001.

[GOB96] S. GOBBI et al. High powder CO2 and Nd-YAG laser welding of wrought inconel 718. Journal of materials processing technology, 56, pp. 333-345, 1996.

[GOL61] A. GOLDSMITH, T.E. WATERMAN, H.J. HIRSCHHORN. Armour Research Foundation. Macmillan, 1961.

[GOO03] E. GOODE. Selective laser sintering, system and materials. Advanced materials & process, pp. 66-67, 2003.

[GOR70] J. GORDINE. Welding in inconel 718. Welding journal research suppl. 49, pp. 531-537, 1970.

[GRE00] G.A. GREENE et al. Total hemispherical emissivity of oxydized inconel 718 in the temperature range of 300- 1000°C. Experimental thermal and fluid science, 22, pp. 145-153, 2000.

[GRI82] V.N. GRIDNEV, O.M. IVASISHIN, S.P. OSHKADEROV et al., Phase transformations in titanium base alloys heat hardened by rapid heating. Physics of metals, 3, pp. 889-902, 1982.

[GRI99] M.L. GRIFFITH, M.E. SCHLIENGER, L.D. HARWELL and al. Understanding thermal behavior in the LENS process, Materials and design, 20, pp. 107-113, 1999.

[GRY03] R. GRYLLS. Laser engineered net shapes. Advanced materials and processes. 161, janvier, pp. 45-46, 2003.

[GRO06] H.C. de GROH. Development of laser fabricated Ti-6Al-4V. NASA/TM-2006-214256. Glem Technical Reports Server. 2006.

[GU06] D.D. GU et al. Development and characterisation of direct laser sintering multicomponent Cu based metal powder. Powder metallurgy, 49, 3, pp. 258-264, 2006.

[GU06b] D. GU, Y. SHEN. Processing and microstructure of submicron WC-Co particulate reinforced Cu matrix composites prepared by direct laser sintering. Materials science and engineering A, 435-436, pp. 54-61, 2006.

[GU07] D. GU, Y. SHEN. Effects of dispersion technique and components ratio on densification and microstructure of multi-component Cu-based metal powder in direct laser sintering. Journal of materials processing technology, 182, pp. 564-573, 2007.

[HAD77] B. HADJ SASSI. Morphologies structurales de l'alliage de titane TA6V, incidences sur les propriétés mécaniques, le comportement à la rupture et la tenue en fatigue. Thèse, Ecole nationale supérieure des techniques avancées, 1977.

[HAN04] L. HAN et al. Modeling of laser cladding with powder injection. Metallurgical and materials transactions, 35B, pp. 1139-1150, 2004.

[HAR08] S. HARDY. Prototypage rapide. Micronora Informations, Juillet 2008.

[HED06] M. HEDGE et al. Near net shape rapid manufacturing and repair by LENS. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 13, 2006.

[HER04] L. HERICHER, Contribution à la modélisation des transformations de phases dans les alliages de titane- Application à l'alliage ß CEZ, Thèse, INPL, 2004.

[HIL06] M.D. HILL. Microstructure and mechanical properties of titanium alloys reinforced with titanium boride. Thèse Ohio State University, 2006.

[HOC70] B. HOCHEID, R. KLIMA, C. BEAUVAIS, M. RAPIN, C. ROUX. Contribution à l'étude des transformations de l'alliage de titane TA6V en conditions isothermes. Mémoires scientifiques revue de métallurgie. LXVII, N°9,1970.

[HOF01] W. HOFMEISTER et al. Solidification in direct metal deposition by LENS processing. Journal of metals, pp. 30-34, septembre 2001.

[HOL06] D.A. HOLLANDER and Al. Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti-6Al-4V produced by direct laser forming. Biomaterials, 27, pp. 955-963, 2006.

[HOS05] W.F. HOSFORD. Physical Metallurgy. Taylor of Francis group, 2005.

[HU02] D. HU, R.R. BOTTEN. Phase transformations in some TiAl-based alloys. Intermetallics, 10, pp. 701-715, 2002.

[HUA96] X. HUANG et al. Effect of homogenization heat treatment on the microstructure and heat-affected zone microstructure and heat affected zone microfissuring in welded cast alloy 718. Metallurgical and materials transactions A, 27A, pp. 785-790, 1996.

[HUA05] Y. HUANG et al. Interaction between laser beam and powder stream in the process of laser cladding with powder feeding. Modelling simulation materials science engineering, 13, pp. 47-56, 2005.

[HUA05b] T. HUANG et al. Laser deposition refractory Mo-Ni alloys. ICALEO® Congress Proceedings, 2005.

[HUR02] V. HUREVICH, I. SMUROV, L. PAWLOWSKI. Theoretical study of the powder behavior of porous particles in a flame during plasma spraying. Surface and coatings technology, 151-152, pp. 370-376, 2002.

[IRV00] R. IRVING. Taking a powder : laser processing. International journal of powder metallurgy. 36, 4, pp. 69-74, 2000.

[IVA86] O.M. IVASISHIN et al. The redistribution of alloying elements by rapid-heating solution treatment of an (α+β) titanium alloy. Journal of materials science, 21, pp. 2519-2524, 1986.

[IVA93] O.M. IVASISHIN, G. LUTJERING. Structure and mechanical properties oh high-temperature titanium alloys after rapid heat treatment. Materials science and engineering A, 168, pp. 23-28, 1993.

[IVA95] O.M. IVASISHIN et al. Mechanical properties of (α+β)-titanium alloy at cryogenic temperatures. Materials science and engineering A, 196, pp. 65-70, 1995.

[IVA99] O.M. IVASISHIN, R.V. TELIOVICH. Potential of rapid heat treatment of titanium alloys and steels. Materials science and engineering A, 263, pp. 142-154, 1999.

[IVA02] O.M. IVASISHIN et al. Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during beta annealing under continuous heating conditions. Materials science and engineering A, 337, pp. 88-96, 2002.

[IVA02b] O.M. IVASISHIN, D.G. SAWAKIN et al. Titanium powder metallurgy for automotive components. Materials technology ,17, pp. 20-25, 2002.

[JAF58] R.I. JAFFEE. The physical metallurgy of titanium alloys. Progress in metals physics, 7. Pergamon press, pp. 65-163, 1958.

[JAN05] G.D JANAKI RAM et al. Microstructure and tensile properties of Inconel 718 pulsed Nd-YAG laser welds. Journal of materials processing technology, 167, pp. 73-82, 2005.

[JAR00] A. JARDY, S. HANS, D. ABLITZER. Détermination des températures de liquidus et de solidus d'alliages de titane par analyse thermique différentielle. La revue de métallurgie- CIT/ Sciences et Génie des Matériaux, 97, pp. 1021, 2000.

[JEN53] A.E. JENKINS. The oxidation of titanium at high temperatures in an atmosphere of pure oxygen. Journal of the institute of metals. 82, pp. 221-231, 1953.

[JOH81] C.S. JOHNSON et al. Laser light scattering, Dover, 1981.

[JOU97] J.M. JOUVARD et al. Continuous wave Nd :YAG laser cladding modeling : a physical study of track creation during low power processing. Journal of laser applications, 9, pp. 43-50, 1997.

[JOV06] M.T. JOVANOVIC, S. TADIC, S. ZEC , Z. MISKOVIC, I. BOBIC. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V alloy. Materials and design, 27, pp. 192-199, 2006.

[KAH86] A.I. KAHVECI, G. E. WELSCH. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy. Scripta metallurgica, 20, pp. 1287-1290, 1986.

[KAH94] F.J. KAHLEN. The development of laser reflectometer diagnostic technique for laser keyhole welding studies of stainless steel SS 304. M.S. thesis, University of Tennessee,1994.

[KAH01] F.J. KAHLEN, A. KAR. Tensile strengths for laser-fabricated parts and similarity parameters for rapid manufacturing. Journal of manufacturing science and engineering, 123, pp. 38-44, 2001.

[KAR02] P. KARAPATIS. A sub-process approach of selective laser sintering. Thèse EPFL, 2002.

[KEL02] S.M. KELLY. Characterization and thermal modelling of laser formed Ti-6Al-4V. Thèse Virginia Polytechnic Institute and State University, 2002.

[KEL04] S.M. KELLY, S.L. KAMPE. Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds : part I. microstructural characterization, Metallurgical and materials transactions A, 35A, 6, pp. 1861-1867, 2004.

[KLO03] F. KLOCKE et al. Direct laser sintering of ceramic materials. Proceedings of the Second International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, pp. 235-257, Munich 2003.

[KNO89] G.A. KNOROVSKY, M.J. CIESLAK, T.J. HEADLEY et al. Inconel 718 : a solidification diagram. Metallurgical transactions A, 20A, pp. 2149-2158, 1989.

[KOB00] P.A. KOBRYN et al. The effect of laser power and traverse speed on microstructure, porosity, and build height in laser-deposited Ti-6Al-4V. Scripta materialia, 43, pp. 299-305, 2000.

[KOB01] P.A. KOBRYN et al. Mechanical properties of laser-deposited Ti-6Al-4V. Proceedings of the solid freeform fabrication symposium 2001, University of Texas, Austin, pp. 179-186, 2001.

[KOB03] P.A. KOBRYN, S.L. SEMIATIN. Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V. Journal of materials processing technology, 135, pp. 330-339, 2003.

[KOB06] P.A. KOBRYN and Al. Additive manufacturing of aerospace alloys for aircraft structures. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 3, 2006.

[KRE95] E.W. KREUTZ, G. BACKES et al. Rapid prototyping with CO_2 laser radiation. Applied surface science, 86, pp. 310-316, 1995.

[KRU04] J.P. KRUTH et al. Selective laser melting of iron-based powder. Journal of materials processing technology , 149, pp. 616-622, 2004.

[KRU05] J.P. KRUTH et al. Benchmarking of different SLS/SLM processes as rapid manufacturing techniques. Int. Conf. Polymers and Moulds Innovations (PMI). 2005.

[KRU07] J.P. KRUTH, G. LEVY, F. KLOCKE, T.H.C. CHILDS. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. Annals of the CIRP, 56, pp. 730-759, 2007.

[LAG89] P. LAGAIN. Contribution expérimentale aux traitements de surface par laser avec apport de poudres. Thèse Université d'Aix Marseille III, 1989.

[LAG97] L. LAGRANGE. Caractérisation microstructurale et tribologique de revêtements composites à matrice métallique élaborés sous faisceau laser par projection coaxiale de poudre. Thèse INPL, 1997.

[LAM90] S. LAMPMAN et al. Wrought titanium and titanium alloys. Metals Hanbook, Properties and selection: non ferrous alloys and special-purpose materials, vol. 2, pp. 592-633, 1990.

[LAB06] F. LABBAS et al. Fabrication de pièces en acier à outils par frittage laser. Rapport de stage de Mastère COMADIS, ENSMP, 2006.

[LEM70] F. LE MAITRE. Transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane TA6V ; Mémoires scientifiques Revue de métallurgie, LXVII, N°9, 1970 .

[LEM93] F. LEMOINE et al. Modélisation de la section de dépôts obtenus par fusion d'une poudre métallique projetée dans un faisceau laser Nd-YAG. Journal de physique III 3, pp. 2043-2052, 1993.

[LEE85] Y.T. LEE. Thèse, Case Western Reserve University, 1985.

[LEE90] Y.T. LEE et al. Young's modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration. Materials science and engineering A,128, pp. 77-89, 1990.

[LEE04] E. LEE et al. Microstructure evolution and microstructure/mechanical properties relationships in $\alpha+\beta$ titanium alloys. Thèse Ohio State University, 2004.

[LI99] X.C. LI and Al. Design and fabrication of materials for laser shape deposition manufacturing. In : 44th Int. SAMPE Symposium, Long Beach, 44(2) pp.1849-1856, Mai 1999.

[LI02] R.B. LI. M. YAO, W.C. LIU, X.C. HE. Isolation and determination for δ, γ' and γ'' phases in inconel 718 alloy. Scripta materialia, 46, pp. 635-638, 2002.

[LI03] Y. LI et al. The influences of processing parameters on forming characterizations during laser rapid forming. Materials science and engineering, 360A, pp. 18-25, 2003.

[LIN99] J. LIN. Temperature analysis of the powder streams in coaxial laser cladding. Optics and laser technology, 31, pp. 565-570, 1999.

[LIN06] X. LIN et al. Microstructure and phase evolution in laser rapid forming of a functionally graded Ti-Rene88DT alloy. Acta materialia, 54, pp. 1901-1915, 2006.

[LIU88] Z. LIU, G. WELSCH. Literature survey on diffusivities of oxygen, aluminium, and vanadium in aplha titanium, beta titanium, and in rutile. Metallurgical transactions A, 19A, pp. 1121-1125, 1988.

[LIU02] C.Y. LIU. Thermal processes of a powder particle in coaxial laser cladding. Optics and laser technology, 35, pp. 81-86, 2002.

[LIU06] Y. LIU et al. Microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured inconel 718 and Ti-6Al-4V components. In : ICALEO® Congress Proceedings, 2006.

[LIU06b] J. LIU et al. Rapid manufacturing metal parts by laser sintering admixture of epoxy resin/iron powders. Advanced engineering materials, 8, n°10, pp. 988-994, 2006.

[LIU07] J. LIU et al. Effects of process variables on laser direct formation of thin wall. Optics and laser technology, 39, pp. 231-236, 2007.

[LON06] A. LONGUET, C. COLIN, P. PEYRE, S. QUILICI, G. CAILLETAUD. Modélisation de la fabrication de pièces par projection laser : application au Ti-6Al-4V. in : Matériaux 2006, Dijon, 2006.

[LON06b] A. LONGUET et al. Rapport d'avancement 2006 de la tâche modélisation - Projet PROFIL, 2006.

[MAI06a] J. MAISONNEUVE, C. COLIN, Y. BIENVENU, P. AUBRY. Direct manufacturing of aeronautical components by laser metal deposition in Ti-6Al-4V. in : ICALEO congress proceedings, n° 1204, 2006.

[MAI06b] J. MAISONNEUVE, C. COLIN, Y. BIENVENU, P. AUBRY. Etude des phénomènes thermiques associés à la fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser, in : Matériaux 2006, Dijon, 2006.

[MAJ05] J.D. MAJUMDAR, A. PINKERTON, Z. LIU et al. Microstructure characterisation and process optimization of laser assisted rapid fabrication of 316L stainless steel. Applied surface science, 247, pp. 320-327, 2005.

[MAL01] S. MALINOV, W. SHA, Z. GUO et al. Synchrotron X-ray diffraction study of the phase transformations in titanium alloys. Materials characterization, 48, pp. 279-295, 2001.

[MAN90] W.L. MANKINS et al. Nickel and nickel alloys. Metals Hanbook, Properties and selection: non ferrous alloys and special-purpose materials, vol. 2, pp. 634-646, 1990.

[MAZ82] J. MAZUMDER, W.M. STEEN. Microstructure and mechanical properties of laser welded titanium 6Al-4V. Metallurgical transactions A, 13A, pp. 865-871, 1982.

[MAZ07] A. MAZZOLI, G. MORICONI, M.G. PAURI. Characterization of an aluminium-filled polyamide powder for applications in selective laser sintering. Materials and design, 28, pp. 993-1000, 2007.

[MIT01] A. MITCHELL et al. Solidification and precipitation in IN718. in : Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 81-90, 1991.

[MIT94] A. MITCHELL et al. The precipitation of primary carbides in alloy 718. in : Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 65-78, 1994.

[MOL97] R. MOLINS, G. HOCHSTETTER, J.C. CHASSAIGNE, E. ANDRIEU. Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature. Acta materialia, 45, 2, pp. 663-674, 1997.

[MON96] C. MONS. Traitements thermiques des superalliages, Techniques de l'Ingénieur M 1165, 1996.

[MUR94] G. MURRY. Soudage et soudabilité métallurgique des métaux. Techniques de l'ingénieur M715, 1994.

[NIC99] A. NICKEL. Analysis of thermal stresses in shape deposition manufacturing of metals parts. Thèse, Université de Stanford, 1999.

[NIS78] V. NISHIYAMA et al. Relations between weld heat affected zone cracking and microstructure in nickel base superalloys, Journal of the Japan institute of metals, 42, pp. 347-356, 1978.

[OLI05] U. de OLIVEIRA, V. OCELIK, J.T.M. DE HOSSON. Analysis of coaxial laser cladding processing conditions. Surface & coatings technology, 197, pp. 127-136, 2005

[ORA91] A. ORADEI-BASILE. A current TTT diagram for wrought alloy 718. in : Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 325-335, 1991.

[OSA06] K. OSAKADA, M. SHIOMI. Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder. International journal of machine tools & manufacturing, 46, pp. 1188-1193, 2006.

[OVE03] C. OVER and al. Rapid manufacturing of metals parts and tools using laser melting. Conference on lasers in manufacturing, Munich, juin 2003.

[PAN93] D. PANTELIS, Traitements superficiels par faisceaux à haute densité d'énergie, Techniques de l'Ingénieur M 1240, 1993.

[PAR06] B. PARTEE et al. Selective laser sintering process optimization for layered manufacturing of CAPA® 6501 polycaprolactone bone tissus engineering scaffolds. Journal of manufacturing science and engineering, 128, pp. 531-539, 2006.

[PAT01] S.N. PATANKAR, M.J. TAN. Influence of alpha casing on superplastic deformation of Ti-6Al-4V. Journal of engineering materials and technology, 123, pp. 144-147, 2001.

[PAT01b] A.D. PATEL et al. Effect of cooling rate on microstructural development in alloy 718. in : Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 123-132, 2001.

[PAU69] D.F. PAULONIS et al. Precipitation in nickel-base alloy 718. Transactions of the ASM. 62, pp. 611-622, 1969.

[PAU07] C.P. PAUL et al. Investigating laser rapid manufacturing for Inconel 625 components. Optics and laser technology, 39, pp. 800-805, 2007.

[PEL93] J.M. PELLETIER et al. Influence of processing conditions on geometrical features of laser claddings obtained by powder injection. Journal of materials science, 28, pp. 5184-5188, 1993.

[PEL95] J.M. PELLETIER et al. Injection coaxiale de poudres sous faisceau laser pour la réalisation de revêtements : problèmes physiques associés, Journal of physique III, n° 5, pp. 313-331, 1995.

[PEN05] L. PENG et al. Direct laser fabrication of nickel alloy samples. International journal of machine tools and manufacture, 45, pp. 1288-1294, 2005.

[PEN06] L. PENG et al. Direct laser fabrication of thin-walled metal parts under open-loop control. International journal of machine tools and manufacture, 47, pp. 996-1002, 2006.

[PER07] G. PERRIN. Étude métallurgique, mécanique et thermique de l'intégrité de surface des pièces percées au foret hélicoïdal dans l'Inconel 718TR. Détection et quantification des anomalies par Process Monitoring, Thèse ENSMP, 2007.

[PET83] M. PETERS, New developments in the area of Ti alloys, Metall, 37, 6, pp. 584-589, 1983.

[PET06] C. PETRY. Caractérisation et modélisation du comportement et de l'endommagement d'alliages métalliques sur une grande plage de température. Thèse de l'ENS Cachan, 2006.

[PEY08] P. PEYRE et al. Analytical and numerical modelling of the direct metal deposition laser process. Journal of physics D : applied physics, 41, n° 025403, 2008.

[PHE05] Présentation de la machine PM250, Phénix Systems, 2005.

[PIC94] M. PICASSO et al. A simple but realistic model for laser cladding. Metallurgical and materials transactions, 25B, pp. 281-291, 1994.

[PIN04] A. PINKERTON et al. Multiple-layer cladding of stainless steel using a high-powered diode laser: an experimental investigation of the process characteristics and material properties. Thin solid films, 453-454, pp. 471-476, 2004.

[PIN04b] A. PINKERTON et al. Modelling powder concentration distribution from a coaxial deposition nozzle for laser-based rapid tooling. Journal of manufacturing science and engineering, 126, pp. 33-41, 2004.

[PIN05] A. PINKERTON et al. Multiple-layer laser deposition of steel components using gas- and water-atomised powders : the difference and the mechanisms leading to them. Applied surface science, 247, pp. 175-181, 2005.

[PIN06] A.J. PINKERTON et al. Thermal and microstructural aspects of laser direct metal deposition of Waspaloy. Journal of laser applications, 18, 3, pp. 216-226, 2006.

[PIN08] A. PINEAU. Métallurgie de l'Inconel 718. Journée thématique « Superalliages pour disques moteur », Association Aéronautique et Astronautique de France, Villaroche 2008.

[PIT04] F. PITT, M. RAMULU. Influence of grain size and microstructure on oxidation rates in titanium alloy Ti-6Al-4V under superplastic forming conditions. Journal of materials engineering and performance, 13, 6, pp. 727-734, 2004.

[PLI78] M.R. PLICHTA, H.I. AARONSON, J.H. PEREPEZKO. The thermodynamics and kinetics of the $\beta \rightarrow \alpha m$ transformation in three Ti-X systems. Acta materialia, 26, pp. 1293-1305, 1978.

[PLI80] M.R. PLICHTA and al. Crystallography and morphology of the $\beta \rightarrow t$ massive transformation in Ag-26 a/o Al. Acta materialia, 28, pp. 1041-1057, 1980.

[PON01] S. PONNELLE. Propagation des fissures par fatigue à haute température dans l'inconel 718 : effets de microstructures et de chargements complexes, Thèse ENSMP, 2001.

[POW83] J. POWELL. Laser cladding. Thèse Imperial college of science and technology, 1983.

[PRA01] Y.V.R.K. PRASAD et al. Influence of oxygen content on the forging response of equiaxed ($\alpha+\beta$) preform of Ti-6Al-4V: commercial vs. ELI grade. Journal of materials processing technology, 108, pp. 320-327, 2001.

[PRA03] U. PRASAD, M.C. CHATURVEDI. Influence of alloying elements on the kinetics of massive transformation in gamma titanium aluminides. Metallurgical and materials transactions, A 34, pp. 2053-2066, 2003.

[PRA04] R.S. PRASHER. Mie scattering theory for phonon transport in particulate media. Journal of heat transfer, 126, pp. 793-803, 2004.

[QAZ03] J.I. QAZI et al. Kinetics of martensite decomposition in Ti-6Al-4V-xH alloys. Materials science and engineering A, 359, pp. 137-149, 2003.

[QI06] H. QI. Microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured IN718 and Ti-6Al-4V components, in : ICALEO, N° 301, 2006.

[QIA03] M. QIAN, J.C. LIPPOLD. The effect of rejuvenation heat treatments on the repair weldability of wrought alloy 718. Materials science and engineering A, 340, pp. 225-231, 2003.

[QIA05] L. QIAN et al. Influence of position and laser power on thermal history and microstructure of direct laser fabricated Ti-6Al-4V samples. Materials science and technology, 21, pp. 597-605, 2005.

[RAD88] B. RADHAKRISHNAN, R.G. THOMPSON. A quantitative microstructural study of intergranular liquation and its relationship to hot cracking. Metallography, 21, pp. 453-471, 1988.

[RAD89] B.RADHAKRISHNAN et al. Solidification of the Nickel-Base Superalloy 78: a phase diagram approach. Metallurgical transactions A, 20, pp. 2866-2868, 1989.

[RAD90] B. RADHAKRISHNAN, R.G. THOMPSON. Liquid film migration in the weld heat affected zone of a Ni-base superalloy. Scripta metallurgica et materialia, 24, pp. 537-542, 1990.

[ROB07] Y. ROBERT. Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsionnel : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermodynamiques associés à ce procédé. Thèse ENSMP 2007.

[SAH91] M.C. SAHOUR et al. Laser cladding by powder injection: optimization of the processing parameters. Journal of physique IV, Vol.1, C7-51, 1991.

[SAN06] E.C. SANTOS, M. SHIOMI, K. OSAKADA, T. LAOUI. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. International journal of machine tools & manufacture, 46, pp. 1459-1468, 2006.

[SCH91] J.J. SCHIRRA et al. The effect of Laves phases on the mechanical properties of wrought and cast+HIP inconel 718. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 375-388, 1991.

[SCH97] J.J. SCHIRRA. Development of a improved heat treatment for investment cast inconel 718. in : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 439-446, 1997.

[SEM01] S.L. SEMIATIN, P.N. Fagin, M.G. GLAVICIC et al. Influence on texture on beta grain growth during continuous annealing of Ti-6Al-4V. Materials science and engineering A, 299, pp. 225-234, 2001.

[SER65] L. SERAPHIN. Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques. Mémoires scientifiques Revue de métallurgie. LXII N°4, 1965.

[SHE03] M. SHELLABEAR. e-Manufacturing with laser-sintering. Proceedings of the Second International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, pp. 233-238, Munich 2003.

[SIM87] C.T. SIMS, N.S. STOLOFF, W. HAGEL William. Superalloys II. High temperature materials for aerospace and industrial power, J. Wiley, 1987.

[SIM06] A. SIMCHI. Direct laser sintering of metals powders : mechanism, kinetics and microstructural features. Materials science and engineering A, 428, pp. 148-158, 2006.

[SJO91] G. SJOBERG et al. Grain boundary delta-phase morphology, carbides and notch rupture sensitivities of cast alloy 718. in : Superalloys 718 – Metallurgy and applications. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 603-621, 1991.

[SLA00] C. SLAMA et al. Structural characterization of aged inconel 718. Journal of alloys and compounds, 306, pp. 277-284, 2000.

[SMI92] Smithells Metals Reference Book, 7e ed., Butterworth-Heinemann, ed. E.A. Brandes and G.B. Brook, 1992.

[SMU03] I. SMUROV. Modélisation de procédés de dépôts laser et plasma. Les premières rencontres internationales sur la projection thermique, Lille, 2003.

[SPI99] J.G. SPILMONT, Etude de la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée, Thèse ENSMP, 1999.

[SUN88] M. SUNDARARAMAN, P. MUKHOPADHYAY, S. BANERJEE. Precipitation of the δ-Ni3Nb phase in two nickel base superalloys. Metallurgical transactions A, 19A, pp. 453-465, 1988.

[SUN97] M. SUNDARARAMAN et al. Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effect on mechanical properties. In : Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 367-378, 1997.

[SUR06] G. SURDON. Laser direct manufacturing developments state-of-the-art and activities in the french aerospace industry. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 10, 2006.

[SUR07] G. SURDON, Fabrication directe métallique par laser - Etat de l'art et applications, Journée Technologiques Associations Titane, 2007.

[SYE05] W.U.H. SYED, A.J. PINKERTON, L. LI. A comparative study of wire feeding and powder feeding in direct diode laser deposition for rapid prototyping. Applied surface science, 247, pp. 268-276, 2005.

[SYE06] W.U.H. SYED, A.J. PINKERTON, L. LI. Combining wire and coaxial powder feeding in laser direct metal deposition for rapid prototyping. Applied surface science, 252, pp. 4803-4808, 2006.

[TAM06] K.M. TAMINGER and Al. Electron beam freeform for cost effective near-net-shape manufacturing. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 3, 2006.

[TAY03] B.Y. TAY et al. Solid freeform fabrication of ceramics. International materials reviews, 48, 6, pp. 341-370, 2003.

[TIL02] J.S. TILEY. Modeling of microstructure property relationships in Ti-6Al-4V. Thèse Ohio State University, 2002.

[TOK02] M. TOKOTSHO, Fabrication d'aubes de turbine en TA6V par prototypage Laser, Rapport de stage Mastère COMADIS, ENSMP, 2002.

[TRI91] R. TRICOT. Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique, Matériaux et techniques, Mai-juin 1991.

[VAN05] G. VABNSTEEKISTE et al. Développements du frittage sélectif par laser pour la fabrication de micro outillages. Colloque « poudres et matériaux frittés », SF2M, Cherbourg 2005.

[VAN06] G. VABNSTEEKISTE. Mise en forme sous impact laser de pièces métalliques à partir d'empilements de strates de produits pulvérulents. Thèse de l'Université de Franche-Comté, 2006.

[VIL99] R. VILAR. Laser cladding. Journal of laser applications, 11, 2, pp. 64-79, 1999.

[VIN85] R. VINCENT. Precipitation around welds in the nickel-base superalloy, inconel 718. Acta metallurgica. 33, 7, pp. 1205-1216, 1985.

[VLC06] J. VLCECK. Property investigation of laser cladded, laser melted and electron beam melted Ti-6Al-4V. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 11, 2006.

[VOI06] W. VOICE. Net-shape processing applied to aero-engine components. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 1, 2006.

[VON06] M. VONCINA et al., Thermodynamic analysis of AlSi10Mg alloy, RMZ-Materials and Geoenvironment, 52, 3, pp. 621-633, 2006.

[WAG65] H.J. WAGNER et al. Physical Metallurgy of alloy 718, DMIC report N°217, Batelle Memorial Institute, Colombus, Ohio, 1965.

[WAN05] F. WANG et al. Microstructure study of laser fabricated compositionally graded Ti alloys using simultaneous feed of powder and wire. ICALEO congress proceedings, n° 607, 2005.

[WAN06] F. WANG et al. Microstructure study of direct laser fabricated Ti alloys using powder and wire. Applied surface science, 253, pp. 1424-1430, 2006.

[WAN07] F. WANG et al. Laser fabrication of Ti6Al4V/TiC composites using simultaneous powder and wire feed. Materials science and engineering A, 445–446, pp. 461-466, 2007.

[WEL94] B. WELSCH et al. Metallography and microstructure, ch. Technical Note, pp. 1051-1060. ASM International, 1994.

[WIL67] J.C. WILLIAMS, M.J. BLACKBURN.A comparison of phase transformations in three commercial titanium alloys. Transactions of the ASM, 60, pp. 373-383, 1967

[WIL71] J.C. WILLIAMS, B.S. HICKMAN, D.H. LESLIE. The effect of ternary additions on the decomposition metastable beta-phase titanium alloys, Metallurgical transactions, 2, pp. 477-484, 1971

[WU02] X. WU et al. Direct laser fabrication and microstructure of a burn-resistant Ti alloy. Materials and design, 23, pp. 239-247, 2002.

[WU03] X. WU, J. MEI. Near net shape manufacturing of components using direct laser fabrication technology. Journal of materials processing technology, 135, pp. 266-270, 2003.

[WU04] X. WU, J. LIANG, J. MEI, C. MITCHELL, P.S. GOODWIN, W. VOICE. Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V. Materials and design, 25, pp. 137-144, 2004.

[WU06] X. WU. Net-shape manufacturing of aeroengine components. Cost effective manufacturing via net-shape processing, Meeting proceedings RTO-MP-AVT-139, paper 5, 2006.

[XIA08] X. ZHAO et al. Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718. Materials science and engineering A, 478, pp. 119-124, 2008.

[XIE91] X. XIE et al. Effect of oxygen, nitrogen and magnesium on segregation, solidification and mechanical properties in alloy 718. Superalloys 718, 625 and various derivatives. ed. E.A. Loria. The minerals, Metals & Materials Society, pp. 241-250, 1991.

[YAD07] I. YADROITSEV, P. BERTRAND, B. LAGET, I. SMUROV. Applications of laser assisted technologies for fabrication of functionally graded coatings and objects for the International Thermonuclear Experimental Reactor components. Journal of nuclear materials, 362, pp. 189-196,2007.

[YAK05] A. YAKOVLEV et al. Laser-assisted direct manufacturing of functionally graded 3D objects. Surface and coatings technology, 190, pp. 15-24, 2005.

[ZHA01] X.D. ZHANG et al. Characterization of laser-deposited TiAl alloys. Scripta materialia, 44, pp. 2419-2424, 2001.

[ZHA01b] W.J. ZHANG, B.V. REDDY, S.C. DEEVI. Physical properties of TiAl-base alloys. Scripta materialia, 45, pp. 645-651, 2001.

[ZHA07] K. ZHANG et al. Research on the processing experiments of laser metal deposition shaping. Optics and laser technology, 39, pp. 549-557, 2007.

[ZHU07] H.H. ZHU et al. The influence of powder apparent density on the density in direct laser-sintered metallic parts. International journal of machine tools & manufacture, 47, pp. 294-298, 2007.

[ZEN05] L. ZEN and Al. Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of α, α', α'' and β phases in Ti-6Al-4V wire. Materials science and engineering A, 392, pp. 403-414, 2005.

Fabrication directe de pièces aéronautique en TA6V et IN718 par projection laser (DMD) et fusion sélective laser (SLM).

RESUME :

Les technologies de fabrication directe ou additive, issues des techniques de prototypage rapide, ouvrent de nouvelles perspectives pour la production de pièces unitaires ou de petite série, qui peuvent être métalliques, céramiques ou polymères. Elles représentent en effet une alternative intéressante aux procédés conventionnels de fabrication tant elles présentent des avantages en termes de réduction des délais de fabrication, de flexibilité de conception et de propriétés mécaniques et métallurgiques des pièces obtenues.

La présente thèse concerne principalement l'étude des procédés de projection laser (DMD) et de fusion sélective par laser (SLM) des alliages TA6V et IN718. Les travaux menés visent à une meilleure compréhension des phénomènes métallurgiques engendrés par les conditions thermiques spécifiques de ces procédés (vitesse de refroidissement élevée, recuits successifs, etc.). Afin d'appréhender l'origine des microstructures hors d'équilibre obtenues, une approche expérimentale et analytique de l'interaction laser/poudre a été menée. Un bilan thermique du procédé DMD a été établi au regard des indices métallurgiques constatés. Suite à une étude paramétrique, des cartographies du procédé DMD ont été établies, permettant ainsi de définir des optima de projection en termes de microstructure, de géométrie et de critères économiques. Une caractérisation mécanique en traction des pièces obtenues a été réalisée. Des traitements thermiques adaptés aux microstructures et contraintes résiduelles générées par la fabrication additive sont proposés.

Mots clés : Fabrication directe, Fabrication additive, DMD Direct Metal Deposition, SLM Selective Laser Melting, TA6V, IN718

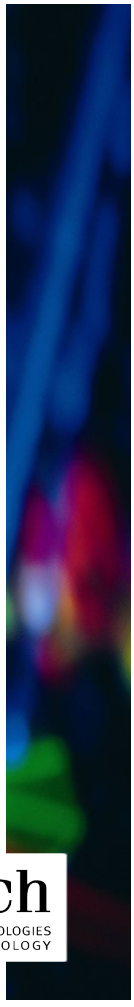
Direct manufacturing of TA6V and IN718 aeronautical components by DMD and SLM processes.

ABSTRACT :

Direct or additive manufacturing processes open up new perspectives for the production of unique part or small series, whether metallic, ceramic or plastic. Those processes offert an attractive option to conventional manufacturing processes as they have advantages in terms of reduced production times, design flexibility and mechanical and metallurgical properties.

The aim of this study is to investigate on two processes : laser projection (DMD) and laser selective fusion (SLM) of TA6V and IN718 alloys. Work carried out aims at a better understanding of the metallurgical phenomena generated by the specific thermal conditions of these processes (high cooling rate, successive annealings, etc.). In order to understand the origin of the out-of-equilibrium microstructures obtained with these methods, an experimental and analytical approach of the laser / powder interaction has been done. A thermal balance of the DMD process have been performed based on metallurgical indices observed. A parametric study has led to the establishment of process maps for DMD, wich make it possible to identify optimal parameters in terms of microstructure, geometry and economic criteria. A mechanical tensile characterization of the parts obtained was carried out. Thermal treatments adapted to the microstructures and residual stresses generated by the additive manufacture are proposed.

Keywords : Direct manufacturing, Additive manufacturing, DMD, SLM, TA6V, IN718



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY