



Etude de revêtements base nickel pour le chaînage des procédés Cold Spray et L-PBF (Laser-Powder Bed Fusion)

Cléa Plouze

► To cite this version:

Cléa Plouze. Etude de revêtements base nickel pour le chaînage des procédés Cold Spray et L-PBF (Laser-Powder Bed Fusion). Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2022. Français. NNT : 2022UPSLM074 . tel-04058975

HAL Id: tel-04058975

<https://pastel.hal.science/tel-04058975>

Submitted on 5 Apr 2023

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.



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à Mines Paris-PSL

**Etude de revêtements base nickel pour le chaînage des
procédés Cold Spray et L-PBF (Laser-Powder Bed Fusion)**

Soutenue par

Cléa PLOUZE

Le 13 décembre 2022

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Energétique (ISMME)**

Spécialité

**Sciences et Génie des
Matériaux**

Composition du jury :

Vincent JI Professeur des Universités, ICMMO, U. Paris-Saclay	<i>Président du Jury</i>
Alain DENOIRJEAN Directeur de recherche CNRS, IRCER, U. Limoges	<i>Rapporteur</i>
Matthieu SCHNEIDER Maître de conférences, HDR Arts et Métiers ParisTech	<i>Rapporteur</i>
Cécile DAVOINE Ingénieure de recherche, ONERA	<i>Examineur</i>
Frédéric PRIMA Professeur des Universités, IRCP, Chimie ParisTech	<i>Examineur</i>
Vincent GUIPONT Chargé de recherche, HDR Mines Paris	<i>Directeur de thèse</i>

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon jury de thèse qui m'a permis de soutenir ces travaux et avec qui des discussions enrichissantes ont pu avoir lieu. Merci à M. Vincent Ji, qui a présidé le jury, merci aux rapporteurs MM. Alain Denoirjean et Matthieu Schneider pour votre analyse de mes travaux et vos remarques intéressantes. Je remercie enfin Mme Cécile Davoine et MM. Frédéric Prima et Georg Mauer pour votre présence en tant qu'examineur et la richesse de nos échanges. J'espère pouvoir à nouveau échanger avec vous dans la suite de ma carrière.

En commençant cette thèse en octobre 2018, je ne savais pas encore dans quoi je m'engageais, parcours tortueux d'expérimentations et de simulations, entremêlés de nombreux apprentissages, de découvertes et de joies, mais aussi de nombreuses périodes de doutes et de remise en question. Merci Vincent de m'avoir permis de faire cette thèse. Ton haut niveau d'exigence n'a pas toujours été facile à atteindre, mais il permet aussi de faire des travaux rigoureux et il est toujours accompagné d'un suivi attentif. Merci Djamel d'avoir élaboré avec moi les travaux de simulation numérique qui apporte un autre éclairage sur la compréhension de la partie fusion L-PBF.

La première étape de ce périple était d'arriver à obtenir des dépôts cold spray. Pour cela, je tiens à remercier François et Antoine qui m'ont guidé et ont développé avec moi ces campagnes de projection. Merci pour votre présence, votre expérience, la mise en place de nouveaux montages et de nouvelles méthodes de projection. Merci d'avoir accompagné les changements de planning pour ajouter quelques créneaux de projection dans l'objectif d'arriver à obtenir le Graal du dépôt d'IN738LC épais. Côté cold spray, je souhaite aussi remercier le centre de recherche de Jülich et Georg Mauer. Les dépôts obtenus ont permis de débloquer les travaux de cette thèse et d'approfondir la question des conditions de projections.

La deuxième étape fut de réaliser les expérimentations de fusion L-PBF. Merci à Jean-Dominique et Lyliat d'avoir pavé ce périple en me transmettant leur connaissance du procédé, avec la construction du plan d'expérience, le recul sur les phénomènes et des conseils toujours avisés.

Tout au long de ce parcours, il a fallu s'intéresser à caractériser les matériaux. Rien n'aurait alors été possible sans les talents de préparation des montages et de découpe des échantillons. Pour cela je tiens à remercier l'atelier : merci René, Frédéric et Vasco. Je tiens également à remercier l'équipe micromax qui offre un panel d'outil de caractérisation à faire pâlir d'envie tout bon métallurgiste ! Merci donc à Fabrice, Maria, Antoine, Kevin, Lynh-Thy et Gérard. Merci Charlotte pour les longues heures passées à construire avec moi les analyses DRX de ce manuscrit. J'ai été très touchée par tes qualités professionnelles, mais surtout par ta sincérité et ta gentillesse. Merci Sylvain et Vladimir pour les discussions enrichissantes autour de la microstructure complexe des superalliages base nickel fortement écrouis.

Parce que la recherche scientifique est pour moi principalement un travail d'équipe, je remercie l'ensemble des membres du laboratoire, de l'école doctorale, et notamment Marie-Hélène et Anne-Françoise pour votre investissement dans le suivi des thèses, Claudine et Véronique pour l'accompagnement administratif qui nous permet bien souvent de ne pas avoir à réfléchir à cet aspect de la thèse et les membres du conseil de laboratoire. Merci Catherine pour ton accueil toujours souriant.

Je tiens à remercier mon stagiaire Alvin Sia pour la qualité de son travail malgré le contexte de la pandémie. Merci aux membres du bureau 119, Laurent, Bastien, Hugo, Zacharie, Melvin et Maryse

qui ont agrémenté de rires les journées de travail, aux repas à Safran avec Hugo, Hugo, Natan et Amar. Je remercie tous les doctorants, post-doctorants, stagiaires et permanents avec qui j'ai pu discuter autour d'un thé, d'un repas, mais aussi en salle de polissage ou au microscope.

D'un point de vue personnel, ces années furent riches en enseignement et en prise de recul. Je tiens à remercier le groupe Wake up (méditation de pleine conscience) qui m'a aidée à mieux me connaître et à appréhender le monde en profondeur, à m'autoriser à me poser des questions sur ce que je veux apporter au monde. Merci pour le soutien pendant la période covid qui a structuré un temps qui n'avait plus de rythme. Je tiens aussi à remercier les gens avec qui j'ai pratiqué le théâtre d'improvisation et plus récemment le roller, ainsi qu'aux membres des communautés discord avec qui j'échange.

Pour terminer, je tiens à remercier les membres de mon groupe d'amis lovefortran, qui m'ont accompagnée depuis mon école d'ingénieur : Agathe, Charles, Chloé, Clément, Lilian, Lucas, Manon, Marie-Sophie, Nicolas. J'espère continuer les débats endiablés autour d'un jeu, les semaines de vacances et j'ai envie de connaître la suite de vos vies. Merci à mes amis de prépas, et à Phinou, on se suit depuis le lycée et j'espère voir la suite de tes aventures !

Je tiens à remercier ma famille, qui m'a toujours soutenue, mes parents Geneviève et Ludovic, ma sœur Anouk. Votre présence, votre écoute et votre confiance m'ont permis de trouver de nombreuses clés pour me construire et c'est le plus beau cadeau que des parents peuvent faire. Merci mamie Paulette, tu m'as toujours inspiré par ton parcours, merci mamie bonbons et papi bleu pour votre amour, votre soutien éternel et inconditionnel.

Enfin, merci Guillaume. Merci d'être toujours là, dans l'accalmie comme dans la tempête. Merci de me tendre la main pour m'aider à rebondir dans la difficulté, d'assurer le quotidien quand je n'ai pas la capacité de le faire. Merci surtout de ton écoute, de ta patience, de me donner l'assurance de faire mes choix et de faire partie de ma vie. J'espère continuer d'apprendre à te découvrir. Merci Bastet d'apporter ta chaleur et ta vie dans notre foyer.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	16
CHAPITRE I. ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES	21
I.1 L'alliage base nickel IN738LC	21
I.1.1 Superalliages base nickel	21
I.1.2 Composition chimique et phases cristallographiques	22
I.1.3 Microstructure de l'IN738LC	24
I.2 Procédé de fusion laser sur lit de poudre (L-PBF)	30
I.2.1 Principe du procédé L-PBF	31
I.2.2 Interaction laser-matière	31
I.2.3 Paramètres de fabrication L-PBF	32
I.2.4 Problématiques, généralités et spécificités de la fabrication L-PBF d'IN738LC	35
I.2.5 Aspects mécaniques	40
I.2.6 Problématique des plateaux de fabrication	46
I.3 Projection Cold Spray (CS)	47
I.3.1 Contexte autour du procédé CS	47
I.3.2 Evaluation des vitesses des particules	53
I.3.3 Projection CS de Ni et d'alliages base Ni	57
I.3.4 Microstructures et interfaces des dépôts CS Ni et base Ni	63
I.3.5 Etats mécaniques des dépôts CS base Ni	69
I.3.6 Influence de post-traitements sur dépôts CS Ni et base Ni	77
CHAPITRE II. MATERIAUX, PROCEDES ET CARACTERISATIONS	83
II.1 Matériaux	83
II.1.1 Substrat	83
II.1.2 Poudres	84
II.2 Procédés	86
II.2.1 Procédé CS	86
II.2.2 Procédé L-PBF	87
II.3 Caractérisations	88
II.3.1 Caractérisations microstructurales	88
II.3.2 Caractérisation morphologique par profilomètre	92
II.3.3 Caractérisations mécaniques	94
II.3.4 Analyses par DSC	99
CHAPITRE III. MISE EN ŒUVRE DES DEPOTS CS BASE NI : ASPECTS DIMENSIONNELS, MICROSTRUCTURAUX ET MECANQUES	101
Introduction	101

Table des matières

III.1	Mise en œuvre des dépôts CS d'IN738LC et de Ni	103
III.1.1	Caractéristiques des poudres brutes d'atomisation	103
III.1.2	Paramètres du procédé CS étudiés	110
III.1.3	Influence des paramètres CS sur l'épaisseur des dépôts	116
III.1.4	Influence des paramètres CS sur la morphologie de surface des dépôts	119
III.1.5	Problème du bouchage de buse : retour sur l'analyse des projections	121
III.2	Caractérisation des dépôts CS d'IN738LC et de Ni	124
III.2.1	Caractérisation microstructurale	124
III.2.2	Caractérisation mécanique	136
III.3	Influence de traitements thermiques sur poudres et dépôts CS d'IN738LC et de Ni	150
III.3.1	Influence de traitements thermiques sur la poudre d'IN738LC	150
III.3.2	Post-traitements thermiques des dépôts CS IN738LC et Ni	155
III.3.3	Suivi de l'évolution structurale en température des dépôts CS d'IN738LC et de Ni	161
III.3.4	Synthèse	163
III.4	Conclusion	165
 CHAPITRE IV. ETUDE DE LA FUSION LASER EN CONDITIONS L-PBF DE DEPOTS CS BASE NI		 167
Introduction		167
IV.1	Influence des paramètres laser sur cordons	168
IV.1.1	Cordon de fusion sur dépôts Ni	168
IV.1.2	Cordon de fusion sur dépôts IN738LC	172
IV.1.3	Synthèse	181
IV.2	Influence des paramètres de fusion laser sur draps	183
IV.2.1	Paramètres de fabrication L-PBF des draps	183
IV.2.2	Draps de fusion sur dépôts de Ni	184
IV.2.3	Draps de fusion sur dépôts d'IN738LC	188
IV.2.4	Synthèse	197
IV.3	Modélisation thermomécanique de la fusion laser d'un dépôt d'IN738LC en condition L-PBF	200
IV.3.1	Présentation du modèle	200
IV.3.2	Cas d'un substrat massif IN738LC	205
IV.3.3	Cas d'assemblages AISI304/IN738LC	212
IV.3.4	Synthèse	217
IV.4	Conclusion	219
 CHAPITRE V. REALISATION DU CHAINAGE CS/L-PBF DANS LE CAS DE DEPOTS BASE NI		 221
Introduction		221
V.1	Expériences de chaînage CS-L-PBF	222
V.1.1	Choix des dépôts CS et des paramètres de fabrication	222

V.1.2	Influence de l'épaisseur des dépôts sur la tenue en cours de fabrication des draps L-PBF	224
V.2	Synthèse et optimisation des dépôts CS	237
CHAPITRE VI. CONCLUSION ET PERSPECTIVES		239
Bibliographie		243
Annexes		263
Annexe A.	Paramètres de projections CS des alliages base nickel et propriétés des matériaux IN738LC et Ni pur massif	263
Annexe B.	Rugosité et ondulation	264
Annexe C.	Données matériaux du modèle numérique	265

Table des figures

Figure 0-1. Répartition des procédés de fabrication additive (Pattison et al., 2007)	17
Figure I-1. Historique de superalliages et températures de service (Reed, 2006)	21
Figure I-2. Aubes de turbine en IN738LC endommagées (Kolagar et al., 2017)	22
Figure I-3. Structure cristallographique : a. Phase γ' , b. Phase γ (Risse, 2019)	23
Figure I-4. Croissance des précipités γ' (Grosdidier, Hazotte et Simon, 1998)	24
Figure I-5. Diagrammes ATD de l'IN738LC brut de coulée (10°C/min) (Zlá et al., 2010)	25
Figure I-6. Microstructure de l'IN738LC (a) brut de coulée, (b) après traitement de remise en solution (1120°C/2h/refroidissement à l'air) (Egbewande et al., 2009)	27
Figure I-7. Evolution de (a) la dureté, (b) la fraction de précipités γ' , après un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures (Royer, 2014 ; Thakur, 1997)	28
Figure I-8. Procédés de mise en forme : productivité & complexité géométrique (Vinson, 2015)	30
Figure I-9. Catégories des procédés de fabrication additive (AFNOR, 2021)	30
Figure I-10. Principe du procédé L-PBF et principales étapes de fabrication (Orecchia, 2008)	31
Figure I-11. Phénomènes physiques du bain liquide en L-PBF pour une avance du bain liquide comparable ou lente par rapport à celle du spot laser (Marion, 2016)	32
Figure I-12. Dimensions caractéristiques d'un bain de fusion L-PBF	33
Figure I-13. Stratégies de lasage (a-f) ; avec contour (g) ; par empilement (h-m) (Jia et al., 2021)	34
Figure I-14. Taux de recouvrement et écart vecteur (Moniz da Silva Sancho, 2020)	34
Figure I-15. Formation du bain de fusion : a) conduction, b) phénomène de keyhole, c) formation d'une porosité sous keyhole (Balbaa et al., 2020)	35
Figure I-16. Morphologie de cordons L-PBF d'IN738LC et paramètres laser (Grange et al., 2021)	36
Figure I-17. Dimensions (L_{ZR} et H_{ZR}) de cordons L-PBF d'IN738LC (Grange et al., 2021)	36
Figure I-18. Solidification au niveau d'un cordon (Hu et al., 2021)	37
Figure I-19. Cartes EBSD IPF d'échantillons L-PBF d'IN738, stratégie unidirectionnel (a, b et c) ou avec une rotation de 67° (d, e et f) selon les trois directions YZ, XZ et XY (Xu et al., 2021)	37
Figure I-20. IN738LC par L-PBF : (a) Brut, (b) CIC + remis en solution (1120°C/2h) + vieilli (850°C/24h), (c) et (d) L-PBF et coulé, remis en solution et vieilli (Rickenbacher et al., 2013)	38
Figure I-21. Fissuration à la solidification d'IN738LC L-PBF : a) et b) Fissures parallèles à la direction de fabrication, c) et d) Cordon en vue de dessus (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016)	39
Figure I-22. Genèse des contraintes résiduelles lors d'une fusion laser, d'après Mercelis et Kruth (Mercelis et Kruth, 2006)	41
Figure I-23. Température et contraintes dans le plan et à différentes hauteurs (Bian et al., 2020)	42
Figure I-24. Evolution des contraintes résiduelles (DRX) (Liu, Yang et Wang, 2016) (gauche), Contraintes théorique dans la pièce L-PBF (Mercelis et Kruth, 2006) (droite)	43
Figure I-25. Contraintes résiduelles en fabrication L-PBF – calcul EF (Machirori et al., 2021)	43
Figure I-26. Dureté de l'IN738 selon le procédé de fabrication et le post-traitement (Royer, 2014)	45
Figure I-27. Différents procédés de projection thermique (Fauchais, Heberlein et Boulos, 2014)	47
Figure I-28. Dispositif CS Haute Pression (Guipont, 2022)	48
Figure I-29. Accroche mécanique : particule Ni sur substrat Al (TT 400°C/15') (Xie et al., 2019)	49
Figure I-30. Profils temporels à la surface d'une particule de Cu en fonction de la vitesse d'impact : (a) déformation maximum, (b) température maximum (Assadi et al., 2003)	50
Figure I-31. Fenêtre de déposition des particules, d'après Schmidt et al. (Schmidt et al., 2006)	51
Figure I-32. Obtention de V_{crit} mesurée à partir de $R_{dépôt}$ mesuré et de la distribution volumique des vitesses des particules dans le jet (Mauer et al., 2017)	52
Figure I-33. Domaine de vitesse et température pour une poudre d'IN738 (Kalfhaus, 2019)	60
Figure I-34. Vitesses de particules d'IN718 en fonction des conditions de gaz (Mauer et al., 2017)	61

Figure I-35. Diagramme de miscibilité entre éléments (Rabinowicz, 1965 ; Hutchings et Shipway, 2017 ; Siopis, 2017)	62
Figure I-36. Vitesse des particules dans une buse selon la rugosité des parois [Han et al., 2004]	63
Figure I-37. Microstructures de dépôts CS IN718 (15–45 $\mu\text{m}/\text{N}_2/3 \text{ MPa}$, 550°C (gauche) et 750°C (droite)) (Mauer et al., 2017)	64
Figure I-38. Microstructures de dépôt CS IN718 (5-22 $\mu\text{m}/\text{N}_2/3 \text{ MPa}/750^\circ\text{C}$) (Mauer et al., 2017)	64
Figure I-39. Microstructures de dépôts CS IN718 ($D_{50}=13,5\mu\text{m}$) avec co-projection d'acier ($D_{50}=148,5\mu\text{m}$) (Luo et al., 2018), (inter-particle pore : pore interparticulaire, poor inter-particle bonding : liaisons faibles entre les particules)	65
Figure I-40. Ecrouissage localisé et recristallisation dynamique en CS (Kim et al., 2008)	66
Figure I-41. Exemples de cartographies EBSD de dépôts CS : Ni (a-angle d'Euler, b-facteur de qualité) ; 316L (c-figure de pôle inverse) ; IN718 (d-facteur de qualité, e-figure de pôle inverse, f- Kernel average misorientation (KAM) (désorientation locale) (Vaßen et al., 2020)	66
Figure I-42. Interfaces de dépôts CS d'IN718 sur substrat IN718 : (a) sablage, (b) rayage (#180), (c) fraisage, (d) polissage et mesure d'adhérence correspondantes (Sun et al., 2018)	68
Figure I-43. Rôle du préchauffage sur la porosité et l'oxydation de l'IN738 CS (Kalfhaus, 2019)	69
Figure I-44. Vues de dépôts d'IN738 préchauffés de 451°C (A1) à 851°C (A6) (Kalfhaus, 2019)	69
Figure I-45. Profil de dureté dans l'épaisseur de dépôt de Diamalloy 1005 (Cavaliere et al., 2021)	71
Figure I-46. Profil des contraintes résiduelles dans une particule de Ti-6Al-4V (Song et al., 2018)	72
Figure I-47. Profils types de contraintes résiduelles dans les dépôts CS (Boruah et al., 2019)	72
Figure I-48. Evolution des contraintes résiduelles dans la profondeur des dépôts	74
Figure I-49. Courbes de traction de dépôts CS Ni et IN718 (gauche) et IN625 (droite)	76
Figure I-50. Microdureté et taux de porosité de dépôts CS IN718 sur substrat Al7075-T651 : influence de traitements thermiques entre 100 et 400°C (Kim et al., 2020)	78
Figure I-51. Profil des contraintes résiduelles de dépôts CS IN718 sur substrat Al7075-T651 : influence de traitements thermiques entre 100 et 400°C (Kim et al., 2020)	78
Figure I-52. Fusion laser de dépôts CS d'IN690 (Stutzman et al., 2020)	81
Figure II-1. Représentation schématique du sablage	84
Figure II-2. Chambre de projection CAPS et buse de projection CS	86
Figure II-3. Cinématique de projection CS	87
Figure II-4. Installation L-PBF Concept Laser M2 dual laser	87
Figure II-5. Méthode de mesure des porosités.	90
Figure II-6. Différentes méthodes de seuil sur une image type modèle des mesures de porosités	90
Figure II-7. Profil MP-I-He-300 : a. Echantillon, b. Brut, c. Redressé, d. Hauteur de dépôt	93
Figure II-8. Distinction du profil de rugosité et du profil d'ondulation	94
Figure II-9. Illustration de la loi de Bragg (Peng, 2006)	95
Figure II-10. Montage DRX, méthode ω (AFNOR, 2009)	98
Figure II-11. Courbes en $\sin^2(\psi)$ selon les deux méthodes χ et ω	98
Figure III-1. Chaînage des procédés CS et L-PBF	101
Figure III-2. Images MEB (SE) des poudres libres d'IN738LC	104
Figure III-3. Images MEB (SE) des poudres libres de Ni pur	104
Figure III-4. Granulométrie des poudres IN738LC et Ni – en volume (gauche), en nombre (droite)	104
Figure III-5. Images MEB (SE) de particules de poudre d'IN738LC après attaques chimiques	105
Figure III-6. Cartographie EBSD sur poudre d'IN738LC par atomisation gaz	105
Figure III-7. Cartographie de distribution des éléments d'alliage d'une poudre d'IN738LC	106
Figure III-8. Dureté des poudres de Ni	107
Figure III-9. Cas représentatifs de la profondeur sous la zone d'indentation : (a) Coupe en dessous du plan médian, (b) Coupe médiane, (c) Coupe au-dessus du plan médian	107
Figure III-10. Estimation de P_{cal} en fonction de D_{app} (cas $D_{app} < D_{part}$) et limites de la norme en profondeur pour 5 g et 10 g dans le cas de la poudre de Ni	108

Table des figures

Figure III-11. Dureté de la poudre d'IN738LC	109
Figure III-12. Estimation de P_{cal} en fonction de D_{app} (cas $D_{app} < D_{part}$) et limites de la norme en profondeur pour 10 g et 25 g dans le cas de la poudre d'IN738LC	109
Figure III-13. Diffractogrammes des poudres d'IN738LC (gauche) et de Ni (droite)	110
Figure III-14. Profils de vitesses des particules D_{50} en conditions MP (gauche) et HP (droite)	115
Figure III-15. Vitesses d'impact de particules D_{10} , D_{50} et D_{90} en conditions MP et HP	115
Figure III-16. Vitesse des particules d'IN738LC et de Ni	116
Figure III-17. Epaisseur des dépôts en fonction du nombre de passes	117
Figure III-18. Dépôts de Ni (1, 2 et 5 passes) sur substrat AISI304 en vue de dessus	119
Figure III-19. Vues de dessus représentatives des échantillons CS d'IN738LC - 1ère campagne	120
Figure III-20. Vue d'ensemble et de détail d'une buse 24TC bouchée après découpe longitudinale	122
Figure III-21. Images MEB (BSE) de la coupe longitudinale de la buse	122
Figure III-22. Vues MEB (BSE) de dépôts de Ni	124
Figure III-23. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts de Ni	125
Figure III-24. Vues MEB (BSE) des dépôts d'IN738LC : MP-I-100, 1 passe (gauche), MP-I-100, 10 passes (droite)	126
Figure III-25. Vues MEB (SE) - dépôt IN738LC MP-I-100, 10 passes : hétérogénéité	127
Figure III-26. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts IN738LC MP-100	127
Figure III-27. Vues MEB (BSE) des dépôts IN738LC de la gamme 200	129
Figure III-28. Vues MEB (BSE) des dépôts IN738LC de la gamme 300	129
Figure III-29. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts d'IN738LC de la gamme 200	131
Figure III-30. Vues MEB (BSE) : HP-I-700, HP-A-700, MP-I-700	133
Figure III-31. Vues MEB (BSE) des zones denses et poreuses des dépôts d'IN738LC (ex. HP-A-700)	134
Figure III-32. Vues MEB (BSE) des interfaces des échantillons de la gamme 700	134
Figure III-33. Vues MEB (BSE) des dépôts MP-I-100, MP-I-300 et MP-I-700 - 10 passes	135
Figure III-34. Caractéristiques mécaniques des dépôts MP-Ni-700 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	137
Figure III-35. Contraintes résiduelles en surface des dépôts MP-Ni-700	138
Figure III-36. Caractéristiques de la poudre et des dépôts MP-100 d'IN738LC : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	139
Figure III-37. Filiation de dureté dans les substrats base aluminium ou acier des dépôts MP-100 d'IN738LC (1 passe)	140
Figure III-38. Contraintes résiduelles en surface des dépôts MP-100 d'IN738LC (10 passes)	141
Figure III-39. Profil des contraintes résiduelles : MP-I-100 et MP-A-100 d'IN738LC (10 passes)	142
Figure III-40. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	143
Figure III-41. Filiation de dureté à partir de l'interface des dépôts MP-200 et MP-300 d'IN738LC	144
Figure III-42. Contraintes résiduelles en surface des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300	144
Figure III-43. Courbes en $\sin^2(\psi)$ des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300 ($\varphi = 0^\circ$)	145
Figure III-44. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC de la gamme 700 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	146
Figure III-45. Filiation de dureté à partir de l'interface du dépôt HP-I-700	147
Figure III-46. Contraintes résiduelles en surface des dépôts d'IN738LC de la gamme 700	147
Figure III-47. Proportion de phase à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température – calculs CALPHAD – ThermoCalc	151
Figure III-48. Thermogrammes DSC de la poudre d'IN738LC et après traitement thermique (500°C/8h/Ar-H ₂) : 10°C/min (gauche) ; 20°C/min (droite)	152
Figure III-49. Microdureté de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)	154
Figure III-50. Diffractogramme de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)	154

Figure III-51. Largeur du pic {111} de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)	155
Figure III-52. Thermogramme DSC (chauffage) d'un dépôt d'IN738LC (HP-A-700) à 20°C/min	156
Figure III-53. Caractéristiques de la poudre et des dépôts de Ni (gamme 700), bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H ₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	157
Figure III-54. Contraintes résiduelles des dépôts MP-Ni-700, bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H ₂)	157
Figure III-55. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC (gamme 100), bruts et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H ₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	158
Figure III-56. Contraintes résiduelles des dépôts CS MP-I-100, bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H ₂)	159
Figure III-57. Profil des contraintes résiduelles : MP-I-100 et MP-A-100 d'IN738LC (10 passes), bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H ₂)	159
Figure III-58. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700, bruts de fabrication et traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H ₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)	160
Figure III-59. Contraintes résiduelles des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 bruts de fabrication et traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H ₂)	160
Figure III-60. Vues MEB (BSE) des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H ₂)	161
Figure III-61. Paramètre de maille du dépôt CS d'IN738LC HP-I-700 (gauche) et de Ni MP-I-Ni-1500 (droite)	162
Figure III-62. Largeur du pic {111} du dépôt CS d'IN738LC HP-I-700 (gauche) et de Ni MP-I-Ni-1500 (droite)	162
Figure IV-1. Chaînage des procédés CS et L-PBF	167
Figure IV-2. Vues MEB (SE) en vue de dessus des cordons L-PBF sur dépôt MP-I-Ni-700	169
Figure IV-3. Défauts types observés en vue de dessus dans le cas de cordons sur dépôts MP-Ni-700	169
Figure IV-4. Evolution des morphologies de cordons MP-I-Ni-700	170
Figure IV-5. Evolution des morphologies de cordons MP-A-Ni-700	170
Figure IV-6. Cartographie d'iso-valeurs e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-Ni-700	171
Figure IV-7. Cartographie d'iso-valeurs de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) des dépôts MP-Ni-700	172
Figure IV-8. Vues MEB (SE) en vue de dessus des cordons sur dépôts MP-I-100 et MP-A-100	173
Figure IV-9. Instabilités des cordons et porosités sur dépôts MP-100	174
Figure IV-10. Fissuration en vue de dessus, dépôt MP-A-100, 800 mm/s – 320W – 0,4 J/mm	174
Figure IV-11. Vues de dessus MEB (SE) des cordons sur dépôts MP-I-He-300 et MP-A-He-300	175
Figure IV-12. Evolution des morphologies de cordons MP-I-100	176
Figure IV-13. Evolution des morphologies MP-A-100	176
Figure IV-14. Cartographies WDS d'une zone de dilution d'un dépôt IN738LC – substrat acier, cordon 800 mm/s – 320W	177
Figure IV-15. Cartographie d'une zone de dilution d'un dépôt IN738LC – substrat base aluminium, cordon 800 mm/s – 320W	177
Figure IV-16. . Cartographie d'iso-valeurs e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-100	178
Figure IV-17. Cartographie de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) des dépôts MP-100	179
Figure IV-18. Evolution des morphologies de cordons MP-I-He-200	179
Figure IV-19. Evolution du cordon à 0,4 J/mm (800 mm/s – 320 W) pour les dépôts MP-I-100, MP-I-He-200 et MP-I-He-300	180
Figure IV-20. Cartographie de e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-I-He-200 et MP-He-300	180
Figure IV-21. Cartographie d'iso-valeurs de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) Dispersion de e_{app} et H_{ZR} des dépôts MP-He	181
Figure IV-22. Cas types de draps	183
Figure IV-23. Vues de dessus de draps laser sur dépôt Ni, $E_{surf.}$ de 2,1 à 4,4 J/mm ² (MEB (SE))	186
Figure IV-24. Rugosité (R_a) de draps laser sur dépôts Ni, E_1 , E_2 et E_3 avec $E_{surf.}$ de 2,1 à 4,4 J/mm ²	186
Figure IV-25. Vues en coupe des draps E_2 et E_3 sur dépôts MP-A-Ni-1500 (optique)	187

Table des figures

Figure IV-26. Vue en coupe d'un drap E_3 ($4,4 \text{ J/mm}^2$) sur dépôts MP-Ni-700 (optique)	187
Figure IV-27. Microdureté du drap sur le dépôt MP-I-Ni-700	188
Figure IV-28. Vues de dessus des draps sur dépôts MP-A-100 et MP-A-He-300 (optique)	189
Figure IV-29. Rugosité des draps sur dépôts d'IN738LC – Gammes 100 et 300 – R_a	189
Figure IV-30. Clichés MEB (SE) en vue de dessus des draps sur les dépôts MP-100 – vue de détail de la fissuration dans le drap MP-A-100 ($0,2 \text{ J/mm}$)	190
Figure IV-31. Vues de dessus des draps sur dépôts MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 (optique)	191
Figure IV-32. Rugosité des draps sur dépôts d'IN738LC – Gamme 700 – R_a	191
Figure IV-33. Clichés MEB (SE) en vue de dessus des draps sur les dépôts de la gamme 700	192
Figure IV-34. Fissuration autour des draps à $0,4 \text{ J/mm}$ – Clichés MEB (SE)	192
Figure IV-35. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-100 et MP-He-300 (attaque chimique) ($E_1 : E_{surf} = 2,4 - 2,3 \text{ J/mm}^2$ (MP-100/MP-He-300) ; $E_3 : E_{surf} = 2,9 - 3,1 \text{ J/mm}^2$ (MP-100/MP-He-300))	193
Figure IV-36. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-100 et MP-He-300 (sans attaque chimique)	194
Figure IV-37. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 (attaque chimique) ($E_2 : E_{surf} = 3,6 \text{ J/mm}^2$; $E_3 : E_{surf} = 3,1 \text{ J/mm}^2$) pour les draps	195
Figure IV-38. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700	195
Figure IV-39. Cartographie EBSD de MP-I-700, drap à $0,4 \text{ J/mm}$, coupe perpendiculaire	196
Figure IV-40. Microdureté sur les draps du dépôt MP-I-He-300	197
Figure IV-41. Couplage entre les phénomènes thermiques, mécaniques et métallurgiques	201
Figure IV-42. Vue synoptique Structure de la modélisation	201
Figure IV-43. Vue 2D du maillage 3D de l'assemblage – maillage raffiné (3 cas d'épaisseur)	204
Figure IV-44. Distributions de température de surface au cours du temps de lasage	205
Figure IV-45. Vue du rendu d'un drap et positions des plans de cartographie et points de profils	206
Figure IV-46. Température et contraintes au cours du temps, Coupe transversale	207
Figure IV-47. Température et contraintes au cours du temps, Coupe longitudinale	207
Figure IV-48. Température et contraintes à l'état final, Coupes parallèles à l'interface	208
Figure IV-49. Températures et contraintes du profil 1, dépôt CS IN738LC/IN738LC, laser E_2	209
Figure IV-50. Contraintes du profil 2, dépôt CS IN738LC/IN738LC, conditions laser E_2	210
Figure IV-51. Contraintes du profil 3, dépôt CS IN738LC/IN738LC, conditions laser E_2	210
Figure IV-52. Température du profil 2 en fonction du temps, du substrat et des conditions laser	212
Figure IV-53. Profils de température selon l'interface AISI304/IN738LC à mi-drap (plan XZ) selon les conditions laser	213
Figure IV-54. Contraintes en fonction du temps et du substrat (conditions laser E_2)	214
Figure IV-55. Contraintes en fonction du temps et du substrat (laser E_3)	214
Figure IV-56. Température du profil 2 en fonction de l'épaisseur des dépôts	215
Figure IV-57. Profil de température selon l'interface AISI304/IN738LC à mi-drap (plan XZ), 3 ép.	215
Figure IV-58. Contraintes en fonction du temps et de l'épaisseur des dépôts	216
Figure V-1. Chaînage des procédés CS puis L-PBF	221
Figure V-2 : Vue d'ensemble d'un plateau L-PBF AISI304/IN338LC (CS) avec une série de draps multi-couches	223
Figure V-3. Montée en épaisseur de draps L-PBF de 1 à 10 couches sur HP-I-200 et HP-I-300	224
Figure V-4. Vues MEB (SE) en vue de dessus des draps obtenus avec E_2 ($0,2 \text{ J/mm}$) sur HP-I-200	225
Figure V-5. Types de découpe	225
Figure V-6. Vues MEB (BSE) en coupe de l'ajout de couche à E_2 sur le dépôt HP-I-200	226
Figure V-7. Vues MEB (BSE) en coupe de l'ajout de couche à E_2 sur le dépôt HP-I-300	227
Figure V-8. Vues MEB (BSE) en coupe de draps 1 et 10 couches E_2 sur le dépôt HP-I-700	228
Figure V-9. Dureté dans l'épaisseur des dépôts HP-I-200 et HP-I-300 avec un drap 1 couche E_2	229
Figure V-10. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche à E_2 et E_3 , dépôt HP-I-200	230
Figure V-11. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E_2 et E_3 , dépôt HP-I-200	231
Figure V-12. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E_2 et E_3 , dépôt HP-I-300	231
Figure V-13. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche E_2 , dépôt HP-I-700 et HP-A-700	232

<i>Figure V-14. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E₂, dépôts HP-I-700 et HP-A-700</i>	233
<i>Figure V-15. Vues MEB (SE) en vue de dessus des draps 1 et 10 couches E₂ des dépôts MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500</i>	234
<i>Figure V-16. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche E₂ de la fusion de dépôts de Ni, dépôt MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500</i>	235
<i>Figure V-17. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E₂, dépôt MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500</i>	236

Liste des tableaux

Tableau I-1. Influence des différents éléments d'alliage (Reed, 2006 ; Risse, 2019 ; Thakur, 1997)	22
Tableau I-2. Composition chimique des alliages IN738 et IN738LC (Nickel Institute, 2020), IN718 (Special Metals Corporation, 2007) et IN625 (Special Metals Corporation, 2013)	23
Tableau I-3. Paramètres énergétiques et de vitesses associés au L-PBF (Colin et Dépinoy, 2022 ; Vilaro, 2011)	34
Tableau I-4. Conditions de fabrication de l'IN738LC par L-PBF	40
Tableau I-5. Effets des principaux paramètres CS sur $v_{critique}$ et $v_{particule}$ (Assadi et al., 2011)	57
Tableau I-6. Conditions de projection CS du Ni dans la littérature	58
Tableau I-7. Vitesses critiques de la projection de Ni dans la littérature	58
Tableau I-8. Conditions de projection CS de l'alliage IN738	60
Tableau I-9. Vitesses critiques des alliages base nickel	60
Tableau I-10. Bilan des traitements thermiques $>800^{\circ}\text{C}$ sur différents dépôts CS base Ni	79
Tableau II-1. Composition chimique des substrats Inox AISI 304 et 2017A	83
Tableau II-2. Propriétés mécaniques des substrats AISI304 et 2017A (MatWeb, 2021a ; MatWeb, 2021b ; AFNOR, 2014)	84
Tableau II-3. Composition chimique de la poudre d'IN738LC, lot Ni-284-10 (Praxair surface technologies (Indianapolis, USA)) (norme ASTM B215)	85
Tableau II-4. Composition chimique de la poudre de Ni, lot Ni-914-3 (Praxair surface technologies (Indianapolis, USA)) (norme ASTM B215)	85
Tableau II-5. Densités apparentes et compacité des poudres d'IN738LC et de Ni	85
Tableau II-6. Caractéristiques des attaques chimiques	89
Tableau II-7. Taux de porosité des différentes méthodes de seuillage sur l'image test.	91
Tableau II-8. Surfaces d'analyse des mesures de porosités des dépôts de Ni	92
Tableau II-9. Surfaces d'analyse des mesures de porosités des dépôts d'IN738LC	92
Tableau II-10. Position des pics en fonction de la source utilisée (Ni)	95
Tableau II-11. Paramètre d'évaluation des contraintes résiduelles (Ni : ICDD 04-011-9061)	98
Tableau III-1. Paramètres de projection CS	113
Tableau III-2. Données d'entrée des calculs 1D de vitesses de particules	114
Tableau III-3. Mesure de rugosité des échantillons Ni	120
Tableau III-4. Rugosité des dépôts CS d'IN738LC	120
Tableau III-5. Taux de porosité des dépôts Ni	125
Tableau III-6. Taux de porosité des dépôts IN738LC de la gamme 100	126
Tableau III-7. Taux de porosité des échantillons des gammes 200 et 300	128
Tableau III-8. Taux de porosité des dépôts d'IN738LC de la gamme 700	132
Tableau III-9. Porosité des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 bruts de fabrication et traités thermiquement ($600^{\circ}\text{C}/24\text{h}/\text{Ar}+\text{H}_2$)	161
Tableau IV-1. Morphologie (H_{ZR} , e_{app}) des cordons modèles et draps de fusion correspondants	184
Tableau IV-2. Paramètres laser des draps en conditions laser L-PBF	184
Tableau IV-3. Dimensions de la zone fondue et trajet du laser	205
Tableau V-1. Conditions de fabrication L-PBF d'IN738LC sur dépôts CS d'IN738LC et Ni	223
Tableau VI-1. Conditions de projections usuelles des alliages MCrAlY	263
Tableau VI-2. Conditions de projections usuelles de l'alliage IN625	263
Tableau VI-3. Propriétés des matériaux IN738LC et Ni pur massif	263
Tableau VI-4. Données thermiques (Quested et al., 2009 ; Li, Yan, Cui, et al., 2019)	265
Tableau VI-5. Données mécaniques (Quested et al., 2009 ; Danis et al., 2010 ; Li, Yan, Cui, et al., 2019 ; Structural Integrity Associates, Inc., 2009)	266
Tableau VI-6. Données du modèle de plasticité (Structural Integrity Associates, Inc., 2009 ; Danis et al., 2010)	266

Liste des abréviations

ATD : Analyse Thermique Différentielle (Differential Thermal Analysis)

BSE : Back-scattered electrons, électrons rétrodiffusés (MEB)

CIC : Compaction Isostatique à Chaud (aussi appelé HIP (Hot Isostatic Pressing))

CS : Cold Spray

DCD : domaines cohérents de diffraction

DE : Deposition Efficiency – Rendement de dépôt

DRX : Diffraction aux rayons X

DSC : Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry)

EDM : Electrical Discharge Machining, découpe au fil par électro-érosion

EDS : spectroscopie à dispersion d'énergie, analyse DRX intégrée au MEB

EF : Eléments finis

FIB : Focused Ion Beam, Faisceau d'ions focalisés, techniques d'usinage de précision au MEB

FIB-DIC : Focused Ion Beam – Digital Image Correlation : corrélation d'images au MEB sur un matériau usiné au FIB

FWHM : Full Width Half Maximum – largeur à mi-hauteur de pics

H_{app} : hauteur apparente des cordons L-PBF, correspond à la hauteur au dessus de la ligne de base du substrat

H_{ZR} : hauteur de la zone refondue en L-PBF

KAM : Kernel average misorientation

L-PBF : Laser Beam Melting, procédé aussi connu sous le nom PBLF (Powder Based Laser Fusion) ou SLM (Selective Laser Melting)

L_{ZR} : Largeur de la zone refondue du cordon en L-PBF

MBJ : Metal Binder Jetting

MEB : Microscope Electronique à Balayage

MET : Microscope Electronique en Transmission

SE : secondary electrons, détection des électrons secondaires (MEB)

SLS : Selective Laser Sintering, frittage laser sélectif

TCP : Phases Topologiquement Compactes

TGM : Temperature Gradient Mechanism

VF : Volume fini

Introduction générale

La généralisation des procédés de fabrication additive permet de produire des prototypes ou des pièces en série aux formes nouvelles dans de nombreux domaines industriels comme l'aéronautique, l'automobile, l'énergie, le biomédical ou l'outillage. Le terme fabrication additive regroupe un vaste panel de procédé, allant de la fabrication d'une pièce métallique par fusion par faisceau laser ou faisceau d'électron, à celle d'une pièce plastique par stéréolithographie (Peyre et Charkaluk, 2022).

Parmi les procédés de fabrication additive établis, le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre L-PBF (Laser-Powder Bed Fusion) consiste à produire des pièces par fusion incrémentale de poudres métalliques. L'intérêt premier de ce procédé est sa grande précision géométrique permettant la conception et la fabrication assistée par ordinateur de pièces aux géométries innovantes et complexes qui ne peuvent pas être obtenues par des procédés soustractifs (usinage). Les acteurs du domaine aéronautique investissent massivement dans le développement des procédés de fabrication additive, et le procédé L-PBF fait partie des procédés les plus mis en avant dans cette nouvelle filière (PIPAME, 2017 ; Thomas, Davoine et Drawin, 2019). Parmi les pièces qui sont fabriquées par L-PBF, on peut citer la production de caissons d'atterrisseur avant en alliage de titane nés de la collaboration entre Safran Landing Systems et SLM Solutions (Safran group, 2021). La fabrication de ces pièces de grande taille a été à l'origine de l'augmentation des capacités volumiques des machines L-PBF. Siemens développe même la technologie L-PBF pour réparer les aubes de turbines à gaz avec l'avantage de pouvoir prendre en compte le détail des canaux de refroidissement (Amelia H., 2021 ; Siemens Energy, 2021). Pour des applications aéronautiques, ce sont des matériaux base nickel ou base titane qui sont généralement visés. L'application du procédé L-PBF à la fabrication de pièces comme les aubes de turbine base nickel est un sujet majeur pour les turbines terrestres ou pour les moteurs d'avion. Les possibilités nouvelles offertes par le procédé L-PBF nécessitent d'améliorer la connaissance du lien entre le procédé, la microstructure et les propriétés du matériau, avec notamment de nombreux questionnements autour de la reproductibilité du procédé, le contrôle des défauts et la connaissance de leur nocivité (Prost, 2021). Parmi les alliages d'intérêt pour le secteur aéronautique, l'Inconel 738LC (IN738LC) est un alliage base nickel développé pour ses bonnes propriétés de résistance à la rupture, au fluage à haute température et à la corrosion à chaud. L'IN738LC qui possède un taux de précipités γ' élevé est généralement mis en forme par fonderie et sa microstructure est contrôlée par des traitements thermiques. La production de l'IN738LC par L-PBF ouvre des possibilités nouvelles en termes de conception. Cependant, l'IN738LC est un alliage non soudable qui est sensible à la fissuration à chaud. La fabrication L-PBF d'IN738LC fait ainsi l'objet de nombreuses recherches afin de comprendre et de remédier à ces phénomènes de fissuration qui peuvent être rédhibitoires pour les applications visées (Grange *et al.*, 2020 ; Grange *et al.*, 2021).

Parmi les procédés de fabrication additive émergents, le procédé cold spray (CS) est un procédé de fabrication par projection de poudres métalliques. Selon les tailles et densités des poudres, celles-ci sont propulsées avec des vitesses de l'ordre de 300 à 1200 m/s en fonction des dispositifs CS utilisés et des paramètres sélectionnés. Fondé sur la déformation plastique intense des particules à l'impact, le CS permet la formation de dépôts adhérents, compacts, très peu oxydés et d'épaisseurs variées. Originellement développé pour la réalisation de revêtements, le procédé CS est maintenant étudié et mis en œuvre pour la réparation mais aussi pour la fabrication directe

de pièces ou de préformes (Bagherifard *et al.*, 2018). Ce procédé diffère du procédé L-PBF car les couches sont produites sans passage par la fusion généralisée ni de la poudre projetée ni du substrat sur lequel le dépôt est réalisé. Cela constitue un avantage très intéressant lorsque le matériau qui constitue le dépôt est incompatible avec celui du substrat, par exemple si la fusion des deux matériaux provoque la formation de phases fragilisantes (intermétalliques) ou encore si les désaccords dilatométriques sont à l'origine de contraintes élevées. Ainsi, le procédé de mise en forme par déformation plastique à l'état solide qu'est le CS offre des particularités très intéressantes qui sont l'objet de travaux de plus en plus nombreux depuis l'avènement d'équipements industriels robustes dont les premières versions ont été introduites en laboratoire il y a 20 ans. Sur la Figure 0-1 issue des premiers travaux traitant du CS comme méthode de fabrication additive (Pattison *et al.*, 2007), le CS se positionne différemment des autres procédés en fonction de la précision géométrique et de la vitesse de fabrication.

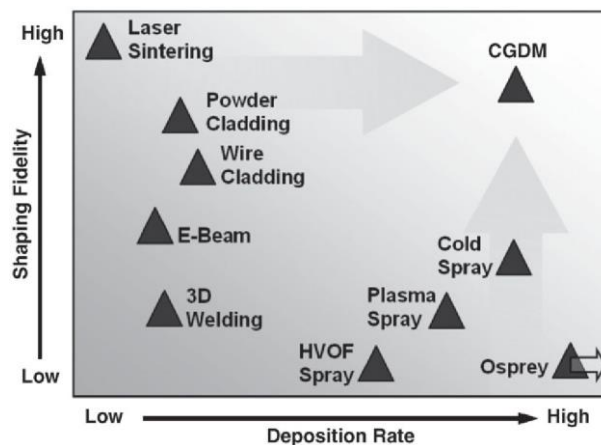


Figure 0-1. Répartition des procédés de fabrication additive (Pattison *et al.*, 2007)

En effet, le procédé CS permet la fabrication de dépôts épais avec des vitesses de fabrication élevées. Mais ceci se réalise au détriment de la précision et de la finesse géométrique des formes produites qui nécessitent généralement un usinage après dépôt, éventuellement au sein d'un dispositif intégré (ex. : CGDM¹). Le procédé CS se situe ainsi à l'opposé du procédé L-PBF qui conduit à la fabrication de pièce aux géométries fines au prix d'un temps de fabrication plus important. Le CS est généralement employé pour des matériaux très ductiles car ils se déforment plus facilement à l'impact. Cependant, la multiplication d'installation CS haute pression a permis d'élargir la gamme des matériaux projetables dans le catalogue des dépôts CS. Ainsi, les alliages base nickel peuvent être envisagés plus favorablement par CS malgré leur faible ductilité (Marrocco *et al.*, 2006a), mais peu d'applications existent actuellement.

A partir de ces deux procédés très différents, on peut facilement envisager d'achever un revêtement par CS sur une pièce issue de fabrication additive obtenue par fusion de poudre. Cela peut permettre classiquement de fonctionnaliser la surface externe d'une pièce ou, de manière plus originale, de participer à sa structure. Le CS est alors particulièrement intéressant lorsque deux matériaux sont difficilement soudables par exemple. C'est le cas étudié par Yin et Al. au sujet d'une pièce L-PBF en Ti-6Al-4V revêtue d'un dépôt à base d'aluminium par CS (Yin *et al.*, 2018). La part structurale serait assurée par la fabrication additive de l'alliage de titane tandis que le reste du volume de la pièce peut être complété et renforcé par CS avec un matériau qui permettrait

¹ Cold Gas Dynamic Manufacturing

par ailleurs d'alléger l'ensemble. Il s'agit alors d'un chaînage des deux procédés à savoir le L-PBF puis le CS (L-PBF $\rightarrow$ CS) pour la fabrication d'une pièce bi-matériau.

Dans le cadre de cette thèse, on propose d'étudier le chaînage opposé CS $\rightarrow$ L-PBF, qui vise à opérer une fabrication additive par L-PBF sur une couche réalisée préalablement par CS. Cette voie de chaînage originale concernerait par exemple la création de motifs fins par L-PBF à réaliser sur une embase obtenue par CS. Cette embase CS est nécessairement de géométrie plane pour les besoins du L-PBF et pourrait être soumise au L-PBF en présence ou non de son substrat. Cette thèse a pour objet d'étudier la preuve de concept de ce chaînage dans une optique exploratoire afin d'imaginer de nouveaux champs d'études et d'explorer les phénomènes thermo-mécaniques à l'œuvre, ainsi que de mettre en place de nouvelles méthodes de caractérisation. Pour ce faire, on se concentre sur le cas d'application des plateaux support de la fabrication L-PBF. En effet, d'un point de vue mécanique et métallurgique, il est recommandé d'avoir des plateaux support assez massifs, souvent coûteux et de composition homogène à la poudre L-PBF. En effet, les effets métallurgiques associées à la fusion du plateau et du lit de poudre dans la zone de jonction (dissolution, précipitation, brûlure, diffusion sur plusieurs couches) nécessitent un matériau de plateau de composition compatible voir homogène avec le matériau L-PBF. En revanche, l'utilisation d'autres matériaux permettraient d'envisager des plateaux à plus faibles coût aux propriétés de diffusivité thermique et de rigidité modulables pour s'adapter au mieux aux effets thermomécaniques induits par le procédé L-PBF. Dès lors, on peut avantageusement envisager une couche intermédiaire réalisée par CS pour assurer l'interface entre la pièce L-PBF et un plateau massif de nature différente. Ainsi, l'investissement dans des plateaux massifs de fabrication adaptés pour chaque nouvelle étude ou pour le cas d'une production importante entraînant l'emploi de nombreux plateaux pourrait être limité.

Dans ce travail de thèse, on choisit le cas du superalliage base nickel IN738LC qui est intrinsèquement sujet à la fissuration à chaud lors de la solidification et donc de ce fait très sensible aux écarts de composition et de dilatation différentielle en L-PBF. Ce superalliage est cependant l'objet de développements actuels poussés pour l'obtention de pièces industrielles par L-PBF. C'est donc un alliage pour lequel la nature du plateau de fabrication est particulièrement importante. Actuellement, cela nécessite l'emploi d'alliages base nickel de composition proche pour le plateau massif et/ou la réalisation par L-PBF de premiers motifs disposés en treillis sur lesquels la pièce est ensuite édifiée. On s'intéresse alors à la projection CS de l'IN738LC sur des substrats de nature différentes. L'IN738LC est un alliage peu déformable, son utilisation industrielle est spécifique aux domaines de l'aéronautique et de l'énergie, ce qui a limité le nombre de recherche sur sa projection avec le procédé CS. L'étude de ce chaînage CS puis L-PBF est donc l'occasion de proposer une application d'intérêt du CS pour cet alliage particulier. Le concept de ce chaînage pourrait être repris pour d'autres cas de L-PBF, potentiellement moins difficiles, mais l'objectif de cette thèse est d'établir la réponse de matériaux d'intérêts et innovants afin d'appréhender les phénomènes et comportements induits en lien avec les capacités et la nature des procédés actuels. Pour cela, le cas d'une couche CS d'IN738LC est privilégié car cela permet une homogénéité chimique parfaite entre le dépôt CS et la pièce L-PBF. Le cas du nickel pur par CS constitue la deuxième voix étudiée car cette couche est compatible chimiquement, beaucoup plus ductile lors de sa mise en œuvre par CS et a priori plus complaisante lors du L-PBF. La perspective d'une utilisation industrielle de ce chaînage nous a conduit à privilégier l'emploi de la même poudre pour les deux procédés, sachant que la granulométrie des poudres L-PBF est compatible avec le procédé CS mais pas optimisée. Il serait même envisageable à terme de recycler de la poudre L-PBF pour le CS. Deux matériaux courants sont également explorés comme substrat

des dépôts CS et potentiels plateaux massifs. Il s'agit d'un acier inoxydable (AISI304) ou d'un alliage d'aluminium (2017A). Ces deux matériaux ont des propriétés mécaniques et thermiques très différentes permettant de comparer leurs influences sur l'étape de projection du dépôt CS base Ni et celles lors de la fusion L-PBF d'IN738LC.

Dans le cadre de cette thèse, on propose l'étude des matériaux aux différentes étapes du chaînage CS → L-PBF : de la poudre au dépôt CS puis du dépôt soumis à la fusion laser en conditions L-PBF par fusion directe du dépôt sans lit de poudre et ensuite dans un second temps par fusion avec ajout d'un lit de poudre.

Dans un premier temps, il s'agit d'étudier les caractéristiques dimensionnelles, microstructurales et mécaniques des dépôts CS base Ni réalisables à partir des poudres choisies pour le besoin du chaînage et des équipements CS à disposition. Le cas du superalliage IN738LC, susceptible de durcir par précipitation γ' , est approfondi par l'étude et l'analyse de traitements thermiques de détensionnement appliqués sur les poudres et sur certains dépôts CS. L'idée est d'appréhender les modifications possibles des dépôts lors de traitements thermiques spécifiques intermédiaires ou lors du L-PBF lui-même.

L'étude de la fusion laser des différents dépôts CS base Ni sur les deux types de substrats est ensuite divisée en trois étapes. Les deux premières sont faites sans ajout d'un lit de poudre, par l'analyse : (1) des cordons de fusion, (2) des draps, surface lasées par le recouvrement de multiples cordons, dans l'objectif d'établir les caractéristiques de la fusion laser pour différents paramètres laser et cas de dépôt (nature, porosité, épaisseur).

La troisième étape, décisive, est la fabrication L-PBF avec ajout de matière de pavés multicouches. L'ensemble de ces expériences et des observations réalisées doit permettre d'établir la phénoménologie et les caractéristiques des transformations générées dans la zone de jonction et à l'interface substrat/dépôt, notamment les aspects de fissuration qui peuvent être mis en évidence. En parallèle, pour mieux appréhender les effets d'origine thermomécanique à l'origine de contraintes internes susceptibles de favoriser ces fissurations, une modélisation par éléments finis 3D de la fusion laser d'un drap sans apport matière est développée et implémentée pour les cas d'intérêts.

A partir de ces travaux réalisés, le présent manuscrit propose un premier chapitre bibliographique qui est conçu pour donner une vue d'ensemble de la fabrication additive L-PBF et du procédé CS, avec un exposé plus détaillé sur la mise-en-œuvre des superalliages base nickel par ces procédés. Ces connaissances aideront à définir les conditions expérimentales à mettre en œuvre et à répondre à certaines interrogations soulevées par les résultats de cette thèse.

Un deuxième chapitre décrit les matériaux à l'état initial (poudre métallique et substrat pour la projection) ainsi que les différentes méthodes expérimentales et numériques employées au cours de cette thèse. Ainsi, dans ce chapitre sont détaillées les installations CS et L-PBF utilisées, la préparation des matériaux, les méthodes d'observations microstructurales, de mesure de la rugosité (profilomètre), de mesure des propriétés thermiques (DSC) et mécaniques (microdureté, mesure des contraintes par DRX).

Le troisième chapitre est consacré au procédé CS. Dans une première partie, les poudres utilisées pour les projections et la fabrication L-PBF sont caractérisées d'un point de vue structural et mécanique (dureté, DRX). Une étude par calorimétrie différentielle à balayage de l'IN738LC permet de mieux connaître le comportement de la poudre atomisée et par extension de l'alliage IN738LC projeté par CS soumis à un traitement thermique. Dans la seconde partie, les dépôts CS

IN738LC et Ni réalisés à partir de choix de paramètres favorisant les vitesses d'impact les plus élevées sont analysés à l'état brut de projection et après post-traitement thermique. Il s'agit d'étudier et de comparer les microstructures produites et leurs propriétés mécaniques (dureté, contraintes résiduelles). L'ensemble de ces analyses servent de socle à la suite de cette étude pour permettre de mettre en œuvre le chaînage proposé et étudier la fusion laser en conditions L-PBF de dépôts CS base Ni.

Le quatrième chapitre présente les résultats d'essais de fusion laser sur le dispositif L-PBF sans apport de matière, c'est-à-dire hors la présence du lit de poudre. Il s'agit d'aborder les phénomènes induits par le procédé L-PBF tout en limitant le nombre de paramètres à étudier. La première partie du chapitre est expérimentale et propose des expériences de fusion superficielle des différents cas de dépôts CS dans le cas de cordons 1D et de draps 2D. L'étude synthétisée porte principalement sur la caractérisation des évolutions morphologiques et microstructurales des dépôts CS, au sein et à proximité des zones fondues jusqu'aux interfaces substrat/dépôt. Il s'agit aussi de faire état de la fissuration éventuelle observées dans ces zones en lien avec les caractéristiques des dépôts et le choix des paramètres laser. La deuxième partie du chapitre décrit le modèle numérique 3D mis en œuvre au cours de cette thèse pour caractériser la phénoménologie thermomécanique associée au passage de la source laser sur le dépôt CS. L'objectif de cette modélisation est de définir l'influence du choix du substrat, de l'épaisseur de dépôt sur les niveaux de contraintes résiduelles induits par le passage du laser et sur la position des zones les plus fortement contraintes qui pourraient constituer des points de fragilité du chaînage des deux procédés.

Le cinquième chapitre concrétise les expériences menées pour opérer le chaînage des deux procédés CS puis L-PBF avec l'étude de la fabrication de pavés L-PBF sur des plateaux revêtus d'IN738LC de taille réelle pour les cas les plus intéressants ou des échantillons de taille réduite pour les autres cas de dépôt CS base Ni et de substrats. Ce chapitre est principalement constitué d'observations microstructurales dans l'objectif de caractériser le comportement des différents dépôts CS en conditions de fabrication L-PBF. Ce chapitre a pour objectif de distinguer les problématiques induites par le chaînage des deux procédés, puis de fournir des recommandations sur le type de dépôts CS à privilégier. Il fournira en perspective des pistes restant à explorer pour améliorer la liaison des deux procédés.

Chapitre I. Éléments Bibliographiques

I.1 L'alliage base nickel IN738LC

I.1.1 Superalliages base nickel

Les superalliages base nickel sont utilisés depuis les années 40 pour leur résistance mécanique à haute température ($>800^{\circ}\text{C}$) en fluage, en fatigue ou en corrosion (Figure I-1). Le développement des alliages base nickel a été poussé par l'industrie aéronautique, où ils sont utilisés pour la fabrication des aubes et des disques de turbines dans les parties chaudes des moteurs, mais ils sont aujourd'hui employés dans d'autres domaines, comme l'énergie avec la production d'aubes de turbines à gaz, ou dans le nucléaire. Les alliages base nickel présentent de nombreux avantages, ils peuvent être utilisés à haute température, proche de leur température de fusion, ont une grande résistance au fluage à haute température ($800^{\circ}\text{C}/1000^{\circ}\text{C}$) qui permet une longue durée d'utilisation des pièces. De plus, ils supportent une utilisation dans l'atmosphère corrosive des gaz de combustion. Ils sont historiquement plus faciles à mettre en œuvre que les céramiques, qui tendent cependant à remplacer les alliages base nickel pour les aubes de turbines haute pression (Composite à matrice céramique dans les moteurs LEAP, Safran).

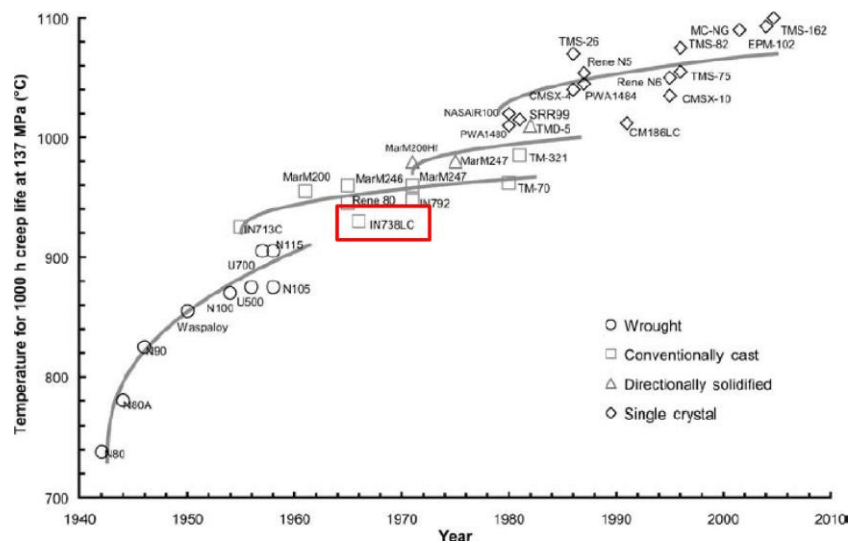


Figure I-1. Historique de superalliages et températures de service (Reed, 2006)

Différentes entreprises ont utilisé l'IN738LC pour la fabrication d'aubes de turbines, on peut notamment citer ABB, GE, Siemens et Westinghouse/Mitsubishi (Reed, 2006). La Figure I-2 présente des aubes de turbines en IN738LC endommagées après 6 500 h d'utilisation dans des turbines à gaz à des températures entre 750 et 800°C (MavadKaran Company, Mapna Group, Iran).

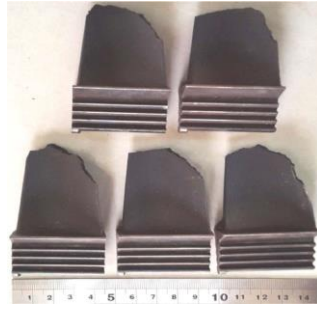


Figure I-2. Aubes de turbine en IN738LC endommagées (Kolagar *et al.*, 2017)

I.1.2 Composition chimique et phases cristallographiques

La structure cristallographique des superalliages base nickel est déterminée autour de la matrice γ , cubique face centrée. La composition chimique des superalliages est constituée de nombreux éléments qui participent au durcissement de l'alliage par solution solide ou par la formation de précipités et à sa résistance à la corrosion, ils sont détaillés dans le Tableau I-1.

Tableau I-1. Influence des différents éléments d'alliage (Reed, 2006 ; Risse, 2019 ; Thakur, 1997)

<i>Eléments</i>	<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
<i>Co, Cr, Fe, Mo, W, V</i>	Durcissement par solution solide (phase γ)	Risque de formation de phase TCP ²
<i>Al, Ti, Nb, Ta</i>	Durcissement par précipitation (phase γ'/γ'')	Risque de formation de phase TCP ²
<i>Mo, W, Ti, C, Nb, Ta, Bo</i>	Formation de carbures/borures	
<i>C, B, Zr</i>	Renforcement des joints de grains	Diminution de la température de fusion, risque de fissuration à chaud
<i>Cr, Al</i>	Protection contre la corrosion	Réduction de la stabilité de la phase γ (Al)
<i>Impuretés : S, P, Si</i>		Fragilisation - ségrégation aux joints de grains

La composition chimique des superalliages détermine les phases à l'équilibre dans ces matériaux. La microstructure réelle dépendra ensuite à la fois de la composition chimique, du mode de fabrication du matériau, des vitesses de solidification et des traitements thermiques appliqués. La série des alliages Inconel a été développée par Special Metals Corporation. Elle regroupe différentes nuances utilisées dans l'industrie comme l'IN718, l'IN625 et l'IN738. Le Tableau I-2 résume les compositions chimiques de ces alliages.

² TCP : Phase topologiquement compacte

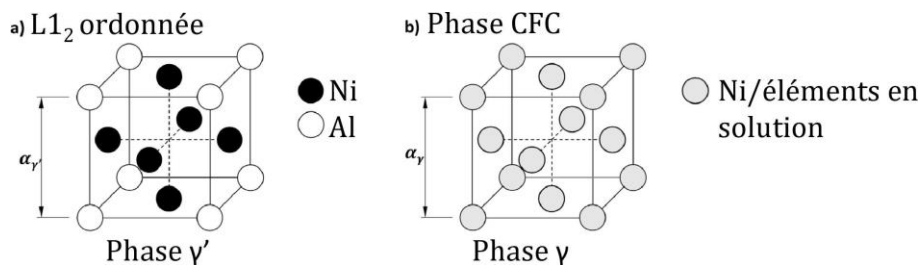
Tableau I-2. Composition chimique des alliages IN738 et IN738LC (Nickel Institute, 2020), IN718 (Special Metals Corporation, 2007) et IN625 (Special Metals Corporation, 2013)

	IN738	IN738LC	IN718	IN625
Ni	Balance	-	50,00 – 55,00	58,0 min
Cr	15,70-16,30	-	17,00 – 21,00	1,0 max
Co	8,00-9,00	-	1,00 max	20,0 – 23,0
Al	3,20-3,70	-		0,40 max
Ti	3,20-3,70	-	0,65 – 1,15	0,40 max
W	2,40-2,80	-		
Mo	1,50-2,00	-	2,80 – 3,30	8,0 – 10,0
Ta	1,50-2,00	-	0,20 – 0,80	
Nb	0,60-1,10	-	(+Ta) 4,75 – 5,50	3,15 – 4,15
C	0,15-0,20	0,09-0,13	0,08 max	0,10 max
B	0,005-0,015	0,007-0,012	0,006 max	
Zr	0,05-0,15	0,03-0,08		
Fe	0,05 max	-	Balance	5,0 max
Mn	0,02 max	-	0,35 max	0,50 max
Si	0,30 max	-	0,35 max	0,50 max
S	0,015 max	-		0,015 max
P			0,015 max	0,015 max
Cu			0,30 max	

La microstructure typique des superalliages base nickel est composée des phases suivantes.

Phase γ : cette phase cristallise sous une forme CFC (cubique face centrée), représentée à la Figure I-3, elle constitue la matrice de l'alliage. L'élément principal de cette phase est le nickel, elle contient néanmoins des éléments en solution (Tableau I-1).

Phase γ' et γ'' : cette phase, cohérente avec la matrice γ , est proche de sa structure CFC et généralement ordonnée dans une microstructure basée sur la structure CFC ou CC (cubique centrée). Sa formule la plus courante est Ni_3Al , dans une structure L1_2 ordonnée, représentée à la Figure I-3. D'autres éléments peuvent s'inclure dans cette phase (Al, Ti, Ta...). Elle permet le durcissement de l'alliage par ses éléments en solution, mais aussi et surtout par sa relation de cohérence avec la matrice qui est généralement définie selon le critère δ , qui caractérise cette cohérence (*lattice misfit*) $\delta = 2 \times \left[\frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \right]$ avec a_{γ} et $a_{\gamma'}$ les paramètres de maille respectifs des phases γ et γ' . La forme des précipités évolue de la sphère vers le cube, le réseau de précipités cubiques, puis sous forme de dendrites lorsque les précipités prennent une taille importante (Figure I-4). Lorsque l'alliage est riche en niobium, une seconde phase γ'' peut se former de composition Ni_3Nb .

Figure I-3. Structure cristallographique : a. Phase γ' , b. Phase γ (Risse, 2019)

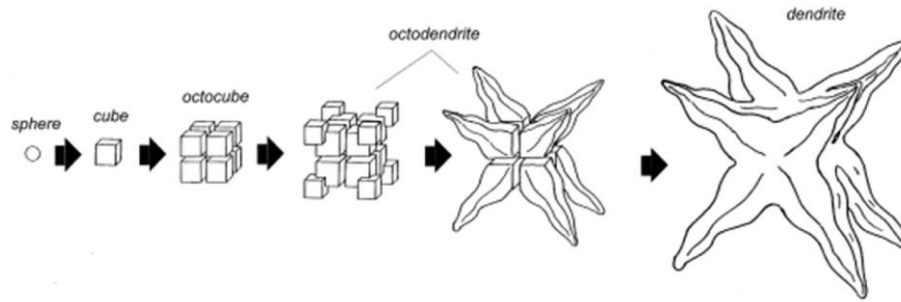


Figure I-4. Croissance des précipités γ' (Grosdidier, Hazotte et Simon, 1998)

Carbures et borures : Le carbone et le bore présents dans l'alliage permettent de former des précipités au sein de la phase γ pour durcir l'alliage. Ces précipités peuvent aussi devenir des points de fragilisation si leur formation n'est pas contrôlée. Le carbone peut par exemple se combiner avec le tantale et le titane, le bore avec le chrome ou le molybdène. Les carbures de l'IN738LC sont présents sous la forme MC, carbures primaires issues de la fonderie, et $M_{23}C_6$ lorsqu'ils sont issues de la décomposition des carbures MC en cours d'utilisation du matériau, ou bien pendant le refroidissement du lingot.

Phases topologiquement compactes (TCP) σ et μ : Les phases TCP sont délétères à la tenue mécanique de l'alliage en température. Elles n'apparaissent pas généralement pendant la mise en forme de l'alliage car leur cinétique de précipitation est lente, mais plutôt pendant la phase d'utilisation en température. Elles réduisent la tenue mécanique des superalliages (Reed, 2006).

I.1.3 Microstructure de l'IN738LC

I.1.3.1 Evolution des phases à l'équilibre

Les superalliages base nickel ont une microstructure à l'équilibre composée de la matrice γ , de précipités γ' et de phases mineures tels que des carbures, des borures. La microstructure à l'équilibre est composée principalement de la matrice γ et des précipités γ' , présents sur toute la gamme de température. La proportion de précipités γ' commence à décroître au-delà de 1000°C, ils sont donc stables aux températures d'utilisation de l'alliage (autour de 800°C). La microstructure est aussi constituée d'autres précipités : les carbures ($M_{23}C_6$, MC) et les borures (τ , MB_2). Enfin, les phases topologiquement compactes, σ et μ sont présentes à l'équilibre thermodynamique dans de faibles proportions (El-Bagoury et Mohsen, 2011).

Pour compléter les connaissances apportées par le calcul thermodynamique, de nombreux articles portent sur l'utilisation de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ou de l'analyse thermique différentielle (ATD) afin de discriminer les températures de formation des différentes phases (γ , γ' , carbures...). Ces études comparent les températures de dissolution des phases au chauffage, ou de formation des phases au refroidissement. Les niveaux de température dépendent de la vitesse de chauffage et de refroidissement, et de l'état microstructural initial. La Figure I-5 correspond à l'analyse thermique différentielle de l'IN738LC massif brut de coulée à 10°C/min.

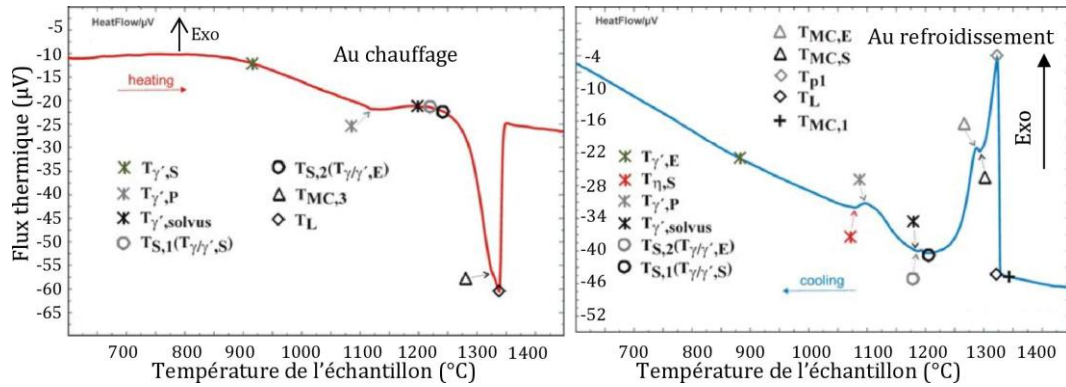


Figure I-5. Diagrammes ATD de l'IN738LC brut de coulée (10°C/min) (Zlá *et al.*, 2010)

Au chauffage, un premier pic endothermique, difficile à observer, est défini entre 900 et 1200°C. Ce pic est attribué à la dissolution des précipités γ' et évalué par extrapolation entre 930°C et 1201°C (0°C/min) dans l'article de Zlá *et al.* (Zlá *et al.*, 2010). La dissolution de l'eutectique γ/γ' est évaluée entre 1212°C et 1247°C, puis un dernier pic endothermique correspond à la dissolution des carbures (1314°C) et à la fusion (1336°C). Au refroidissement, l'évaluation des températures de transformation de phase à 0°C fournit des températures de formation des carbures entre 1294 et 1337°C, la température de l'eutectique γ/γ' se situe entre 1020 et 1221°C. Enfin, la précipitation γ' a lieu entre 927 et 1166°C.

D'autres articles s'intéressent à l'analyse thermique différentielle (ATD) ou à la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) des alliages base nickel et plus précisément de l'IN738LC (Danis, 2008 ; Kim *et al.*, 2006 ; Mallikarjuna, Caley et Richards, 2022 ; Zhang *et al.*, 2019). L'article de Mallikarjuna *et al.* porte sur le lien entre la vitesse de refroidissement du matériau, la taille des précipités γ' et les températures de dissolution de ces précipités (Mallikarjuna, Caley et Richards, 2022). En dessous de 800°C, aucun pic de transformation de phase n'est observé au chauffage comme au refroidissement dans les articles cités précédemment sur de l'IN738LC coulé avec ou sans traitement thermique.

I.1.3.2 Microstructure des alliages de fonderie

I.1.3.2.1 Durcissement de l'IN738LC

Les superalliages base nickel polycristallins sont des matériaux très résistants aux efforts, que ce soit en traction, en fluage, en fatigue dans l'atmosphère corrosive des gaz de combustion et à haute température. Ces propriétés proviennent en partie du comportement des dislocations dans la structure cristalline. Ces discontinuités linéaires de l'organisation de la structure cristalline sont à l'origine de la déformation plastique du matériau. Deux processus permettent le déplacement des dislocations : le glissement, les dislocations se déplacent alors dans le plan cristallin, ou la montée, qui permet de changer de plan cristallin et de faciliter ce déplacement, mais qui nécessite la formation de lacunes et ne se produit qu'à partir d'une température élevée. Pour contrer la déformation plastique du matériau, différents mécanismes permettent de ralentir le déplacement des dislocations (Risse, 2019).

Taille des grains et joints de grains. Les dislocations se propagent à basse température principalement par glissement. Les joints de grains constituent des barrières à leur déplacement. Dans les matériaux polycristallins, la loi de Hall et Petch pose ainsi une relation inversement proportionnelle entre l'écoulement plastique du matériau et la taille des grains.

De plus, la formation de joints de grains dentelés peut ralentir la croissance des grains (Beddoes et Wallace, 1980 ; Koul et Thamburaj, 1985), ce qui favorise la résistance mécanique en fluage, et limite la propagation des fissures. Des pré-traitements de soudage sont ainsi formulés pour limiter la propagation de fissures entre la zone fondue et le reste de la matière (Thakur, 1997). Ces joints de grains dentelés sont obtenus par une vitesse de refroidissement faible du matériau. Ils proviennent de l'ancrage et de la déformation des joints de grains induit par la croissance de précipités γ' secondaires (Mitchell, Li et Huang, 2009).

Durcissement par solution solide. La présence d'éléments en solution dans la matrice γ diminue la mobilité des dislocations en créant des distorsions élastiques du réseau cristallin.

Durcissement par précipitation. Plusieurs formes de précipités sont mises en œuvre dans les superalliages base nickel pour renforcer leur tenue mécanique. Tout d'abord, la formation de borures et de carbures permet d'ancrer les joints de grains, ce qui limite leur grossissement et leur coalescence. De plus, ils contribuent au ralentissement du mouvement des dislocations. Ensuite, la précipitation de la phase γ' est un mode de durcissement caractéristique des superalliages base nickel. Ces précipités, cohérents avec la matrice γ , limitent le déplacement des dislocations qui doivent pour se propager les contourner ou les cisailer. Ce sont la taille des précipités, leur fraction volumique, leur morphologie ainsi que la cohérence avec la matrice qui caractérisent le durcissement apporté par cette précipitation. La présence de ces précipités est à l'origine notamment du blocage des dislocations et de l'amélioration des propriétés mécaniques de ces matériaux entre 500 et 800°C (Risse, 2019).

1.1.3.2.2 Traitement thermique de l'IN738

L'IN738 mis en forme par fonderie a une microstructure composée de grains millimétriques avec comme matrice la phase γ , une phase durcissante γ' dans les grains et dans les zones intergranulaires. Au sein de la microstructure se forment des eutectiques γ - γ' favorisés par la ségrégation des éléments d'alliages, les carbures et borures sont principalement présents au niveau des joints de grains. Le traitement standard de l'IN738LC est l'association d'un traitement de remise en solution à 1120°C/2h sous vide ou sous argon, suivi d'une trempe à l'air avec un traitement de vieillissement à 845°C/24h sous vide ou sous argon, suivi d'une trempe à l'air.

1.1.3.2.2.1 Mise en solution

La (re)mise en solution des superalliages base nickel consiste à faire un traitement subsolvus ou supersolvus de la phase γ' , pour refondre partiellement ou complètement les précipités γ' et les zones γ - γ' eutectiques. Le traitement standard de l'IN738LC est 1120°C/2h/refroidissement à l'air. Il se retrouve dans la plupart des articles (Aina, Ojo et Chaturvedi, 2019 ; Danis, 2008 ; Egbewande *et al.*, 2009 ; Ola, Ojo et Chaturvedi, 2013 ; Risse, 2019 ; Royer, 2014). L'augmentation de la température de mise en solution ou de la durée du traitement accroît la dissolution des précipités γ' , ce qui peut permettre la refonte complète des zones γ/γ' eutectique dans l'article de El-Bagoury et al. (El-Bagoury, Waly et Nofal, 2008) par un double traitement (1180°C/1,5h + 1220°C/2h). En revanche, la dissolution des précipités situés au niveau des joints de grains, libère le grossissement et la coalescence des grains, ce qui peut être néfaste pour la tenue du matériau (Mons, 1996). Le traitement de remise en solution contribue à une meilleure homogénéisation des éléments d'alliage, notamment pour le titane et le chrome. La vitesse de refroidissement a une influence importante sur la microstructure finale du matériau : la trempe à l'eau permet de limiter la présence et la croissance des précipités γ' qui sont favorisées par un refroidissement à l'air. Cela conduit à des valeurs de dureté de 340 Hv_{0,10} pour la trempe à l'eau et de 405 Hv_{0,10} pour le refroidissement à l'air (Egbewande *et al.*, 2009). La trempe avec de la saumure permet d'encore

accélérer le refroidissement du matériau, mais les contraintes internes induites par ce procédé peuvent causer la formation de fissures pendant la trempe (Thakur, 1997).

La population des précipités γ' est bimodale après le traitement standard, elle se compose dans l'article de Ola et al. (Ola, Ojo et Chaturvedi, 2013) de précipités γ'_I primaires d'une taille comprise entre 0,4 et 0,8 μm , et de précipités γ'_{II} secondaires plus fins de 0,1 μm . Il reste dans la microstructure finale des précipités carbures MC et des zones γ - γ' eutectiques qui n'ont pas été dissous par le traitement. La Figure I-6 met en comparaison la microstructure de l'IN738LC brut de coulée et après le traitement thermique de remise en solution.

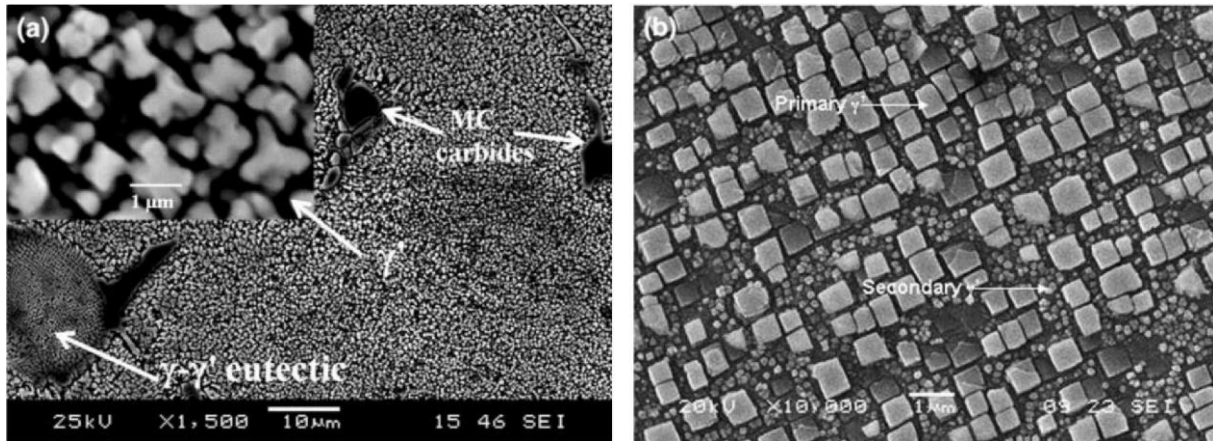


Figure I-6. Microstructure de l'IN738LC (a) brut de coulée, (b) après traitement de remise en solution (1120°C/2h/refroidissement à l'air) (Egbewande *et al.*, 2009)

I.1.3.2.2 Vieillessement/Revenu

Les traitements de revenu permettent d'accroître la fraction volumique de précipités γ' ou γ'' par la germination et la croissance des précipités. Ces traitements thermiques doivent conduire à l'obtention de population de précipités stables pour l'usage de ces matériaux à haute température, avec le contrôle de la morphologie, des tailles des précipités et de leurs positionnements.

Les températures de revenu usuelles pour l'IN738 sont situées entre 800-1050°C (Royer, 2014). La microstructure post traitement de remise en solution contient déjà des précipités γ' primaire et secondaire. L'application du traitement de vieillissement conduit à la croissance des précipités γ'_{II} , pour atteindre des fractions volumiques entre 40 et 50% de précipités γ' .

Le choix de la température du traitement de revenu influe directement sur la dureté du matériau. La Figure I-7 fait correspondre la proportion de phase γ' avec la durée de ce traitement de revenu. Dans ce cas, l'IN738 a été coulé puis soumis à un traitement thermique de remise en solution (1120°C/2h, refroidissement à l'air) avant le traitement isotherme de vieillissement pendant 16h.

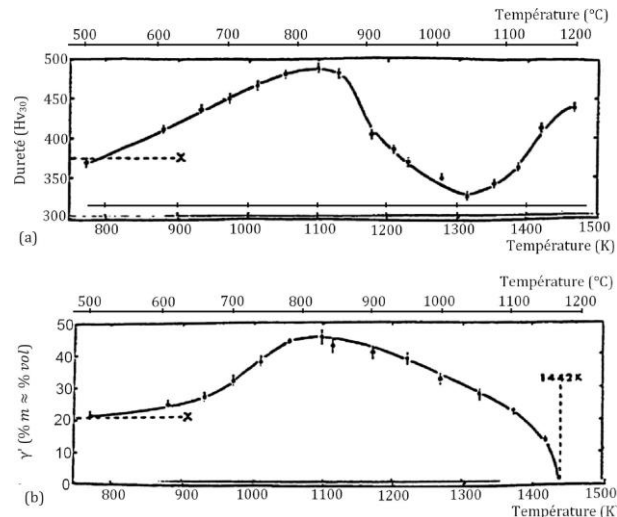


Figure I-7. Evolution de (a) la dureté, (b) la fraction de précipités γ' , après un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures (Royer, 2014 ; Thakur, 1997)

L'augmentation de la température du traitement thermique de revenu entre 500 et 830°C conduit à une augmentation du taux de précipité γ' et correspond au durcissement du matériau. Un traitement à plus haute température, entre 830 et 1050°C, conduit à la dissolution d'une partie des précipités γ' et à une diminution de la dureté. Enfin, au-delà de 1050°C la dureté augmente à nouveau grâce à la remise en solution des éléments durcissants de la phase γ' et à la présence de précipités γ' fins. Le traitement thermique standard à 845°C correspond au taux de précipité γ' le plus élevé (45 %) et au plus haut niveau de dureté (490 Hv).

La traitement standard de revenu de l'IN738 est à 845°C pendant 16 à 24h suivi d'un refroidissement à l'air (Risse, 2019 ; Thakur, 1997). Il conduit à la formation d'une population bimodale de précipités avec des précipités γ'_I primaires entre 400-880 nm et des précipités secondaires γ'_{II} entre 50 et 150 nm, et un taux de précipitation γ' entre 40 et 50%.

1.1.3.2.2.3 Adoucissement/Relaxation des contraintes résiduelles

Les traitements thermiques d'adoucissement ont pour objectif de permettre la mise en forme des matériaux ou leur usinage. Ils favorisent la restauration ou la recristallisation d'une microstructure écrouie. La température de restauration d'un matériau est évaluée à $0,3 \times T_{fusion}$, soit entre 307°C et 395°C pour l'IN738 (Humphreys F., Rohrer et Rollett, 2017). La température nécessaire à l'activation de la recristallisation est plus élevée. Les traitements thermiques d'adoucissement retenus ont des températures et des temps voisin des traitements de mise en solution, mais ils doivent être ajustés en fonction des contraintes spécifiques au problème, par exemple les tailles de grains, de précipités γ' , l'utilisation ultérieure du matériau. Enfin, la vitesse de refroidissement est un paramètre important en ce qu'elle régit la formation des précipités γ' .

Les traitements de relaxation des contraintes dépendent du type de superalliage, de sa microstructure. L'IN738LC est durcissable par précipitation, pour relaxer les contraintes, il est généralement préférable d'utiliser la température de revenu ou de remise en solution (Mons, 1996). Lors de la définition du traitement thermique, il faut prendre en compte l'ensemble des propriétés recherchées (évolution de la microstructure, dureté, tenue mécanique, oxydation...).

1.1.3.2.2.4 Evolution de la microstructure à l'usage

Les températures d'utilisation des superalliages base nickel, et de l'IN738 en particulier, se situent au niveau des températures des traitements de revenus, autour de 800°C/900°C. La

microstructure est métastable et évolue au cours de l'utilisation des pièces. La population initialement bimodale des précipités devient monomodale avec le grossissement des précipités γ'_{II} secondaires, puis ces précipités grossissent par coalescence. Leur morphologie évolue de précipités cuboïdes à des précipités sphériques (Royer, 2014). L'augmentation de la taille des précipités et l'évolution de leurs morphologies conduisent à une diminution de la dureté et de la tenue mécanique du matériau (Kontikame, Polsilapa et Wangyao, 2017 ; Moshtaghin et Asgari, 2003 ; Shajari *et al.*, 2019 ; Stevens et Flewitt, 1979 ; Thakur, 1997).

Pour retrouver les propriétés mécaniques initiales des matériaux, il est possible de définir des traitements thermiques de rajeunissement de la microstructure. Dans l'article de Polsilapa et al. (Polsilapa, Promboopha et Wangyao, 2017), la microstructure des aubes de turbines en IN738LC a évolué au cours de leur utilisation à hautes températures, dans le cas présent 50 000 h à 900°C. Il s'agit alors de définir des traitements thermiques de remise en solution et de vieillissement permettant de retrouver une microstructure adéquate à la réutilisation de ces aubes. Dans l'article de Shajari et al. (Shajari *et al.*, 2019), le traitement thermique suggéré pour obtenir une précipitation γ' stable est : 1180°C/2h + 1020°C/1h + 850°C/24h, avec pour chaque traitement un refroidissement à l'air.

I.2 Procédé de fusion laser sur lit de poudre (L-PBF)

La fabrication additive consiste à produire la forme désirée par ajout successif de matériau. Elle s'oppose aux procédés soustractifs, où la forme est acquise par enlèvement de matière, et aux procédés de mise en forme traditionnels qui consiste à appliquer une pression sur un matériau brut pour obtenir une pièce en une seule étape (forgeage, pliage, moulage...). L'intérêt majeur de la fabrication additive réside dans la capacité de produire des petites séries de matériaux, pour le prototypage ou par exemple la personnalisation, avec une complexité géométrique accrue (Figure I-8) (PIPAME, 2017). Le procédé innovant de fabrication additive par projection de liant, Metal Binder Jetting (MBJ), concurrence le moulage à la cire perdue en permettant la fabrication de moyenne série (quantité autour de 10^3) avec un grand niveau de complexité géométrique.

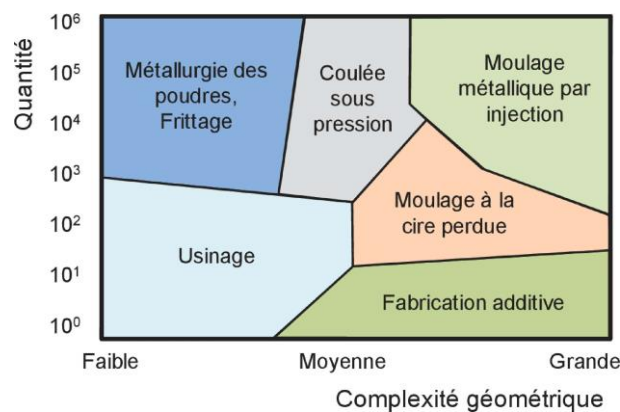


Figure I-8. Procédés de mise en forme : productivité & complexité géométrique (Vinson, 2015)

Plusieurs catégories de technologies de fabrication additive sont considérées dans la Figure I-9, dont la fusion laser sur lit de poudre à laquelle correspond le procédé L-PBF (Laser-Powder Bed Fusion), aussi appelé SLM (Selective Laser Melting) ou LBM (Laser Beam Melting).

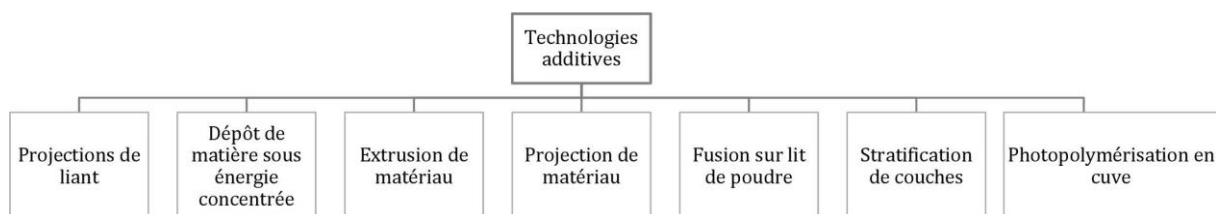


Figure I-9. Catégories des procédés de fabrication additive (AFNOR, 2021)

Le procédé L-PBF consiste à produire une pièce par fusion incrémentale d'un lit de poudre. Il est prisé pour la fabrication de pièces aux géométries fines et complexes (cavités, treillis...) au prix d'un temps de fabrication généralement plus long que les autres procédés additifs. Il peut être envisagé pour la production de pièces dans de nombreux secteurs, de l'aéronautique et aérospatiale où la complexité géométrique et la question de la masse est centrale, dans la conception de pièces électroniques, ou dans la production de turbines pour la production d'énergie (Sanchez *et al.*, 2021). La fabrication de pièces aéronautiques utilisées dans des turbines de moteurs d'avion est mise en place notamment par Safran et GE dans l'optique de réduire la masse en vol, permettre la production de structures internes complexes et produire plus rapidement des pièces pour la réparation (Sotov *et al.*, 2020).

I.2.1 Principe du procédé L-PBF

Les premières machines L-PBF sont livrées en 1999 au centre de recherche de Karlsruhe (Allemagne) par la société FS-Realizer (Royer, 2014). Ce procédé est très proche du procédé de frittage sélectif SLS, mais dans le cas présent la matière est localement entièrement fondue. La Figure I-10 représente le principe de ce procédé et les différentes étapes d'un cycle de fabrication.

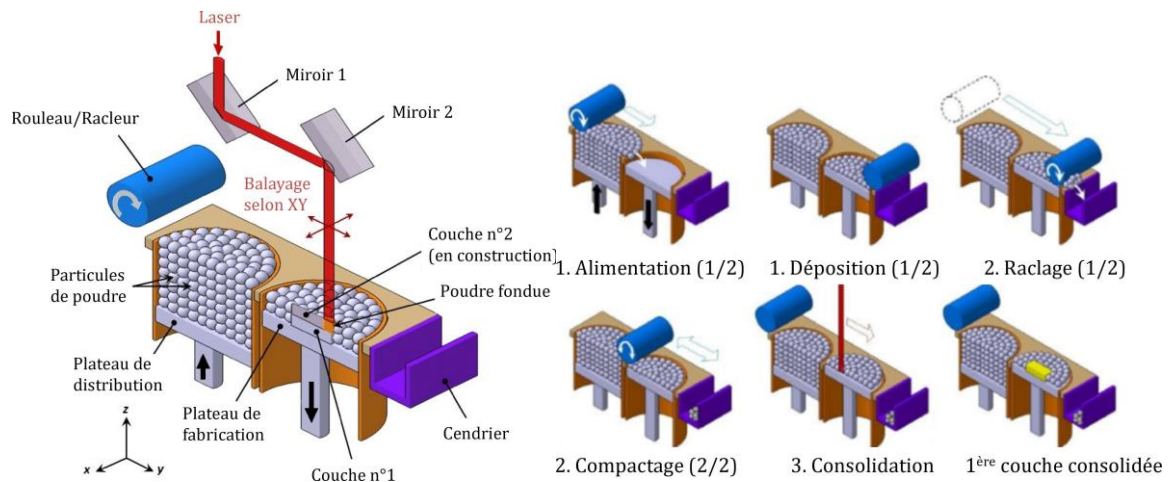


Figure I-10. Principe du procédé L-PBF et principales étapes de fabrication (Orecchia, 2008)

La fabrication d'une pièce par L-PBF est constituée de la reproduction de cycles de mise en couche et de cycles de consolidation. Le plateau de fabrication est abaissé d'une hauteur ΔZ . La poudre, présente dans le bac de gauche, est soulevée par le piston du plateau de distribution et transférée par le rouleau ou le racleur au dessus du plateau de fabrication en un lit dense et homogène d'une épaisseur ΔZ_{poudre} (alimentation et déposition). Le passage du rouleau ou du racleur compacte et nivèle la hauteur du lit de poudre (raclage et compactage). La poudre excédentaire est évacuée dans le cendrier. Le laser vient fondre localement la poudre pour consolider la couche selon un schéma prédéfini par CFAO et qui dépend des stratégies de fabrication (consolidation). Le déplacement du laser est assuré par l'orientation des miroirs.

L'enceinte de fabrication est généralement en surpression d'argon ou d'azote pour limiter les phénomènes d'oxydation au cours de la fabrication et évacuer les fumées. Le plateau de fabrication évacue la chaleur du procédé. Le choix de sa nature, de son épaisseur, de son état de surface et de son absorptivité sont centraux lorsque la pièce est construite directement sur le plateau. Il peut être équipé d'un système de préchauffage dans l'optique de diminuer le niveau des contraintes résiduelles, notamment pour les premières couches fabriquées (Kempen *et al.*, 2013). La nature de la source laser est Yb : YAG ($\lambda=1,07 \mu\text{m}$) ou Nd : YAG ($\lambda=1,06 \mu\text{m}$).

I.2.2 Interaction laser-matière

L'interaction laser-matière se décompose en trois phénomènes : réflexion, absorption ou transmission. La formation d'un bain de fusion est permise principalement par l'absorption de l'énergie et sa conversion en chaleur. Pour favoriser le procédé L-PBF, il faut donc que la longueur d'onde du laser corresponde à un rayonnement peu réfléchi et fortement absorbé. Ce niveau d'absorption dépend de plusieurs paramètres : nature du matériau, longueur d'onde λ du faisceau lumineux, angle d'incidence (plus élevé à incidence normale), température de surface du matériau, rugosité (augmente avec la rugosité), état d'oxydation (diminue avec l'oxydation), topographie de surface du matériau.

L'absorption du faisceau laser par le lit de poudre est généralement plus élevée que celle du matériau massif, par la présence de réflexions et absorptions multiples entre grains de poudres et porosités (Kruth *et al.*, 2003 ; Tolochko *et al.*, 2000). Ainsi, l'absorbance d'un faisceau laser Nd-YAG par un lit de poudre de Ni est estimé 2,5 fois meilleure que son équivalent massif (Tolochko *et al.*, 2000). Pour une longueur d'onde $\lambda = 1,06 \mu\text{m}$, on a une absorbance de 64 % pour une poudre de superalliage base nickel. La Figure I-11 explicite les différents phénomènes physiques présents au niveau du bain liquide pendant le procédé L-PBF, dans la situation où le faisceau laser est en contact avec le bain liquide.

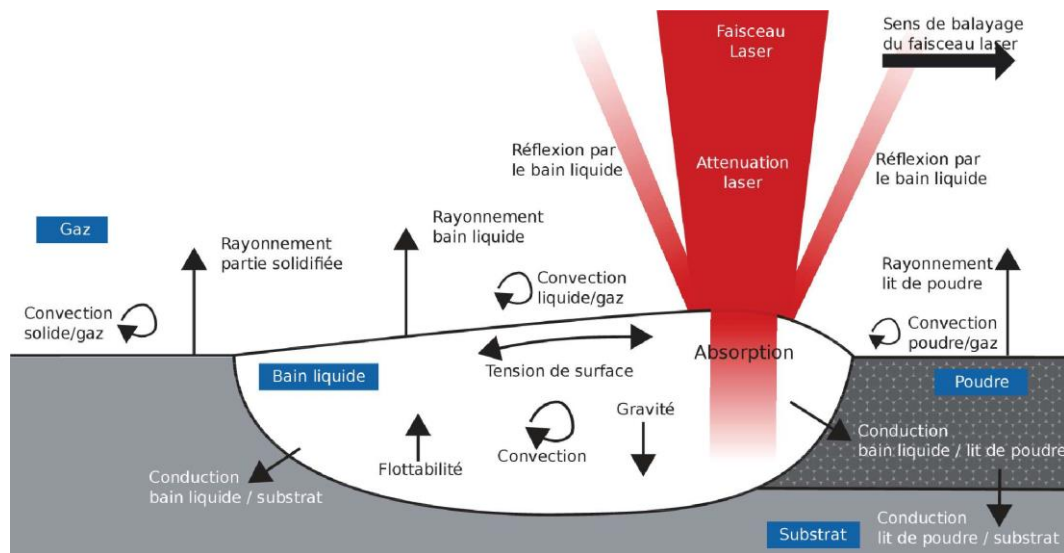


Figure I-11. Phénomènes physiques du bain liquide en L-PBF pour une avance du bain liquide comparable ou lente par rapport à celle du spot laser (Marion, 2016)

Les dimensions du cordon, sa stabilité dépendent du comportement thermomécaniques du bain liquide qui est le fruit de différents phénomènes : gravité/flottabilité des éléments d'alliages dans le bain liquide, convection et flux de Marangoni, tension de surface et interaction avec le gaz, le substrat et le lit de poudre. La vitesse de refroidissement est très élevée en L-PBF, de l'ordre de 10^6 - 10^8 K/s (Adegoke *et al.*, 2020).

I.2.3 Paramètres de fabrication L-PBF

Les caractéristiques importantes à privilégier pour le choix de la poudre, sont :

- Le respect de la composition du matériau, pour assurer la composition de la pièce,
- La propreté inclusionnaire,
- La taille des poudres doit être plus fine que celle des couches fabriquées. De plus, le choix d'une granulométrie adaptée permet une coulabilité suffisante pour étaler le lit de poudre et une compacité contrôlée pour maîtriser le retrait de matière, en favorisant une distribution suffisamment large et une bonne sphéricité du matériau (Thomas, Drawin et Bonnefoy, 2022). Les poudres sont généralement comprises entre 10 et 60 μm (Vock *et al.*, 2019).

La poudre évacuée dans le cendrier peut faire l'objet d'un recyclage après avoir été tamisée. Cette étape permet de retirer les agglomérats et particules éjectées lors du lasage. Il faut également contrôler leurs contaminations en oxygène ou changements de composition. Ces évolutions peuvent être limitées par une dilution partielle avec de la poudre neuve (Vinson, 2015).

Les dimensions caractéristiques d'un bain de fusion sont présentées dans la Figure I-12 pour le cas où l'épaisseur apparente (e_{app}) équivaut à l'épaisseur de la zone refondue (e_{ZR}). On distingue l'épaisseur de poudre ΔZ_{poudre} , la hauteur de cordon apparente H_{app} , la hauteur de la zone refondue H_{ZR} et les surfaces équivalentes (S_{app} et S_{ZR}). Le rapport d'élancement de la zone refondue peut être noté : $r_e^{ZR} = \frac{H_{ZR}}{e_{app}}$ (Moniz da Silva Sancho, 2020).

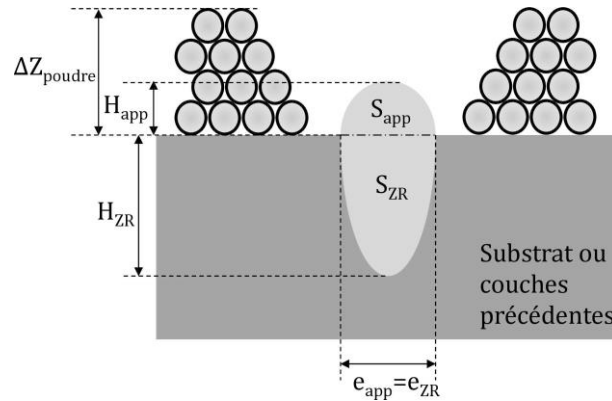


Figure I-12. Dimensions caractéristiques d'un bain de fusion L-PBF

Les paramètres de réglage machine peuvent être du 1^{er} ordre ou du 2^{ème} ordre, et ils sont souvent combinés pour pouvoir interpréter les phénomènes physiques engendrés (Vilaro, 2011). Les paramètres du 1^{er} ordre :

Puissance du laser (P_0). Comprise entre 20 et 1 kW (Sanchez *et al.*, 2021). Son augmentation induit une augmentation de la hauteur de la zone refondue (H_{ZR}) et de la largeur du bain (e_{app}).

Vitesse de balayage (V_0). Entre 100 et 1500 m/s, son augmentation diminue le temps d'interaction entre le laser et la matière, entraînant la formation d'un bain liquide moins volumineux avec diminution de la hauteur de zone refondue (H_{ZR}) et de la largeur du bain (e_{app}).

Diamètre du faisceau laser (D_0). Entre 50 et 300 μm , le diamètre conditionne la distribution énergétique du faisceau (Cloots, Uggowitz et Wegener, 2016) qui influe sur la morphologie, les dimensions et la thermique du bain liquide.

ΔZ_{poudre} et ΔZ_{piston} . Au début de la fabrication, pour la première couche à consolider, $\Delta Z_{piston} = \Delta Z_{poudre}$. Comme le lit de poudre a une porosité d'environ 50%, la fusion laser entraîne un retrait de la matière et la hauteur du cordon fondu est plus faible que celle du lit de poudre. Pour éviter une collision entre le racleur (ou le rouleau) et la pièce, il convient que $\Delta Z_{piston} \geq H_{app}$. La fabrication se stabilise au bout de 5 à 10 couches. L'épaisseur de couche correspond à l'épaisseur de tranchage et à la hauteur de cordon H_{app} (Moniz da Silva Sancho, 2020 ; Vinson, 2015). Les premières couches de fabrication sont habituellement sous la forme d'un treillis, ce qui permet d'accommoder ces premières étapes moins stables.

Les paramètres du 2^{ème} ordre concernent surtout :

Stratégie de construction et stratégie d'empilement. La Figure I-13 montre différentes stratégies de fabrication, au sein d'une couche (a-g) ou d'empilement entre couches (h-m). Cela concerne le sens des cordons laser au sein d'une couche, unidirectionnel (a) ou bidirectionnel (b), ou aléatoire (d et e). La stratégie en îlot (ou échiquier) permet de subdiviser une couche. Enfin, le parcours du laser peut être composé de traits parallèles ou concentriques avec la stratégie en hélice (f). Un lasage du contour avec des paramètres laser différents est parfois appliqué pour

améliorer l'état de surface de la pièce (g). L'empilement peut conserver l'angle de la première couche (h), ou bien appliquer un angle de rotation, de 90° (i, k et l) ou de 45°(m). Enfin, il est possible de multiplier les passages du laser sur une même couche sans ajout de poudre pour refondre la matière selon la même direction (h et i) ou perpendiculairement (j).

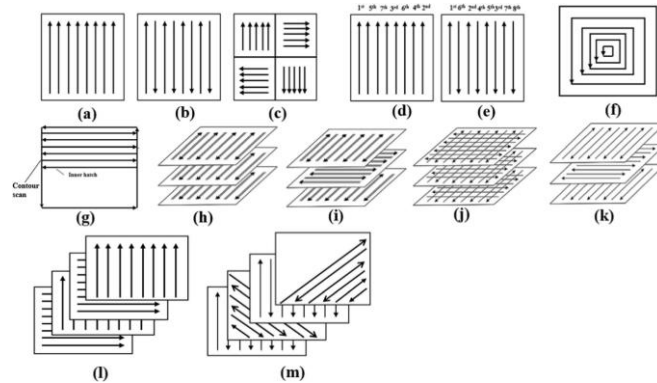


Figure I-13. Stratégies de lasage (a-f) ; avec contour (g) ; par empilement (h-m) (Jia *et al.*, 2021)

Au sein d'une couche, l'écart vecteur (E_v) est la distance entre deux traits laser et dépend du taux de recouvrement recherché avec la relation $\tau_R = 1 - (\frac{e_v}{e_{app}})$, avec e_{app} la largeur apparente d'un cordon de matière. Ce taux est représenté à la Figure I-14.

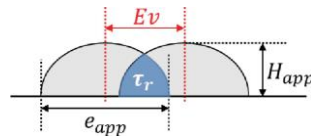


Figure I-14. Taux de recouvrement et écart vecteur (Moniz da Silva Sancho, 2020)

Des paramètres combinés retranscrivent les aspects énergétiques et les phénomènes physiques majeurs du procédé (cf. Tableau I-3) :

Tableau I-3. Paramètres énergétiques et de vitesses associés au L-PBF (Colin et Dépinoy, 2022 ; Vilario, 2011)

Densité de puissance laser $I_0 = 4 \cdot \frac{P_0}{\pi \cdot D_0^2} (W.mm^{-2})$	$\sim 10^4$ à 10^5
Energie linéique, $E_l = \frac{P_0}{V_0} (J.mm^{-1})$	0,04 à 4
Energie volumique, $E_v = \frac{I_0}{V_0} (J.mm^{-3})$	20 à 2000
Vitesse de solidification $V_s (cm.s^{-1})$	10^2 à 10^3
Vitesse de refroidissement $\dot{T} (K.s^{-1})$	10^5 à 10^8

On peut aussi retrouver l'énergie surfacique $E_s = I_0 \cdot t_{int} = 4 \cdot \frac{P_0}{\pi \cdot D_0 \cdot V_0}$, et l'énergie globale par volume fabriqué $E_v^g = \frac{P_0}{e_v \cdot \Delta z \cdot V_0}$.

L'orientation des pièces par rapport à la direction de fabrication conditionne l'orientation de la microstructure dans la pièce (Prost, 2021 ; Sotov *et al.*, 2020). Les choix de positionnement des pièces sur le plateau de fabrication dépendent à la fois des propriétés recherchées et des possibilités techniques de l'installation. La grande complexité géométrique des pièces L-PBF est permise par la mise en place de support sur les surfaces en contre-dépouille, dont l'orientation est inférieure à 30-45° par rapport à la surface du plateau. Ces supports doivent pouvoir facilement

être éliminés après la fabrication. Leurs formes et dimensions, en treillis, cônes ou poutres font l'objet d'optimisation topologique pour limiter leurs coûts tout en assurant la tenue des pièces et la conduction thermique en cours de fabrication. Des supports plus larges avec un maillage plus important limitent le gauchissement de la structure et augmente la conduction thermique (Liu, Yang et Wang, 2016 ; Ravichander *et al.*, 2021). Enfin, le choix d'un racleur souple est plus permissif géométriquement, le risque de décollement est diminué. En revanche, on peut avoir une contamination de la pièce par le matériau du racleur et des irrégularités géométriques. Un racleur rigide apporte un meilleur état de surface.

I.2.4 Problématiques, généralités et spécificités de la fabrication L-PBF d'IN738LC

I.2.4.1 Génération d'un cordon

Le bain de fusion présente différents morphotypes en fonction des conditions de fabrication laser et du matériau. Pour une densité d'énergie faible, la fusion du métal n'est pas atteinte. En augmentant l'apport d'énergie, des billes de matière fondue se forment en premier sans accroche avec le substrat. Puis, un cordon mais qui a une faible accroche avec le substrat et qui est interrompu périodiquement par des zones non fondues, c'est le phénomène de « balling ». Dans ce type de condition, cela conduit à la présence de porosités dues à un manque de fusion, différenciables par le caractère anguleux de leurs contours (Guo *et al.*, 2020). Ce type de porosités peut se produire aussi lorsque la stratégie laser est inadaptée, avec un taux de recouvrement faible ou un ΔZ_{piston} élevé qui empêche une bonne liaison entre les couches.

Pour une énergie plus élevée, les bains sont mouillants, ils pénètrent de manière plus importante dans la couche sous-jacente et on parle d'un bain en conduction. Une énergie très importante conduit à la formation d'un bain profond en forme de « keyhole » (trou de serrure) en raison de la vaporisation et de la formation d'un capillaire de vapeur métallique qui produit cette forme caractéristique du bain de fusion. Le bain liquide peut alors être instable et se refermer sur la vapeur, entraînant la formation de porosités. La Figure I-15 représente ces phénomènes en fonction du niveau et de la distribution spatiale de l'énergie.

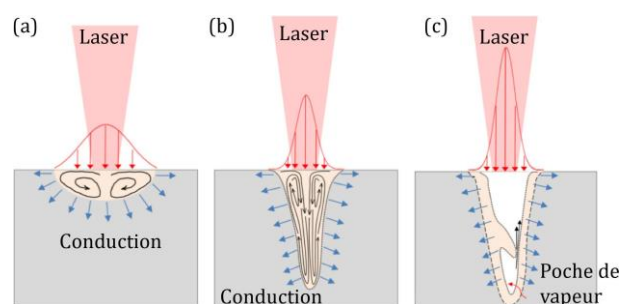


Figure I-15. Formation du bain de fusion : a) conduction, b) phénomène de keyhole, c) formation d'une porosité sous keyhole (Balbaa *et al.*, 2020)

Dans l'article de Grange et al. (Grange *et al.*, 2021), une étude paramétrique de la formation des cordons évalue leurs dimensions ainsi que leurs défauts, ce qui permet d'élaborer la Figure I-16 qui représente la fenêtre de fabrication de l'IN738LC (17 – 45 μm). Le diamètre du faisceau laser est de 100 μm , et les cordons sont produits sur un substrat de même composition polis et sablés pour permettre l'accroche des particules de poudres. Il est montré une zone de faible énergie linéique ($E_l < 0,22 \text{ J.mm}^{-1}$, en gris) où les cordons pénètrent peu dans le substrat, on parle de

cordons non mouillants et une zone à haute énergie ($E_l > 0,5 \text{ J.mm}^{-1}$, en rouge) caractérisée par une forme en keyhole des cordons et la zone stable ($0,22 < E_l < 0,5 \text{ J.mm}^{-1}$, en vert) avec des bains adaptés à la construction qui sont plutôt en conduction.

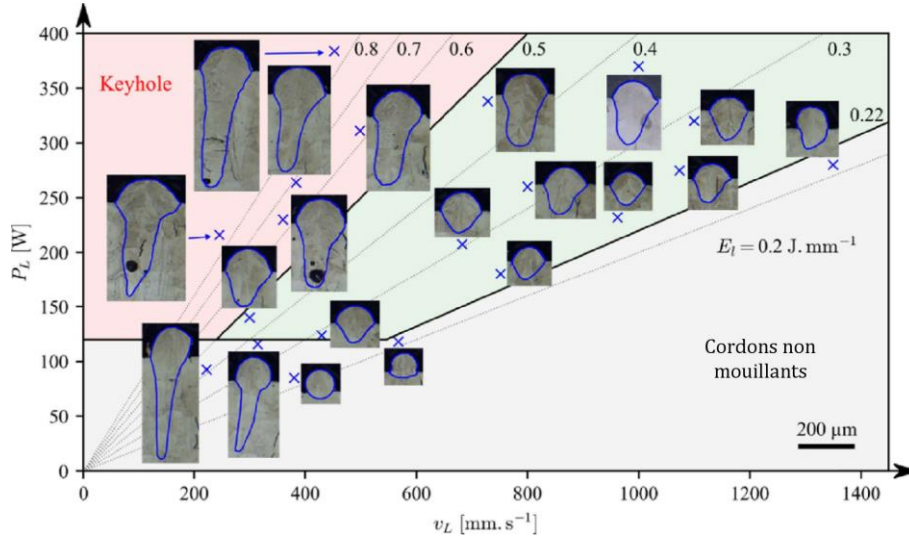


Figure I-16. Morphologie de cordons L-PBF d'IN738LC et paramètres laser (Grange *et al.*, 2021)

Les dimensions des cordons L-PBF sont définies à travers la largeur et la hauteur de la zone refondue (e_{app} et H_{ZR}), ainsi que la hauteur apparente du bain (H_{app}). La diminution de la vitesse du laser et/ou l'augmentation de sa puissance conduisent à augmenter l'énergie linéique du cordon, ce qui induit une augmentation de la hauteur de la zone refondue et une diminution de sa largeur. e_{app} se situe entre 50 et 250 μm , pour une évolution de H_{ZR} entre 50 et 350 μm . Ces valeurs sont mesurées selon les paramètres appliqués comme le résume la Figure I-17 dans le cas du superalliage étudié (Grange *et al.*, 2021). H_{app} se situe alors entre 50 et 100 μm . Ce type de cartes paramétriques de cordons varie selon les cas et doit être appréhendé avant de procéder à la fabrication d'une pièce (Guo, Xu, *et al.*, 2021).

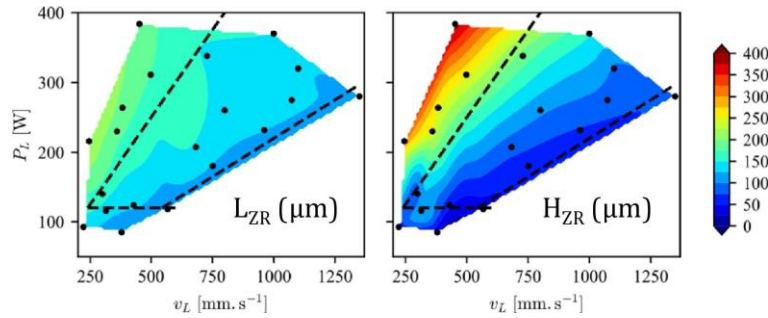


Figure I-17. Dimensions (L_{ZR} et H_{ZR}) de cordons L-PBF d'IN738LC (Grange *et al.*, 2021)

I.2.4.2 Fenêtre de fabrication L-PBF

I.2.4.2.1 Microstructures

La vitesse de refroidissement élevée du procédé L-PBF, de l'ordre de 10^6 - 10^8 K/s (Adegoke *et al.*, 2020), conduit à la formation d'une microstructure fine et dendritique. Le gradient thermique du bain de fusion dirige la solidification des dendrites (Figure I-18), perpendiculairement à la frontière du bain, cette direction est en moyenne celle de la direction de fabrication. Dans l'article de Grange *et al.* sur des pièces d'IN738LC (Grange *et al.*, 2020), l'espacement primaire entre les dendrites est de 600 nm, les carbures dans les zones interdendritiques inférieures à 200 nm.

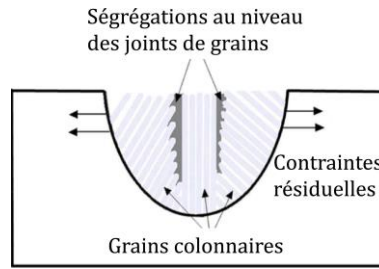


Figure I-18. Solidification au niveau d'un cordon (Hu *et al.*, 2021)

La croissance des grains suit le gradient thermique et constitue généralement des grains colonnaires selon l'orientation cristallographique $\langle 100 \rangle$ qui se poursuivent entre les différentes couches de fabrication (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016 ; Geiger, Kunze et Etter, 2016 ; Perevoshchikova *et al.*, 2017 ; Xu *et al.*, 2021). Le choix d'une stratégie en îlots, ou celui d'un angle d'orientation non nul entre les couches permet de modifier ce gradient thermique et d'agir à la fois sur la microstructure et sur la formation des contraintes résiduelles. Par exemple, le choix de vecteurs très courts associés à une rotation de 67° entre les couches permet de favoriser la formation d'une microstructure plus isotrope (Lacoste *et al.*, 2022), l'effet de cet angle de rotation est aussi observé par Xu *et al.* (Xu *et al.*, 2021) en diminuant la formation d'une microstructure colonnaire dans la Figure I-19. Il est ainsi théoriquement possible de produire une microstructure composée de grains équiaxes (Adegoke *et al.*, 2020).

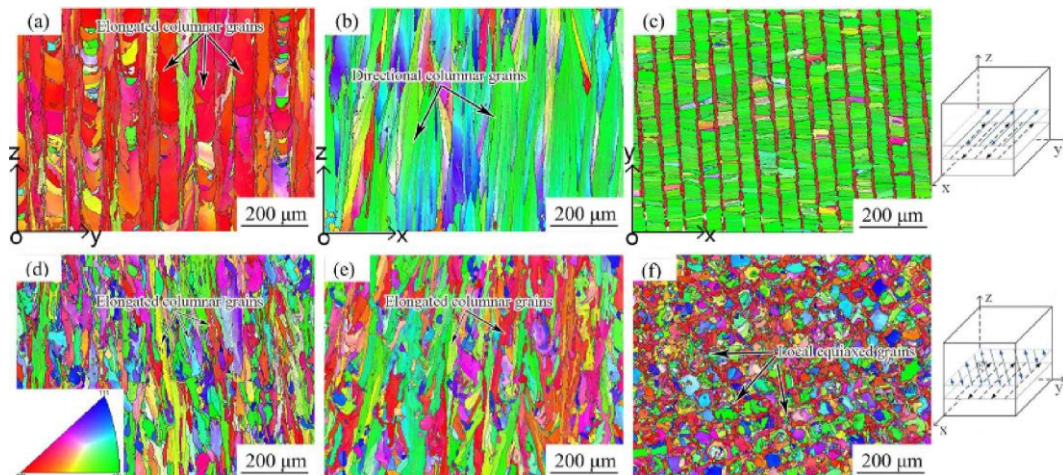


Figure I-19. Cartes EBSD IPF d'échantillons L-PBF d'IN738, stratégie unidirectionnel (a, b et c) ou avec une rotation de 67° (d, e et f) selon les trois directions YZ, XZ et XY (Xu *et al.*, 2021)

Pour l'IN738LC brut de fabrication L-PBF, la vitesse de refroidissement ne permet pas le grossissement de précipités γ' suffisamment grands pour être détectés au MEB (Grange *et al.*, 2020 ; Kunze *et al.*, 2015 ; Rickenbacher *et al.*, 2013 ; Wang *et al.*, 2019). La dimension fine de ces précipités, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, diffèrent entre les joints de grains et le cœur par les différences de vitesse de refroidissement. Leur observation requiert l'utilisation du MET (Wang *et al.*, 2017). Après l'application de traitements thermiques de remise en solution et/ou de vieillissement, des populations de précipités γ' unimodales ou bimodales sont observées ainsi que des carbures au niveau des joints de grains (Kunze *et al.*, 2015 ; Perevoshchikova *et al.*, 2017 ; Rickenbacher *et al.*, 2013 ; Xu *et al.*, 2020). La Figure I-20 rassemble des images MEB d'échantillon L-PBF soumis à différents traitements. Il n'y a pas de précipités γ' à l'état brut de fabrication, une population uni-modale se forme après l'application du traitement thermique de remise en solution et vieillissement et une population bimodale lorsqu'une étape de compaction

isostatique à chaud (CIC) est ajoutée préalablement aux traitements thermiques. L'application de plusieurs traitements thermiques peut aussi conduire à une réduction de la texture colonnaire du matériau (Geiger, Kunze et Etter, 2016). L'utilisation des traitements CIC est préconisée dans l'optique d'éliminer les porosités et fissures internes au matériau, ils permettent aussi une relaxation des contraintes résiduelles (Sanchez *et al.*, 2021 ; Wang *et al.*, 2019).

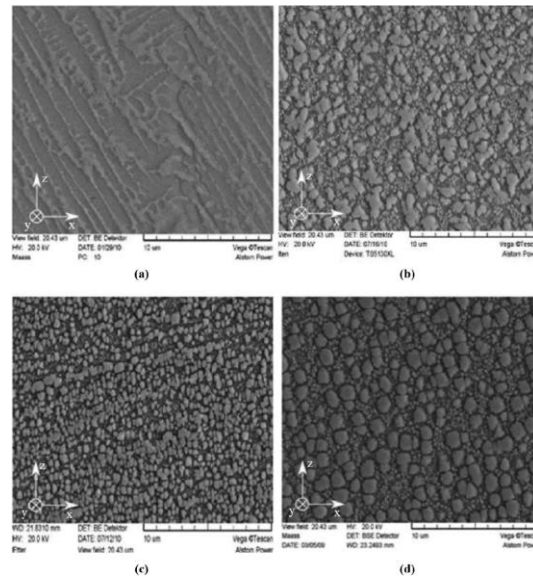


Figure I-20. IN738LC par L-PBF : (a) Brut, (b) CIC + remis en solution (1120°C/2h) + vieilli (850°C/24h), (c) et (d) L-PBF et coulé, remis en solution et vieilli (Rickenbacher *et al.*, 2013)

I.2.4.2.2 Défauts de fabrication L-PBF

Les défauts caractéristiques de la fabrication L-PBF sont principalement constitués de pores et de fissures. Tout comme dans le cas des cordons, pour des densités d'énergies faibles, les pièces présentent des défauts avec des porosités dues au manque de fusion ou au phénomène de balling et d'instabilités de Plateau-Rayleigh (Gusarov et Smurov, 2010). A contrario, pour de hautes densités d'énergies, les porosités présentes proviennent généralement du phénomène de keyhole (Guo *et al.*, 2020). Enfin, il peut arriver que dans la poudre initiale atomisée se trouvent de la porosité qui limite la qualité des pièces (Adegoke *et al.*, 2020). L'utilisation d'un écart vecteur faible (taux de recouvrement élevé) favorise la refusion de la matière et une diminution de la rugosité mais peut entraîner une augmentation de la température et de la taille du bain fondu, voire engendrer un phénomène néfaste de keyhole (Kempen *et al.*, 2013).

Plusieurs phénomènes peuvent être à l'origine de la fissuration des pièces L-PBF, en particulier dans le cas des superalliages base nickel durcis par précipitation γ' .

Fissuration à la solidification. En fin de solidification, entre les dendrites déjà formées se trouve un film liquide. Lorsque la zone n'est pas suffisamment alimentée en liquide, la présence de contraintes en traction peut conduire à la formation de fissures (Adegoke *et al.*, 2020 ; Andersson, 2011). Ce phénomène est mis en avant comme la principale cause de fissuration de l'alliage IN738LC (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016 ; Grange *et al.*, 2020) avec des fissures parallèles à la direction de solidification d'une longueur de 100 μm , visibles à la Figure I-21. La ségrégation aux joints de grains de certains éléments d'alliage comme le Zr et dans une moindre mesure le B renforce cette sensibilité à la fissuration à chaud (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016 ; Hu *et al.*, 2021 ; Vilanova *et al.*, 2021).

Fissuration par liquation. Ce phénomène désigne la fusion de certaines phases dans la zone affectée thermiquement (en dessous de la température de fusion de l'alliage). La ductilité globale du matériau est réduite et la présence de contraintes peut alors conduire à la formation de fissures (Adegoke *et al.*, 2020 ; Ojo, Richards et Chaturvedi, 2004 ; Ola, Ojo et Chaturvedi, 2013). Ce type de phénomène est observé lors du soudage de l'IN738LC à la fois dans les grains et au niveau des joints de grains, il est favorisé par de hauts niveaux de ségrégation chimique au sein du matériau.

Fissuration pendant les traitements thermiques. L'application de traitements thermiques après le procédé L-PBF conduit à la relaxation des contraintes résiduelles mais aussi à la précipitation de la phase γ' . Celle-ci engendre la formation de nouvelles contraintes au niveau des joints de grains, une diminution de la ductilité qui peut engendrer la formation de fissures (Adegoke *et al.*, 2020 ; Andersson, 2011).

« **Ductility-dip cracking** » (fissuration par chute de la ductilité). Diminution de la ductilité au niveau des joints de grains dans la zone affectée thermiquement ou dans la zone fondue qui entraîne des phénomènes de fissuration (Adegoke *et al.*, 2020).

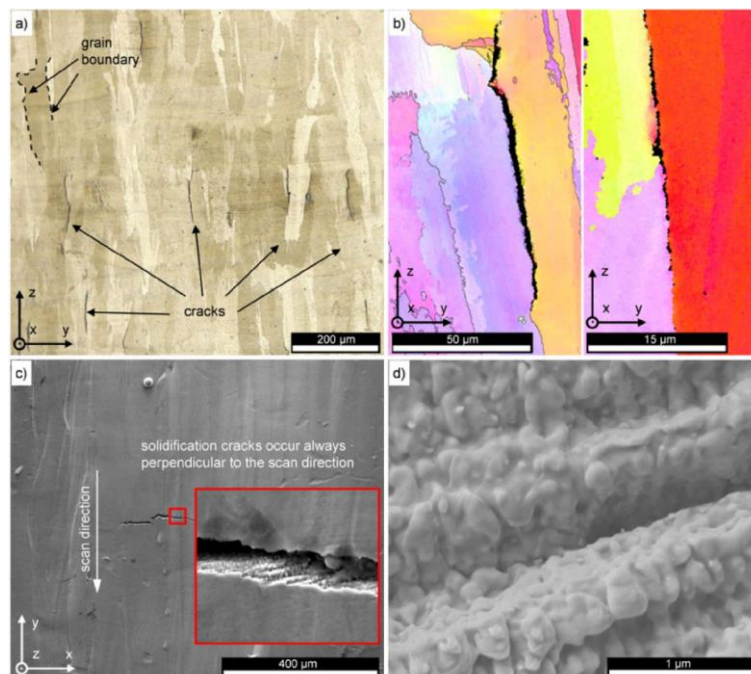


Figure I-21. Fissuration à la solidification d'IN738LC L-PBF : a) et b) Fissures parallèles à la direction de fabrication, c) et d) Cordon en vue de dessus (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016)

Afin de limiter la présence de fissure, il est possible de jouer sur la composition chimique en limitant la proportion de Zr ou de B. L'ajout de Hf pourrait potentiellement limiter la fissuration (Yu *et al.*, 2021). De bas niveaux d'énergie laser favorisent la présence de zone non fondues à l'origine de départ d'une fissure, tandis que des niveaux d'énergie laser élevés favorisent la vaporisation de certains éléments d'alliages, la formation de bains larges et la fissuration à la solidification (Oliveira, LaLonde et Ma, 2020). L'obtention d'un matériau avec à la fois un faible taux de porosité et une faible densité de fissuration est obtenue par le choix d'une énergie linéique faible pour limiter la fissuration et d'un taux de recouvrement de 40% pour permettre la refusion d'éventuelles porosités (Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016 ; Grange *et al.*, 2020). Les conditions de fabrication optimales sont définies selon les articles comme une énergie volumique de $48 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-3}$, de $70 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-3}$, ou bien comme une énergie linéique entre 0,23 et $0,36 \text{ J/mm}$ ou de

0,284 J/mm (Guo *et al.*, 2020 ; Perevoshchikova *et al.*, 2017 ; Wang *et al.*, 2019 ; Zhang *et al.*, 2021). Il est indiqué d'éviter de trop grandes vitesses et puissances pour éviter des phénomènes de balling, ou un écart vecteur trop faible pour éviter le « humping », instabilité du cordon qui se caractérise par une succession de creux et de bosses. Le Tableau I-4 synthétise les conditions de fabrication de l'IN738LC selon les différents articles consultés au cours de cette thèse. Le contrôle de la distribution de chaleur dans la pièce via la stratégie de fabrication limite la formation de contraintes en cours de fabrication, ce qui est bénéfique en termes de fissuration (§ I.2.4.2.1). Enfin, l'implémentation d'une stratégie de contour de la pièce permet d'obtenir un meilleur état de surface et de refondre les porosités débouchantes (Jia *et al.*, 2021).

Tableau I-4. Conditions de fabrication de l'IN738LC par L-PBF

$\varnothing_{part.}$ (μm)	$\varnothing_L$ (μm)	P_L (W)	V_L (mm/s)	ΔZ (μm)	Stratégie	E_v (μm)	
6-41	100-140	200	600-1200	30	Unidir.-rot. 90°	50-115	(Cloots, Uggowitzer et Wegener, 2016)
20-55		150-400	800-3500	40	Rot. 90°/67°	50-120	(Geiger, Kunze et Etter, 2016)
< 44					Rot. 45°		(Kunze et al., 2015)
< 44		50-100	50-500	20 – 60			(Rickenbacher et al., 2013)
17-45	100	85-384	225-1600	Cord. 105-120 Pièce 40	Cordon/Bidir.-rot. 90°	75-195	(Grange et al., 2020 ; Grange et al., 2021)
31 28-49		150-350	100-7000 1000-3000	30	Bidir.-rot. 90° Unidir.-rot. 90°		(Guo et al., 2020 ; Guo, Zhou, et al., 2021 ; Guo, Xu, et al., 2021)
24-57		150-270	550-1100	30		90	(Wang et al., 2019)
15-53	100	150-300	550-2000	30	Rot. 67°	90-130	(Yu et al., 2021)
10-53	70	270-400	1050	40	Rot. 67°	90	(Guraya, Singamneni et Chen, 2019)
15-53	100	270	1150/1500	40	Bidir.-rot. 0°/67°/90°	90	(Hu et al., 2021 ; Xu et al., 2021)
20-70	100	270-370	850-2250	40	llo-rot. 67°	90-130	(Perevoshchikova et al., 2017)
15-53		275-325	655-1032	50		90-120	(Sotov et al., 2020)
33-64 22-44	85	230	900	60	Rot. 90°	100	(Vilanova et al., 2021)
	40	135	1150	20	Rot. 67°	60	(Xu et al., 2020)
20-55		180-420	600-1400	40	Orthogonal	100	(Zhang et al., 2021)

I.2.5 Aspects mécaniques

I.2.5.1 Contraintes résiduelles

Pour développer, comprendre et industrialiser un procédé de fabrication, il est essentiel de s'intéresser aux contraintes résiduelles qui occasionnent des déformations des pièces en cours de fabrication et en cours d'utilisation, et peuvent être responsables de la formation de fissure ou de leur propagation. Utilisées à bon escient, des contraintes résiduelles en compression peuvent améliorer les performances ou la durée de vie des pièces. Les contraintes résiduelles sont la conjonction des contraintes d'origine mécanique et/ou thermique à l'échelle de la pièce (macroscopique type I) responsables de la déformation des pièces en L-PBF (Fang *et al.*, 2020), au niveau des grains (type II) responsable de microfissures éventuelles et à celui du réseau cristallin

(type III) (Zerbst *et al.*, 2021). La plupart des études portent sur l'étude des contraintes de type I, à la fois par la modélisation du procédé et par des caractérisations expérimentales.

I.2.5.1.1 Différentes échelles de modélisation du procédé

La compréhension du procédé L-PBF requiert des analyses multi-physiques et multi-échelles pour rendre compte de la complexité du procédé. Tout d'abord le procédé L-PBF recouvre des échelles de tailles étendues, de la dimension centimétrique de la pièce, au bain de fusion de quelques centaines de micromètres. Les échelles de temps sont elles aussi complexes à modéliser : la vitesse d'avance rapide du laser (échelle du m/s) et les vitesses de refroidissement de l'ordre de 10^6 - 10^8 K/s requiert un pas de temps très faible, alors que la fabrication d'une pièce complète et de son refroidissement est plutôt de l'ordre de l'heure. La modélisation du procédé L-PBF est divisée entre différentes échelles de modélisation du procédé. A l'échelle micro, celle des particules de poudre, l'objectif est de rendre compte de l'interaction entre le laser et le lit de poudre, la mécanique des fluides au sein du bain liquide, entre la tension de surface, la pression de recul et les flux de Marangoni. Ce type de calcul permet d'aborder finement les phénomènes liés au lit de poudre et à la construction du bain liquide, mais ils nécessitent des ressources et des temps de calculs très importants (Khairallah *et al.*, 2016). La modélisation à l'échelle mésoscopique est pertinente pour traiter les problèmes thermomécaniques associés à la question des dimensions et instabilités des cordons, à la formation de la microstructure, mais aussi sur certains modèles la formation des contraintes résiduelles (d'ordre I). Ces méthodes nécessitent la connaissance du comportement mécanique des matériaux et les temps de calcul restent importants (Bruna-Rosso, Mergheim et Previtali, 2020 ; Chen *et al.*, 2019 ; Chen *et al.*, 2021 ; Grange *et al.*, 2021 ; Hussein *et al.*, 2013 ; Jonaet, Park et Myung, 2021 ; Lee et Yun, 2021 ; Liu, Fang et Lei, 2021 ; Machirori *et al.*, 2021 ; Tran *et al.*, 2020 ; Waqar, Guo et Sun, 2021 ; Chen *et al.*, 2017). Enfin, la modélisation macroscopique du procédé L-PBF ne s'intéresse plus à l'interaction entre le laser et le lit de poudre mais plutôt à la construction d'une pièce entière (Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019 ; Li, Yan, Chen, *et al.*, 2019 ; Olleak et Xi, 2021 ; Pant *et al.*, 2021 ; Zhang *et al.*, 2018). Pour cela l'implémentation de l'apport de chaleur est simplifiée avec l'introduction de la chaleur en couche par couche, ou par une source de chaleur volumique sans étude de l'évolution des dimensions des cordons. L'intérêt de ce type de modélisation est de permettre rapidement une simulation des contraintes et déformations en cours de fabrication et après refroidissement de la pièce (Bellet, 2018). Les modélisations qui permettent d'obtenir les valeurs des contraintes en cours de fabrication et à l'état final du matériau sont aux échelles mésoscopiques et macroscopiques.

I.2.5.1.2 Origine des contraintes résiduelles et procédé L-PBF

La principale source de contraintes résiduelles dans les matériaux L-PBF est thermique. L'application du laser conduit à la formation de gradients thermiques très élevés dans la matière qui engendrent le phénomène TGM (Temperature Gradient Mechanism), représenté dans la Figure I-22.

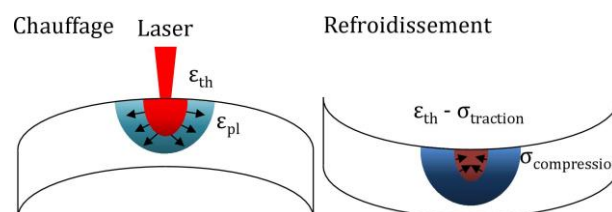


Figure I-22. Genèse des contraintes résiduelles lors d'une fusion laser, d'après Mercelis et Kruth (Mercelis et Kruth, 2006)

La zone fondue par le laser, chauffée, et la zone affectée thermiquement ont tendance à se dilater avec l'apport de chaleur, tout en étant maintenues par la matière environnante. Dans un premier temps, la zone superficielle affectée thermiquement est mise en compression ce qui peut générer des déformations plastiques permanentes. Elles sont facilitées par l'abaissement de la limite d'écoulement plastique avec les températures élevées à proximité du bain liquide. S'il n'était contraint par la matière, ce genre de déformation conduirait à une flexion de la pièce telle que représentée dans la Figure I-22 (gauche). Au refroidissement, un second phénomène de gradient d'origine thermique intervient. Les couches supérieures qui se solidifient devraient se rétracter mais sont maintenues, ce qui induit des contraintes en traction en surface et des contraintes en compression dans la zone adjacente déjà plastiquement comprimée. Cela pourrait générer une flexion inverse comme sur la Figure I-22 (droite), des contraintes en traction dans la zone fondue et des contraintes en compression autour (Mercelis et Kruth, 2006). Ces aspects macroscopiques assez complexes liés au caractère localisé du chauffage seraient également valables sans la présence d'un bain fondu. Le comportement mécanique local éventuellement affecté par des évolutions métallurgiques en cours du procédé n'est pas considéré dans ce type de raisonnement.

1.2.5.1.3 Evolution des contraintes en cours de fabrication

Le passage répété du laser provoque une alternance des températures du matériau. La Figure I-23 montre le calcul de la température et les contraintes normales selon x dans le plan de fabrication, en fonction du temps au centre d'une construction L-PBF en 316L sur substrat 316L simulée et pour des points situés à différentes hauteurs de la construction. La présence de gradients thermiques élevés au chauffage et au refroidissement conduit à une alternance traction/compression d'amplitude significative. Ces cycles de contraintes constituent un risque de délaminage avec le substrat et la présence de contraintes en traction favorise la propagation de fissures (Zerbst *et al.*, 2021).

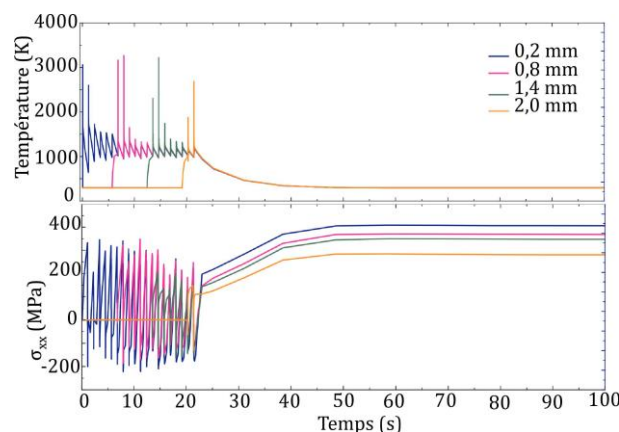


Figure I-23. Température et contraintes dans le plan et à différentes hauteurs (Bian *et al.*, 2020)

Les contraintes évoluent tout au long de la fabrication de la pièce, avec une augmentation des contraintes résiduelles (à l'état final) avec l'addition des nouvelles couches, puis au cours de son refroidissement (Jonaet, Park et Myung, 2021 ; Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019). L'évolution des contraintes résiduelles évaluées par DRX (à gauche) avec l'ajout des couches est représentée dans la Figure I-24 pour la fabrication par L-PBF de pièces en 316L. La direction x se situe dans le plan horizontal, c'est la direction de déplacement du laser. La direction y est ici verticale et correspond à la direction de fabrication de la pièce. La figure à droite représente le profil théorique de contraintes dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication (Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019 ; Liu, Yang et Wang, 2016 ; Machirori *et al.*, 2021).

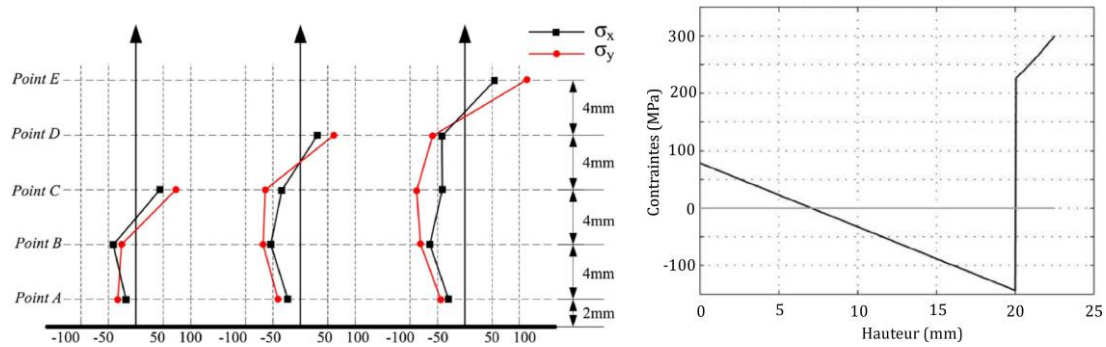


Figure I-24. Evolution des contraintes résiduelles (DRX) (Liu, Yang et Wang, 2016) (gauche), Contraintes théorique dans la pièce L-PBF (Mercelis et Kruth, 2006) (droite)

Lorsque la couche est lasée, des contraintes en traction à la surface sont générées. Avec l'ajout des couches suivantes, cette zone initialement en traction passe en compression par le phénomène TGM (Liu, Yang et Wang, 2016 ; Zerbst *et al.*, 2021). L'article de Mercelis et Kruth développe ainsi un modèle théorique simplifié de l'évolution des contraintes résiduelles (Mercelis and Kruth, 2006). En surface de la pièce, on retrouve ainsi des contraintes en traction (solidification), la pièce et le substrat ont des contraintes en compression, puis à nouveau des contraintes en traction à la base du substrat. Des observations en DRX in-situ au synchrotron ont permis à Schmeiser et al. de confirmer ce mécanisme (TGM) sur des pièces en titane, IN625 et d'observer finement la génération des contraintes (Schmeiser *et al.*, 2020 ; Schmeiser *et al.*, 2021).

La Figure I-25 représente les contraintes résiduelles lors de la fabrication d'une pièce en Ti6Al4V. σ_{xx} , σ_{yy} , et σ_{zz} sont calculées par éléments finis en fonction de la couche de fabrication ou pour le cas de σ_{zz} en fonction du chemin : path 1 correspond à un coin de la pièce, path 2 à la moitié selon y de la pièce le long du bord extérieur, path 3 et 4 dans le plan qui coupe la pièce en sa moitié selon y, au quart et à la moitié de la pièce selon x.

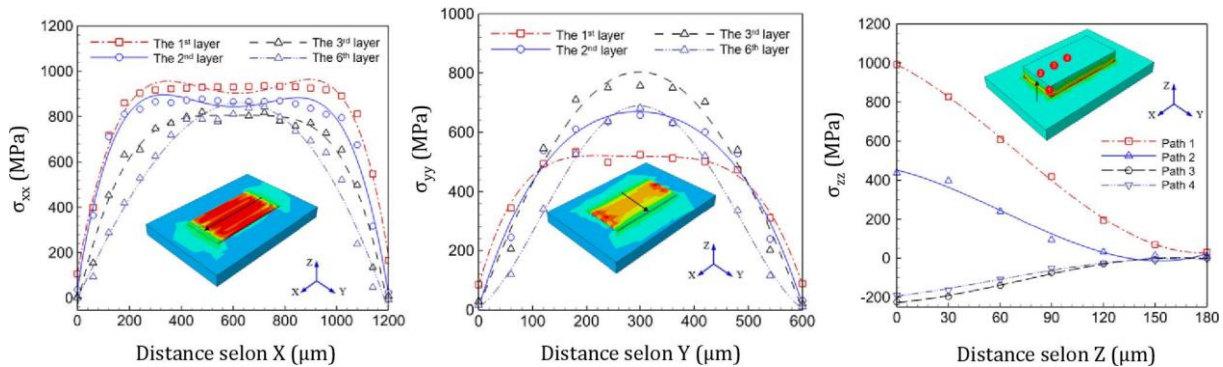


Figure I-25. Contraintes résiduelles en fabrication L-PBF – calcul EF (Machirori *et al.*, 2021)

Les contraintes les plus élevées sont les contraintes σ_{xx} avec des contraintes en traction car la pièce est fine et que le nombre de couche est insuffisant pour qu'elles passent en compression. Ces contraintes ont le même profil que les contraintes σ_{yy} , avec des contraintes plus élevées au centre de la pièce. Les contraintes σ_{zz} sont généralement plus faibles, mais elles sont en traction au niveau des coins de la pièce (path 1 et path 2) au niveau de l'interface avec le substrat, ce qui peut favoriser le délaminage de la pièce (Machirori *et al.*, 2021). Les articles de Pant et al. qui portent sur la comparaison entre mesures expérimentales et simulation des contraintes dans des pièces en forme de L produites par L-PBF montrent des contraintes plus élevées dans la direction z,

direction de fabrication des pièces verticales (Pant *et al.*, 2020 ; Pant *et al.*, 2021). Ces pièces sont produites en IN718, la nature du substrat est en 316L.

1.2.5.1.4 Influence des paramètres de fabrication

Les paramètres laser ont une grande influence sur la genèse des contraintes par l'augmentation de la taille du bain de fusion, de sa température, et donc par une action sur les gradients thermiques. L'augmentation de la puissance du laser, ou la diminution de sa vitesse, sont associées à une augmentation des contraintes (Bian *et al.*, 2020 ; Hussein *et al.*, 2013). Il faut diminuer la densité d'énergie pour diminuer les contraintes (Liu, Fang et Lei, 2021 ; Liu, Yang et Wang, 2016 ; Magana-Carranza, Sutcliffe et Patterson, 2021 ; Waqar, Guo et Sun, 2021).

La stratégie de lasage peut aussi modifier les gradients thermiques et la création de contraintes. Ainsi, une stratégie de fabrication en îlot conduit à une diminution globale des contraintes résiduelles (Bian *et al.*, 2020 ; Jia *et al.*, 2021 ; Liu, Yang et Wang, 2016 ; Oliveira, LaLonde et Ma, 2020). La rotation entre les couches favorise la dispersion de la chaleur et une réduction de son accumulation. Dans l'article de Lee et Yun, l'ajout d'une étape de refusion entraîne une augmentation des contraintes résiduelles par l'augmentation de la température. Lorsque cette étape est reproduite plus de deux fois, les contraintes diminuent (Lee et Yun, 2021). Enfin, Serrano-Munoz et al. montrent l'intérêt de prendre en compte non seulement les contraintes thermiques, mais aussi l'influence globale de la stratégie de fabrication sur la formation de la microstructure qui induit aussi des contraintes à l'échelle du cristal via les dislocations. Ils analysent conjointement des résultats de diverses méthodes de caractérisation : MEB, EBSD, DRX au synchrotron, DRX en laboratoire pour étudier la matière aux différentes échelles (Serrano-Munoz *et al.*, 2020).

1.2.5.1.5 Limiter la formation de contraintes

Le préchauffage du substrat est une technique employée pour réduire les gradients, principalement au niveau des premières couches produites (Adegoke *et al.*, 2020 ; Kempen *et al.*, 2013 ; Oliveira, LaLonde et Ma, 2020), au risque de voir un grossissement des grains dans le matériau et une réduction de sa dureté, ou un frittage entre les particules du lit de poudre et un risque d'oxydation (Fang *et al.*, 2020 ; Colin et Dépinoy, 2022). L'utilisation d'une source de chaleur supplémentaire (second laser ou division du laser, système de diodes chauffantes) peut aussi assurer le préchauffage ou le post-traitement du matériau pour modifier les gradients thermiques de fabrication (Oliveira, LaLonde et Ma, 2020 ; Smith *et al.*, 2021).

Il reste possible d'agir sur les contraintes résiduelles après la fabrication d'une pièce par L-PBF. Ainsi, l'utilisation de traitements thermiques de relaxation est généralement préconisée avant de retirer les pièces du plateau afin d'éviter un gauchissement de ces pièces (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Hussein *et al.*, 2013 ; Sanchez *et al.*, 2021). Des post-traitements thermiques avec le procédé de compaction isostatique à chaud sont mis en œuvre pour à la fois assurer la relaxation des contraintes résiduelles mais aussi reboucher certains défauts (fissures, porosités) et agir sur la microstructure (Fang *et al.*, 2020 ; Zerbst *et al.*, 2021). Des post-traitements mécaniques tels que le grenaillage laser promeuvent la présence de contraintes en compression sur la surface des pièces pour limiter les risques de fissuration (Fang *et al.*, 2020).

1.2.5.2 Dureté

La structure du matériau IN738 produit par L-PBF est observée au MET dans l'article de Xu et al. (Xu *et al.*, 2020). A l'état brut de fabrication, le matériau présente une haute densité de dislocation qui durcit le matériau en créant des murs de dislocations qui limitent leur mouvement et la

déformation. La présence de certains éléments en solution participe au durcissement du matériau. La relaxation des contraintes et la restauration des dislocations ne conduisent pas à un regain de ductilité lors des traitements thermiques car ces phénomènes sont concurrencés par la précipitation de la phase γ' (Xu *et al.*, 2020). La Figure I-26 présente la dureté de l'IN738 en fonction du procédé de fabrication (fonderie, L-PBF) et de l'application de traitements thermiques. Il compare des échantillons produits par L-PBF (SLM) dans leur état brut (SLM), après un cycle d'ATD (analyse thermique différentielle) interrompu à 700°C ou 1000°C (refroidissement à l'air), un échantillon brut de fonderie et des échantillons L-PBF traités thermiquement à 845°C/24h, 1120°C/2h, 1120°C/2h + 845°C/24h, ou par compaction isostatique à chaud CIC à 1200°C/4h/1000 bar. Après un traitement thermique à 845°C, F. Royer indique que la microstructure présente une précipitation γ' fine et cohérente avec la matrice γ , ce qui entraîne cette forte augmentation de la dureté. Des traitements à plus haute température conduisent à une précipitation plus importante mais moins fine. Enfin, il indique que le traitement CIC induit la formation de gros précipités et de précipités de taille moyenne, incohérents avec la matrice γ . Ainsi, la taille des précipités semble le critère central en ce qui concerne la dureté des superalliages base nickel durcis par précipitation, même lorsqu'ils sont issus du procédé L-PBF.

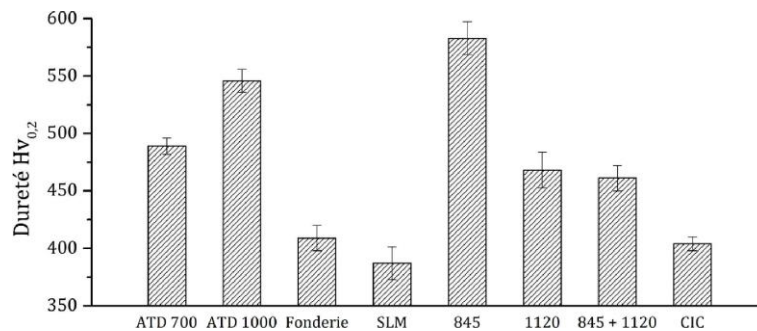


Figure I-26. Dureté de l'IN738 selon le procédé de fabrication et le post-traitement (Royer, 2014)

I.2.5.3 Tenue mécanique (traction, fatigue, fluage)

La microstructure texturée des matériaux L-PBF brut de fabrication, composée généralement de grains colonnaires implique des propriétés mécaniques anisotropes. En traction, les éprouvettes fabriquées verticalement présentent de meilleures propriétés en ductilité, avec une valeur de module d'Young et de tenue en traction plus faible que les éprouvettes prélevées horizontalement (Rickenbacher *et al.*, 2013). Cela provient de leur microstructure colonnaire alignée à la direction de fabrication. La plus petite taille de grains des échantillons prélevés horizontalement favorise une meilleure tenue en traction, tandis que la ductilité et la tenue en fluage est meilleure dans la direction de fabrication de par la plus faible présence de joints de grains (Adegoke *et al.*, 2020 ; Kunze *et al.*, 2015 ; Sotov *et al.*, 2020). L'application de traitements CIC améliore les propriétés des matériaux par la diminution du nombre de défauts (Wang *et al.*, 2019). L'application de traitements thermiques permet une amélioration de la tenue en traction, mais diminue la ductilité en raison de la formation de précipités γ' durcissants (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Ladani et Sadeghilaridjani, 2021 ; Sanchez *et al.*, 2021 ; Sotov *et al.*, 2020 ; Xu *et al.*, 2020). La recristallisation permise par certains traitements thermiques peut diminuer la texturation des éprouvettes et l'anisotropie des propriétés (Geiger, Kunze et Etter, 2016). Plusieurs articles obtiennent des propriétés mécaniques en traction (limite d'élasticité et à rupture) meilleures pour les éprouvettes d'IN738LC issues du L-PBF que pour le matériau issu de fonderie

(Perevoshchikova *et al.*, 2017 ; Rickenbacher *et al.*, 2013 ; Wang *et al.*, 2019). Elles sont suffisantes dans l'article de Sotov et al. pour une utilisation en aube de turbine (Sotov *et al.*, 2020).

La stratégie de fabrication modifie la microstructure du matériau et par là les propriétés mécaniques, en limitant la présence de contraintes résiduelles, en diminuant la présence de certains défauts, en accentuant ou diminuant la texturation et l'anisotropie (Jia *et al.*, 2021 ; Xu *et al.*, 2021). Les stratégies de contours, en fusionnant des pores débouchants, améliorent la tenue en traction des éprouvettes fines. De plus, l'orientation à 45° de l'éprouvette par rapport à la direction de fabrication semble apporter la meilleure combinaison entre tenue en traction et ductilité (Jonsson et Krappedal, 2018 ; Prost, 2021 ; Sanchez *et al.*, 2021). La fissuration en fatigue des matériaux L-PBF semble majoritairement intergranulaire avec une fissuration des espaces interdendritiques (riches en phases fragilisantes) (Prost, 2021).

Dans le cadre de cette thèse, on cherche à chaîner les procédés CS et L-PBF. Le dépôt CS sert ici de support à la fabrication d'une pièce L-PBF et répond à la nécessité d'avoir un plateau de fabrication de la même composition que la pièce fabriquée. En effet, si la composition du plateau n'est pas la même que celle de la pièce, les premières couches seront sujettes à une dilution des éléments chimiques ou à la fissuration en raison des différences de dilatations thermiques substrat/dépôt. Une surface plane est nécessaire pour la fabrication L-PBF, l'étape de CS pourrait être employée pour préparer la surface support de fabrication pour le L-PBF. La suite de cette partie bibliographique présente le procédé de projection CS et plus particulièrement les caractéristiques spécifiques de dépôts d'alliages base nickel obtenu cette fois par un procédé froid sans fusion de la poudre.

I.2.6 Problématique des plateaux de fabrication

Le choix du plateau support de la fabrication est assez peu abordé dans la littérature. Dans la thèse de Vilaro, il est indiqué que la composition du substrat ne doit pas favoriser la formation de phases indésirables (Vilaro, 2011). Dans son cas, des pions en IN718 sont usinés pour servir de support à la fabrication de voiles (surface 2D) en alliage base nickel (Nimonic 263 et A 360). Pour les pièces, il utilise un plateau en acier et des supports de construction (1,5 mm) sont intégrés entre la pièce et le substrat. On retrouve ce type de stratégie dans les articles de D. Grange (Grange *et al.*, 2021 ; Grange *et al.*, 2020) pour l'IN738LC ou de Balbaa et al. pour l'IN718 (Balbaa *et al.*, 2020). Généralement, le choix d'une composition identique permet d'éviter toute diffusion des éléments d'alliages. Il convient également que le matériau du substrat soit plus réfractaire que la pièce produite (pour éviter la fusion du substrat) et suffisamment rigide pour éviter sa déformation pendant la fabrication du matériau.

I.3 Projection Cold Spray (CS)

I.3.1 Contexte autour du procédé CS

La découverte des phénomènes à l'origine de la projection CS et les premiers développements du procédé ont été conduits par l'équipe du professeur Anatolii N. Papyrin (Papyrin *et al.*, 2006). Ce procédé appartient à la famille des procédés de projection thermique qui reposent sur l'envol et l'impact de particules pour constituer un revêtement par empilement successif de matière. En fonction des températures et vitesses atteintes par le milieu porteur des différents procédés, on peut positionner le CS comme indiqué dans la Figure I-27.

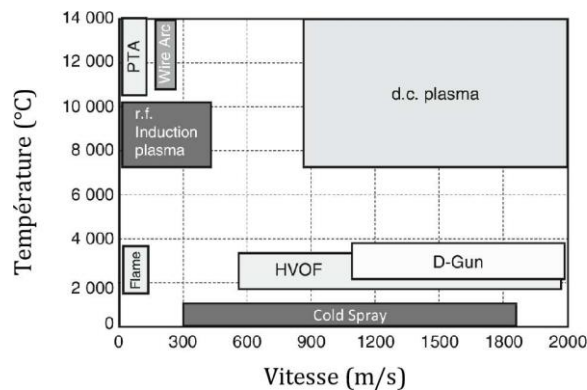
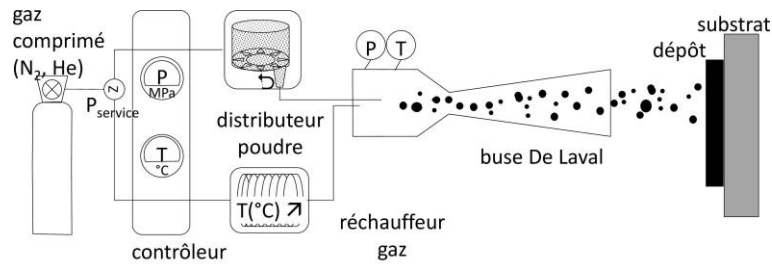


Figure I-27. Différents procédés de projection thermique (Fauchais, Heberlein et Boulos, 2014)

Ainsi, pour le procédé CS, les températures atteintes par le matériau sont faibles relativement aux autres procédés de projection thermique. C'est l'accélération des particules injectées dans un gaz neutre s'écoulant à vitesse supersonique et leur énergie cinétique qui prime par rapport à leur échauffement pour la fabrication du dépôt. Cela donne un caractère unique à ce procédé dont la principale caractéristique se fonde sur un apport de matière à l'état solide. En fonction des matériaux et des conditions de projection, compte tenu des épaisseurs et de la nature orientée et bien délimitée du jet de matière, le CS est d'ores-et-déjà appliqué dans le domaine du formage direct et émerge de plus en plus dans la filière de la fabrication additive métallique (Champagne *et al.*, 2015 ; Guipont, 2022). Le CS permet des vitesses de fabrication élevées mais ne permet pas actuellement la réalisation de motifs fins. Il complète donc avantageusement la gamme des nombreux procédés qui participent à cette filière. Cependant, si le CS permet de s'affranchir des effets thermiques, la maîtrise du procédé requiert l'acquisition de connaissances nouvelles autour de l'impact des déformations plastiques intenses générées par le procédé sur les interfaces entre les particules, leur microstructure et leur comportement mécanique.

I.3.1.1 Principe du CS

La projection CS repose sur l'accélération de particules de poudres à des vitesses typiquement de 300 à 1200 m/s. La Figure I-28 représente schématiquement un dispositif CS dans le cas d'une installation haute pression avec une injection axiale de la poudre dans la zone convergente de la buse de Laval.



Dispositif Cold Spray Haute Pression (>1.0 MPa)

Figure I-28. Dispositif CS Haute Pression (Guipont, 2022)

Un gaz sous pression, généralement de l'azote (N_2) ou de l'hélium (He), qui est chauffé, est envoyé dans le réchauffeur, avec un contrôle et un asservissement du niveau de pression et de température en entrée de buse. Les installations basse et moyenne pression couvrent une gamme de pression entre 0,4 et 3,4 MPa et une température de gaz inférieure à 550°C. Les installations haute pression peuvent atteindre jusqu'à 7 MPa et 1100°C (Jeandin et Ducos, 2020). La poudre, stockée dans le distributeur, est envoyée en entrée de buse par une partie du flux de gaz. Le choix de la poudre à projeter est également un paramètre majeur à considérer à savoir : sa nature, sa morphologie est généralement sphérique pour faciliter la coulabilité de la poudre mais des particules irrégulières sont accélérées à une plus grande vitesse, ce qui peut améliorer le rendement de projection. La distribution granulométrique des poudres est généralement optimale entre 20-30 μm et on cherche à éviter une trop grande oxydation des particules qui est néfaste pour l'adhésion (Hussain, Yue et Li, 2015). Un système de préchauffage des poudres en amont de la zone divergente peut être mis en place afin d'augmenter la ductilité de certains matériaux.

La géométrie de la buse « de Laval », constituée d'un convergent-divergent, définit l'accélération du gaz et permet une vitesse du gaz sonique au col ($Mach = 1$) et supersonique dans le divergent. La nature de la buse peut être en acier ou même en polymère (PBI) pour des niveaux de température plutôt bas, ou dans des matériaux plus réfractaires et surtout plus durs à base de carbure de tungstène ou de carbure de silicium. Des systèmes de refroidissement peuvent également diminuer la température de la buse. Pour un débit de poudre choisi, la cinématique de projection est définie par la vitesse de la buse et le recouvrement (pas) entre cordons réalisés pour recouvrir une surface de manière homogène avec un nombre de passes à choisir en fonction de l'épaisseur désirée. La rencontre entre le flux de gaz et le substrat entraîne la formation d'un choc droit à proximité du substrat. Ce phénomène, le « bow shock », entraîne la décélération du gaz et une modification locale de sa densité ce qui peut ralentir drastiquement les particules les plus fines ou les moins rapides. La distance de projection à choisir est alors un compromis entre le ralentissement progressif de la particule en vol libre et la présence du choc dû à la présence du substrat (Grujicic *et al.*, 2004). En général, les distances de projection sont de l'ordre de quelques centimètres.

Enfin, les choix de la nature et de la préparation de surface du substrat constituent également des paramètres importants pour provoquer la liaison substrat/dépôt en lien avec la vitesse critique, notion qui sera abordée ultérieurement. Cette liaison peut-être affectée par des effets de surface physico-chimiques : présence d'oxydes, de contaminants, et morphologiques : rugosité ou texture. Ceux-ci peuvent être modulés directement pendant la projection par l'effet des premières particules (Ogawa *et al.*, 2008) ou par un traitement laser in situ (Christoulis *et al.*, 2010), ou être préparés par un pré-traitement de sablage, de texturation qui peuvent affecter directement

l'adhérence des dépôts (Kalfhaus, 2019 ; Kromer *et al.*, 2021 ; Sun *et al.*, 2018). Le choix de la nature du substrat intervient également sur les effets de relaxation de contrainte, y compris d'origine thermique qui peuvent intervenir lors de la réalisation d'un dépôt, a fortiori s'il est de forte épaisseur. Le choix des différents paramètres de projection CS doit permettre de faire varier la vitesse et la température des particules d'une poudre choisie pour mettre en œuvre une accroche sur le substrat puis réaliser la montée en épaisseur. La première étape qui concerne les premiers impacts des particules est cruciale.

I.3.1.2 Impact des particules et formation d'un dépôt

La formation des dépôts CS repose sur une accroche mécanique ou métallurgique entre les particules de poudres et le substrat et entre les particules constituant le dépôt.

I.3.1.2.1 Accroche mécanique

L'impact des particules sur le substrat et dans le dépôt pendant le procédé CS peut conduire à une pénétration et une déformation plus ou moins prononcée et profonde qui se traduit par un enchiâssement mécanique par les parois déformées qui les entourent (Figure I-29). Ce phénomène est très marqué lorsque les particules de poudres sont beaucoup plus dures que le substrat comme c'est illustré dans la Figure I-29 par la projection de particules de nickel sur aluminium pur (Xie *et al.*, 2019). Malgré un traitement thermique (TT) (400°C/15'), aucune diffusion n'a lieu entre le substrat et les particules car la liaison n'est pas métallurgique.

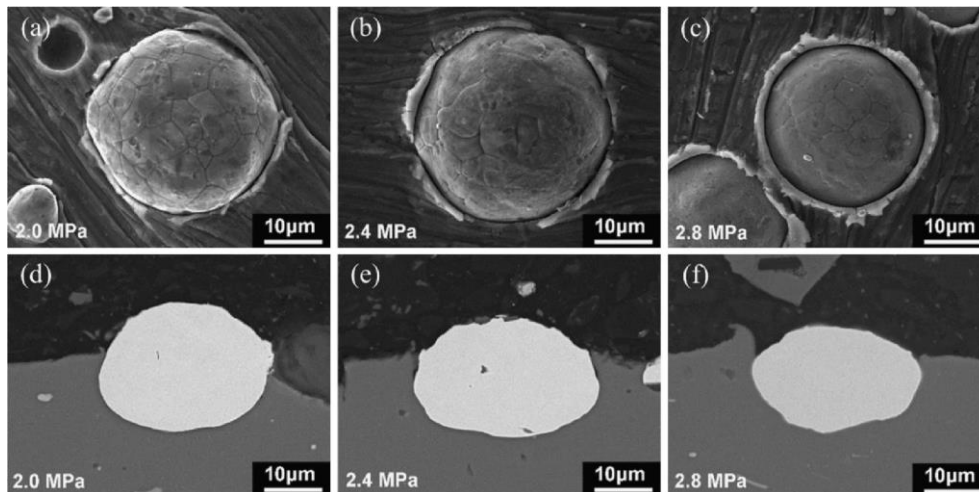


Figure I-29. Accroche mécanique : particule Ni sur substrat Al (TT 400°C/15') (Xie *et al.*, 2019)

I.3.1.2.2 Accroche métallurgique

Une couche d'oxyde existe sur la surface des particules et du substrat. Dans l'hypothèse de très grands allongements aux interfaces au moment de l'impact à très haute vitesse, ces couches peuvent être rompues localement, mettant ainsi le métal à nu. Ce premier élément favorise une accroche métallurgique par la mise en contact et sous pression de deux surfaces non oxydées. Mauer *et al.* mettent en œuvre la projection de NiTi sous différentes cinématiques de projection, avec notamment : 5 passes, $v_{buse}=125$ mm/s ou 20 passes et $v_{buse}=500$ mm/s. Le rendement de projection est amélioré par l'augmentation de la vitesse de passage de la buse, qui a conduit à une diminution de la température du substrat et de l'oxydation de la surface du dépôt (Mauer *et al.*, 2021). Ensuite, l'adhésion entre les particules est expliquée dans la plupart des articles de la littérature par le phénomène de cisaillement adiabatique. Lorsque la vitesse atteinte par la particule est suffisamment élevée, la vitesse de déformation locale à la frontière de la particule

augmente fortement avec des vitesses pouvant aller facilement de 10^6 à 10^9 s⁻¹. La déformation plastique de la particule aux endroits soumis aux effets de cisaillement les plus intenses entraîne une augmentation locale de température, qui n'a pas nécessairement le temps de se dissiper par conduction. Dès lors, le régime adiabatique qui s'ensuit peut générer une instabilité de comportement qui est mise en évidence par une augmentation rapide et localisée de la température lorsqu'elle est calculée (Assadi *et al.*, 2016). On considère que cette instabilité de cisaillement adiabatique favorise alors un passage dans un état visqueux et pâteux de la matière qui se déforme donc très facilement mais sur des épaisseurs très petites (< 1 μ m). Cet état et la possibilité de contact entre deux métaux nus sont à l'origine de la liaison métallurgique proposée comme mécanisme de liaison métal/métal. Expérimentalement, des jets de matières sont observés dans les zones périphériques des particules impactées. En effet, ces zones subissent le cisaillement le plus sévères tandis que dans la zone centrale (pole sud de la particule), un manque de liaison métallurgique est généralement visible (Assadi *et al.*, 2016 ; King, Yandouzi et Jodoin, 2015). Ce phénomène d'instabilité de cisaillement adiabatique est illustré par simulation aux éléments finis de l'impact d'une particule de cuivre à différentes vitesses dans la Figure I-30.

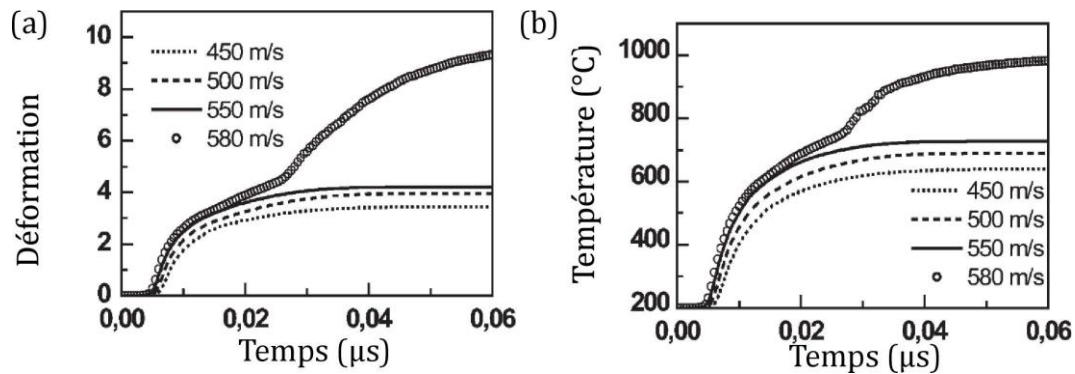


Figure I-30. Profils temporels à la surface d'une particule de Cu en fonction de la vitesse d'impact : (a) déformation maximum, (b) température maximum (Assadi *et al.*, 2003)

Il est constaté dans la Figure I-30 qu'au-delà d'une certaine vitesse, ici 580 m/s, un changement d'allure des courbes est observé. Il correspond à l'instabilité recherchée qui est associée à la formation du jet de matière en conséquence du phénomène de cisaillement adiabatique avancé par les auteurs (Assadi *et al.*, 2003). Cette approche permet d'introduire la notion de vitesse critique pour amorcer cette instabilité. La mise en évidence et l'interprétation des phénomènes de cisaillement à ces vitesses de déformation reste cependant un sujet d'étude pour la communauté CS, notamment lorsqu'il s'agit de traiter d'autres cas de matériaux moins ductiles. Aussi, il est avancé par certains auteurs que le jet de matière et son expulsion pourrait aussi découler des ondes de choc dans la zone déformée (Hassani-Gangaraj *et al.*, 2018). Les différentes explications se rejoignent sur la présence d'une fenêtre de projection, à partir d'une certaine vitesse critique (v_{crit}) pour laquelle la projection devient possible et une vitesse maximale ($v_{érosion}$), trop importante car favorisant l'érosion du dépôt plutôt que sa montée en épaisseur. La notion de vitesse critique est une notion clé pour la compréhension et la mise en œuvre du procédé CS.

I.3.1.3 Vitesse critique et fenêtre de dépôt

La fenêtre de projection est située entre une vitesse critique minimale (v_{crit}) nécessaire à l'adhésion des particules de poudre et une vitesse maximale d'érosion ($v_{érosion}$). L'allure de l'évolution de ces bornes v_{crit} et $v_{érosion}$ en fonction des températures et vitesses d'impact d'une particule est proposée par Schmidt *et al.* dans le diagramme de la Figure I-31.

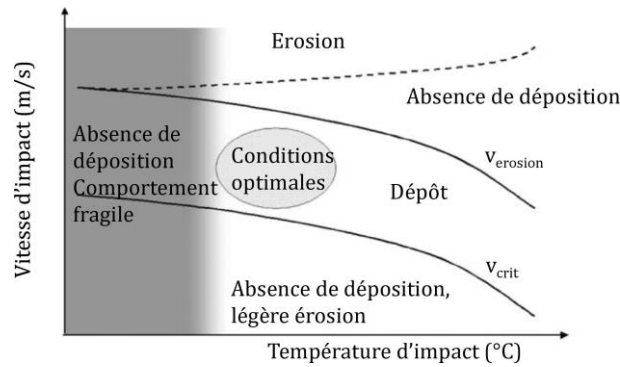


Figure I-31. Fenêtre de déposition des particules, d'après Schmidt et al. (Schmidt *et al.*, 2006)

A partir de ce diagramme, il est établi qu'en-dessous d'un certain niveau de température de particule, le comportement du matériau est fragile, et donc non déposable. L'augmentation de la température de la particule avec celle du gaz porteur favorise son accroche et diminue ainsi la vitesse critique par rapport à une température plus basse (Klinkov, Kosarev et Rein, 2005). Dès lors, il est possible de définir un domaine de vitesse et température de particule favorable. Le tracé de tels diagrammes pour un matériau donné et le positionnement prédictif de $v_{\text{particule}}$ et $T_{\text{particule}}$ en fonction du diamètre et pour un choix de paramètres CS peut être obtenu grâce à un logiciel commercial de simulation dédié au CS (KSS Kinetic Spray Solutions) (Kalfhaus, 2019). L'article d'Assadi (Assadi *et al.*, 2016) propose une généralisation du concept en présentant l'énergie d'une particule comme la somme de son énergie cinétique et de son énergie thermique. L'accroche peut être alors obtenue dès lors que cette somme est supérieure à une énergie totale critique propre au matériau. Cette condition permet d'introduire le rapport η qui définit un ratio de l'énergie totale de la particule sur l'énergie totale critique dont on souhaite qu'il soit supérieur à 1 pour l'adhésion. Si l'effet thermique de la température de particule est bien avéré, la plupart des raisonnements autour de ce seuil d'énergie sont menés sur l'énergie cinétique seule et l'on s'appuie alors plutôt sur un paramètre $\eta_{\text{cinétique}}$ ramené au ratio des vitesses : $v_{\text{impact}}/v_{\text{critique}}$.

Une vitesse critique peut être établie expérimentalement par mesure du jet ou numériquement par calcul d'envol de particule à partir de la connaissance du rendement de dépôt $R_{\text{dépôt}}$ (ou DE pour deposition efficiency), qui est défini par la formule suivante :

$$R_{\text{dépôt}} = \frac{\Delta m}{M}$$

Δm correspond à la masse des particules effectivement déposées, différence entre la masse finale de l'échantillon et sa masse initiale, tandis que M correspond à la masse des particules projetées sur l'échantillon.

En dessous de la vitesse critique, le rendement de dépôt est proche de zéro, négatif même si la projection des particules entraîne l'érosion du substrat. Pour une condition CS donnée, ce sont les particules les plus petites qui sont accélérées le plus facilement tandis que les particules les plus grosses sont les plus lentes. La distribution en nombre ou en volume des particules en fonction de leurs vitesses suit une distribution identique à la distribution en nombre ou en volume des particules en fonction de leurs diamètres. Cette distribution souvent d'allure gaussienne est celle obtenue pour établir la granulométrie d'un lot de poudre. Dans le cas d'un dépôt CS, on peut alors considérer qu'un rendement de dépôt de 50% correspond à un dépôt dont les particules de diamètre inférieur à D_{50} ont été déposées, tandis que les autres, supérieures à D_{50} ne sont pas suffisamment accélérées. La vitesse critique d'un lot de poudre peut être alors calculée pour un

diamètre de particule D_{50} lorsqu'un rendement de 50% est atteint. Ainsi, à partir de la mesure du rendement de dépôt pour une condition de gaz donnée, la vitesse critique peut être obtenue en superposant la mesure expérimentale de la distribution volumique des vitesses de particules comme dans la Figure I-32 (Fiebig *et al.*, 2020 ; Mauer *et al.*, 2017 ; Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006), ou par le calcul de ces vitesses pour des tailles choisies via une modélisation CFD (Stoltenhoff, Kreye et Richter, 2002) ou 1D-isentropique (Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006). Pour augmenter le rendement, il s'agit d'augmenter les conditions de gaz pour accélérer plus les grosses particules.

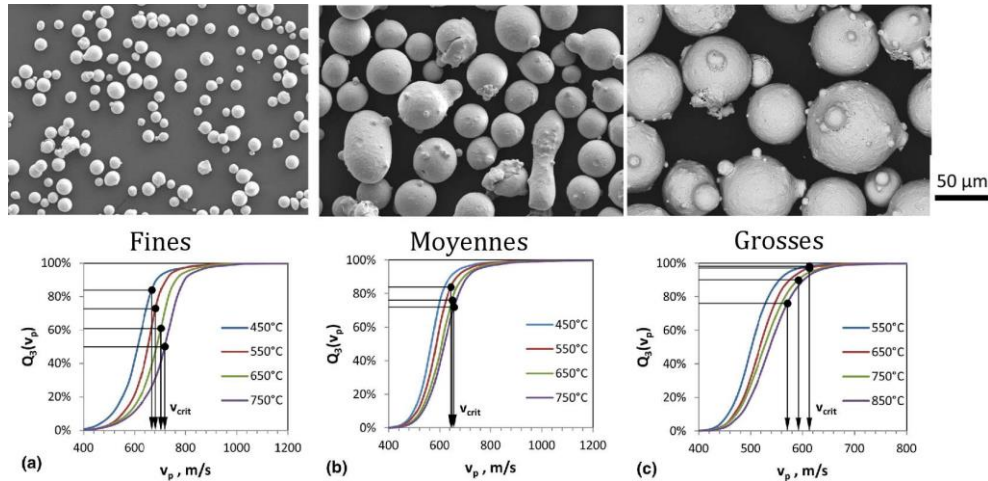


Figure I-32. Obtention de V_{crit} mesurée à partir de $R_{dépôt}$ mesuré et de la distribution volumique des vitesses des particules dans le jet (Mauer *et al.*, 2017)

Par ailleurs, il est montré expérimentalement et numériquement que pour une même condition de gaz, la vitesse critique est d'autant plus élevée que le D_{50} d'une poudre est petit (Fardan, Berndt et Ahmed, 2021 ; Mauer *et al.*, 2017 ; Schmidt *et al.*, 2006). La vitesse critique est également d'autant plus faible que la température du gaz (donc de la particule) est élevée. Cependant, Mauer et al. montrent que cette tendance n'est plus respectée lorsque l'on compare des poudres fines, moyennes ou grossières. En effet, les plus fines conduisent à des vitesses critiques et des rendements plus élevés tandis que les températures du gaz augmentent (Mauer *et al.*, 2017). Cette expérience montre que la notion intrinsèque de vitesses critiques (au pluriel car dépend de la taille) associée à un rendement de dépôt peut être revisitée si l'on considère d'autres effets par exemple morphologiques ou d'oxydation qui peuvent intervenir directement sur le phénomène d'adhérence et d'ancrage mécanique qui affecte directement le rendement de dépôt.

La vitesse critique d'un matériau peut aussi être obtenue grâce à la modélisation par éléments finis de l'impact des particules. Il faut associer ce type de calcul à une loi de comportement qui tient compte des effets thermiques et des vitesses de déformation. En général, une loi empirique de Johnson-Cook est utilisée même si elle ne repose pas sur des analyses aux vitesses de déformation considérées en CS. L'objectif est alors de repérer l'apparition du phénomène d'instabilité de cisaillement adiabatique en fonction de la vitesse et la température de la particule à l'impact. La Figure I-30 représente la déformation et la température à la surface d'une particule à l'impact. Lorsque la vitesse à l'impact dépasse la vitesse critique, un saut caractéristique peut être observé au cours du temps. Ce saut est le témoignage de l'activation du phénomène de cisaillement adiabatique à l'interface (Assadi *et al.*, 2003). Différents articles se basent sur la modélisation de l'impact par élément finis pour établir ces vitesses critiques en calculant l'évolution de la déformation plastique équivalente (PEEQ) et de la température à l'interface (Ghelichi *et al.*, 2011 ; Li *et al.*, 2014).

Ces différentes méthodes permettent de mieux comprendre le phénomène d'adhérence en CS et l'influence des différents paramètres de projection ou choix de poudres. A partir des calculs de vitesses critiques, des formules semi-empiriques analytiques ont été définies pour traduire l'influence des paramètres matériaux sur la valeur de la vitesse critique. L'utilisation de ce type de formule doit être faite avec précaution et calibrée sur des matériaux aux comportements thermiques et mécaniques similaires. L'équation (I-1), adaptée dans l'article d'Assadi (Assadi *et al.*, 2011) à partir d'une formule de l'article de Schmidt (Schmidt *et al.*, 2006), donne la valeur de la vitesse critique en fonction des paramètres matériaux et de la température de la particule.

$$v_{cr} = k_1 \sqrt{c_p(T_m - T_p) + 16 \frac{\sigma}{\rho_p} \left(\frac{T_m - T_p}{T_m - 293} \right)} \quad (I-1)$$

Avec k_1 un paramètre à calibrer en fonction du diamètre de particule et dont la valeur est généralement comprise entre 0,5 et 0,6, c_p la chaleur spécifique du matériau, T_m la température de fusion du matériau, T_p la température de la particule, σ la résistance en traction à 293 K, et ρ_p la densité des particules. Cette formule traduit bien que la vitesse critique augmente avec la température de fusion du matériau et avec sa limite d'élasticité. Pour finir, il convient de mentionner que cette notion de vitesse critique dépend fortement de la compréhension et de l'analyse des phénomènes d'adhésion en CS. Ainsi, Hassani-Gangaraj *et al.* (Hassani-Gangaraj *et al.*, 2018) interprètent les phénomènes d'adhésion et de jetting en CS par des ondes de choc. La vitesse critique serait proportionnelle à la vitesse du son dans les matériaux considérés.

I.3.2 Evaluation des vitesses des particules

Les vitesses des particules projetées par CS peuvent être mesurées expérimentalement ou calculées analytiquement ou numériquement. Connaître la vitesse des particules présente plusieurs intérêts : (1) positionner les conditions de projection en fonction d'une vitesse critique recherchée, (2) comparer des vitesses de particules pour différentes conditions de gaz et de géométrie de buse. En général, ces vitesses appréhendées comme vitesses d'impact correspondent aux vitesses d'envol mais parfois l'influence du phénomène de bow-shock (ralentissement à proximité du substrat) est considérée (Mauer *et al.*, 2017).

I.3.2.1 Mesures expérimentales

F. Raletz (Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006) décrit la mesure de vitesses de particules projetées grâce à un dispositif associant un laser pulsé et une caméra. L'utilisation d'autres types d'équipements de mesure de vitesses s'est généralisée avec l'emploi d'installations CS meter, DPV 2000, qui mesurent la distribution spatiale en nombre ou en volume des particules associées à leurs vitesses dans le flux CS (Fiebig *et al.*, 2020 ; Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Luo *et al.*, 2018 ; Mauer *et al.*, 2017 ; Richer *et al.*, 2008 ; Singh *et al.*, 2017 ; Wong *et al.*, 2013). Les vitesses obtenues par ces équipements sont employées à la détermination expérimentale des vitesses critiques (Fiebig *et al.*, 2020 ; Mauer *et al.*, 2017), à l'étude du lien entre paramètres de projection et vitesses des particules (Fiebig *et al.*, 2020 ; Luo *et al.*, 2018 ; Richer *et al.*, 2008 ; Singh *et al.*, 2017 ; Wong *et al.*, 2013), à l'étude des conséquences de cette vitesse sur la microstructure et les propriétés mécaniques des dépôts formés (Mauer *et al.*, 2017 ; Richer *et al.*, 2008 ; Wong *et al.*, 2013). Ces mesures expérimentales peuvent être confrontées aux calculs numériques afin de mieux comprendre la phénoménologie du procédé CS. L'approche calculatoire permet la réalisation d'études paramétriques pour appréhender mieux la phénoménologie du CS en lien avec le choix des conditions de gaz, de buse et de taille de particules.

I.3.2.2 Calcul 1D des vitesses des particules

Le procédé CS repose sur l'accélération d'un gaz dans une tuyère de Laval. Pour des conditions de pression et de température suffisantes en amont de la buse, le gaz subsonique atteint Mach=1 au niveau du col et une vitesse supersonique en aval. Le calcul des propriétés du gaz dans la buse (vitesse, pression et température) repose sur les hypothèses suivantes pour la modélisation 1D isentropique (Dykhuzen et Smith, 1998) :

- Flux de gaz isentropique, c'est-à-dire adiabatique et sans friction,
- Le gaz suit les lois des gaz parfaits avec une chaleur spécifique constante,
- Absence de chocs ou de discontinuités, absence de couche limite en bordure de la tuyère,
- Modélisation 1D, uniformité des données du gaz dans une section orthogonale au flux de la tuyère,
- Pas d'influence des particules de poudres sur le flux de gaz.

Afin d'obtenir la vitesse des particules à l'impact, il convient dans un premier temps de calculer les propriétés du gaz dans la buse de projection et en sortie, puis de mesurer l'accélération des particules induite par le flux de gaz.

(1) Calcul des propriétés du gaz (vitesse et température) dans la buse

Les formules suivantes établissent les propriétés du gaz dans la buse. Elles sont classiquement employées pour l'analyse des tuyères amorcées (Assadi *et al.*, 2011 ; Dykhuzen et Smith, 1998 ; King, Yandouzi et Jodoin, 2015 ; Oyinbo et Jen, 2019 ; Stoltenhoff, Kreye et Richter, 2002).

Calcul du nombre de Mach :

$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{M_2}{M_1} \left\{ \frac{1 + \left[\frac{\gamma - 1}{2} \right] M_1^2}{1 + \left[\frac{\gamma - 1}{2} \right] M_2^2} \right\}^{\frac{(\gamma + 1)}{2(\gamma - 1)}} \quad (I-2)$$

Avec A_1 et A_2 les surfaces des sections 1 et 2, M_1 et M_2 leurs nombres de Mach, γ le coefficient de Laplace du gaz porteur (C_p/C_v).

Calcul de la vitesse du gaz :

$$V_g = M \sqrt{\gamma R T} \quad (I-3)$$

Avec R la constante spécifique du gaz porteur, $R = \mathcal{R}/M$, avec $\mathcal{R}$ la constante des gaz parfaits ($\mathcal{R} = 8,31 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$) et M la masse molaire du gaz.

Calcul de la température :

$$\frac{T_0}{T} = 1 + \left(\frac{\gamma - 1}{2} \right) M^2 \quad (I-4)$$

Avec T_0 la température en entrée de la tuyère, T et M la température et le nombre de Mach de la section considérée.

Calcul de la pression :

$$\frac{p_0}{p} = \left[1 + \left(\frac{\gamma - 1}{2} \right) M^2 \right]^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}} \quad (I-5)$$

Avec p_0 la pression en entrée de la tuyère, p la pression de la section considérée.

(2) Vitesse et température des particules de poudre

Les particules de poudres sont accélérées par le flux de gaz. La formule de l'accélération des particules par le gaz est la suivante (Dykhuisen et Smith, 1998 ; Raletz, 2005 ; Stoltenhoff, Kreye et Richter, 2002) :

$$m \frac{dV_p}{dt} = C_D \left(\frac{\pi}{8} \right) \rho_g d^2 (V_g - V_p) |V_g - V_p| \quad (I-6)$$

Avec V_p et V_g les vitesses de la particule et du gaz, m la masse d'une particule, ρ_g la densité du gaz, d le diamètre d'une particule et C_D le coefficient de traînée. C_D évolue avec la forme des particules, leurs rugosités de surface et les conditions du flux de gaz.

La densité du gaz est obtenue par la relation des gaz parfaits : $P = \rho_g RT$.

Le coefficient de frottement est défini par Henderson (Henderson, 1976) par les expressions suivantes en fonction de la valeur du nombre de Mach. Pour un nombre de Mach inférieur à 1 :

$$C_D = 24 \left[Re + S \left\{ 4,33 + \left(\frac{3,65 - 1,53 \frac{T_w}{T}}{1 + 0,353 \frac{T_w}{T}} \right) e^{-\frac{0,247 Re}{S}} \right\} \right]^{-1} \\ + e^{-\frac{0,5M}{\sqrt{Re}}} \left[\frac{4,5 + 0,38(0,03Re + 0,48\sqrt{Re})}{1 + 0,03Re + 0,48\sqrt{Re}} + 0,1M^2 + 0,2M^8 \right] \\ + \left[1 - e^{-\frac{M}{Re}} \right] 0,6S \quad (I-7)$$

$$Re = |V_g - V_p| \cdot \frac{d_p}{\mu} \cdot \rho_g \quad (I-8)$$

Avec Re le nombre de Reynolds, calculé à partir du diamètre des particules (d_p), de la différence de vitesse entre la particule et le gaz, de la densité et de la viscosité du gaz, $S = M\sqrt{\gamma/2}$, T_w la température de la particule, T la température du gaz.

Pour un nombre de Mach supérieur à 1,75 :

$$C_D = \frac{0,9 + \frac{0,34}{M_\infty^2} + 1,86 \left(\frac{M_\infty}{Re_\infty} \right)^{1/2} \left[2 + \frac{2}{S_\infty^2} + \frac{1,058}{S_\infty} \left(\frac{T_w}{T} \right)^{1/2} - 1/S_\infty^4 \right]}{1 + 1,86 \left(\frac{M_\infty}{Re_\infty} \right)^{1/2}} \quad (I-9)$$

Entre Mach = 1 et Mach = 1,75 :

$$C_D(M_\infty, Re_\infty) = C_D(1,0, Re) + \frac{4}{3}(M_\infty - 1)[C_D(1,75, Re_\infty) - C_D(1,0, Re)] \quad (I-10)$$

Avec $C_D(1,0, Re)$ le coefficient calculé en utilisant l'équation (I-7) avec $M = 1,0$, $C_D(1,75, Re_\infty)$ représente le coefficient calculé avec l'équation (I-9) avec $M_\infty = 1,75$.

Raletz simplifie cette équation en posant $T = T_w$.

Enfin, afin de vérifier l'absence de choc dans la tuyère de projection ou à la sortie, il est possible d'utiliser l'équation (I-11), qui fournit la pression en amont du choc si celui-ci intervient en sortie de la buse. Si P_s est égal à la pression atmosphérique, un choc intervient à la sortie, si P_s est inférieure à la pression atmosphérique, un choc a lieu dans la buse, enfin si P_s est supérieure à la pression atmosphérique, aucun choc n'a lieu.

$$\frac{P_s}{P_e} = \frac{2\gamma}{\gamma + 1} M_e^2 - \frac{\gamma - 1}{\gamma + 1} \quad (\text{I-11})$$

L'utilisation de ces différentes formules permet, à partir de la géométrie de la buse et des conditions de projection, d'obtenir une estimation des vitesses de gaz et de particules à l'impact avec le substrat. Cette modélisation ne prend pas en compte l'existence potentielle de chocs dans la tuyère ou en sortie, les frottements et l'interaction entre les particules de poudres dans le flux de gaz, ni l'effet du choc en amont du substrat (effet bow shock). La présence d'une onde de choc en amont du substrat ralentit le flux de gaz et les particules les plus fines (Mauer *et al.*, 2017). Pour compléter cette estimation, il est possible de comparer les vitesses estimées avec des données expérimentales, mais aussi d'améliorer la modélisation via des calculs CFD qui prennent en compte des effets de couche limite et de turbulence associés aux géométries sur les gaz et sur l'entraînement visqueux des particules. Ces calculs sont plus exigeants en ressources et en temps de calcul (Cavaliere *et al.*, 2017 ; Raletz, 2005 ; Stoltenhoff, Kreye et Richter, 2002 ; Xie *et al.*, 2019). La vitesse d'impact et les vitesses critiques peuvent aussi être calculées via certains logiciels spécialisés : KSS solutions (Kalfhaus, 2019 ; Sun *et al.*, 2018) qui intègrent les recherches du domaine. L'inconvénient de ce type de calcul est de ne pas avoir accès directement aux bases de données, mais ils peuvent indiquer rapidement des fenêtres de projection et permettre d'élaborer des protocoles expérimentaux.

I.3.2.3 Influence des paramètres du gaz

Le Tableau I-5 rassemble les effets des principaux paramètres de projections sur la vitesse critique et la vitesse de projection des particules en CS. Le choix de la densité et des tailles des particules de poudres influent les vitesses, mais ce sont principalement une action sur le gaz porteur qui peut modifier la vitesse des particules. L'utilisation d'air comprimé est le gaz le moins coûteux à mettre en œuvre, cependant, pour limiter l'oxydation des matériaux, et si on cherche des vitesses de particules plus élevées, il est nécessaire d'utiliser de l'azote ou de l'hélium, ainsi que des conditions de pression et de température en entrée de buse élevées. La juxtaposition de la vitesse critique de la vitesse de projection met en exergue l'intérêt majeur d'une augmentation de la température du gaz, qui à la fois conduit à une diminution de la vitesse critique en permettant l'augmentation de la température des particules, mais aussi une augmentation de la vitesse de projection. En revanche, une diminution des tailles de particules conduit à une augmentation de la vitesse critique mais peut faciliter l'accélération de ces particules par le gaz, améliorant leurs vitesses de projection.

Tableau I-5. Effets des principaux paramètres CS sur v_{critique} et $v_{\text{particule}}$ (Assadi *et al.*, 2011)

Paramètre	Effet sur la vitesse critique	Effet sur la vitesse des particules
<i>Particules</i>		
Température de fusion	↑	...
Chaleur spécifique	↑	...
Dureté	↑	...
Densité	↓	↑↓
Taille des particules	↓	↑↓
<i>Gaz</i>		
Nature du gaz		$V_p(\text{He}) > V_p(\text{N}_2) > V_p(\text{Air})$
Température	↓ ³	↑
Pression		↑

I.3.3 Projection CS de Ni et d'alliages base Ni

Point d'entrée pour l'analyse des alliages base nickel prisés pour leurs propriétés de tenue en température et de résistance à la corrosion (Raletz, 2005), le Ni pur permet d'étudier le procédé CS (Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006, p. 200 ; Xie *et al.*, 2019 ; Xiong *et al.*, 2010 ; Zou *et al.*, 2009) sans effets supplémentaires des éléments d'alliages et permet de caractériser certains phénomènes physiques ayant cours pendant la projection, tels que la recristallisation dynamique (Zou *et al.*, 2009). Les dépôts CS de Ni purs sont aussi étudiés pour la production d'hydrogène où ils sont utilisés en tant que catalyseurs (Aghasibeig *et al.*, 2016), mais aussi pour des applications sur des matériaux composites à matrice organique, comme « liant » métallique en mélange avec d'autres matériaux : WC (Alidokht *et al.*, 2016), IN718 (Luo *et al.*, 2018), Cu, Cr et céramiques (Koivuluoto et Vuoristo, 2010).

I.3.3.1 Projection CS de Ni pur

I.3.3.1.1 Domaine des paramètres CS

Le Tableau I-6 illustre la variété des conditions de projections mises en œuvre pour la projection CS de Ni pur. Ces articles indiquent la possibilité de produire des dépôts de Ni avec des installations CS moyenne pression. Le gaz porteur est généralement de l'azote, la température supérieure à 600°C et la pression à 3 MPa. Les gammes granulométriques sont variées, allant de 5-22 μm jusqu'à 54-78 μm .

³ Si la température de la particule augmente avec celle du gaz porteur.

Tableau I-6. Conditions de projection CS du Ni dans la littérature

Gaz porteur	Température (°C) ⁴⁴	Pression (MPa) ⁴⁴	Granulométrie (μm)	Réf.
Azote	150	0,2 à 1,105	10 – 33	(Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006)
	600	2 – 2,4 – 2,8 – 3,7	32	(Xie et al., 2019)
	600	3	5 – 22	(Zou et al., 2009)
	700	4		(Alidokht et al., 2016)
	800 – 1000	5		
	1000	3	54 – 78	(Aghasibeig et al., 2016)
Azote	600 – 700	3,6 – 3,9	10 – 30	(Koivuluoto et Vuoristo, 2010)
Hélium	325	2	14 ± 9	(Decker, Tran et Shen, 2000)
Azote ou Hélium	300 – 550	1,5 – 2,9	27 – 60	(Xiong et al., 2010)

1.3.3.1.2 Estimation des vitesses critiques

Les vitesses critiques du Ni recueillies sont dans le Tableau I-7. La plupart sont calculées par des simulations par éléments finis du cisaillement adiabatique. Les valeurs de vitesse sont réparties entre 330m/s et 680m/s. Conformément aux travaux sur la vitesse critique sur d'autres matériaux, ces vitesses dépendent des diamètres considérés (~20 μm ici) et aussi de la température des particules. Ces valeurs de vitesses critiques sont assez différentes, il est ainsi difficile de conclure sur une vitesse critique représentative du nickel qu'elle que soit les autres paramètres (morphologie des particules, niveau d'oxydation, granulométrie, température du gaz, substrat...). Cela reste un indicateur des vitesses nécessaires à la projection du nickel et permet d'écarter certaines valeurs a priori moins pertinentes (330m/s).

Tableau I-7. Vitesses critiques de la projection de Ni dans la littérature

Méthode	Taille des particules (μm)	Substrat	Vitesse critique (m/s)	Référence
Eléments finis	20	Ni	330	(Li et al., 2014)
	20	Cu	454 – 464	(Ghelichi et al., 2011)
	25 – 65	Ni	450 (T _p 873 K, d _p =25μm) 680 (T _p 298 K, d _p =25μm)	(Bae et al., 2010)
	5 – 25	Cu	570 – 580	(Grujicic et al., 2004)
		Ni	620 – 630	
Expérimental	20	-	610 – 680	(Schmidt et al., 2009)
Expérimental et 1D isentropique	-	Cu	512 ± 59 582 – 585	(Raletz, Vardelle et Ezo'o, 2006)

1.3.3.1.3 Vitesses de particules mises en œuvre

Certains des travaux cités dans le Tableau I-6 mentionnent la mesure ou l'évaluation des vitesses d'impact des particules. Pour des conditions de gaz de l'ordre de 3 MPa et 600°C avec comme gaz porteur de l'azote, les vitesses de particules sont évaluées expérimentalement à 650 ± 125 m/s et jusqu'à 750-800 m/s (particules 5-22μm)(Alidokht et al., 2016 ; Zou et al., 2009). Enfin, l'article de Xie et al. (Xie et al., 2019), utilisant un modèle CFD pour évaluer la vitesse d'impact d'une particule de 30 μm soumise à une pression en entrée entre 2 et 2,8 MPa et une température d'entrée du gaz de 600°C n'indique qu'une vitesse d'impact variant entre 360 et 410 m/s. Cette valeur plus faible de vitesse de projection est à la limite de la vitesse critique du nickel, elle peut provenir en partie du diamètre plus élevé de la particule simulée.

⁴⁴ Du gaz en entrée de buse

Ces informations montrent tout l'intérêt d'appréhender les vitesses de particules lors des expériences de projection CS afin de prendre en compte l'ensemble des éléments qui influent sur ces vitesses (granulométrie et morphologie des poudres, paramètres de projection, dimension des buses, bow shock...). En l'absence d'équipement de mesure des vitesses de particules, le calcul de ces vitesses permet cependant de se positionner au regard de la notion de vitesse critique. L'influence des paramètres de projections et des vitesses de particules sur la microstructure des dépôts CS sera explorée par la suite dans la partie I.3.4.

I.3.3.2 Projection CS d'alliages et de superalliages base Ni

Dans le domaine des alliages base Ni, la projection CS de NiCrAlY par exemple peut remplacer la projection plasma de sous-couches de barrières thermiques avec des études d'oxydation à chaud (Bonadei et Marrocco, 2014 ; Chen *et al.*, 2011 ; Lee et Ogawa, 2014 ; Richer *et al.*, 2008 ; Richer *et al.*, 2010), ou de tenue au perçage laser des trous de refroidissement qui abordent l'étude de la fissuration induite et des contraintes résiduelles dans ces matériaux (Guinard *et al.*, 2015) et de l'interface substrat/dépôt (Ichikawa *et al.*, 2007).

Par la suite, la projection CS des alliages base nickel s'est étendue aux nuances de superalliages tels que l'IN625 et l'IN718, durcis notamment par la présence de précipitation γ' et d'éléments d'additions mais qui conservent une bonne soudabilité. Le procédé CS est comparé avec d'autres procédés de projection thermique, plasma, arc-fil (Azarmi et Sevostianov, 2020 ; Srinivasan *et al.*, 2016) ou de fabrication additive par L-PBF (Bagherifard *et al.*, 2017 ; Bagherifard *et al.*, 2018). Les applications envisagées sont notamment la réparation de pièces tels des aubes de turbines à gaz (Fiebig *et al.*, 2020) ou des pièces aéronautiques (Singh *et al.*, 2017 ; Vaßen *et al.*, 2020) soumises à des conditions sévères en température et en corrosion. L'amélioration des conditions de projection de ces alliages peut passer par une action sur la poudre projetée : mélange de poudre (Kazasidis *et al.*, 2020 ; Sun *et al.*, 2019b), ajout de particules plus grosses constituant un grenailage in-situ du dépôt pendant la projection (Luo *et al.*, 2018). Il est aussi utile d'optimiser les paramètres de projection et le substrat (Singh *et al.*, 2017 ; Sun *et al.*, 2018 ; Vaßen *et al.*, 2020), ou de modifier le dépôt après projection par l'utilisation de traitements thermiques (Kim *et al.*, 2020 ; Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Shrestha, Azarmi et Tangpong, 2021 ; Srinivasan *et al.*, 2016 ; Sun *et al.*, 2019a ; Wong *et al.*, 2013). La projection CS d'IN738 est plus rare car c'est un alliage très peu ductile et difficile à mettre en œuvre par CS. L'intérêt de sa projection est d'employer le procédé CS pour la réparation d'aubes de turbines à gaz ou de tube en acier dans les centrales thermiques (Fiebig *et al.*, 2020 ; Kalfhaus, 2019 ; Ogawa et Seo, 2011 ; Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021).

I.3.3.2.1 Domaine des paramètres CS

La liste des différents paramètres de projections mis en œuvre pour la projection des alliages MCrAlY, IN625 et IN718 est fournie dans l'Annexe A. L'azote est plus couramment employé avec des installations moyenne et haute pression et des conditions du gaz en entrée de la tuyère supérieures à 3 MPa et 600°C/700°C. Ces valeurs de pression et de température sont plus faibles lorsque le choix du gaz porteur se porte sur l'hélium. Des poudres de granulométrie entre 5–25 μm et 59–101 μm sont étudiées mais la plupart des travaux considérés mettent en œuvre des poudres dont le D_{50} est proche de 30 μm . Dans le cas des études traitant spécifiquement de l'IN738 (cf. Tableau I-8), les tailles des particules choisies sont plutôt fines avec des valeurs dans la plage 5–25 μm et les pressions et températures de gaz azote au minimum 3,5MPa et 650°C. L'utilisation de l'hélium est plus couramment envisagée pour la projection d'IN738 que pour celles des autres superalliages.

Tableau I-8. Conditions de projection CS de l'alliage IN738

Gaz porteur	Température (°C)	Pression (MPa)	Granulométrie (μm)	Réf.
Azote	950		4,9 – 12,5	(Kalfhaus, 2019)
	1100	5	5-13	(Fiebig et al., 2020)
	600 – 750 – 800	2,5 – 3,5	Ø < 25	
Hélium	600	2,5	25 < Ø < 45	(Ogawa et Seo, 2011)
	600 – 750 - 800	2,5 – 3,5	Ø < 45	
Azote	650	3,5		
Hélium	1000	3	5 – 25	(Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021)

I.3.3.2.2 Estimation des vitesses critiques

L'estimation de la vitesse critique des alliages base nickel fait l'objet de moins de travaux que dans le cas du Ni pur. Quand elles sont mentionnées, les vitesses critiques d'alliages base nickel sont principalement fournies par le logiciel KSS Software qui les évalue à partir des propriétés des matériaux. L'ensemble des valeurs collectées sont résumées dans le Tableau I-9.

Tableau I-9. Vitesses critiques des alliages base nickel

	Méthode	Taille des particules (μm)	Vitesse critique (m/s)	Référence
IN625	KSS Software	15 – 45	470 – 600	(Neo et al., 2022)
	KSS Software	25 – 46	500 – 550	(Sun et al., 2019a)
		5 – 22	670 – 720	
IN718	KSS Software	15 – 45	640 – 655	(Mauer et al., 2017)
		45 – 90	610 – 570	
	Expérimentale	30 - 50	650	(Fiebig et al., 2020)
IN738	KSS Software	4,9 – 12,5	700 – 750	(Kalfhaus, 2019)

Les vitesses critiques des alliages IN625 et IN718 sont évaluées respectivement à 470–600 m/s et 500–720 m/s en fonction de la température de la particule. Fiebig et al. fournit une valeur expérimentale autour de 650 m/s pour la gamme de particules la plus élevée (45–90 μm) (Fiebig et al., 2020). Ces vitesses sont plus élevées que celles du nickel (cf. I.3.3.1.2). Pour une même taille de poudre, on a une vitesse critique de 670-720 m/s pour l'IN718 contre 620-630 m/s pour le Ni (5-25 μm (Grujicic et al., 2004 ; Mauer et al., 2017)). Cette vitesse est encore plus élevée pour l'IN738 avec une vitesse critique entre 700–750 m/s, en partie en raison des particules plus fines (4,9–12,5 μm). Un calcul de vitesse et température de particule (logiciel KSS Software) permet de vérifier qu'une condition de gaz choisie peut conduire à des conditions de projection favorables comme cela est indiqué dans le diagramme de la Figure I-33 établi pour l'IN738 et pour une poudre fine de plage granulométrique 4,9–12,5 μm (Kalfhaus, 2019).

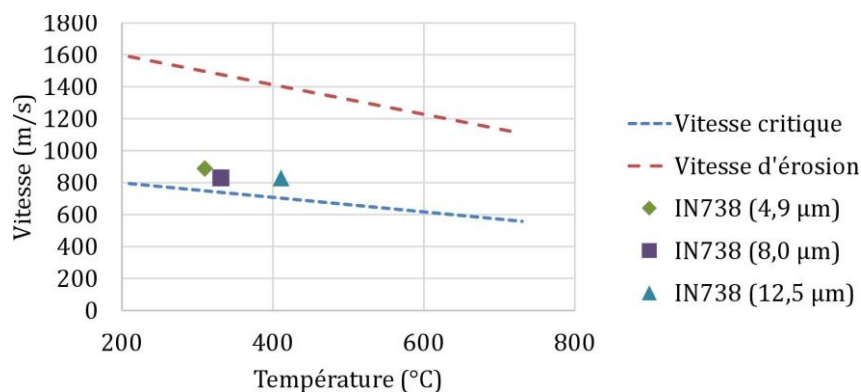


Figure I-33. Domaine de vitesse et température pour une poudre d'IN738 (Kalfhaus, 2019)

I.3.3.2.3 Vitesses de particules mises en œuvre

Mauer et al. (Mauer *et al.*, 2017) propose une mesure des vitesses moyennes corrigées de l'effet du bow shock en fonction de différentes conditions d'azote et de trois poudres respectivement fines, 5–22 μm , moyennes, 15–45 μm et grosses, 45–90 μm (Figure I-34).

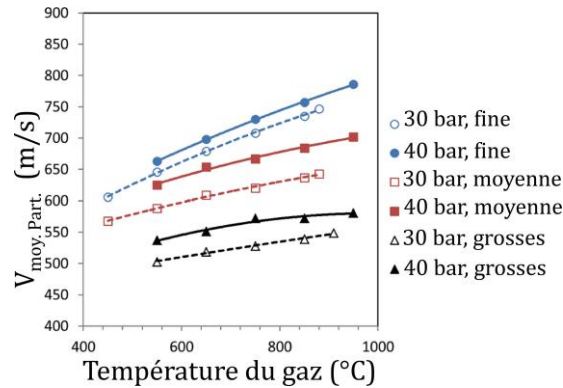


Figure I-34. Vitesses de particules d'IN718 en fonction des conditions de gaz (Mauer *et al.*, 2017)

Avec ce jeu de paramètres qui balayent 30 à 40 bar et 450°C à 950°C, les vitesses des particules peuvent varier entre 500 m/s et 800 m/s mais avec une influence forte de la granulométrie sur les gammes de vitesse opérables. Pour une pression de 30 bar, les vitesses critiques de ces trois tailles de poudres sont obtenues expérimentalement et représentées à la Figure I-32. Pour les poudres fines, moyennes et grosses les vitesses critiques évoluent respectivement entre 660–720 m/s, 640–660 m/s et 570–610 m/s (selon la température). Ainsi, pour des conditions à 30 bar, les vitesses de projections ne permettent pas a priori d'atteindre ces niveaux de vitesse critique. Un plus haut niveau de pression/température permet a priori des cas favorables en termes de vitesses critiques qui doivent permettre un rendement et une cohésion suffisant mais montrent la limite du procédé pour les particules les plus grosses. D'autres mesures par Luo et al. et Levasseur et al. sur de la poudre d'IN718 sont cohérentes avec les travaux précédents et montrent respectivement des vitesses de 535 m/s et 750 m/s, pour des pressions d'azote respectivement à 2,5 MPa et 3,5 MPa, des températures correspondantes à 700 et 800°C et des tailles de particules de 5–33 μm et de 20–60 μm (Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Luo *et al.*, 2018). Ainsi, pour opérer des alliages base Ni, il est nécessaire d'utiliser une installation CS haute pression et si possible haute température, surtout pour la projection de poudres plus grosses. Enfin, Wong et al. comparent l'utilisation d'azote ou d'hélium en tant que gaz porteur, avec la même température en entrée (1000°C) et des pressions d'entrée respectivement de 5 et 2 MPa (Wong *et al.*, 2013). L'utilisation de l'hélium ne constitue pas une solution dans ce cas car elle implique des changements des autres conditions de projections, les particules projetées avec l'azote sont mesurées à des vitesses de 787 m/s, alors que celles projetées avec l'hélium n'atteignent que 741 m/s. En revanche, lorsque les conditions de pression et de températures sont similaires, le gain de vitesse apporté par l'hélium peut être important. Ainsi, Coddet et al. obtiennent des respectivement des vitesses de 847 m/s pour la projection à l'hélium et 535 m/s pour celle avec l'azote, pour des conditions de gaz de 2,8 MPa et 550°C et une taille de particules de 30 μm (projection d'acier 316L) en modélisant l'accélération des particules par le logiciel KSS Software (Coddet *et al.*, 2015). Enfin, la projection d'IN738 étudiée par Tobias Kalfhaus (Kalfhaus, 2019) fait l'objet d'estimations des vitesses d'impact par le logiciel KSS Software entre 800 et 900 m/s (Figure I-33) pour une température en entrée de 950°C, des valeurs élevées qui permettent de passer au-dessus de la vitesse critique estimée.

I.3.3.2.4 Problématique du bouchage des buses en CS

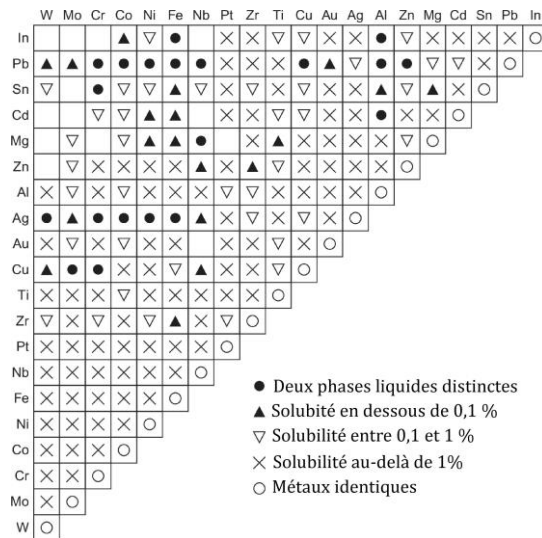


Figure I-35. Diagramme de miscibilité entre éléments (Rabinowicz, 1965 ; Hutchings et Shipway, 2017 ; Siopis, 2017)

La projection CS de Ni, d'alliages ou de superalliages base Ni peut donner lieu à l'apparition du phénomène de bouchage de buse. Les particules accélérées dans la buse CS adhèrent dans certains cas à ses parois et s'y accumulent. Les conséquences de ce bouchage sont la diminution de la vitesse du flux de gaz et des particules qui peuvent mener à l'impossibilité de produire un dépôt. Les principales causes du bouchage des buses en CS sont la haute température des parois et la dispersion du flux de particules (Foelsche, 2020 ; Wang *et al.*, 2015). Le bouchage de buse peut apparaître après une période d'utilisation plus ou moins longue de projection et traduit une affinité chimique et un collage entre les matériaux de la buse et projetés. Cette affinité qui traduit une solubilité plus ou moins importante entre éléments peut être tabulée dans un diagramme comme celui de la Figure I-35. Les matériaux à base de nickel sont alors fortement compatibles avec les éléments Al, Au, Co, Cr, Cu, Fe, Mo, Nb, Pt, Ti, W, Zn. Leurs présences dans les matériaux de la buse de projection peuvent favoriser un bouchage de celle-ci.

Une simple modification de la rugosité des parois d'une buse suffit à réduire la vitesse des particules projetées. C'est pourquoi les buses fournies sont en matériaux ultra-durs céramique (SiC) ou cermet (WC-liant). La Figure I-36 présente l'effet de cette rugosité sur la vitesse des particules. L'ajout d'une rugosité entre en 10 et 100 μm conduit dans la simulation CFD à une réduction de 70-80 m/s de la vitesse des particules. Ainsi, même si le bouchage intervient après un temps de projection important (60 minutes), les conditions de projections ne sont pas reproductibles et la réparation de la buse peut être difficile car il faut être en mesure de retrouver son état de surface initial.

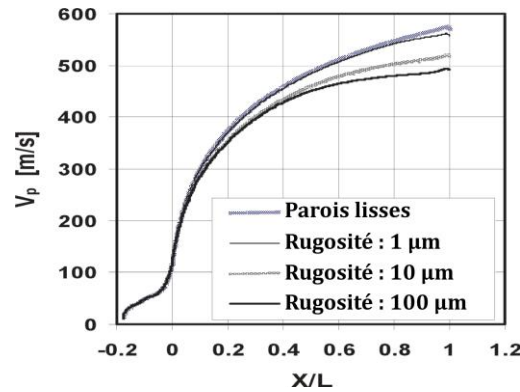


Figure I-36. Vitesse des particules dans une buse selon la rugosité des parois [Han et al., 2004]

Pour limiter l'apparition de ce phénomène, des systèmes de refroidissement des parois des buses à l'eau (Singh *et al.*, 2017 ; Singh *et al.*, 2018 ; Wang *et al.*, 2015 ; Wong *et al.*, 2013) ou au CO₂ supercritique (Foelsche, 2020) sont mis en place. Ces installations limitent l'augmentation de la température des parois des buses, ce qui diminue le phénomène de bouchage, mais celui-ci persiste dans certains cas et il faut alors développer d'autres moyens de le réduire. Le travail de master d'A. Foelsche indique qu'un tamisage, qui permet de retirer les poudres les plus fines, enclines à la formation d'un bouchage de buse, peut grandement réduire le bouchage (Foelsche, 2020). De plus, le développement d'une nouvelle géométrie de buse constituée d'une partie convergente plus longue permettrait de modifier la trajectoire des particules. Cette proposition est faite à partir de calculs CFD et nécessiterait des résultats expérimentaux.

I.3.4 Microstructures et interfaces des dépôts CS Ni et base Ni

Les dépôts CS sont constitués de l'accumulation de particules de poudre déformées plastiquement. Une première échelle d'analyse de ces dépôts « particulières » est de considérer le dépôt à l'échelle de l'empilement, imbrication des particules au contact du substrat, accroche entre elles au sein du dépôt et à sa surface. Une seconde échelle consiste à analyser plus finement les microstructures à l'échelle granulaire des particules.

I.3.4.1 Microstructures à l'échelle des dépôts

La construction d'un dépôt CS se déroule en plusieurs phases. Tout d'abord, les particules projetées rencontrent le substrat pour former la première couche. Dans un second temps, les particules impactent la première couche et l'accroche s'effectue alors sur un matériau de même nature. Le bon déroulement de ces étapes dépend de la vitesse des particules et de leurs vitesses critiques pour activer les phénomènes de liaisons métallurgiques et morphologiques.

Les notions de vitesse critique et de vitesse de particule sont utiles pour mener l'analyse des microstructures des dépôts base Ni. Mauer et al. (Mauer *et al.*, 2017) étudient la microstructure de dépôts d'IN718 en fonction des conditions de projection, des granulométries des poudres, température et pression du gaz, via la vitesse des particules. La Figure I-37 présente les microstructures de deux dépôts d'IN718 obtenus à partir d'une poudre 15–45 µm avec 3 MPa d'azote respectivement à 550°C et 750°C. Le rapport $v_{particule}/v_{critique} = v_p/v_{crit}$ est indiqué à partir des valeurs expérimentales de vitesse critique et vitesse d'envol de particule pour rendre compte de la variation de vitesse.

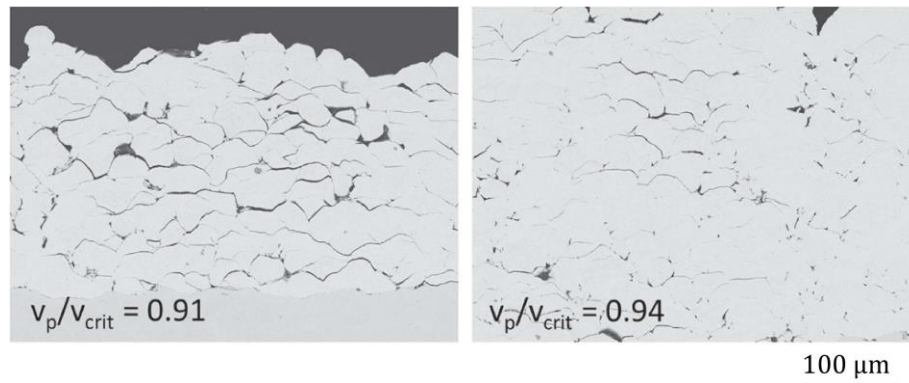


Figure I-37. Microstructures de dépôts CS IN718 (15–45 $\mu\text{m}/\text{N}_2/3 \text{ MPa}$, 550°C (gauche) et 750°C (droite)) (Mauer *et al.*, 2017)

La température plus élevée du gaz permet l'obtention de dépôts nettement plus épais, avec une augmentation du rendement qui passe de 15 à 30 %. Ceci est dû à l'augmentation de la vitesse des particules, tandis que la vitesse critique mesurée expérimentalement dans ce cas reste quasiment constante, son augmentation légère est attribuée à des phénomènes d'accroche mécanique. De même, on observe moins de fissures interparticulaires et de pores pour le dépôt projeté à 750°C. Dans les deux cas, on voit que même si le rapport est supérieur à 0,9, les vitesses de particules restent inférieures à la vitesse critique. Dans ce même article, l'obtention d'un dépôt bien plus dense passe par l'utilisation d'une poudre plus fine, 5–22 μm en choisissant la température de 750°C (Figure I-38). Le rapport v_p/v_{crit} est alors proche de 1.

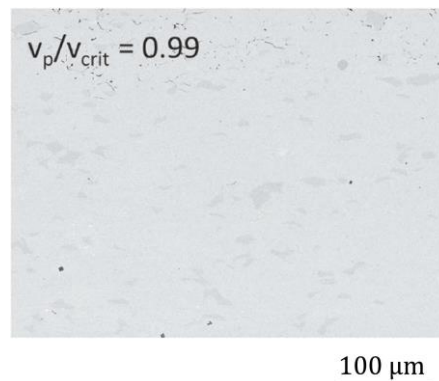


Figure I-38. Microstructures de dépôt CS IN718 (5–22 $\mu\text{m}/\text{N}_2/3 \text{ MPa}/750^\circ\text{C}$) (Mauer *et al.*, 2017)

Les mesures de porosité accompagnent souvent les travaux traitant de la projection CS de Ni ou d'alliages base Ni, car cela traduit la cohésion du dépôt et son évolution. L'augmentation de la vitesse des particules, qui entraîne une déformation plastique plus importante, conduit donc à une diminution de ce taux de porosité (Marrocco *et al.*, 2006a ; Padmini, Bhosale et Niranjan, 2021 ; Xie *et al.*, 2019). Des articles au sujet de la projection des alliages et superalliages à base de nickel obtiennent des dépôts denses avec un taux de porosité inférieur à 2 % (Cavaliere *et al.*, 2021 ; Raletz, 2005 ; Singh *et al.*, 2018 ; Srinivasan *et al.*, 2016). Lee et Ogawa mélangent du Ni pur dans la poudre de CoNiCrAlY, ce qui leur permet d'obtenir des dépôts plus denses (<1%), des rendements de dépôt plus importants qui se traduisent par de plus fortes épaisseurs (150–180 μm), ainsi que de limiter la présence de fissures dans le dépôt et à l'interface avec le substrat (Lee et Ogawa, 2014). Luo et al. (Luo *et al.*, 2018) emploient des particules d'acier en mélange pour densifier un dépôt d'IN718 par phénomène de grenailage in situ. Les particules d'acier nettement plus grosses accentuent la déformation plastique (micro-forging) au sein du

dépôt sans y rester. Le taux de porosité passe de 5,7% dans le dépôt d'IN718 pur à 0,27% pour un lot de poudre contenant 50% de particules d'acier. L'effet de densification en fonction du taux de charge est illustré dans la Figure I-39.

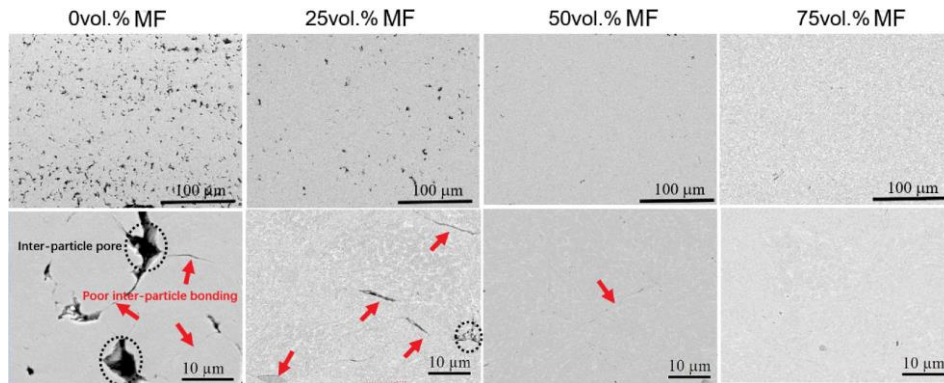


Figure I-39. Microstructures de dépôts CS IN718 ($D_{50}=13,5\mu\text{m}$) avec co-projection d'acier ($D_{50}=148,5\mu\text{m}$) (Luo *et al.*, 2018), (*inter-particle pore* : pore interparticulaire, *poor inter-particle bonding* : liaisons faibles entre les particules)

L'utilisation de traitements thermiques sur les poudres de certains alliages d'aluminium à durcissement structural permet d'améliorer leur déformabilité et ainsi les rendements de projection sont plus élevés avec une proportion de particules déposées de 49,6% après traitement thermique contre 8,6% à l'état brut d'atomisation dans l'article de Sabard *et al.*, les dépôts sont plus épais et plus denses (Bunel, 2020 ; Sabard, de Villiers Lovelock et Hussain, 2018). Dans les travaux de Perez *et al.* (Perez *et al.*, 2021), des traitements thermiques entre 700 et 900°C sous atmosphère inerte sont appliqués à des poudres d'IN718 pour étudier cette voie d'amélioration des dépôts. Lors des projections à l'azote, les poudres traitées se déforment moins et la porosité augmente. Le traitement thermique induit la précipitation de phases secondaires type γ' ou γ'' non-observables au MEB qui limitent la déformabilité des particules. L'utilisation d'hélium a cependant permis l'obtention de dépôt plus épais et plus dense à partir de la poudre brute d'atomisation et de la poudre traitée que les projections à l'azote. Une meilleure compréhension de l'impact de ces traitements thermiques devrait passer selon les auteurs par des observations fines de la microstructure des poudres au MET.

La projection de l'IN738LC par T. Kalfhaus et Fiebig *et al.* permettent la fabrication de dépôts épais, dense (< 2%) avec de hauts rendements de dépôts (60-80%) grâce à la dimension fine des particules (4,9–12,5 μm) et aux vitesses d'impact élevées (Cf. Figure I-33) (Kalfhaus, 2019 ; Fiebig *et al.*, 2020). Des dépôts encore plus denses (< 0,18%) sont obtenus par Padmini *et al.* avec l'utilisation d'hélium et la plus grande vitesse d'impact des particules (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021).

I.3.4.2 Microstructures à l'échelle des particules

Avec le CS, la microstructure initiale des grains de poudre est modifiée par la déformation plastique qui génère des taux de dislocations élevés subis dans les zones les plus fortement déformées. La Figure I-40 schématise le phénomène d'écrouissage qui peut être accompagné de recristallisation dynamique. En effet, l'accumulation de la déformation, associée à l'augmentation locale de température peut entraîner la recristallisation de grains plus petits à la frontière des particules.

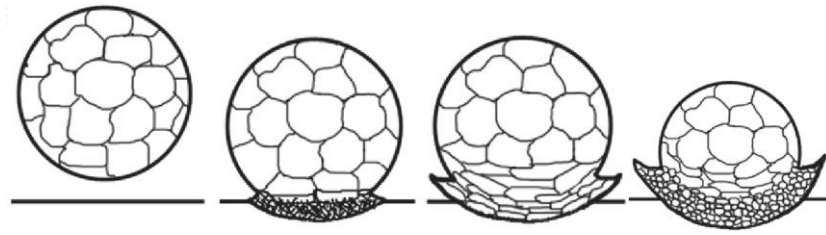


Figure I-40. Ecrouissage localisé et recristallisation dynamique en CS (Kim *et al.*, 2008)

Ainsi, la zone en frontière des particules (peau) contient l'essentiel des zones à forte concentration de dislocations et des grains fins, tandis que le centre des particules (cœur) conserve des grains plus gros en lien avec la microstructure initiale (Brassart *et al.*, 2021 ; Richer *et al.*, 2010 ; Vaßen *et al.*, 2020 ; Zou *et al.*, 2009). Cette caractéristique d'hétérogénéité microstructurale au sein même des particules dans un dépôt brut de dépôt peut être analysée par EBSD comme l'illustre la Figure I-41 avec une sélection des modes de cartographies EBSD pour du nickel pur (Zou *et al.*, 2009), de l'acier 316L (Brassart *et al.*, 2021) et de l'IN718 (Vaßen *et al.*, 2020).

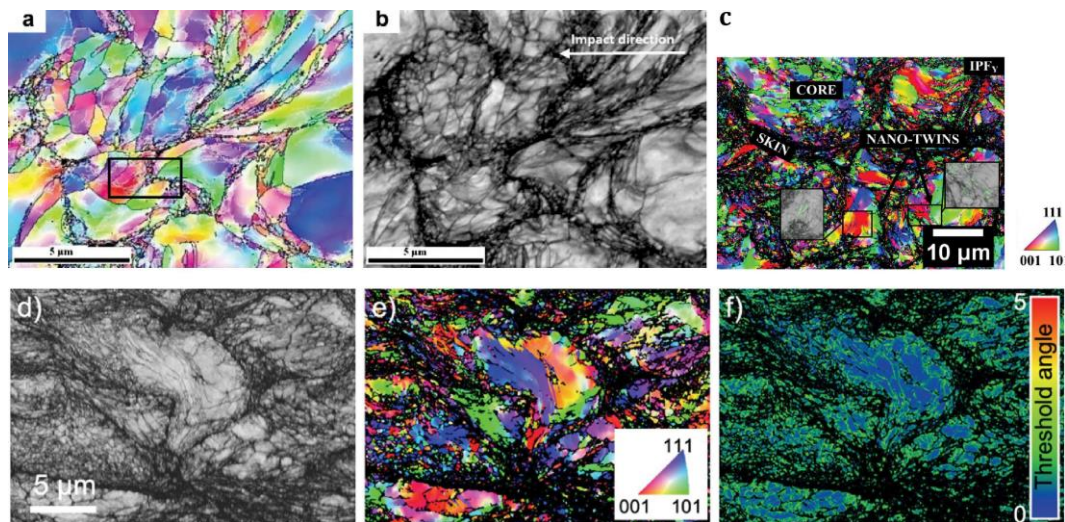


Figure I-41. Exemples de cartographies EBSD de dépôts CS : Ni (a-angle d'Euler, b-facteur de qualité) ; 316L (c-figure de pôle inverse) ; IN718 (d-facteur de qualité, e-figure de pôle inverse, f- Kernel average misorientation (KAM) (désorientation locale) (Vaßen *et al.*, 2020)

La déformation plastique sévère observée par MEB et EBSD peut également être étudiée à une échelle plus fine au MET (Microscopie Electronique en Transmission). Cela permet d'analyser le taux des dislocations, les zones de maclage dans les dépôts et la présence de précipités. Des analyses de ce type sont présentées dans les articles d'Ogawa et Seo et de Srinivasan *et al.* (Ogawa et Seo, 2011 ; Srinivasan *et al.*, 2016) qui étudient respectivement la projection d'IN738LC et celle de l'IN625 et du Ni20%Cr. Des analyses microstructurales plus globales peuvent être avantageusement données par diffraction des rayons X (DRX), notamment par la distinction des différentes phases en présence, mais aussi l'élargissement des raies de diffraction (cf. I.3.5.2.3). On peut même parfois mettre en évidence des transformations de phase dues au procédé CS. C'est le cas d'un alliage intermétallique CoNiCrAlY, utilisé comme sous-couche de barrière thermique. On observe par DRX que l'affinement des grains initialement gros de la matrice γ (solution solide Co-Ni-Cr de structure cubique faces centrées) est accompagné de la dissolution des précipités fins β -NiAl (cubique centré) lors de la projection (Richer *et al.*, 2010). On la phase β présente dans les poudres disparaît avec la recristallisation du matériau (Richer *et al.*, 2010). Des observations similaires peuvent être faites sur des poudres CoNiCrAlY soumises au broyage mécanique. On

constate par ailleurs que ce type d'intermétallique de la famille des MCrAlY majoritaire en Co se projette plus facilement (rendements plus élevés) que ceux majoritaires en Ni (Guinard, 2016).

I.3.4.3 Interface substrat/dépôt

La fabrication d'un dépôt CS repose sur une première étape de formation d'une interface entre le dépôt et son substrat. La compatibilité des deux matériaux, poudre et substrat, peut être analysée à partir des diagrammes de miscibilité des matériaux, dont un exemple est fourni à la Figure I-35. Ce type de représentation fournit le niveau de solubilité d'un matériau dans un autre en fonction principalement de leur proximité cristallographique. Ensuite, il convient de considérer le rapport entre la densité et la dureté du substrat et celles du matériau projeté. Si le substrat est plus mou que les particules de poudre, celles-ci pénétreront davantage dans le substrat, favorisant l'ancrage mécanique du dépôt, au détriment dans certains cas de phénomènes d'accroche métallurgique. Dans le cas d'un substrat plus dur que les particules projetées, le mécanisme d'adhésion favorisé est l'accroche par cisaillement adiabatique, permettant des liaisons métallurgiques. Généralement, il est bénéfique de choisir un substrat aux propriétés mécaniques (dureté et densité) proche de celles du matériau projeté (Assadi *et al.*, 2016). L'augmentation de dureté d'un substrat peut être néfaste pour l'adhésion des particules. Dans la thèse de Raletz (Raletz, 2005), l'application d'un traitement thermique conduit à l'augmentation de la dureté du substrat, cette variation est associée à une diminution du rendement de projection pour les premières couches de dépôts, ainsi qu'à une moins bonne adhésion caractérisée par la formation de fissures entre le substrat et le dépôt final. En fonction de ces considérations, mais aussi des applications recherchées (ajout de fonction, pièce multi-matériaux...), le substrat employé pour la projection de nickel et d'alliages base nickel peut être par exemple un acier, de l'aluminium ou un alliage d'aluminium, du cuivre, ou encore un alliage à base nickel. Dans le cas de la réparation le substrat est de la même composition que la poudre.

La préparation de la surface du dépôt constitue le deuxième élément central pour favoriser la formation d'une interface cohérente et adhérente. Cette préparation a plusieurs fonctions, tout d'abord, l'enlèvement de la couche oxydée en surface du matériau pour favoriser un contact métal-métal, ensuite l'augmentation du niveau de rugosité du substrat pour favoriser l'accroche du dépôt, par la texturation et l'ancrage mécanique de particules de poudres notamment, mais l'augmentation de ce niveau de rugosité peut aussi être néfaste (Oyinbo et Jen, 2019). L'action de cette préparation de surface est observée à partir de la comparaison des rendements de dépôts, par l'observation des interfaces et par la mesure de leurs adhérences. La préparation peut consister en un simple nettoyage des substrats, ou bien passer par des étapes de rayage, polissage, sablage (Marrocco *et al.*, 2006b ; Oyinbo et Jen, 2019 ; Singh *et al.*, 2017 ; Sun *et al.*, 2018). La Figure I-42, issue de l'article de Sun et al. (Sun *et al.*, 2018), montre les interfaces substrat/dépôt en fonction de quatre préparations de surface dans le cas de l'IN718. Dans ce cas, le polissage permet la meilleure accroche métallurgique, sur le plan microstructural par l'absence de fissures entre le substrat et le dépôt, confirmé mécaniquement par des essais d'adhérence.

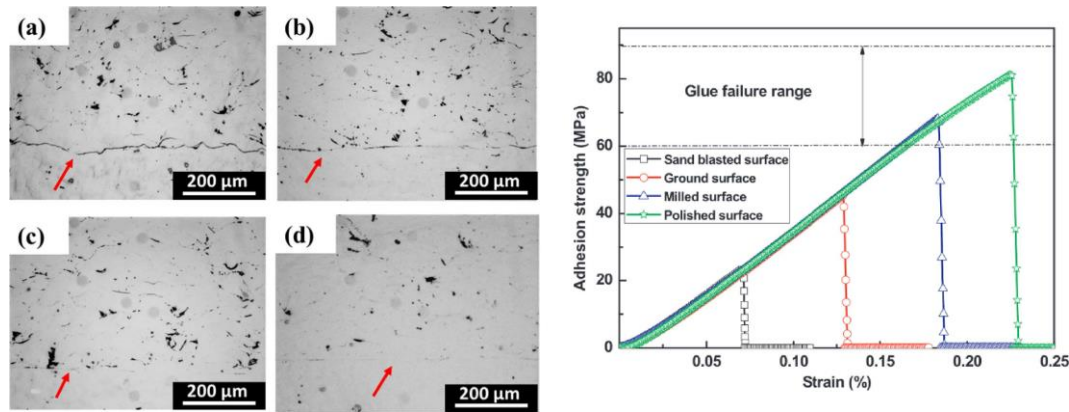


Figure I-42. Interfaces de dépôts CS d'IN718 sur substrat IN718 : (a) sablage, (b) rayage (#180), (c) fraisage, (d) polissage et mesure d'adhérence correspondantes (Sun *et al.*, 2018)

Plusieurs articles relèvent la moins bonne adhérence des dépôts sur les substrats sablés (Marrocco *et al.*, 2006b ; Sun *et al.*, 2018 ; Vaßen *et al.*, 2020) par rapport aux mêmes dépôts sur des substrats polis, rayés ou texturés par un laser. La cause en est l'implantation de particules d'alumine à la surface du substrat qui constituent des points de départ pour la fissuration à l'interface substrat/dépôt.

Cependant, Singh *et al.* [Singh *et al.*, 2017] pointent l'intérêt d'un certain niveau de rugosité pour faciliter la tenue du dépôt IN718 sur un substrat IN718 en améliorant le rendement de projection et la densité du dépôt avec une rugosité minimale de 3 μm. La texturation laser des substrats, technique innovante de préparation de surface, est étudiée dans les articles de Kromer *et al.* (Kromer *et al.*, 2018 ; Kromer *et al.*, 2021). Pour l'adhésion d'un dépôt en alliage d'aluminium sur un substrat en alliage d'aluminium, les autres paramètres étant constants, la tenue de dépôt mesurée par des essais de plots-collés est inférieure à 20 MPa pour le substrat sablé et entre 40 et 50 MPa en fonction du motif de texturation laser. Ces améliorations sont le fruit tout d'abord de l'augmentation de la surface de contact entre le dépôt et le substrat, mais aussi d'une augmentation des surfaces d'accroche qui limitent la propagation des fissures le long de l'interface substrat/dépôt. Le choix du matériau et de sa préparation de surface est crucial, surtout pour la fabrication de dépôt épais pour qui le niveau de contrainte favorisant le détachement du dépôt augmente (Singh *et al.*, 2018).

I.3.4.4 Effet du préchauffage du substrat

L'utilisation d'un montage de préchauffage pour les substrats en CS a pour objectif premier d'améliorer l'adhésion des dépôts, augmenter les rendements de projection et permettre la production de revêtements épais en promouvant la déformation des particules au moment de leur impact avec le substrat, puis en favorisant leur adoucissement pour l'impact des particules ultérieures (Oyinbo *et al.*, 2019 ; Xie *et al.*, 2016 ; Yin *et al.*, 2015). Un chalumeau avant projection est employé pour produire des dépôts de Ni sur un substrat Cu préchauffé entre 200 et 400°C (Yin *et al.*, 2015). Xie *et al.* préchauffent des substrats 316 jusqu'à 700°C pour la production de dépôts 316L (Xie *et al.*, 2016). L'impact du préchauffage est principalement centré sur l'interface substrat/dépôt, mais dans le cadre de la thèse de T. Kalfhaus (Kalfhaus, 2019), il a permis la réduction de la porosité et la relaxation des contraintes résiduelles en cours de projection mais au détriment de l'oxydation. La Figure I-43 montre l'évolution de la porosité et de l'oxydation de dépôts IN738/IN738 avec des préchauffages entre 451 et 851°C et la Figure I-44 présente des vues macroscopiques de ces dépôts.

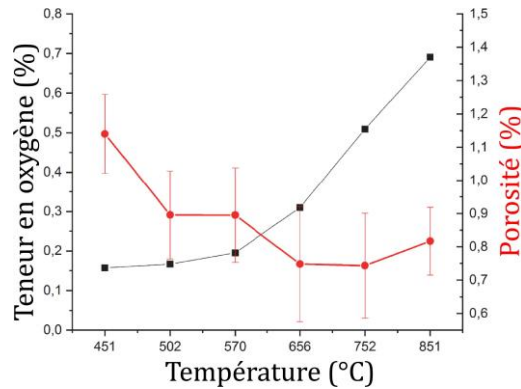


Figure I-43. Rôle du préchauffage sur la porosité et l'oxydation de l'IN738 CS (Kalfhaus, 2019)

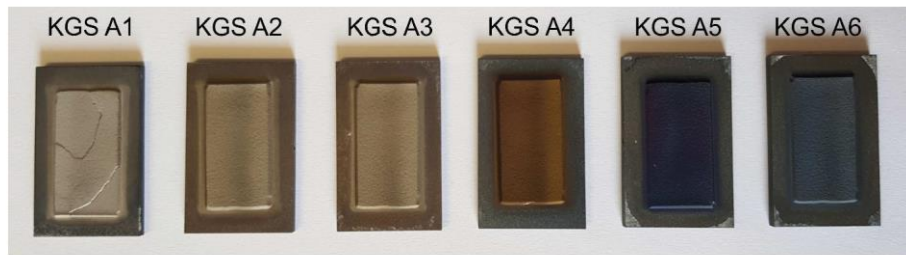


Figure I-44. Vues de dépôts d'IN738 préchauffés de 451°C (A1) à 851°C (A6) (Kalfhaus, 2019)

Le taux de porosité diminue pour une température de préchauffage entre 451 et 656°C, puis stagne. En parallèle, le taux d'oxygène, correspondant au phénomène d'oxydation en cours de projection, augmente drastiquement avec la température de préchauffage. Cette oxydation peut limiter l'accroche des particules et limiter la cohérence du dépôt. L'objectif est de trouver un compromis entre la diminution de la porosité, l'amélioration des interfaces, la relaxation des contraintes résiduelles et la présence de cette oxydation (Kalfhaus, 2019 ; Xie *et al.*, 2016).

I.3.5 Etats mécaniques des dépôts CS base Ni

Les microstructures « particulières » des dépôts CS sont constituées de particules déformées plastiquement enchâssées et liées entre elles par des effets mécaniques et métallurgiques. Ces effets sont plus ou moins continus et peuvent laisser la présence des pores et des défauts inter-particulaires qui s'apparentent à des fissures. De ces microstructures découlent des propriétés mécaniques particulières qu'il convient d'examiner. On s'intéressera ici à la dureté, qui permet d'aborder l'écrouissage et l'état structural, les contraintes résiduelles aux différentes échelles (microscopique, mésoscopique et macroscopique) ainsi que le comportement en traction de ces dépôts Ni et base Ni.

I.3.5.1 Microdureté

Une mesure de dureté caractérise la résistance à la déformation plastique localisée d'un matériau soumis à l'application d'un indenteur. Les dimensions finales de l'empreinte permettent de calculer une valeur de dureté. Selon la géométrie d'indenteur, le profil de temps et le niveau de charge, on définit un volume de matière représentatif de l'échelle à laquelle la microstructure est étudiée. L'article de Levasseur et al. (Levasseur, Yue et Brochu, 2012) porte sur l'étude de dépôts CS d'IN718 à partir d'une poudre de diamètre moyen 33 μm . Les indentations sont effectuées sur des coupes enrobées et polies de dépôts épais ($\sim 800 \mu\text{m}$). Les valeurs obtenues brut de projection sont respectivement de $516 \pm 22 \text{ Hv}_{0,025}$ et de $423 \pm 26 \text{ Hv}_{0,5}$, correspondant à des diagonales

d'empreintes moyennes respectivement de 9,5 μm et 46,8 μm . La mesure à 25 g caractérise la dureté à l'échelle d'une particule et de ses proches voisins, tandis qu'à 500 g cela intègre la dureté intrinsèque du matériau écroui et la cohésion sur un plus grand nombre de particules. On constate que la dureté à plus haute charge est plus faible ce qui montre l'influence des zones inter-particules. Les essais de micro-indentation ou de nanoindentation instrumentées donnent accès en plus des valeurs de dureté à des estimations du module d'Young (François, 2005).

Pour des dépôts de nickel pur, Raletz (Raletz, 2005) relève un niveau de dureté similaire entre les particules de poudre et les dépôts CS, avec respectivement 261 et 279 $\text{Hv}_{0,025}$. Par ailleurs, dans le cas du nickel, l'augmentation de la taille des particules conduit à une diminution de la dureté globale des dépôts pour des conditions de projection identiques. Cela conduit par exemple à des duretés de 275 Hv et 220 Hv pour des dépôts produits respectivement avec des poudres de 26-44 μm et 52-74 μm (Bae *et al.*, 2010). Ces différences sont attribuées à une plus grande localisation de la déformation au sein de chaque particule pour la poudre plus grosse. Dans cet article, la dureté du nickel est plus élevée sous forme de dépôt que la poudre initiale (174 $\text{Hv}_{0,1}$). En revanche, pour les dépôts base Ni (Hastelloy C, NiCrAlY) ou Co (CoNiCrAlY), la dureté après dépôt est trois fois plus grande. Ainsi, on passe respectivement de 137, 367 et 202 $\text{Hv}_{0,025}$ pour les poudres d'Hastelloy C, NiCrAlY et CoNiCrAlY à 455, 1103 et 547 $\text{Hv}_{0,1}$ pour les dépôts CS correspondants. Les rendements de projection du CoNiCrAlY et de l'hastelloy C sont d'environ 20 %, celui du NiCrAlY de 6 %, ce qui est beaucoup plus faible que ceux des dépôts de Ni, autour de 90 %. Des rendements faibles se traduisent par un martelage plus important des dépôts et donc de l'écrouissage du matériau et de sa dureté.

L'introduction de particules dures dans la poudre initiale, comme l'ajout d'IN718 ou de céramique dans de la poudre de Ni (Kazasidis *et al.*, 2020 ; Koivuluoto et Vuoristo, 2010), ou plus grosses comme pour la projection d'IN718 en présence de billes d'acier (Luo *et al.*, 2018), permet une densification des dépôts. Dans les articles de Kazasidis et al. et Koivuluoto et al., une partie des particules ajoutées (IN718 ou céramiques) sont maintenues dans la microstructure finale et contribuent à l'augmentation de la dureté par leur présence et par grenailage in-situ. Dans l'article de Luo et al., les billes d'acier rebondissent et induisent un grenailage in-situ, avec respectivement 400 $\text{HV}_{0,3}$ et 500 $\text{HV}_{0,3}$ avant et après ajout des billes d'acier.

L'utilisation de la nano-indentation permet d'accéder à des échelles plus fines. Elle permet à Zou et al. de caractériser la dureté des poudres de Ni à 2,9 GPa pour les comparer à celle des dépôts qui peut atteindre jusqu'à 5 GPa, avec une grande variation des valeurs entre 2,7 et 5 GPa en fonction notamment du positionnement de l'indent par rapport aux joints de grains (Zou *et al.*, 2010). Une augmentation de la dureté et de la densité entre la surface et l'interface substrat/dépôt, liée aux effets successifs de martelage, est caractérisée par Cavaliere et al (Figure I-45) (Cavaliere *et al.*, 2021).

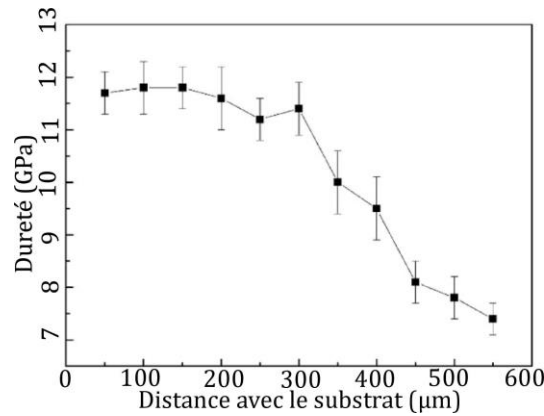


Figure I-45. Profil de dureté dans l'épaisseur de dépôt de Diamalloy 1005 (Cavaliere *et al.*, 2021)

Ces effets cumulés de grenaillage sont en lien avec l'épaisseur déposée. Dans le cas de l'IN718, Singh *et al.* (Singh *et al.*, 2018) montrent que la dureté et le module d'Young varient significativement pour deux épaisseurs de 216 et 1173 μm : passant de 123 GPa et 450 $\text{Hv}_{0,1}$ à 197 GPa et 508 $\text{Hv}_{0,1}$. Ces dernières valeurs étant proches du matériau massif (200 GPa et 496 Hv). Dans le cas de l'IN738, les valeurs de dureté atteintes peuvent être très élevées. Padmini *et al.* obtiennent des duretés de 687 $\text{Hv}_{0,2}$ pour un dépôt d'IN738 produit avec de l'hélium à 1000°C et 3 MPa (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021).

I.3.5.2 Contraintes résiduelles

Les macro-contraintes résiduelles et micro-déformations internes sont un révélateur important de l'état de la matière déposée en fonction des paramètres du procédé et de la poudre. Cela permet aussi d'appréhender mieux les propriétés des matériaux et le comportement face aux sollicitations mécaniques et thermiques. L'origine des contraintes dans les dépôts CS est principalement mécanique et provient de la déformation plastique de chaque particule à l'impact, renforcée par le grenaillage de surface provoqué par les particules suivantes. Cependant, des effets thermiques peuvent également intervenir dans le bilan final de l'état mécanique et microstructural. Les contraintes résiduelles engendrées à partir de la déformation plastique interviennent alors à différentes échelles : celle qui s'équilibre au niveau macroscopique du dépôt et des particules (type I) et celles qui résultent de l'écrouissage subi au niveau des particules et des grains : microscopique (type III) (Ji, 2003). Il convient d'abord de préciser l'origine des contraintes et micro-déformations résiduelles dans les dépôts CS en général et d'examiner le cas particulier du nickel et des bases nickel en particulier.

I.3.5.2.1 Origine des contraintes résiduelles

I.3.5.2.1.1 A l'échelle de la particule

Les déformations plastiques au sein d'une particule projetée génèrent des macro-contraintes résiduelles d'origine mécanique. La particule subit une compression dans la direction d'impact et un allongement circonférentiel dans le plan perpendiculaire. Les contraintes résiduelles qui en résultent ne sont pas homogènes comme le montre l'évolution des contraintes le long de son diamètre dans la Figure I-46 mesurée par FIB-DIC et calculée par éléments finis au sein d'une particule de Ti-6Al-4V impactée à 800m/s (Song *et al.*, 2018). Selon les auteurs, si une large zone centrale est en compression au sein de la particule, les zones proches du substrat qui sont les plus fortement cisailées et chauffées sont plutôt en traction. Par ailleurs, les contraintes en traction au sommet et en compression très près de l'interface (pôle sud) sont attribuées au rééquilibrage de bords libres. Ces macro-contraintes sont accompagnées aussi d'un écrouissage hétérogène qui

est à l'origine de micro-déformations méso-et microscopiques à l'échelle des grains (cf. partie I.3.5.2.3). Ce type d'expérience sur une seule particule ne prend pas en compte les effets cumulés qui interviennent à l'échelle du dépôt comme le grenaillage par les autres particules.

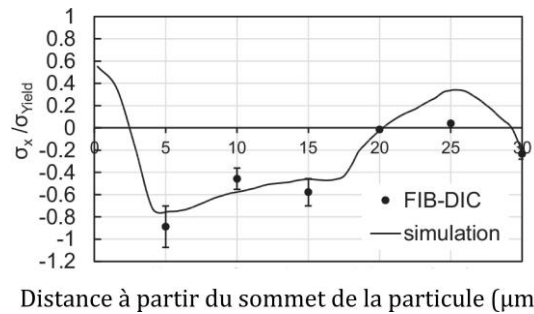
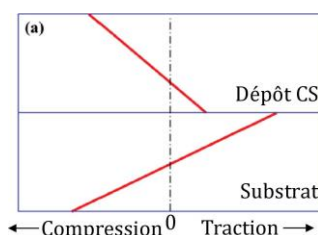


Figure I-46. Profil des contraintes résiduelles dans une particule de Ti-6Al-4V (Song *et al.*, 2018)

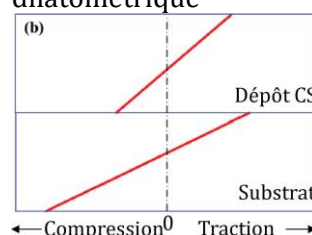
I.3.5.2.1.2 A l'échelle du dépôt

Avec le cumul des impacts et l'exposition au gaz chaud, les contraintes résiduelles créées peuvent mener à différents signes (compression ou traction) et distributions dans le dépôt. En effet, même si l'effet mécanique dominant à l'impact correspond à un effet de grenaillage (peening stress), des effets thermiques peuvent avoir une contribution importante sur l'état final des contraintes internes dans la pièce revêtue. Ceci est démontré par Suhonen *et al.* à l'aide de mesures in situ de courbure et de température d'éprouvette en cours de dépôt grâce au dispositif ICP et ce, pour différents cas de dépôt et de substrat ainsi que de préparation de surface (Suhonen *et al.*, 2013). Ainsi, comme dans le cas de la projection thermique (plasma, flamme), des contraintes résiduelles d'origine thermiques peuvent être impliquées dans le procédé CS. Pendant le dépôt, il peut y avoir un refroidissement rapide (trempe) de la particule adhérente qui conduit à une composante en la traction plutôt opposée à la contrainte de grenaillage pendant l'opération de dépôt. Cette composante dépend de l'écart de température avec le substrat au moment de l'impact. Il y a aussi les contraintes thermiques (traction, neutre ou compression) qui proviennent du désaccord dilatométrique entre le substrat et le dépôt au cours du refroidissement ou encore des zones de gradients thermiques dans le dépôt. Suhonen *et al.* montrent par ailleurs que le niveau de ces contraintes est affecté aussi par la préparation de surface du substrat qui conditionne l'adhérence et donc le transfert des déformations au cours du dépôt et au refroidissement (Suhonen *et al.*, 2013). Si le dispositif ICP permet d'évaluer un niveau de contraintes résiduelles global dans le dépôt (somme des contraintes de dépôt et de refroidissement), des mesures par diffraction des neutrons permettent d'établir des profils complets de contraintes résiduelles dans le dépôt et dans le substrat qui peuvent être comparées et généralisées pour différents cas par le biais de modèles analytiques à des calculs analytiques (Boruah *et al.*, 2019 ; Boruah, Zhang et Doré, 2019). En accord avec ses mesures ou d'autres travaux, Boruah *et al.* proposent différents profils de contraintes résiduelles selon la prédominance des effets mécaniques ou thermiques (Figure I-47).

Type A : Origine grenaillage



Type B : Origine désaccord dilatométrique



Type C : Origine gradient thermique/trempe

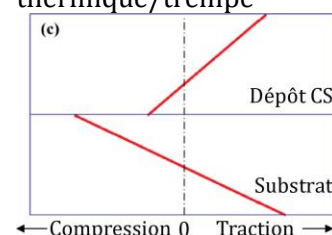


Figure I-47. Profils types de contraintes résiduelles dans les dépôts CS (Boruah *et al.*, 2019)

Les dépôts de type A correspondent à une prédominance des effets de grenailage avec des contraintes résiduelles majoritairement en compression dans le dépôt, avec une zone de traction à l'interface ou dans le substrat qui équilibre les contraintes globales. Cette zone en traction peut favoriser une décohésion et un délaminage du dépôt. Les dépôts de type B sont ceux pour lesquels la différence entre le coefficient de dilatation thermique du dépôt et celui du substrat est suffisamment importante pour générer des contraintes au refroidissement de l'assemblage substrat/dépôt. Dans le cas présenté, le coefficient de dilatation du dépôt est plus faible que celui du substrat. Au moment du refroidissement, la contraction du substrat est limitée par sa cohésion avec le dépôt, ce qui induit des contraintes en traction côté substrat et en compression côté dépôt. Afin de rééquilibrer les contraintes globales, la base du substrat est en compression et la surface du dépôt en traction. Ce phénomène est décrit plus précisément dans l'article de Tsui et Clyne (Tsui et Clyne, 1997) ou dans celui de Clyne et Gill (Clyne et Gill, 1996) à l'origine des travaux de Boruah. Les dépôts de type C sont ceux pour lesquels les contraintes proviennent majoritairement d'un fort gradient thermique ou d'une trempe. Il peut se produire lorsque les conditions de température de projection sont très élevées notamment pour les temps de dépôts longs. Dans ce cas, les particules déposées à haute température subissent un refroidissement très rapide qui entraîne la formation de contraintes de traction dans le dépôt. Ces contraintes sont rééquilibrées par la formation de contraintes de compression dans les premières couches du substrat. Ces cas modèles permettent d'aborder la diversité des sources de contraintes résiduelles macroscopiques dans les dépôts CS, et de confirmer la possibilité d'avoir des contraintes de traction dans un dépôt CS. La réalité des conditions de projection incluant les effets d'environnement, de géométrie et de dimension peut modifier l'ordre des phénomènes prépondérants et rendre plus complexe une approche prédictive des profils des contraintes résiduelles.

I.3.5.2.2 Macrocontraintes des dépôts Ni et base Ni

Les contraintes résiduelles dans les dépôts CS Ni et base Ni sont étudiées par diffraction des rayons X (Aghasibeig *et al.*, 2016 ; Bagherifard *et al.*, 2018 ; Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021 ; Vaßen *et al.*, 2020), diffraction aux neutrons (Kim *et al.*, 2020) et par des méthodes mécaniques de relaxation avec enlèvement de matière telles que la méthode du trou incrémental (Fiebig *et al.*, 2020 ; Guinard *et al.*, 2015 ; Kalfhaus, 2019 ; Singh *et al.*, 2018 ; Vaßen *et al.*, 2020) ou de la courbure (Singh *et al.*, 2018).

Les constantes d'élasticité, module d'Young et coefficient de poisson nécessaires au calcul des contraintes voire les constantes élastiques radiocristallographiques (C.E.R.) en toute rigueur pour le cas de la diffraction des rayons X, ne sont pas toujours explicitées dans les articles. Elles proviennent généralement (parfois tacitement) des données sur des matériaux massifs issues de la littérature (Kalfhaus, 2019 ; Vaßen *et al.*, 2020) avec par exemple un module d'Young de 201 GPa et un coefficient de poisson de 0,29 pour l'Inconel 738 (Kalfhaus, 2019). La méthode du trou incrémental et la diffraction aux neutrons permettent d'obtenir des profils de contraintes en profondeur. La méthode par diffraction des rayons X donne des valeurs en surface. Pour avoir accès à l'évolution des contraintes dans la profondeur avec cette méthode, il est possible d'opter pour un enlèvement de matière par électro-polissage afin d'éviter l'introduction de contraintes résiduelles (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Vaßen *et al.*, 2020).

Les contraintes résiduelles mesurées à la surface des dépôts CS base nickel en compression sont d'origine mécanique (Type A) (Aghasibeig *et al.*, 2016 ; Bagherifard *et al.*, 2018 ; Fiebig *et al.*, 2020 ; Kalfhaus, 2019 ; Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021 ; Singh *et al.*, 2018 ; Vaßen *et al.*, 2020). Les valeurs de contraintes en surface des échantillons dépendent du matériau, la projection de Ni

par Aghasibeig et al. (Aghasibeig *et al.*, 2016) conduit à des valeurs entre -121 ± 6 MPa et -175 ± 10 MPa, mesurées par diffraction des rayons X, qui dépendent des conditions de projection. Dans cet article, la diminution de la température ou de la pression du gaz porteur conduit, pour des conditions égales par ailleurs, à la production de dépôts plus fins, 70 μm pour des conditions de gaz de $1000^\circ\text{C}/3$ MPa, 200 μm pour $800^\circ\text{C}/5$ MPa et 450 μm pour $1000^\circ\text{C}/5$ MPa. Les contraintes résiduelles en compression sont plus élevées pour les dépôts fins, cette évolution est attribuée à l'effet de grenailage et à la déformation plastique plus importante de ces dépôts. Les projections d'IN718 dans l'article de Fiebig et al. (Fiebig *et al.*, 2020) et d'IN738 dans celui de Padmini et al. (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021) conduisent à des niveaux de contraintes en compression plus élevés pouvant aller de -200 à -400 MPa en fonction des conditions de projections mais aussi des méthodes d'analyse (courbure, trou incrémental, diffraction des rayons X). Singh et al. (Singh *et al.*, 2018) relèvent une diminution des contraintes résiduelles moyennes dans des dépôts d'IN718 lorsque l'épaisseur de dépôt augmente, tandis que la dureté et le module d'Young augmentent. Cette évolution serait due à une relaxation des contraintes ou à une recristallisation au cours de la projection. La Figure I-48 rassemble les résultats des analyses de contraintes en profondeur des dépôts de différents travaux sur des dépôts CS base Ni (IN718 et IN738), afin de comparer le niveau de ces contraintes et leurs évolutions. La figure de gauche correspond aux contraintes évaluées par la méthode du trou incrémental dans un dépôt d'IN738 sur substrat texturé par laser d'IN738 (Kalfhaus, 2019), et dans deux dépôts d'IN718 sur substrat sablé d'IN718 pour deux épaisseurs différentes (Singh *et al.*, 2018). La figure de droite reprend les contraintes résiduelles en profondeur évaluées par diffraction des rayons X dans des dépôts d'IN718 sur substrat sablés d'IN718 (Vaßen *et al.*, 2020).

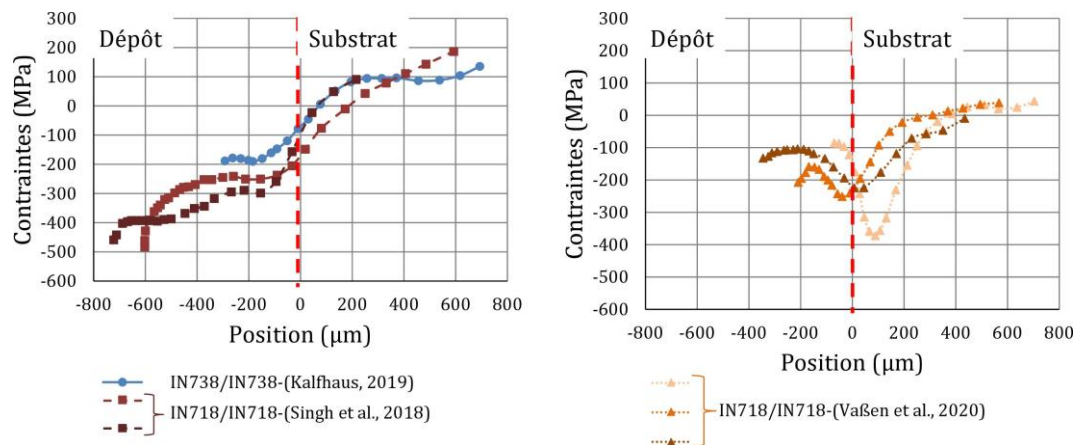


Figure I-48. Evolution des contraintes résiduelles dans la profondeur des dépôts

Les dépôts présentent des contraintes en compression, attestant l'influence majeure de l'effet mécanique de déformation à l'impact et grenailage in situ. L'homogénéité des matériaux de dépôt et de substrat prévient les effets thermiques au refroidissement. Dans la Figure I-48 à gauche, les contraintes sont maximales (en compression) à la surface du dépôt IN718 OU IN738 et diminuent progressivement pour passer en traction dans le substrat IN718 ou IN738. Dans la figure de droite, les contraintes sont maximales proche de l'interface (en compression) et augmentent dans le substrat pour atteindre un niveau nul. Cette valeur importante à l'interface provient de la préparation par sablage du substrat qui induit des contraintes en compression avant même la projection du dépôt CS. Pour Bagherifard et al. (Bagherifard *et al.*, 2018), un dépôt CS d'IN718 sur aluminium présente des contraintes résiduelles, analysées par DRX, plutôt en compression et au maximum -100 MPa sur une profondeur de 160 μm à partir de la surface.

I.3.5.2.3 Microdéformations des dépôts Ni et base Ni

L'analyse des profils de raies de diffraction X dans les dépôts CS permet d'étudier l'écrouissage (work hardening) à travers l'évaluation de la taille des domaines cohérents de diffraction (DCD) et le calcul des microdéformations à cette échelle. Bagherifard et al. (Bagherifard *et al.*, 2018) analysent la largeur des pics à mi-hauteur (FWHM, Full Width Half Maximum) pour observer l'évolution du matériau dans la profondeur du dépôt d'IN718 sur aluminium en fonction de traitements thermiques (cf. § I.3.6.1). Ces analyses en profondeur sont menées conjointement aux contraintes résiduelles par électro-polissage successif du dépôt. Les travaux menés par Mauer et al. (Mauer *et al.*, 2021) portent sur des dépôts NiTi sur substrat acier (AISI 318 LN) d'une épaisseur entre 100 et 170 μm . Ils s'appuient sur la mesure des microdéformations par DRX des rayons X en incidence rasante. Les mesures en incidence rasante, qui caractérise l'extrême surface du matériau, présentent plus de microdéformations que celles du montage DRX conventionnel. Par exemple, pour 5 cycles de dépôts, elles s'élèvent à 0,24 tandis que les microdéformations conventionnelles sont à 0,15. La chaleur cumulée du procédé favorise la relaxation des couches de dépôt les plus profondes. Dans cet article, les dépôts associés aux conditions de projections présentant les plus hauts rendements de dépôt sont ceux produits avec un plus grand nombre de passe et des vitesses de buse plus importantes. Ces dépôts présentent de plus hauts niveaux de déformation plastique et par conséquent des niveaux plus élevées de microdéformations, avec un niveau de microdéformation à 0,15 pour le dépôt de 100 μm (5 cycles, V_{buse} de 125 mm/s) et 0,35 pour le dépôt de 170 μm (20 cycles, V_{buse} de 500 mm/s). Sun et al. mettent en œuvre un modèle modifié de Williamson-Hall pour extraire la taille des DCD et le niveau des micro-déformations (Sun *et al.*, 2019a). Dans le cas des dépôts CS d'IN718/IN718 brut de projection, la taille des DCD est évaluée à 46 nm, plus faible que celle de la poudre initiale (~ 67 nm). Les dislocations sont considérées comme la principale source de microdéformation. La densité de dislocation est alors évaluée à partir du niveau de micro-déformations à $2,9.10^{14} \text{ m}^{-2}$ dans la poudre initiale et $1,3.10^{15} \text{ m}^{-2}$ dans le dépôt brut de projection.

I.3.5.3 Essais mécaniques et propriétés associées

Parmi les essais mécaniques appliqués, les dépôts CS auto-portés font surtout l'objet d'essais de traction. Pour mettre en œuvre des essais de traction, il faut des dépôts suffisamment épais et cohérents afin de prélever des éprouvettes planes, cylindriques pour évaluer le comportement des dépôts en fonction des conditions de projection (Wong *et al.*, 2013), de l'application de post-traitements thermiques (Bagherifard *et al.*, 2018) et pour permettre de comparer les matériaux issus du CS avec ceux issus d'autres procédés de fabrication additive ou de projection (Azarmi et Sevostianov, 2020 ; Bagherifard *et al.*, 2018). On s'intéresse ici à des dépôts de Ni pur (Decker, Tran et Shen, 2000), à des alliages base nickel comme l'IN718 (Wong *et al.*, 2013 ; Bagherifard *et al.*, 2018 ; Bagherifard *et al.*, 2017 ; Luo *et al.*, 2018), ou l'IN625 (Azarmi et Sevostianov, 2020). Les dépôts CS brut de projection ont un comportement généralement élastique fragile en traction, comme cela est montré dans la Figure I-49 qui rassemble les essais de traction de dépôts IN718, Ni (Bagherifard *et al.*, 2017 ; Decker, Tran et Shen, 2000 ; Luo *et al.*, 2018 ; Wong *et al.*, 2013) et les dépôts d'IN625 de l'article d'Azarmi et Sevostianov qui ont un comportement plus ductile (Azarmi et Sevostianov, 2020). Bagherifard et al. comparent les comportements en traction d'éprouvettes L-PBF et CS et mettent en évidence des déformation à rupture de 10 à 15% pour les échantillons L-PBF contre moins de 1 % pour les dépôts CS (Bagherifard *et al.*, 2017).

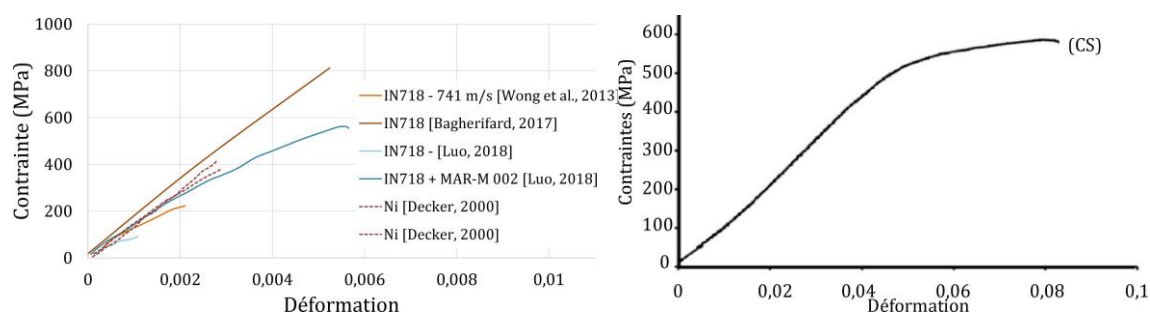


Figure I-49. Courbes de traction de dépôts CS Ni et IN718 (gauche) et IN625 (droite)

Les essais correspondent à un comportement fragile, les surfaces de ruptures présentent une fissuration interparticulaire, que ce soient des dépôts d'IN718 (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Luo *et al.*, 2018 ; Wong *et al.*, 2013) ou de nickel. L'augmentation de la vitesse des particules se traduit par une densification des dépôts et une amélioration des liaisons interparticulaires qui induit une augmentation de la résistance en traction, mais sans gain de ductilité (Wong *et al.*, 2013). Le dépôt d'IN625 semble présenter un comportement différent des dépôts d'IN718 et de Ni, avec une plus grande ductilité et déformation à la rupture. En comparaison, les pièces L-PBF sont bien plus ductiles que les dépôts CS dans le cas d'éprouvettes d'IN718 (Bagherifard *et al.*, 2017). La comparaison du comportement de dépôt plasma, arc-fil et CS d'IN 625 indique un module d'Young plus élevé, mais aussi une plus grande ductilité et résistance à la rupture en traction des dépôts CS par rapport aux autres procédés en raison d'une forte densité de dislocations au niveau des joints de grain et d'une limitation des effets d'oxydation (Azarmi et Sevostianov, 2020). Enfin, d'autres essais mécaniques peuvent remplacer ou compléter les essais de traction pour mieux correspondre aux sollicitations réelles d'une pièce, tel que des essais de fatigue sur dépôt CS de diamalloy 1005 (Cavaliere *et al.*, 2017), de flexion 3 points de dépôts d'IN718 (Levasseur, Yue et Brochu, 2012), mais aussi l'essai de traction TCT (Tubular Coating Tensile) qui consiste à projeter un revêtement à la liaison entre deux cylindres pour évaluer « la résistance à la traction du revêtement parallèlement aux couches projetées pour identifier les différences de qualité de la liaison entre particules pouvant être causées par des défauts tels que le délaminage interne au niveau des fissures ou des oxydes entre les particules projetées et étalées. » (AFNOR, 2020). Des modules d'Young et des constantes d'élasticité, ici sur des dépôts de Ni peuvent être mesurées par ultrasons (Decker, Tran et Shen, 2000 ; Seiner *et al.*, 2016).

D'autres propriétés plus fonctionnelles font l'objet de travaux. Tout d'abord, le comportement des dépôts CS en environnements corrosifs ou oxydants, notamment à haute température fait l'objet de nombreux articles sur des alliages dont la plupart sur des NiCoCrAlY et CoNiCrAlY pour leurs usages en tant que barrières thermiques, mais aussi pour du Ni avec addition de Cu, Cr, et céramiques et de l'IN738LC (Bala, Singh et Prakash, 2009 ; Bonadei et Marrocco, 2014 ; Chen *et al.*, 2011 ; Koivuluoto et Vuoristo, 2010 ; Lee et Ogawa, 2014 ; Ogawa et Seo, 2011 ; Richer *et al.*, 2010). Selon les usages du matériau, on s'intéresse au comportement en usure et frottement (Alidokht *et al.*, 2016 ; Biagi *et al.*, 2021 ; Cavaliere *et al.*, 2021) pour des dépôts Ni et Ni-WC, IN718-Ni et IN625, face à des phénomènes d'érosion par cavitation (Kazasidis *et al.*, 2020 ; Mauer *et al.*, 2021) pour des dépôts Ni-IN718 et IN718, d'érosion à haute température (Padmini, Bhosale et Niranjan, 2021) sur des dépôts d'IN738.

I.3.6 Influence de post-traitements sur dépôts CS Ni et base Ni

L'état brut de projection des dépôts CS nécessite pour certaines applications l'utilisation de post-traitements afin de modifier l'état de surface, stabiliser la microstructure et améliorer les propriétés mécaniques. Ces post-traitements sont aussi source d'informations pour le comportement spécifique des matériaux CS face à des sollicitations thermomécaniques. Cette partie est centrée sur l'effet des traitements thermiques au four et de la fusion laser. D'autres post-traitements peuvent être utilisés, comme le procédé de malaxage par friction FSP (Friction-Stir Processing), les traitements de grenaillage ou les procédés de laminage ou de compression isostatique à chaud CIC (Sun *et al.*, 2020). Dans le cas des dépôts nickel et base nickel, on choisit de distinguer les résultats de traitements à des températures en-dessous de 700°C et les traitements ou exposition à plus hautes températures

I.3.6.1 Post-traitements thermiques basse température (<700°C)

Des traitements thermiques à 600°C pendant 1h et 2h sont conduits sur des dépôts CS de Ni pur (Decker, Tran et Shen, 2000 ; Koivuluoto et Vuoristo, 2010). Ces traitements thermiques provoquent une augmentation de la densité des dépôts et une diminution de leur dureté, passant de 233 à 105 Hv_{0,3}. L'adoucissement se traduit aussi par des largeurs des raies de diffraction X qui diminuent avec le traitement thermique, de 0,174° à 0,078°, ce qui atteste d'une diminution des défauts dans le matériau et d'une meilleure définition des joints de grains (Decker, Tran et Shen, 2000). Les dépôts bruts de projection ont un comportement élastique fragile avec un module d'Young E et une limite d'élasticité σ_y respectives autour de 158 GPa et 300 MPa pour le dépôts CS contre 207 GPa et 59 Mpa pour le matériau massif. Après traitement thermique, le module d'Young et la limite d'élasticité diminuent pour atteindre 125 GPa et 231 MPa, tandis que l'allongement à rupture A% dans les essais de traction augmente, passant de 0,018 % à 9,56 %. Les surfaces de fracture post-traitements thermiques présentent des cupules qui attestent du caractère ductile de la rupture, contraire au comportement fragile des éprouvettes brutes de fabrication qui montrent une fissuration inter-particulaire (Decker, Tran et Shen, 2000 ; Koivuluoto et Vuoristo, 2010). Des dépôts Ni, NiCu, NiCr ou en présence de particules de céramiques montrent également une densité et une ductilité accrues par traitement thermique, par des mesures de potentiel électro-chimique et l'observation des surfaces de fracture (Koivuluoto et Vuoristo, 2010). Divinski et al. étudient du Ni fortement déformé par ECAP (*equal-channel angular pressing*), soumis à des traitements thermiques pour étudier les phénomènes de diffusion, restauration et recristallisation dans ces matériaux. Au-delà de 127°C (400K), ils observent une annihilation des lacunes dans le matériau et une diffusion qui permettent la restauration du Ni.

La Figure I-50 et la Figure I-51 illustrent les microduretés, taux de porosité et contraintes résiduelles dans le dépôt et le substrat (pour les contraintes) en fonction du traitement thermique (Kim *et al.*, 2020). Des dépôts CS d'IN718 sur un substrat Al7075-T651 traités en dessous de 100°C conduisent à une légère diminution de la dureté, de la porosité (Figure I-50) et des contraintes résiduelles (Figure I-51). Des traitements thermiques entre 230°C et 400°C présentent en revanche un effet différent. Les microduretés sont mesurées avec une charge de 100g, les taux de porosités sont obtenus par analyse d'image et les contraintes résiduelles par diffraction des neutrons.

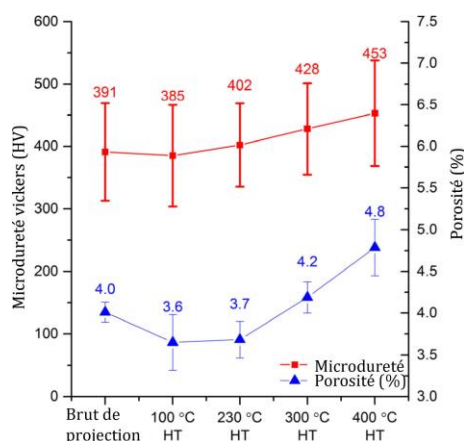


Figure I-50. Microdureté et taux de porosité de dépôts CS IN718 sur substrat Al7075-T651 : influence de traitements thermiques entre 100 et 400°C (Kim *et al.*, 2020)

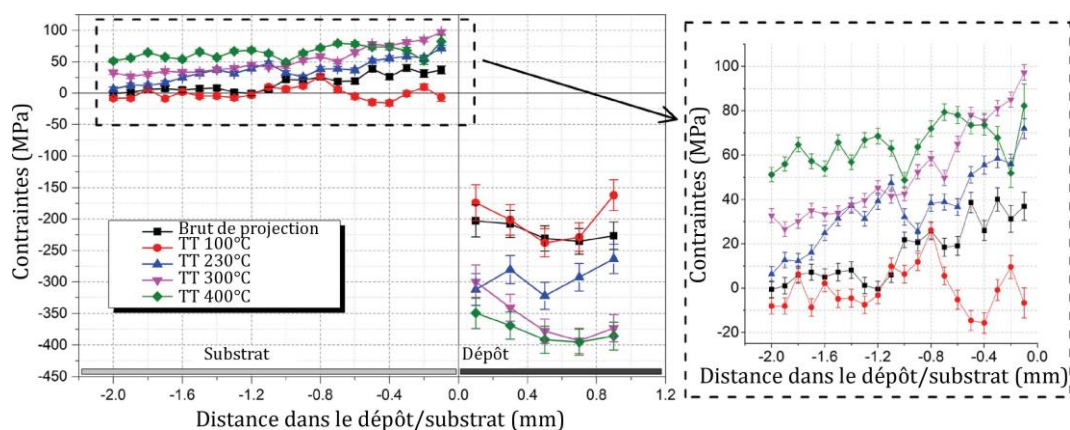


Figure I-51. Profil des contraintes résiduelles de dépôts CS IN718 sur substrat Al7075-T651 : influence de traitements thermiques entre 100 et 400°C (Kim *et al.*, 2020)

Au-delà de 230°C de traitement thermique, la dureté dans les dépôts, le taux de porosité, les contraintes résiduelles en traction dans le substrat et en compression dans le dépôt augmentent avec la température du traitement thermique. L'augmentation des contraintes résiduelles en compression induit une augmentation des microdéformations et de l'écrouissage, ce qui entraîne d'après Kim *et al.*, l'augmentation de la microdureté. En parallèle, des phénomènes de fissuration dans les dépôts conduisent à une augmentation du taux de porosité. L'augmentation des contraintes résiduelles naît de deux phénomènes : un changement de la microstructure du substrat (Al7075-T651) avec une dissolution des précipités et une diminution de la tenue et de la dureté du substrat ; la différence des coefficients de dilatation thermique entre le substrat et le dépôt, avec des coefficients de dilatation thermique respectivement de 23.10^{-6} et 13.10^{-6} pour l'Al7075-T651 et pour l'IN718. Cet exemple met en exergue le choix du substrat pour interpréter l'évolution des propriétés dans les dépôts.

L'article de Vaßen *et al.* étudie l'impact d'un traitement thermique de 500°C pendant 1h sur un dépôt CS d'IN718 sur un substrat d'IN718 (Vaßen *et al.*, 2020). Ce traitement conduit à une disparition diminution des contraintes résiduelles en compression dans le dépôt, mesurées par DRX, qui évoluent de 120 à 200 MPa pour atteindre une valeur proche de 0. Les contraintes en compression à la surface du substrat sont conservées, elles sont évaluées entre 230 et 370 MPa en compression et proviennent notamment du sablage du substrat avant projection. Des observations au MET montrent un grossissement des grains dans le dépôt, tandis que dans le

substrat, la présence de précipités Ni_3Nb a empêché l'évolution de la microstructure. Enfin, la relaxation des contraintes résiduelles favorise l'adhérence du dépôt.

Des traitements entre 350°C et 800°C pendant une durée entre 2h et 100h afin d'étudier la stabilité thermique de dépôts NiCr et IN625 (Srinivasan *et al.*, 2016). Leurs microstructures sont constituées de deux zones : 1) gros grains (1 μm) présentant de fortes densités de dislocations et 2) bandes de cisaillement présentant des macles. L'application des traitements thermiques permet la recristallisation de la microstructure et la formation de nano grains, entraînant l'augmentation de la dureté jusqu'à la température de traitement de 450°C pour le NiCr et 650°C pour l'IN625. Au-delà de ces températures, les grains grossissent et la dureté diminue. Les contraintes résiduelles dans les dépôts, mesurées par DRX, sont en compression et elles sont plus importantes pour les dépôts NiCr (600-800 MPa), que pour les dépôts d'IN625 (200-500 MPa). L'application du traitement à 350°C diminue ces contraintes mais il faut un traitement à plus haute température (650°C) pour les relaxer complètement.

I.3.6.2 Post-traitements thermiques à haute température (>800°C)

La température de frittage d'un matériau pulvérulent peut-être estimée à deux-tiers de sa température de fusion, ce qui équivaut à 800-900°C pour les alliages base nickel et au-delà de 1000°C pour le Ni. Le Tableau I-10 expose différents traitements thermiques explorés dans la littérature.

Tableau I-10. Bilan des traitements thermiques >800°C sur différents dépôts CS base Ni

Matériau dépôt	Matériau substrat	TT	Réf.
IN718	IN718	Four : 900°C/10'/Ar Induction : 900°C/10'/Ar	(Sun <i>et al.</i> , 2019a)
	Al	950°C/2h/Ar+H2 1010°C/2h/Ar+H2 1060°C/2h/Ar+H2 1250°C/1h/Ar+H2	(Wong <i>et al.</i> , 2013)
	IN718	1050°C/30'/vide	(Sun <i>et al.</i> , 2019b)
	Al	1050°C/Ar/3h 1200°C/Ar/1h	(Bagherifard <i>et al.</i> , 2017 ; Bagherifard <i>et al.</i> , 2018)
	Acier bas carbone	1200°C, 1225°C, 1250°C/10', 60', 180'/vide	(Levasseur, Yue <i>et al.</i> , 2012)
	316	1200°C/6h/vide	(Luo <i>et al.</i> , 2018)
NiCoCrAlY + Re	Base Ni(14%Cr 9,5%Co 5%Ti 4%Mo 4%W 3%Al 0,17%C)	1080°C/1h/vide 870°C/12h/vide	+ Bonadei and Marrocco, 2014]
IN738LC	IN738LC	843°C/24h/air 1121°C/2h/air	+ (Ogawa <i>et al.</i> , 2011)

Les traitements à hautes températures permettent une modification importante des microstructures des dépôts avec généralement un gain en homogénéité microstructurale, une amélioration des liaisons interparticulaires, une diminution du taux de porosité et un gain de ductilité (Bagherifard *et al.*, 2017 ; Bagherifard *et al.*, 2018 ; Bonadei *et al.*, 2014 ; Levasseur, Yue *et al.*, 2012 ; Luo *et al.*, 2018 ; Sun *et al.*, 2020 ; Sun *et al.*, 2019a ; Sun *et al.*, 2019b ; Wong *et al.*, 2013). Pour les mélanges de poudres IN718 et MAR-M 002 de l'article de Sun *et al.* (Sun *et al.*, 2019b), l'application du traitement thermique à 1050°C pendant 30' permet d'améliorer la liaison entre les particules des deux constituants, présentés ici par des mesures de la diffusion des éléments par EDS (spectroscopie à dispersion d'énergie).

A l'échelle microscopique, le traitement thermique permet l'apparition de phénomènes de restauration des dislocations, de recristallisation et de grossissement des grains dans les dépôts qui génèrent une diminution de la dureté (Bagherifard *et al.*, 2017 ; Bagherifard *et al.*, 2018 ; Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Luo *et al.*, 2018). L'article de Levasseur et al. (Levasseur, Yue et Brochu, 2012) mesure les niveaux de dureté avec deux charges différentes, 25g et 500g. Pour les dépôts bruts de projection, la différence entre les deux valeurs de dureté était de 93 Hv avec $516 \pm 22 \text{ Hv}_{0,025}$ et $423 \pm 26 \text{ Hv}_{0,5}$. La mesure de dureté avec une faible charge correspond à la dureté à l'échelle d'une particule, elle est plus élevée que la mesure à forte charge qui contient l'information de la tenue entre deux particules. L'application d'un traitement thermique à 1225°C pendant au moins 60' conduit à la diminution globale de la dureté, mais aussi à la disparition de cet écart, attestant à la fois d'un effet de recristallisation, de grossissement des grains et d'amélioration des liaisons interparticulaires.

L'analyse des matériaux par DRX permet d'aborder l'effet des traitements thermiques sur les microcontraintes et les tailles des DCD. L'article de Bagherifard et al. (Bagherifard *et al.*, 2018) mesure les largeurs des pics de diffraction des dépôts CS d'IN718. La forte déformation plastique du matériau dans les dépôts CS induit des niveaux élevés de microcontraintes et des domaines cohérents de diffraction très petits. L'application de traitements thermiques au-delà de 1000°C permet de diminuer cette largeur de pic autour de 1-1,5°, contre 2-2,5° pour le dépôt brut de projection. Cette évolution est associée à une diminution de la dureté, de 530 HV à environ 400 HV. L'article de Sun et al. (Sun *et al.*, 2019a) applique deux traitements de 900°C pendant 10 min, l'un par four et l'autre par induction à des dépôts CS d'IN718. A partir des diffractogrammes DRX et d'un modèle modifié de Williamson-Hall, ils évaluent la taille des DCD et les microdéformations. A l'état brut de fabrication, la taille des DCD est fine, autour de 46 nm (~ 67 nm pour les poudres initiales) et le taux de dislocation, calculé à partir des microdéformations est évalué à $1,3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ($2,9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ pour les poudres). Après traitement au four, ce taux de dislocation diminue et atteint $3,7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, tandis que la taille des DCD augmente pour atteindre ~ 113 nm. Après un traitement par induction, l'effet est encore plus marqué avec un taux de dislocation de $4,1 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ et des tailles de DCD autour de ~ 157 nm. Il semblerait que l'application d'un traitement thermique par induction soit plus efficace pour faire évoluer la microstructure et réduire les microcontraintes dans les dépôts. Des observations au MET ont permis de confirmer et d'approfondir cette analyse. La microstructure est constituée de phase γ , aucun précipité γ' , γ'' ou δ n'est visible. L'application de traitements thermiques peut conduire dans certains cas à la formation de phase γ' ou γ'' . Ainsi, l'article d'Ogawa et Seo (Ogawa et Seo, 2011) atteste de la formation de phase γ' avec l'application d'un traitement thermique à 1121°C/2h suivi d'un traitement à 843°C pendant 24h.

Des essais mécaniques comparatifs entre les dépôts bruts de fabrication et les dépôts traités thermiquement sont mis en œuvre dans la littérature pour comprendre l'impact de la microstructure sur les propriétés mécaniques des dépôts d'IN718 (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Luo *et al.*, 2018 ; Sun *et al.*, 2019a) ou de mélange d'IN718 et de MAR-M 002 (Sun *et al.*, 2019b), avec des essais de traction (Bagherifard *et al.*, 2018 ; Luo *et al.*, 2018 ; Sun *et al.*, 2019b), des essais en fatigue (Bagherifard *et al.*, 2018) et de la flexion 3-points (Levasseur, Yue et Brochu, 2012 ; Sun *et al.*, 2019a). La diminution du taux de porosité, l'amélioration des liaisons interparticulaires, les phénomènes de restauration et de recristallisation conduisent à une augmentation de la ductilité du matériau. Les surfaces de fractures post-projection étaient caractérisées par des ruptures interparticulaires, tandis que les surfaces de fractures sur les dépôts traités présentent en partie des ruptures interparticulaires

mais aussi des cupules caractéristiques d'une rupture ductile du matériau. Le gain de ductilité est dépendant des paramètres du traitement thermique, le mode de chauffage par induction conduit à une meilleure contrainte à rupture que le traitement au four (Sun *et al.*, 2019a). Enfin, une action sur le matériau initial, par exemple via un grenaillage in situ, conduit à des propriétés différentes une fois les dépôts traités. Dans l'article de Luo *et al.* (Luo *et al.*, 2018), le gain de ductilité après traitement thermique est plus important pour les dépôts produits avec un grenaillage in-situ.

Les traitements thermiques des dépôts CS améliorent les liaisons interparticulaires, peuvent diminuer le taux de porosité, sont la source des phénomènes de restauration, de recristallisation, de coalescence des grains. L'article de Brassart *et al.* (Brassart *et al.*, 2021) porte sur l'application de traitements thermiques à des dépôts CS d'acier 316L, pour des températures évoluant entre 650°C et 1060°C pendant des durées entre 1 seconde et 24h. Cette étude montre l'intérêt d'une utilisation conjointe de différentes méthodes de caractérisation des dépôts CS : MEB, EBSD, EDS et analyses DRX pour une étude systématique des traitements thermiques et la recherche de compromis entre le grossissement des grains, la coalescence des porosités et la relaxation des dépôts CS.

I.3.6.3 Traitement par fusion laser

La fusion d'un dépôt entier (avec dilution) ou de couches superficielles du dépôt est une méthode permettant d'améliorer la densité et la cohésion du matériau dans la zone fondue et éventuellement à l'interface. Cela entraîne une modification de la microstructure et impacte aussi les propriétés mécaniques ou fonctionnelles du système revêtu. La fusion complète par faisceau d'électrons (EBM) d'un dépôt intermétallique riche en cobalt (CoNiCrAlY) sur un substrat en IN718 permet de réaliser un gradient de composition chimique, de microstructure et de propriétés à l'interface, qui rend le système moins sensible à l'oxydation de l'interface substrat/dépôt et limite son délaminage (Krajnakova *et al.*, 2018). Une implémentation d'un traitement par laser concerne des dépôts CS d'IN690 sur substrat d'IN600, avec une fusion partielle de l'interface substrat/dépôt, pour améliorer la résistance à la corrosion sous contrainte de réacteurs nucléaires (Stutzman *et al.*, 2020). Les dimensions de la zone d'IN690 fondue dépendent des paramètres du laser, de l'augmentation de la puissance ou la diminution de la vitesse du traitement impliquent une augmentation de la profondeur et de la surface fondue comme cela est montré sur la Figure I-52.

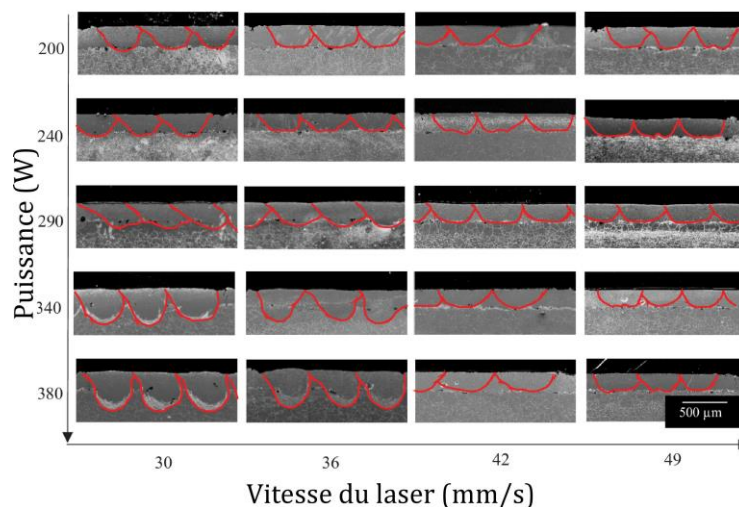


Figure I-52. Fusion laser de dépôts CS d'IN690 (Stutzman *et al.*, 2020)

Les auteurs stipulent que la préparation du substrat par sablage avant CS entraîne la présence de particules d'alumine à l'interface qui diminuent la diffusion thermique au moment du traitement laser, ce qui augmente la taille de la zone fondue. La fusion complète du dépôt renforce l'interface avec le substrat et diminue dans ce cas le risque de fissuration interfaciale. Les tests en corrosion sous contrainte pointent l'intérêt de ces post traitements pour diminuer la corrosion des dépôts CS (Stutzman *et al.*, 2020). La fusion d'un dépôt d'IN625 sur substrat d'acier AISI304 montre que la zone fondue présente une porosité et une dureté réduite par rapport au dépôt initial (Sun *et al.*, 2020 ; Poza *et al.*, 2014). Pour les conditions énergétiques les plus importantes, la refusion du substrat entraîne la diffusion du fer dans le dépôt, ce qui limite la diminution de la dureté.

La comparaison des microstructures et des propriétés mécaniques de matériaux CS et L-PBF d'IN718 fait l'objet d'articles de Bagherifard *et al.* qui cherchent à employer le procédé CS comme procédé de fabrication additive (Bagherifard *et al.*, 2017 ; Bagherifard *et al.*, 2018). Dans ce cadre, il n'y a pas véritablement de chaînage des procédés. Quelques articles portent sur la fabrication d'un dépôt CS de Ni sur un substrat L-PBF de Ti-6Al-4V (Huang *et al.*, 2018), de dépôts CS d'Al ou Al + Al₂O₃ sur substrat L-PBF de Ti-6Al-4V (Yin *et al.*, 2018), d'un dépôt CS de 316L sur substrat L-PBF 316L (Yin *et al.*, 2019). L'objectif est d'utiliser le procédé L-PBF pour construire le cœur de la pièce, le procédé CS constituant par la suite un revêtement (Huang *et al.*, 2018), ou alors le volume de la pièce (Yin *et al.*, 2018 ; Yin *et al.*, 2019). Le chaînage L-PBF puis CS présente l'intérêt de combiner deux matériaux non soudables entre eux, par exemple le revêtement d'une pièce en Ti6Al4V par une revêtement aluminium (Yin *et al.*, 2018) ou en Ni (Huang *et al.*, 2018). De plus, il permet de profiter des avantages des deux procédés : constitution de pièces complexes avec des réseaux internes ou des formes précises par L-PBF, revêtement rapide et formation d'un dépôt dense et résistant par CS. Le chaînage des procédés CS puis L-PBF, au cœur de ce travail de thèse, constitue un sujet d'étude original avec peu d'éléments de comparaison dans la littérature.

Chapitre II. Matériaux, Procédés et Caractérisations

II.1 Matériaux

II.1.1 Substrat

Pour étudier les dépôt d'IN738LC et de Ni, deux types de substrat ont été sélectionnés : en acier inoxydable AISI 304 et alliage d'aluminium 2017A. Ils se présentent sous la forme d'une tôle laminée d'une épaisseur de 3 mm. Leur découpe est faite au massicot pour obtenir des échantillons d'une dimension de 30 mm × 30 mm. Des plateaux de fabrication plus épais, en AISI304, d'une épaisseur d'un centimètre et d'un diamètre de 99 mm sont aussi mis en œuvre.

II.1.1.1 Composition

Les compositions chimiques des substrats en acier AISI304 (nom français X5CrNi18-10) et en alliage d'aluminium 2017A sont fournies dans le Tableau II-1. Aucune mesure spécifique aux substrats et plateaux utilisés n'a été nécessaire.

Tableau II-1. Composition chimique des substrats Inox AISI 304 et 2017A

AISI 304 (AFNOR, 2014)		2017A (AFNOR, 2019)	
Eléments	Proportion (%mas.)	Eléments	Proportion (%mas.)
Fe	Reste	Al	Reste
Cr	17,5-19,5	Cu	3,5-4,5
Ni	8,0-10,5	Fe	0,7
Mn	2,00	Mn	0,40-1,0
Si	1,00	Mg	0,40-1,0
P	0,045	Zn	0,25
N	0,10	Si	0,20-0,8
C	0,07	Cr	0,10
S	0,015 ⁵	Remarques	0,25 Zr + Ti
		Autres	Chaque 0,05
			Total 0,15

II.1.1.2 Préparation

Afin de préparer les substrats à la projection CS, on procède à un sablage mécanique au corindon. Pour obtenir un sablage homogène, le corindon est projeté sur la surface de l'échantillon avec un angle de 45° pour limiter l'implantation des grains d'alumine. Une distance constante d'environ 5 cm est maintenue et le balayage de l'échantillon est appliqué dans les quatre sens (Figure II-1) avec une pression de 4 bar.

⁵ « Pour les barres, le fil machine, les profils, les produits transformés à froid et les demi-produits concernés, une teneur maximale en soufre de 0,030 % s'applique. Des plages particulières de teneur en soufre peuvent fournir une amélioration de propriétés particulières. Pour l'usinage, une teneur en soufre contrôlée comprise entre 0,015 % et 0,030 % est recommandée et autorisée. Pour le soudage, une teneur en soufre contrôlée comprise entre 0,008 % et 0,030 % est recommandée et autorisée. Pour le polissage, une teneur en soufre contrôlée de 0,015 % max. est recommandée. »

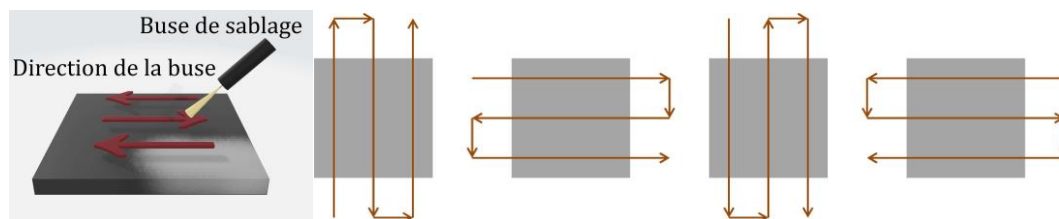


Figure II-1. Représentation schématique du sablage

La rugosité des échantillons est ensuite mesurée avec le profilomètre Altisurf 500 (Altimet, France). Cette méthode de contrôle a été mise en place pour les échantillons HP, MP (2^{ème} campagne), MP-Ni. Les échantillons MP (1^{ère} campagne) et MP-He ont été contrôlés à posteriori sur les zones en périphéries du dépôt. Ils présentent généralement des rugosités plus faibles. Les échantillons des conditions MP-Ni, MP (2^{ème} campagne) de la gamme 700 et HP (gamme 700) sont sablés avec du corindon 300 μm qui permet d'assurer une rugosité selon le critère : $R_{a_{\text{AISI304}}} > 4 \mu\text{m}$ et $R_{a_{2017A}} > 5 \mu\text{m}$. Les échantillons en conditions MP (2^{ème} campagne) des gammes 200 et 300, les plateaux HP (gamme 200 et 300) sont sablés avec du corindon 700 μm afin d'assurer une rugosité plus importante des substrats. Le critère est alors défini : $R_{a_{\text{AISI304}}} > 6 \mu\text{m}$, $R_{a_{2017A}} > 9 \mu\text{m}$.

II.1.1.3 Propriétés mécaniques des substrats

Des mesures de macrodureté sont effectuées sur les substrats avec l'installation Dia Testor 2Rc (Wolpert, USA). La masse utilisée est de 20 kg et la pointe est une pointe vickers. 5 mesures sont prises pour chaque type de substrat. Des mesures avec le microduromètre automatique HZ-50-4 (PRESI, France). Les résultats de microdureté sont issus de 15 mesures avec une charge de 25 g. Le Tableau II-2 rassemble les propriétés mécaniques des substrats AISI304 et 2017A.

Tableau II-2. Propriétés mécaniques des substrats AISI304 et 2017A (MatWeb, 2021a ; MatWeb, 2021b ; AFNOR, 2014)

	<i>AISI 304</i>	<i>2017A</i>
<i>Température de fusion (°C)</i>	1400 – 1455°C	513 – 640.6°C
<i>Dureté (Hv₂₀)</i>	174 ± 4	131 ± 3
<i>Dureté (Hv_{0,025})</i>	220 ± 21	113 ± 6
<i>Module d'Young (GPa)</i>	200 (à 20°C)	72,4
<i>Conductivité thermique ($\frac{W}{m.K}$)</i>	15	134
<i>Coefficient de dilatation ($10^{-6} \times K^{-1}$)</i>	16,0 (entre 20 et 100°C)	25,4 (entre 20 et 300°C)

II.1.2 Poudres

Les poudres employées dans cette thèse sont produites par atomisation au gaz inerte par Praxair Surface Technologies (Indianapolis, USA). La granulométrie a été mesurée au centre des matériaux avec une mesure laser par voie sèche avec un équipement Mastersizer 3000 de Malvern. Les résultats de granulométries sont fournis dans le Chapitre III.

II.1.2.1 Composition chimique

La composition chimique des poudres a été fournie par Praxair Surface Technologies. Les valeurs pour la poudre d'IN738LC et pour la poudre de Ni sont indiquées respectivement dans le Tableau II-3 et le Tableau II-4. Elles correspondent à l'état des poudres au moment de l'envoi. Les poudres sont stockées sous air.

Tableau II-3. Composition chimique de la poudre d'IN738LC, lot Ni-284-10 (Praxair surface technologies (Indianapolis, USA)) (norme ASTM B215)

%mas.	Ni	Cr	Co	Ti	Al	W	Ta	Mo	Nb	C	Fe
Min	Balance	15,7	8,00	3,20	3,20	2,40	1,50	1,50	0,60	0,09	
Max		16,3	9,00	3,70	3,70	2,80	2,00	2,00	1,10	0,13	0,50
Ni-284-10		16,1	8,91	3,43	3,41	2,62	1,77	1,75	0,85	0,10	0,08
%mas.	Zr	O	N	B	S	Cu	Mn	Si	P	Autre	
Min	0,03			0,007							
Max	0,08	0,030	0,025	0,012	0,015	0,10	0,20	0,30	0,010	0,50	
Ni-284-10	0,06	0,012	0,011	0,008	0,001	0,00	0,00	<0,05	<0,005	<0,10	

Tableau II-4. Composition chimique de la poudre de Ni, lot Ni-914-3 (Praxair surface technologies (Indianapolis, USA)) (norme ASTM B215)

%mas.	Ni	Si	O	Co	C	Fe	Cu
Min	99,00						
Max		0,35	Report	0,20	0,05	0,30	0,1
Ni-914-3	Balance	0,22	0,011	0,01	0,01	0,00	0,0
%mas.	B	P	S	N	Autres (par élément)		Total autres
Min							
Max	0,05	0,04	0,04	Report	0,05	0,10	
Ni-914-3	0,00	0,00	0,00	<0,002	<0,05	<0,10	

II.1.2.2 Compacité

Les mesures de compacité permettent d'évaluer la capacité de la poudre à produire un lit de poudre stable et compact. Les densités de l'IN738LC et du Ni sont respectivement de 8,11 g/cm³ et 8,90 g/cm³ à l'état massif (Nickel Institute, 2020 ; Lide *et al.*, 2009). En comparant la densité d'un volume de poudre avec celle du matériau massif, il est possible de connaître la proportion occupée par le volume inter-particulaire. La densité versée est le rapport entre la masse et le volume occupés dans une éprouvette calibrée. La densité tapée est mesurée après 500 et 1000 coups appliqués dans un dispositif dédié (Densitap, Granuloshop, France). La compacité est le rapport entre la densité mesurée et la densité du matériau massif. Les valeurs sont consignées dans le Tableau II-5.

Tableau II-5. Densités apparentes et compacité des poudres d'IN738LC et de Ni

	IN738LC			Ni		
	Versée	500 cps	1000 cps	Versée	500 cps	1000 cps
Densité (g.cm ⁻³)	4,26	4,65	4,76	4,17	4,65	4,65
Compacité	52 %	57 %	59 %	47 %	52 %	52 %

Les compacités mesurées ici correspondent à un lit de poudre suffisamment dense pour être utilisé dans le cadre du procédé L-PBF.

II.2 Procédés

Deux procédés sont utilisés au cours de cette thèse, le CS, décrit dans une première sous-partie, avec une installation moyenne pression présente au centre des matériaux et une installation haute pression en dehors du laboratoire, et le procédé L-PBF dans la seconde sous-partie, avec une installation du centre des matériaux.

II.2.1 Procédé CS

II.2.1.1 Installation moyenne pression (MP)

Les projections moyenne pression sont effectuées sur une installation CGT KINETIC® 3000-M (Oerlicon Metco, Suisse) qui permet d'atteindre des pressions de 3,0 MPa (2,5 MPa sous hélium) et de 600°C (500°C sous hélium). On choisit la température et la pression en entrée de buse. Les poudres de Ni et d'IN738LC sont classifiées comme cancérigène potentiel (CARCINOGENICITY - Category 2), les projections sont effectuées dans la cabine CAPS (Controlled Atmosphere Plasma Spraying) du CDM. Cette chambre de projection fermée permet d'éviter la présence de Ni dans l'atmosphère respirée par les utilisateurs. La chambre est nettoyée intégralement après chaque campagne de projection pour des questions de sécurité, ainsi que pour limiter la contamination entre échantillons. Un système d'aspiration et de filtration de l'air permet d'évacuer la poudre dispersée dans l'atmosphère de la cabine de projection. La chambre de projection et la buse sont visibles dans la Figure II-2.

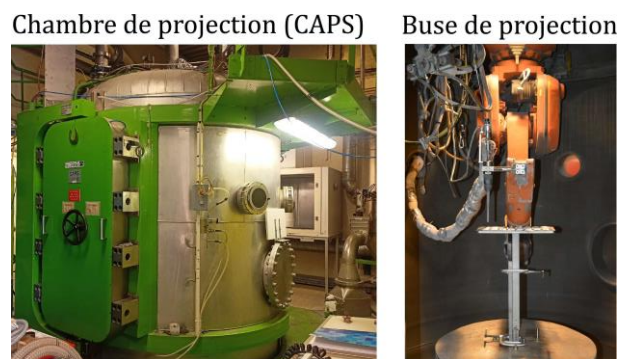


Figure II-2. Chambre de projection CAPS et buse de projection CS

Le distributeur de poudre utilisé est un PF 4000 confort dont on peut choisir la vitesse de rotation. Elle est fixée à 2 tours par minutes, ce qui conduit à un débit massique de 30 g/min. La détermination du débit massique est faite en l'absence de pression et de température. Les mesures de débit massique de poudre sont régulières au cours de la campagne de projection.

La buse de projection est mise en mouvement par l'intermédiaire d'un robot 6 axes ABB-IRB-2000 commandé numériquement par un langage de type S2. Les programmes de déplacements de la buse prévoient un espace entre le démarrage du mouvement et l'échantillon pour laisser un temps d'accélération et avoir une vitesse constante au dessus des dépôts. On peut appliquer des projections traits ou surfacage (cf. Figure II-3). On doit alors définir la vitesse de la buse, le pas de recouvrement et le nombre de passe.

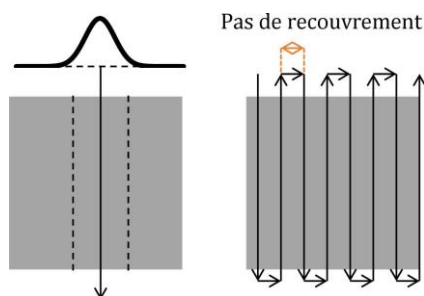


Figure II-3. Cinématique de projection CS

Les buses utilisées en CS moyenne pression sont les buses 24TC (Oerlicon Metco, Suisse). Elles sont composées de carbures de tungstène (cf. dimensions dans le Tableau III-2, conditions MP).

II.2.1.2 Installation CS haute pression

L'installation CS haute pression est installée au centre de recherche IEK-1 (Jülich, Allemagne). C'est un équipement haute pression Impact Innovations 5/11® (Impact Innovation GmbH, Allemagne) qui permet d'atteindre des températures de 1100°C et des pressions de 50 bars. Une préchambre en amont de la buse pour la projection des particules est installée. Elle a une longueur de 170 mm afin de mettre en contact la poudre avec le gaz à haute température et permettre aux particules d'atteindre une température plus importante. La buse de projection SiC-OUT2 est utilisée, avec un système de refroidissement à l'eau. Ses dimensions sont fournies dans le Tableau III-2 (conditions HP).

II.2.2 Procédé L-PBF

L'installation L-PBF utilisée pour cette thèse est une Concept Laser M2 dual laser (Concept Laser GmbH, Allemagne), disponible au centre des matériaux (cf. Figure II-4). Elle possède deux lasers Yb : YAG ($\lambda = 1070 \text{ nm}$) dont la puissance maximale est de 400 W (pour les deux laser), ce qui permet de fabriquer plusieurs pièces en parallèle dans notre cas. L'utilisation des deux lasers coaxiaux peut permettre d'agir sur les problèmes de fissuration à chaud par la diminution des gradients de température au cours de la fabrication d'une pièce L-PBF. Le diamètre du spot laser est de 100 μm , sa vitesse de balayage est fixée entre 200 et 800 mm/s.



Figure II-4. Installation L-PBF Concept Laser M2 dual laser

Pour la fabrication de pièces et de draps sans apport de matière, les pièces sont positionnées dans la chambre de fabrication, leur hauteur est fixée afin d'ajuster la focalisation des lasers. On procède à l'inertage de la chambre à l'argon (afin d'éviter l'oxydation au cours de la fabrication). Pour la fabrication avec apport de matière, la hauteur des lits de poudre est ajustée par un racleur rigide. La poudre qui n'est pas utilisée peut être recyclée.

II.3 Caractérisations

II.3.1 Caractérisations microstructurales

La caractérisation microstructurale des poudres, des dépôts CS et des dépôts CS soumis à la fusion laser L-PBF avec ou sans apport de matière nécessite la préparation d'échantillons enrobés, leur polissage et la définition d'attaques chimiques permettant de caractériser les microstructures et de distinguer les zones fondues. Ces échantillons ont été observés par des équipements de microscopie optique, de microscopie électronique à balayage et de microsonde de Castaing.

II.3.1.1 Préparation des échantillons

II.3.1.1.1 Poudre

Les poudres d'IN738LC et de Ni sont observées en poudre libre au MEB afin de caractériser leurs morphologies. Elles sont dans ce cas déposées sur un scotch carbone avant introduction dans le MEB.

Pour les observations en coupe de la poudre et les mesures de dureté, un échantillon d'aluminium est usiné pour disposer d'un espace creux peu profond. Dans cette cavité est versé un mélange de poudre et de résine non conductrice à froid EpoFix (Struers), résine époxy à polymérisation lente (8 h à 12 h à température ambiante (22°C)). Cette technique permet de limiter la quantité de poudre versée et de maximiser les contacts entre particules afin de limiter les effets de charge au MEB. Les échantillons ainsi formés sont polis avec les papiers SiC (grade 600 à grade 1200) puis sur des draps de polissage diamantés (9 μm , 3 μm et 1 μm), suivi d'un polissage à l'OPS. Cette dernière étape (OPS) n'est pas appliquée quand il s'agit de faire des analyses quantitatives à la microsonde de Castaing ou à l'EDS. L'échantillon est nettoyé au cours du polissage par des bains d'eau savonneuse dans le bac à ultrasons afin d'assurer l'absence de rayures provenant des papiers et draps ou du détachement de particules de poudres. Après polissage et éventuellement une étape d'attaque chimique, l'échantillon est métallisé avec dépôt d'une couche Au+Pd de 2 μm d'épaisseur.

II.3.1.1.2 Dépôts CS et matériaux lasés

Les dépôts CS et les matériaux lasés sans apport de matière sont découpés à la scie à fil diamanté W3242 Escil. Cette méthode de découpe lente préserve la tenue du dépôt et permet de préserver une partie du dépôt pour l'enrobage et une autre partie intacte qui peut être utilisée pour des étapes de laser L-PBF par exemple. Les pièces produites avec apport de matière sur les dépôts CS sont découpées avec le substrat par EDM (Electrical Discharge Machining), découpe fil par électro-érosion au niveau de l'atelier mécanique du Centre des Matériaux. Les échantillons de dépôts ont été enrobés initialement dans de la résine non conductrice pour ne pas risquer de modifier la microstructure. Cependant, cette résine a une dureté très faible, ce qui rendait difficile le polissage des échantillons. Pour l'analyse des échantillons de cordons, on a choisi de tester sur quelques échantillons un enrobage à chaud dans une résine conductrice, cette technique facilite aussi les observations aux MEB et ne nécessite plus l'étape de métallisation avant les observations. Comme cela ne changeait pas de façon visible la microstructure des matériaux ainsi que le niveau de dureté, les échantillons sont par la suite enrobés indistinctement par l'une ou l'autre des méthodes. L'enrobage à chaud est mis en œuvre avec de la résine phénolique conductrice au carbone XPHC (NX-MET, France). L'échantillon entouré de résine est porté à 180°C et 350 bar pendant 5 minutes, puis refroidi.

Les principales difficultés qui se sont présentées pour le polissage des échantillons sont liées à la différence de dureté entre l'IN738LC (376 HV_{0,025}) qui constitue le dépôt et les substrats : 2017A (113 HV_{0,025}) et inox 304 (220 HV_{0,025}). Cette différence entraîne une érosion du substrat et de la résine plus grande que celle du dépôt, ce qui peut entraîner un défaut de planéité.

II.3.1.2 Attaques chimiques

Les échantillons polis jusqu'à l'étape d'OPS sont soumis à différentes attaques chimiques en fonction des informations à révéler et de la nature du matériau initial. Toutes les informations concernant ces attaques sont fournies dans le Tableau II-6. Les particules de poudre d'IN738LC sont soumises à trois attaques différentes, l'eau régale, le Kalling2 et le Marble afin de révéler la microstructure de ces poudres brutes d'atomisation. Les dépôts CS d'IN738LC lasés sont soumis à une attaque électrolytique à l'acide oxalique. Enfin, les dépôts de Ni lasés sont soumis à une attaque électrolytique à l'acide nitrique. Il s'avère que ces attaques ne sont pas toujours efficaces de manière homogène sur l'intégralité des échantillons.

Tableau II-6. Caractéristiques des attaques chimiques

Nom	Poudre IN738LC			CS et L-PBF IN738LC	CS et L-PBF Ni
	Eau régale	Kalling2	Marble	Acide oxalique	Acide nitrique
Compo.	30mL HCl + 15mL HNO ₃ 15 s	100mL H ₂ O + 100mL HCl + 5g CuCl ₂ 15 s	10 g CuSO ₄ + 50mL HCl + 50mL H ₂ O 15 s	C ₂ H ₂ O ₄ 6 V, 10-20 s	HNO ₃ 6 V, 30 s

II.3.1.3 Microscopie optique et numérique

Les images optiques sont prises sur un microscope Leica CTR6000 (Leica Microsystems GmbH, Allemagne), ainsi que sur un microscope numérique Keyence VHX 6000 (Keyence, France). Ces deux systèmes permettent la prise d'images multifocus pour limiter l'impact des défauts de planéité des échantillons. Une reconstruction a posteriori par assemblage d'images permet d'avoir une vision globale des échantillons.

II.3.1.4 MEB

Les images MEB de cette thèse sont prises principalement sur le MEB ZEISS Sigma 300 équipé d'un canon FEG et d'une pointe Schottky (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Allemagne). Ce MEB, installé au centre des matériaux, présente notamment un détecteur à électrons secondaires (Everhart-Thornley) et un détecteur à électrons rétrodiffusés rétractable. Quelques analyses EBSD ont été faites grâce au système EBSD Nordif UF300. Les dépôts CS sont fortement écrouis, ce qui rend l'indexation des données EBSD difficile. Quelques points de mesures ont aussi été effectués grâce au système d'analyse EDS SDD Bruker XFlash 5030. A partir de ces images individuelles, on reconstruit des champs à plus grande échelle par l'utilisation du module « stitching », et on procède à des évaluations de taux de porosité par analyse d'images.

II.3.1.4.1 Utilisation du module « stitching »

Une macro de prise d'image a été installée sur le MEB sigma 3000 pour acquérir automatiquement une succession d'images afin de pouvoir ensuite les assembler et représenter des zones étendues. Ce module a été particulièrement utilisé pour prendre des vues des dépôts CS sur lesquelles des pièces avec apport de matière ont été produites. Les images sont réassemblées avec le logiciel ImageJ, dans le plugin « stitching »/« Grid/Collection stitching ». Les images étaient obtenues avec un recouvrement de 10 % et l'assemblage reposait sur le mode « linear blending » (ImageJ wiki,

2022). Ce module peut aussi être utilisé pour réassembler des images provenant du microscope optique, à condition de bien connaître les taux de recouvrement des images entre elles.

II.3.1.4.2 Mesure du taux de porosité par analyse d'images

Les images à l'origine des mesures du taux de porosité sont des images MEB obtenues par électrons rétrodiffusés, sauf dans le cas des échantillons MP-I-100 (SE). Ce sont des images reconstituées pour pouvoir traiter rapidement des surfaces importantes. Les images sont traitées sur le logiciel Image J, à l'aide de différents outils : baguette magique, seuillage et calcul de particules.

Tout d'abord, on distingue la partie dépôt du substrat et de l'enrobage par l'outil « Baguette magique » (wand tool) qui sélectionne les zones adjacentes en fonction d'une proximité de niveau de gris. La surface de la zone utile est mesurée, puis on supprime les zones adjacentes (substrat et enrobage). Ces différentes étapes sont résumées dans la Figure II-5.

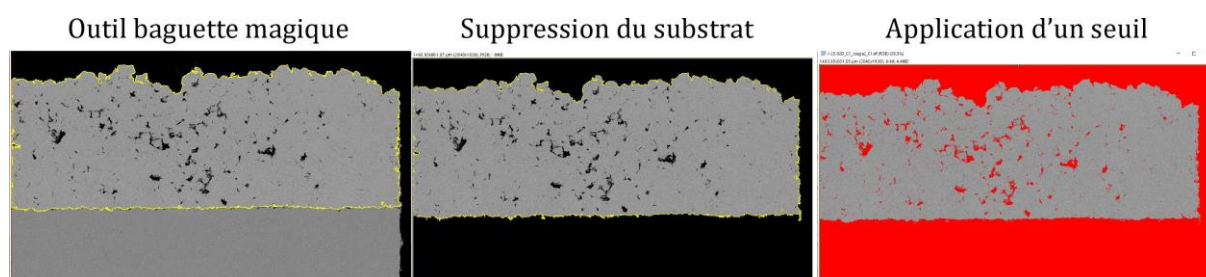


Figure II-5. Méthode de mesure des porosités.

Le choix de la méthode de seuillage influe sur les taux de porosité mesurés. Pour une image type, on évalue les différentes méthodes disponibles pour le seuillage dans Image J, et on expose ce résultat à la Figure II-6.

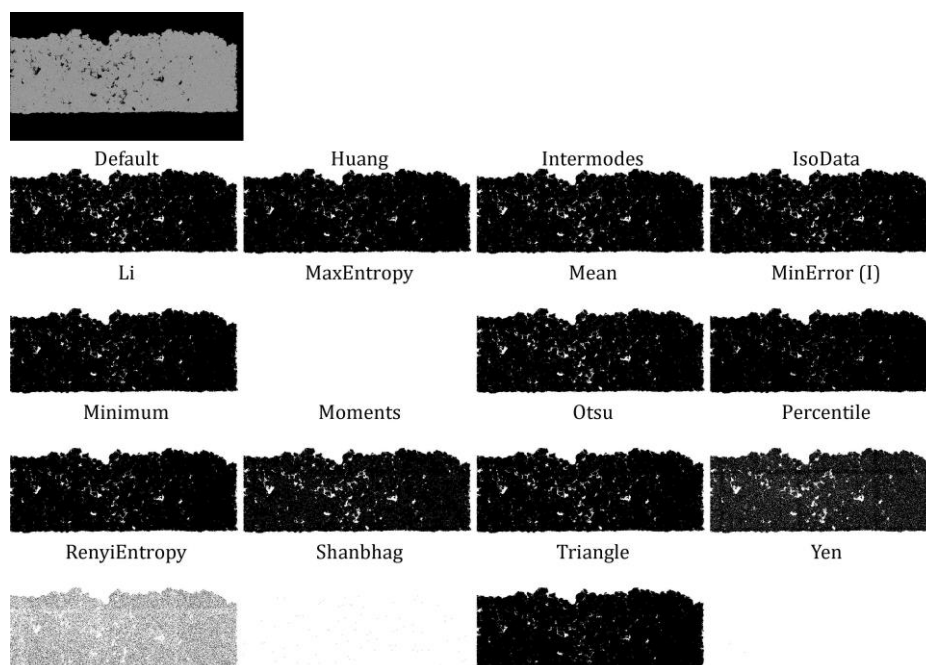


Figure II-6. Différentes méthodes de seuil sur une image type modèle des mesures de porosités

Des méthodes de seuillages sont inadaptées à notre étude, MaxEntropy, RenyiEntropy, Shanbhag et Yen ne semblent pas fonctionner sur le type d'image analysé. Les méthodes Percentile et

Moments introduisent trop de zones de porosités par rapport à la réalité de l'échantillon et ne sont pas appropriées. On souhaite prendre en compte les porosités entières, même lorsqu'elles ne sont pas très profondes, il semblerait que les méthodes Huang, Li, MinError (I), Minimum et Triangle soient trop restrictives par rapport à nos types de porosités. Les méthodes Default, Intermodos, IsoData, Mean, Otsu pourraient convenir. La méthode par défaut (Default) a été sélectionnée. Les méthodes de seuillage automatique limitent les biais expérimentateur.

La méthode par défaut présente le plus fort taux de porosité parmi les méthodes sélectionnées. Si on augmente au moment d'appliquer le seuillage un niveau de gris en plus on passe de 3,5167 à 3,5459, et si on en enlève un on passe à 3,4859. A partir de cette image seuillée, le taux de porosité est obtenu en appliquant la méthode Analyze Particles qui consiste à mesurer la surface des particules dans l'échantillon. Le résultat obtenu dépend des paramètres employés. Dans notre cas, on sélectionne 'Exclude on edges' qui permet de ne pas prendre en compte les porosités débouchantes et donc le contour du dépôt. L'avantage d'utiliser cette méthode est que cela nous permet d'éviter d'avoir à distinguer manuellement la zone de dépôt du reste de l'image. On fait ensuite le rapport entre la surface totale occupée par les particules et la surface de la zone utile mesurée au début pour obtenir la surface occupée par les porosités. Le Tableau II-7 rassemble l'application de différents filtres pour obtenir le taux de porosité et son évolution si on fait varier légèrement le niveau de seuillage. Pour un niveau de 3,5 % pour la méthode par défaut, selon les autres méthodes qui donnaient des résultats intéressants on a des taux entre 2,867 et 3,061 %.

Tableau II-7. Taux de porosité des différentes méthodes de seuillage sur l'image test.

	<i>Taux de porosité</i>	<i>+1 niveau de gris</i>	<i>-1 niveau de gris</i>
<i>Default</i>	3,517	3,546	3,486
<i>Intermodos</i>	2,906	2,926	2,885
<i>IsoData</i>	2,867	2,885	2,850
<i>Mean</i>	3,061	3,083	3,043
<i>Otsu</i>	2,867	2,885	2,850

Les surfaces analysées pour les données de porosités fournies dans cette thèse sont indiquées respectivement pour le Ni et l'IN738LC dans le Tableau II-8 et le Tableau II-9. Elles sont supérieures à 1 mm² pour les dépôts de Ni et pour les dépôts d'IN738LC sauf pour les cas de la gamme 100, MP-A-He-200, MP-I-He-300 et MP-A-He-300. Dans ces quelques cas on ne disposait pas d'images de tailles plus importantes.

Tableau II-8. Surfaces d'analyse des mesures de porosités des dépôts de Ni

<i>Gamme</i>	<i>Type échantillon</i>	<i>Traitement thermique</i>	<i>Nombre d'échantillon</i>	<i>Surface totale (μm^2)</i>
700	MP-I-Ni-700	TT 500°C/8h	1	3 870 501
	MP-I-Ni-700		1	3 447 388
	MP-A-Ni-700		1	2 159 209
1500	MP-I-Ni-1500		1	2 229 094
	MP-A-Ni-1500		1	6 446 714

Tableau II-9. Surfaces d'analyse des mesures de porosités des dépôts d'IN738LC

<i>Gamme</i>	<i>Type échantillon</i>	<i>Traitement thermique</i>	<i>Nombre d'échantillon</i>	<i>Surface totale (μm^2)</i>
100	MP-I-100 (1 passe)	-	1	116 969
	MP-I-100 (10 passes)	-	1	276 297
	MP-I-100 (10 passes)	500°C/8h/Ar+H ₂	1	205 006
	MP-A-100 (10 passes)		1	386 232
200	MP-I-200		1	2 343 080
	MP-I-200 préchauffage		1	2 752 220
	MP-A-200		1	2 156 384
	MP-I-He-200		2	1 229 372
	MP-A-He-200		1	683 091
	HP-I-200		2	2 712 793
300	MP-I-300	600°C/24h/Ar+H ₂	1	4 343 018
	MP-I-300		1	4 843 796
	MP-I-300 préchauffage		1	3 607 202
	MP-A-300		1	3 613 265
	MP-I-He-300		1	364 910
	MP-A-He-300		1	478 522
700	HP-I-300		2	4 027 365
	MP-I-700		1	6 041 133
	HP-I-700		2	8 575 291
	HP-A-700		2	6 393 021

II.3.1.5 Microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing présente au centre des matériaux est un équipement EPMA CAMECA SX100 (CAMECA, France). Un faisceau d'électron bombarde l'échantillon, entraînant la formation de rayons X qui sont sélectionnés par un jeu de spectromètres. Cette analyse précise permet à partir de l'analyse du spectre d'obtenir des informations qualitatives et quantitatives sur la répartition des éléments chimiques dans le matériau. Elle est utilisée dans cette thèse sur les échantillons CS soumis au laser L-PBF pour étudier la migration des éléments chimiques.

II.3.2 Caractérisation morphologique par profilomètre

Les analyses morphologiques (rugosité, ondulation) sont effectuées avec un profilomètre optique Altisurf 500 (Altimet, France). Les résultats sont dépouillés sur le logiciel AltiMap Topography XT. Au-delà de la gamme 300, les épaisseurs de dépôts sont évaluées avec des mesures sur des coupes MEB ou alors par des mesures au micromètre.

II.3.2.1 Mesure d'épaisseur de dépôt

Les mesures des épaisseurs de dépôt sont conduites sur le profilomètre. Pour la plupart des échantillons, les substrats sont fixés avec des rondelles au moment de la projection. On dispose ainsi d'un espace non revêtu qui fait office de point de repère pour définir la ligne de base. Une première étape de suppression de forme est utilisée pour limiter l'influence de la courbure du substrat. A partir du profil redressé on mesure l'écart entre la ligne de base et la hauteur de dépôt

par l'option « hauteur de marche ». Un exemple est présenté dans la Figure II-7. Dans les cas où aucun espace non revêtu n'est disponible, des mesures de hauteurs sur des images en coupe MEB ont été effectuées (notamment pour les plateaux HP).

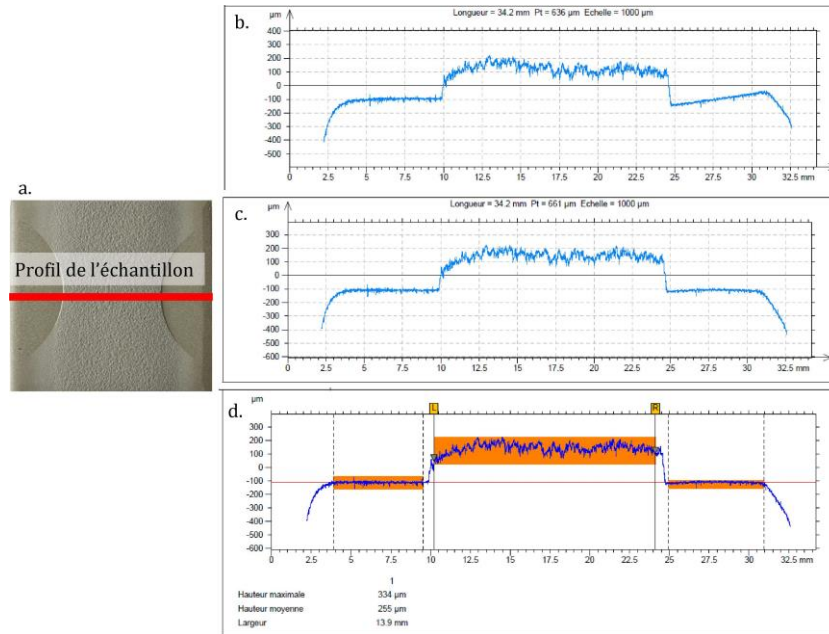


Figure II-7. Profil MP-I-He-300 : a. Echantillon, b. Brut, c. Redressé, d. Hauteur de dépôt

II.3.2.2 Rugosité

Les mesures de rugosité sont effectuées à partir des profils collectés sur les substrats sablés, les dépôts CS, les draps de fusion ou les pièces L-PBF. Dans le cas des dépôts CS et des substrats sablés, la direction des profils par rapport aux échantillons importe peu. En revanche, pour les mesures effectuées sur les draps et pièces L-PBF, on distingue les mesures dans la direction transverse aux traits laser (T) de celles dans la direction longitudinale (L). Pour les substrats sablés, des mesures dans les deux directions ont aussi été effectuées, cette fois-ci dans un but de contrôle, pour vérifier qu'ils respectaient les critères que nous avons posés en termes de rugosité minimale (cf. II.1.1.2).

Pour les dépôts CS, les mesures reposent sur des profils traversant la diagonale de l'échantillon, d'une longueur d'environ 25/30 mm, ou alors par deux profils dans les deux sens de l'échantillon qui mesurent au moins 20 mm chacun. Pour les plateaux, ces mesures ont été augmenté avec la mise en œuvre d'une dizaine de profils sur toute la surface de ces plateaux, dans les deux directions.

Les résultats de mesure de rugosité et d'ondulation sont obtenus dans cette thèse sous la norme NF EN ISO 4287 (AFNOR, 1998). A partir du profil primaire relevé par le profilomètre, on définit un profil de rugosité et un profil d'ondulation. Pour la rugosité sont éliminées les composantes de grande longueur d'onde (λ_c) et les composantes de très faible longueur d'onde (λ_s). Pour les ondulations on élimine les composantes à faible longueur d'onde (λ_c) et à très grande longueur d'onde (λ_f).

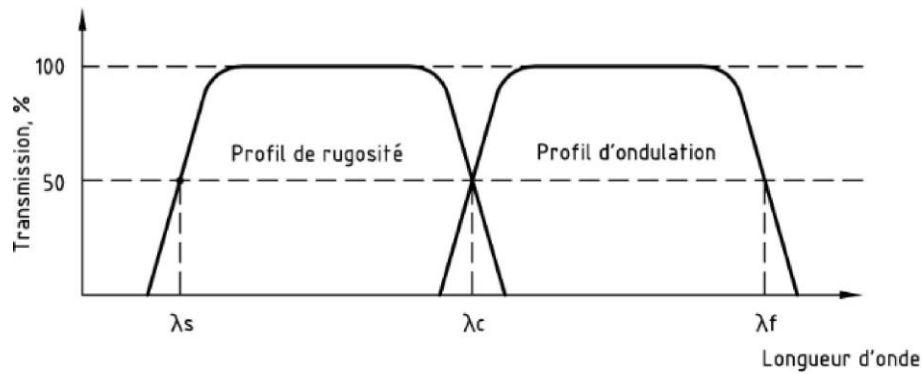


Figure II-8. Distinction du profil de rugosité et du profil d'ondulation

La moyenne arithmétique correspond à $R_a, W_a = \frac{1}{l_e} \int_0^{l_e} |z(x)| dx$ avec z le profil de rugosité ou le profil d'ondulation, l_e la longueur d'évaluation. Pour R_z et W_z , on prend la somme de la hauteur la plus grande et du creux le plus profond sur la longueur de base. La hauteur totale du profil, R_t ou W_t correspond à la somme de la plus grande hauteur de saillie du profil avec la plus grande des profondeurs de creux sur la longueur totale d'évaluation ($R_t > R_z$ et $W_t > W_z$).

II.3.3 Caractérisations mécaniques

II.3.3.1 Dureté

Les mesures de dureté sont effectuées sur les échantillons enrobés de poudre, de substrat, de dépôt ou de dépôt lasés. Les mesures ont été effectuées pour les poudres brutes d'atomisation, les dépôts CS MP-A-100 (1 et 10 passes) et MP-I-100 (1 passe) bruts de projection sur le microduromètre MicroMet 5124 (Buehler GmbH, Allemagne). Les mesures sur les autres échantillons, poudres traitées thermiquement, dépôts CS ou dépôts lasés sont réalisées sur le microduromètre HZ50-4 (PRESI, France). Des charges de 10 g et de 25 g sont employées pour les poudres respectivement de Ni et d'IN738LC. Pour les dépôts, différentes charges de 25 g, 50 g et occasionnellement 100 g sont employées. Lors du dépouillement des résultats de dureté, les empreintes effectuées sur une fissure ou une porosité ne sont pas prises en considération.

II.3.3.2 Diffraction des rayons X

L'installation DRX du centre des matériaux est un appareil bruker D8 DISCOVER, diffractomètre en configuration Bragg-Brentano installé en 2019. Le détecteur à disposition est un détecteur LYNXEYE XE-T (Bruker). La mise en œuvre des différents types de mesure a été faite en collaboration avec Charlotte Monteiro, ingénieure de recherche responsable de l'installation.

La diffraction des rayons X repose sur la loi de Bragg, qui définit les angles θ qui correspondent à des interférences constructives, à partir de la distance interréticulaire d_{hkl} et de la longueur d'onde de la source de rayons X incidente :

$$2d_{hkl} \sin \theta = p\lambda \text{ avec } p \in \mathbb{Z}_+^* \text{ (ordre d'interférence)} \quad (\text{II-1})$$

Ces phénomènes de diffraction sont représentés à la Figure II-9. Dans la pratique, l'échantillon observé est généralement polycristallin, avec une multitude de grains présentant des orientations diverses et des phases différentes. Cette variété de plans se traduit par un spectre possédant plusieurs pics de diffraction, l'étude consistant ensuite à attribuer ces pics aux éléments et aux phases présentes et à en déduire différentes caractéristiques (paramètre de maille, tailles de cristallites, taux de microdéformations, proportion de phases, contraintes résiduelles...).

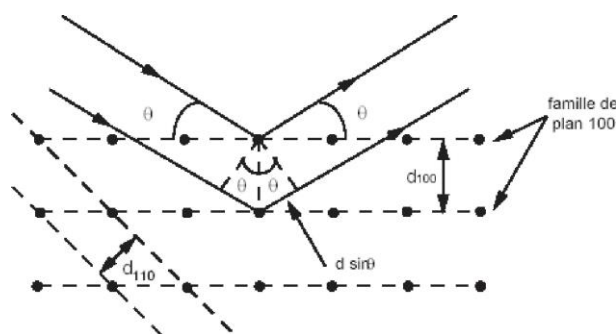


Figure II-9. Illustration de la loi de Bragg (Peng, 2006)

II.3.3.2.1 Choix de la source et des paramètres d'acquisition

Deux tubes de production des rayons X sont disponibles : une source en cuivre ($\lambda = 1,5406$ nm) et une source en cobalt ($\lambda = 0,1789$ nm). Le tube de cuivre est le plus représenté dans la littérature pour des calculs de phases standard. Le choix du tube dépend de la nature des éléments à observer. L'interaction des éléments de l'échantillon avec les rayons X peut donner lieu à l'apparition de phénomènes parasites comme la fluorescence, que l'on cherche à éviter. L'IN738LC et le Ni présentent principalement la phase γ , cubique à face centrée, qui correspond au groupe d'espace $Fm\bar{3}m$. Pour cette phase, les différents pics accessibles par le montage de l'installation DRX sont listés dans le Tableau II-10 en fonction de la source utilisée pour la fiche du Ni (ICDD 04-011-9061).

Tableau II-10. Position des pics en fonction de la source utilisée (Ni)

Plans $\{hkl\}$	2θ (°)		
	Cuivre	Cobalt	Manganèse
$\{111\}$	44,5	52,2	62,2
$\{200\}$	51,8	61,0	73,2
$\{220\}$	76,4	91,8	115,0
$\{311\}$	92,9	114,7	163,1
$\{222\}$	98,4	123,1	
$\{400\}$	121,9		
$\{331\}$	144,7		
$\{420\}$	155,7		

Au cours de cette thèse, les sources disponibles au laboratoire étaient le cuivre et le cobalt. La source manganèse est à présent disponible pour les futures études. On a sélectionné une même source pour les scans long d'analyse de présence des phases et pour les scans effectués pour évaluer les contraintes résiduelles. Dans ce cadre, le choix de l'anode de la source de rayons X est basé sur la position du pic observé. On cherche à provoquer une réflexion pour un angle 2θ supérieur à 130° , pour optimiser la sensibilité des mesures. Dans le même temps, il faut néanmoins que le pic ne soit pas trop proche de la limite 2θ accessible par l'équipement, pour pouvoir distinguer l'entière du pic. Dans notre cas la limite est à 160° . La norme AFNOR sur la mesure des contraintes résiduelles par DRX (AFNOR, 2009), conseille pour l'analyse des alliages de nickel d'utiliser le pic $\{311\}$ avec une source Mn. Afin de conserver ce choix de plan pour nos analyses, nous avons choisit de travailler les mesures de contraintes avec la source Co, et le pic $\{311\}$ qui se trouve dans notre cas autour de $110-115^\circ$. Le pic $\{222\}$ était trop peu intense et cela aurait allongé de beaucoup le temps de mesure, tout en changeant de famille de plan par rapport aux résultats usuels de la littérature. Les valeurs de $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ de la source cobalt sont respectivement de $1,7889$ Å et $1,7928$ Å (Gravereau, 2011). La tension utilisée était de 35 kV le courant de 40 mA.

Dans le cas des scans complets des échantillons, l'angle d'incidence varie entre 25 et 130°. On effectue un premier scan rapide afin de définir le pas et le temps d'acquisition par point. Pour le scan complet et long, le pas est fixé par la relation suivante : $\frac{FWHM}{10} < pas < \frac{FWHM}{5}$ avec FWHM la largeur à mi-hauteur du pic. Il est fixé à partir du pic le plus fin (ici le premier pic {111}). Le temps d'acquisition par pas est optimisé de manière à avoir une intensité du plus petit pic à 10 000 coups. Les échantillons de poudres sont préparés dans un porte-échantillon en polyméthacrylate de méthyle (PMMA), elles sont étalées avec une lame de rasoir pour s'assurer d'avoir une surface plane. Les incertitudes liées à la position des pics s'élèvent à 0,04° au maximum d'après les données constructeur. Cependant, lors des réglages de l'alignement de l'installation avec un échantillon étalon de corindon (Al₂O₃) fritté, elles s'avèrent en réalité inférieures à 0,004°.

II.3.3.2 Largeur de raies à mi-hauteur (FWHM)

L'évaluation de la largeur des pics est effectuée par l'intermédiaire d'un dépouillement automatisé des diagrammes de diffraction mis en place par S. Dépinoy et C. Monteiro et utilisé notamment dans la thèse de Laury-Hann Brassart (Brassart, 2022). Une première étape consiste à retirer le bruit de fond des diffractogrammes par une fonction polynomiale de degré cinq. Les diffractogrammes, initialement en degrés, sont convertis en nm⁻¹ par la loi de Bragg (II-1). Chaque pic est étudié séparément. Dans le cas de cette thèse, les analyses portent uniquement sur le premier pic {111} du diffractogramme. Ce pic est centré à 0 et normalisé. Deux fonctions de Voigt simulent l'apport de la raie K α_1 et de la raie K α_2 , avec pour contrainte un maximum de pic de 1 pour la fonction du pic K α_1 et de 0,5 pour la raie K α_2 . Une optimisation de ces deux fonctions par la méthode des moindres carrés est appliquée. L'incertitude portant sur la position d'un pic est évaluée 0,04° par le constructeur, mais elle est en réalité inférieure à cette valeur et plutôt autour de 0,004° (alignement sur des échantillons étalons). On estime l'incertitude sur la largeur des raies mesurées en nm⁻¹ à 0,004 nm⁻¹ d'après la loi de Bragg (II-1).

II.3.3.2.3 Evaluation des contraintes résiduelles par DRX

II.3.3.2.3.1 Théorie de l'évaluation des contraintes résiduelles par DRX

La diffraction des rayons X permet d'accéder au paramètre de maille de différents plans du réseau cristallin. A partir de cette valeur, il est possible de mesurer des déformations élastiques des plans cristallins, qui servent de jauges de déformation. La théorie de l'étude des contraintes présentées ci-dessous est tirée de l'annexe C de la norme AFNOR NF EN 15305 (AFNOR, 2009). La déformation de la distance inter-réticulaire est définie par l'équation (II-2).

$$\epsilon_{\varphi\psi}^{\{hkl\}} = \ln\left(\frac{d_{\varphi\psi}}{d_0}\right) = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta_{\varphi\psi}}\right) \quad (\text{II-2})$$

Avec $\epsilon_{\varphi\psi}^{\{hkl\}}$ la déformation mesurée dans la direction définie par les angles φ et ψ pour la famille des plans réticulaires {hkl}, $d_{\varphi\psi}$ et d_0 les distances interréticulaires respectivement du matériau dans la direction définie et du matériau sans déformation, $\theta_{\varphi\psi}$ et θ_0 les angles de Bragg associés respectivement à $d_{\varphi\psi}$ et d_0 . La formule générale du tenseur des contraintes est l'équation (II-3).

$$\epsilon_{\varphi\psi}^{\{hkl\}} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [(\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi + \tau_{12} \sin 2\varphi - \sigma_{33}) \cdot \sin^2 \psi + (\tau_{13} \cos \varphi + \tau_{23} \sin \varphi) \cdot \sin 2\psi + \sigma_{33}] + S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\bar{\sigma}) \quad (\text{II-3})$$

Avec $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ la constante d'élasticité, $Tr(\bar{\sigma})$ la trace du tenseur des contraintes ($\sum \sigma_{ii}$), ($\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$) les composantes de la contraintes normale et ($\tau_{12}, \tau_{13}, \tau_{23}$) les composantes de cisaillement.

En posant l'hypothèse d'un état de contraintes biaxial, avec $\sigma_{33} = 0$, on peut alors déterminer les composantes du tenseur des contraintes.

$$a_{ij} = -\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{ij} \quad (II-4)$$

$$K = \ln(\sin\theta_0) - S_1^{\{hkl\}} \cdot Tr(\bar{\sigma}) \quad (II-5)$$

$$\begin{aligned} f_{11} &= \cos^2\varphi \cdot \sin^2\psi, & f_{22} &= \sin^2\varphi \cdot \sin^2\psi, & f_{12} &= \sin 2\varphi \cdot \sin^2\psi, & f_{13} &= \cos\varphi \cdot \sin 2\psi, \\ f_{23} &= \sin\varphi \cdot \sin 2\psi \end{aligned} \quad (II-6)$$

A partir des équations (II-4), (II-5), (II-6), on peut écrire la relation (II-3), en supposant $\sigma_{33} = 0$ sous la forme (II-7).

$$\ln(\sin\theta_{\varphi\psi}) = K + \sum_{i,j}^3 f_{ij} \cdot a_{ij} \quad (II-7)$$

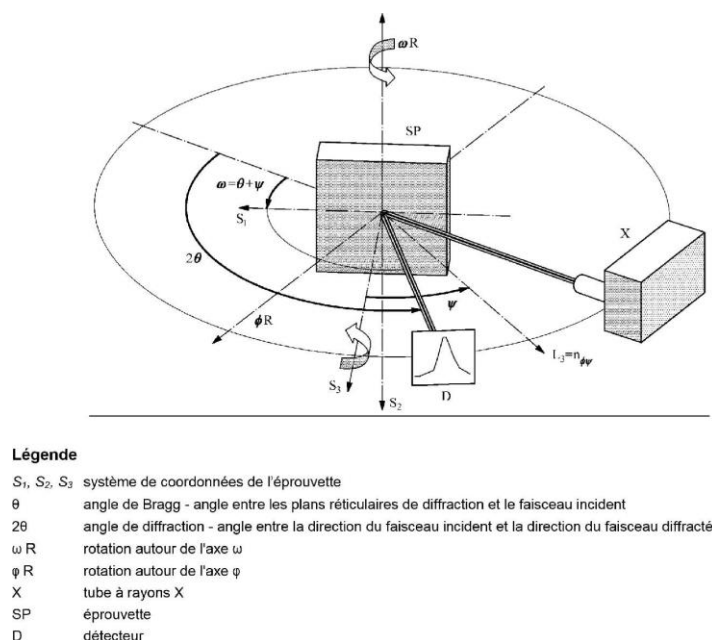
La contrainte est ensuite calculée par l'équation (II-8).

$$\sigma_{ij} = -\frac{a_{ij}}{\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}} \quad (II-8)$$

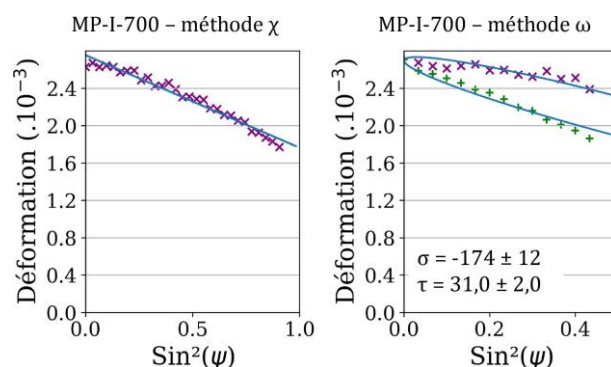
II.3.3.2.3.2 Application

L'évaluation des contraintes résiduelles dans cette thèse repose sur la méthode des $\sin^2(\Psi)$. Le pic support des mesures de contraintes résiduelles est le pic {311}. Il est bien défini et il n'y a pas de recouvrement de raies de diffraction. En revanche, son angle de diffraction est limité par rapport aux indications de la norme. Au moment de la définition de l'expérience, les angles d'incidences sont évalués par des scans rapides. L'évaluation de la position du pic est faite par le logiciel de Bruker avec un modèle de Pearson VII. Certaines valeurs, lorsqu'elles sont incohérentes avec les autres peuvent être retirées. Elles proviennent dans ce cas là de pics trop peu intenses qui peuvent parfois rendre difficile l'évaluation de leurs positions.

Deux méthodes peuvent être implémentées au sein du laboratoire. Le montage ω , à iso-inclinaison, est le plus facile à mettre en œuvre. Il est présenté dans la Figure II-10. Dans notre cas l'échantillon est fixe, les détecteurs se déplacent selon l'axe de rotation ω pour 30 scans entre $\Psi = -45^\circ$ et $\Psi = 45^\circ$. La méthode χ (aussi appelée méthode Ψ) est plus complexe à mettre en œuvre car elle nécessite l'installation d'un berceau eulérien. On l'applique dans un cas pour pouvoir la comparer avec la méthode ω . L'échantillon pivote selon l'axe $\vec{S}_1$ (χ) d'un angle Ψ , tandis que les détecteurs pivotent toujours autour de l'axe ω .

Figure II-10. Montage DRX, méthode ω (AFNOR, 2009)

Dans le cas du dépôt MP-I-700, on a appliqué les deux méthodes, ω et χ . Dans les deux cas les pics sont plutôt bien définis, avec un positionnement du pic par la méthode Pearson VII. L'inconvénient de la méthode ω est qu'elle conduit à une diminution de l'intensité des pics pour les angles Ψ positifs. En revanche, elle permet facilement d'avoir l'intégralité de ces pics pour des valeurs Ψ positif et négatif ce qui permet d'évaluer le cisaillement. La méthode χ permet aussi des mesures pour des valeurs plus haute de Ψ . On peut voir ces résultats mis en forme dans la Figure II-11.

Figure II-11. Courbes en $\sin^2(\Psi)$ selon les deux méthodes χ et ω

Par soucis de simplicité, on choisit d'utiliser la méthode ω qui ne nécessite pas l'installation à chaque campagne d'évaluation du berceau eulérien. Les grandeurs mécaniques utilisées pour nos analyses des contraintes par DRX sont résumées dans le Tableau II-11. Les calculs sont effectués à partir du logiciel LEPTOS 7.

Tableau II-11. Paramètre d'évaluation des contraintes résiduelles (Ni : ICDD 04-011-9061)

Matériau	Plan	Longueur d'onde	Coefficient de poisson	Module d'Young (MPa)	S_1 (10^{-6} MPa $^{-1}$)	$\frac{1}{2} S_2$ (10^{-6} MPa $^{-1}$)	A_{RX}
IN738LC	{311}	Co - K α 1	0,300	200 000	-1,620	6,861	1,520
Ni	{311}	Co - K α 1	0,320	202 429	-2,142	8,205	1,520

Ces valeurs ne sont pas spécifiques au matériau CS et il pourrait être intéressant d'évaluer précisément ces données pour nos dépôts pour améliorer les mesures. La profondeur de

pénétration des rayons X dépend de la source utilisée et de l'angle d'incidence. Dans le cas du Ni et d'une source Cobalt, pour le pic {311}, la profondeur de pénétration de 90 % des rayons X évolue entre 4 et 18 μm entre $\Psi = -45^\circ$ et $\Psi = 45^\circ$. Pour l'IN738LC, elle évolue entre 2 et 11 μm . Lors de l'interprétation des données de contraintes, la présence d'un gradient de contraintes peut se traduire par une déformation des branches $\sin^2(\Psi)$.

Pour exploiter la méthode d'évaluation des contraintes résiduelles par DRX dans la profondeur des dépôts CS, une méthode d'électro-polissage a été mise en place. Cette méthode est avantageuse car elle n'introduit pas de contraintes supplémentaires. La profondeur érodée est mesurée successivement par un micromètre. Pour l'électropolissage, un équipement LectroPol-5 (Struers) est utilisé. L'électrolyte est constitué du bain A2 de Struers. Une température d'électrolyte entre 10 et 22°C est recommandée. On règle le débit sur le réglage 20 (plus haute valeur disponible), avec un potentiel de 20 V pour une durée de 30 s.

II.3.3.2.4 *Chauffage in-situ en DRX*

Des mesures DRX in situ en température sont effectuées sur des dépôts. Des paliers de 11'10" sont mis en œuvre tous les 25°C entre 200°C et 650°C. La rampe de chauffage est de 60°C/min, au refroidissement, elle dépend de l'inertie du four.

II.3.4 Analyses par DSC

La technique d'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) permet de connaître les températures de transition de phase, de restauration ou de précipitation des alliages. On utilise un appareil STA 449 F3 Jupiter (Netzsch) pour nos mesures par DSC. Les analyses par DSC consistent à mesurer la variation de flux thermique d'un échantillon, en le comparant par rapport à un échantillon témoin, ici de l'alumine. Les températures indiquées par les positions des pics enregistrés en DSC dépendent des vitesses de chauffage (ou de refroidissement) appliquées. Ainsi, le cas d'un traitement isotherme peut-être déterminé par le cas théorique extrapolé d'une vitesse qui tend vers 0 °C/min. Le choix de la vitesse de chauffage est un compromis entre une mesure à vitesse basse pour tendre vers ce cas théorique et une vitesse suffisamment élevée pour rendre l'identification plus sensible et précise avec l'obtention de pics bien définis. Un cycle thermique entre 30°C et 1150°C est appliqué, avec des vitesses de chauffage et de refroidissement de 10°C/min et 20°C/min selon les cas. La chambre est mise sous vide puis un balayage d'argon doit limiter les phénomènes d'oxydation au cours de l'analyse. Un blanc avec deux creusets d'alumine est réalisé avant chaque expérience, et on a déterminé une ligne de base avec la poudre de Ni, qui ne présente pas de transformations de phase aux températures considérées. Cette ligne de base est retirée pour les analyses sur poudre et sur dépôt CS. Cette méthode permet ici d'obtenir la meilleure lecture possible des thermogrammes qui seront exploités uniquement pour des analyses qualitatives.

Chapitre III. Mise en œuvre des dépôts CS base Ni : aspects dimensionnels, microstructuraux et mécaniques

Introduction

Le chaînage CS-L-PBF vise à opérer une fabrication additive par L-PBF sur une embase réalisée préalablement par CS. Le cas d'application de plateaux-supports L-PBF revêtus par CS permet d'envisager le dépôt comme couche intermédiaire pour assurer l'interface entre la pièce L-PBF et un plateau massif de nature différente. Les étapes de ce chaînage sont représentées dans la Figure III-1. Dans ce travail de thèse, on choisit le cas du superalliage base nickel IN738LC qui est sujet à la fissuration à chaud lors du L-PBF et pour lequel la nature du plateau de fabrication est particulièrement importante.

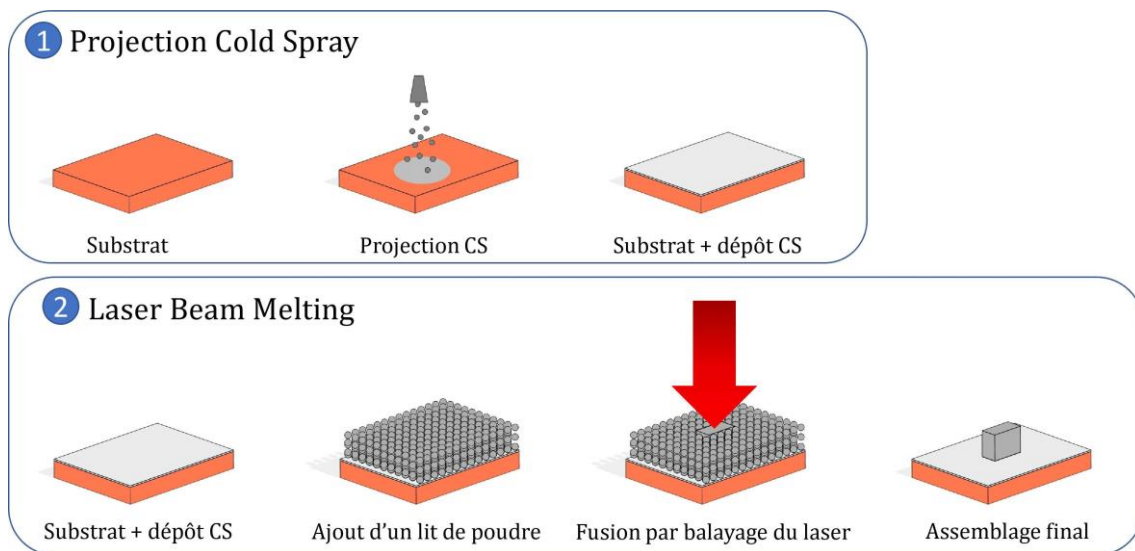


Figure III-1. Chaînage des procédés CS et L-PBF

Ce chapitre porte sur la première étape du chaînage, c'est-à-dire la projection CS sur des substrats de natures différentes pour l'obtention de couches à même de subir le L-PBF d'IN738LC.

Différents cas de matériaux précurseurs (poudres et substrats) sont proposés pour la réalisation des substrats revêtus. Le choix d'un revêtement CS en IN738LC de *même nature* que la pièce L-PBF visée correspond au cas idéal d'un dépôt CS de *composition identique*. Cette option permet d'éviter les effets métallurgiques et mécaniques liés à la dilution et la diffusion d'autres éléments dans la zone d'interaction entre le dépôt et les premières couches L-PBF. Du point de vue de l'application aux cas de plateaux L-PBF revêtus par CS, le choix très intéressant d'une composition identique peut être renforcé par le fait de sélectionner la *même poudre* d'IN738LC que celle utilisée en L-PBF pour l'obtention des dépôts CS. En effet, la granulométrie de la poudre L-PBF d'IN738LC (variant de 20 à 45 μm dans un lot) correspond à une gamme qui peut être envisagée pour le procédé CS. Le superalliage IN738LC présente une faible ductilité qui nécessite des vitesses d'impact des

particules très élevées. Dès lors, en figeant la poudre à projeter, l'action sur les paramètres du procédé CS est limitée aux choix de la nature, la température et la pression du gaz pour les équipements CS considérés. Parmi les critères de réalisation des dépôts, l'aspect dimensionnel, vu ici sous l'angle de l'épaisseur des dépôts, est prépondérant. Cela doit se traduire par l'examen des possibilités d'obtenir des dépôts CS d'IN738LC adhérents et suffisamment épais pour isoler le substrat de la zone affectée par la fusion laser lors du L-PBF. Pour anticiper les limitations possibles liées au choix de la poudre IN738LC à projeter par CS, un second matériau de dépôt est envisagé. Il s'agit du nickel pur qui est ductile et donc beaucoup plus apte au CS. Ce choix d'une *composition compatible* plus versatile pour le cas du chaînage CS-L-PBF des alliages base Ni en général et pour l'alliage IN738LC en particulier éviterait les risques de formation d'intermétalliques et de brûlures lors du L-PBF. Ces choix de précurseurs et les possibilités de varier l'épaisseur correspondante influencent également les aspects mécaniques (contraintes résiduelles/adhérence) du revêtement lors de sa projection à froid puis lors de son exposition aux sollicitations thermomécaniques dues au L-PBF. De la même manière, le choix des matériaux de substrat influe sur ces aspects mécaniques aux différentes étapes du chaînage. Dans le cas du L-PBF, un plateau support est plutôt d'épaisseur centimétrique pour assurer la stabilité et le bridage mécanique de la pièce fabriquée. De même, il participe grandement à l'inertie thermique du procédé au démarrage car le plateau reçoit et accumule la majeure partie du flux de chaleur généré par le procédé de fusion laser. Dans la thèse, on choisit d'investiguer deux matériaux de substrat facilement accessibles et qui présentent des caractéristiques différentes pour le CS et pour le L-PBF. Il s'agit de l'acier inoxydable AISI 304 et de l'alliage d'aluminium 2017A. Ces deux matériaux aux températures de fusion très éloignées diffèrent notablement en dureté et module d'Young, en conductivité thermique et coefficient de dilatation thermique (Cf. Tableau II-2).

Avec ces choix de matériaux précurseurs (poudres et substrats), on propose d'examiner les dépôts IN738LC et nickel pur par CS à travers les aspects dimensionnels (épaisseur, rugosité), microstructuraux (porosité, défauts, morphologie, interface) et mécaniques (dureté, contraintes résiduelles). A partir de ces caractéristiques et des conditions de réalisation atteignables avec les deux types d'équipements CS employés dans cette thèse, on souhaite établir une classification des revêtements produits et susceptibles de recevoir un traitement laser de type L-PBF. En complément de cet établissement de gammes de dépôt, on propose d'investiguer également l'influence de traitements thermiques de détensionnement sur les caractéristiques mécaniques des poudres et des dépôts. Il s'agit d'introduire la possibilité de traitements thermiques intermédiaires et plus généralement d'évaluer le rôle et la maîtrise d'un apport de chaleur dans le chaînage CS-L-PBF.

Ainsi, dans la première partie de ce chapitre, la production des dépôts pour l'obtention de différentes gammes d'épaisseur est relatée. Cette démarche d'élaboration permet d'aborder les caractéristiques spécifiques de la formation d'un dépôt CS dans le cas d'un superalliage peu déformable comme l'IN738LC. Cela permet aussi de mettre en évidence les facteurs favorisant ou limitant l'obtention de dépôts épais d'IN738LC en comparaison des dépôts CS de nickel pur.

La deuxième partie de ce chapitre regroupe les éléments pour constituer une base de connaissances des caractéristiques microstructurales des dépôts réalisés en vue de mieux appréhender le choix de dépôts à étudier pour le chaînage CS-L-PBF. Cela passe par l'analyse des microstructures et des interfaces avec la mise en évidence des défauts caractéristiques qui sont répertoriés. Compte tenu des sollicitations à venir lors du L-PBF, l'accent est mis sur la détermination des contraintes résiduelles et des microdéformations mesurées par DRX dans les dépôts bruts de projection.

Avec la dernière partie de ce chapitre, est abordée la question des traitements thermiques jusque 600°C et plus généralement d'un apport de chaleur lors de la préparation, de la réalisation ou du post-traitement des dépôts CS d'IN738LC et de nickel pur. Il s'agit en premier lieu d'isoler et d'analyser les effets directs en termes de détensionnement mesurés sur la poudre traitée puis ceux, indirects, qui pourraient affecter les liaisons substrat/particules et particule/particule lors du dépôt réalisé en condition de préchauffage du substrat. Finalement, l'étude des effets de traitements thermiques sur les différents dépôts CS d'IN738LC et de nickel est proposée par le biais des caractéristiques mécaniques des dépôts (dureté, contraintes résiduelles), afin d'analyser leurs évolutions et d'évaluer les conséquences possibles sur le chaînage CS-L-PBF.

III.1 Mise en œuvre des dépôts CS d'IN738LC et de Ni

La première partie de cette section décrit les caractéristiques des poudres d'IN738LC et de nickel pur utilisées pour la mise en œuvre des dépôts CS. La connaissance de ce matériau précurseur, adapté à la fabrication L-PBF et proposé à la projection CS, constitue le point de départ de cette étude. La deuxième partie a pour objectif de décrire les différents paramètres de projection mis en œuvre dans cette thèse. Il s'agit d'examiner les possibilités offertes par les équipements moyenne et haute pression avec l'utilisation d'azote ou d'hélium comme gaz propulseur pour les poudres à disposition. On s'intéressera à l'influence de ces conditions de projection pour estimer les vitesses atteintes par les particules et pouvoir les relier ensuite aux caractéristiques dimensionnelles des dépôts produits. Cette section est l'occasion d'aborder la phénoménologie de formation d'un dépôt CS de base nickel, et de mettre en avant les capacités et les limites pour monter en épaisseur à partir des équipements employés.

III.1.1 Caractéristiques des poudres brutes d'atomisation

Produites par atomisation sous argon par le fournisseur Praxair, les poudres IN738LC et Ni mises en œuvre par CS dans cette thèse sont initialement conçues pour une utilisation en L-PBF. Cette application conditionne l'utilisation de poudres sphériques, avec une bonne coulabilité et compacité et avec une distribution plutôt large en taille des particules pour favoriser un lit de poudre dense (Vilaro, 2011). Ces caractéristiques sont compatibles avec celles d'une projection CS, même si l'utilisation d'une poudre à la granulométrie plus fine, plus facilement accélérée par le flux de gaz peut conduire à des rendements plus élevés grâce à une meilleure accélération des particules (Mauer *et al.*, 2017 ; Kalfhaus, 2019) tout en augmentant le risque d'un bouchage de la buse CS (Foelsche, 2020). Les compositions et granulométries des lots de poudre employés sont indiquées dans la partie II.1.2. On s'intéresse à la morphologie et à la microstructure des poudres à projeter. Enfin, des mesures de microdureté sont proposées pour aborder la notion de ductilité de la matière, centrale pour le procédé CS.

III.1.1.1 Morphologies et microstructures

Les poudres atomisées sont sphériques, avec présence de petits satellites également sphériques de 5 à 10 μm environ qui sont solidaires des particules comme cela est observé sur les images de détails des poudres d'IN738LC ou de Ni respectivement en Figure III-2 et la Figure III-3.

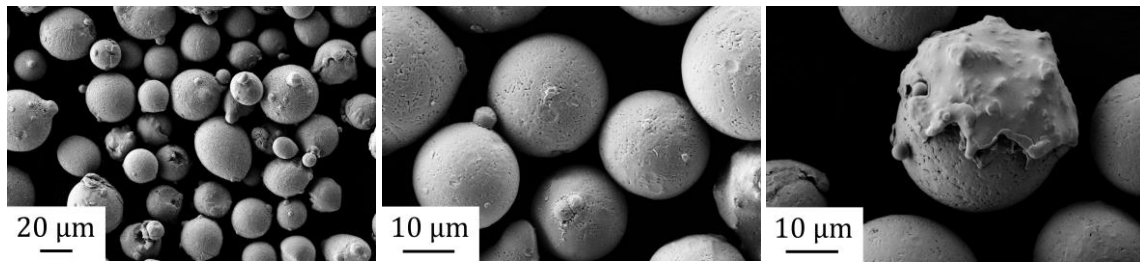


Figure III-2. Images MEB (SE) des poudres libres d'IN738LC

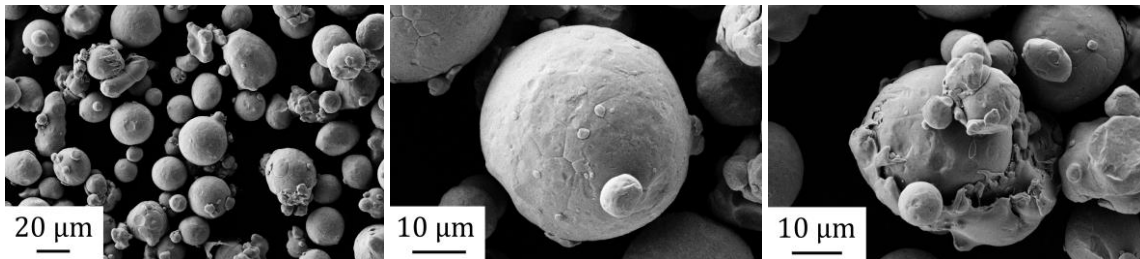


Figure III-3. Images MEB (SE) des poudres libres de Ni pur

On observe également parfois la présence de « splats » de matière qui recouvrent partiellement les particules sphériques. Elles correspondent à la solidification rapide d'une goutte de métal qui a pu s'étaler dans un état pâteux ou liquide sur une poudre déjà solidifiée pendant l'atomisation. Ce type de phénomène est assez fréquent, conduisant à la formation d'irrégularités morphologiques. Dans le cas du Ni, le nombre de petites particules et la présence de particules irrégulières semblent plus prononcés. Les particules de poudres présentent en surface une microstructure dendritique. La Figure III-4 représente la distribution en tailles des particules d'IN738LC et de Ni avec les fractions en volume (gauche) ou en nombre (droite) des particules ainsi que les fractions cumulées.

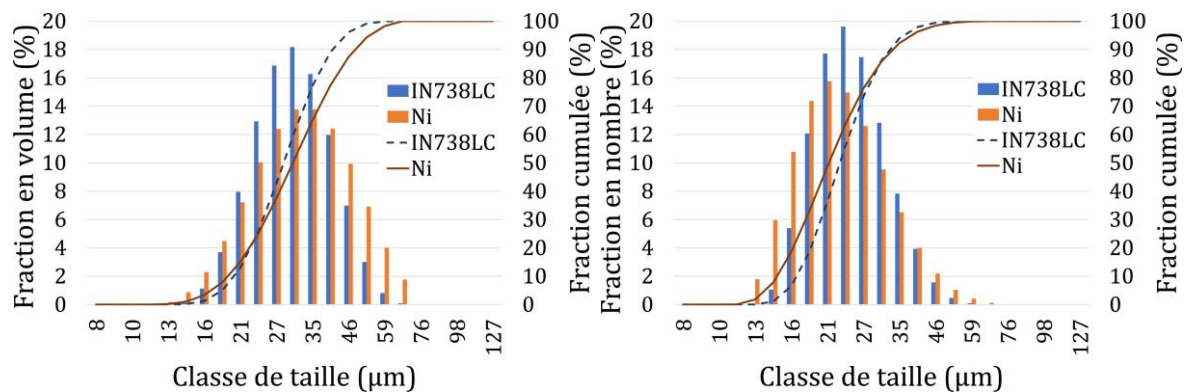


Figure III-4. Granulométrie des poudres IN738LC et Ni – en volume (gauche), en nombre (droite)

Pour rappel, la poudre d'IN738LC présente un $D_{50} = 32,7 \mu\text{m}$ ($D_{10} = 22,9$, $D_{90} = 46,7$) très proche de celui de la poudre de Ni avec $D_{50} = 34,7 \mu\text{m}$ ($D_{10} = 21,8 \mu\text{m}$, $D_{90} = 54,6$). La représentation en volume de la granulométrie ne permet pas de percevoir le nombre important de petites particules, qui représentent un volume limité. La répartition en nombre est calculée avec l'hypothèse d'une poudre sphérique. Si les distributions sont très proches, la répartition granulométrique des particules de Ni est plus étalée et elle présente plus de petites particules inférieures à $20 \mu\text{m}$. Des distributions étalées favorisent des lits de poudres denses pour le procédé L-PBF, mais la présence des particules fines peut favoriser les phénomènes de bouchage de buse en CS.

La Figure III-5 expose trois images MEB de la poudre d'IN738LC observées en coupe et soumises à trois attaques chimiques différentes (Marble, Eau régale et Kalling 2). Le détail des conditions de préparation est indiqué dans la partie II.3.1.2.

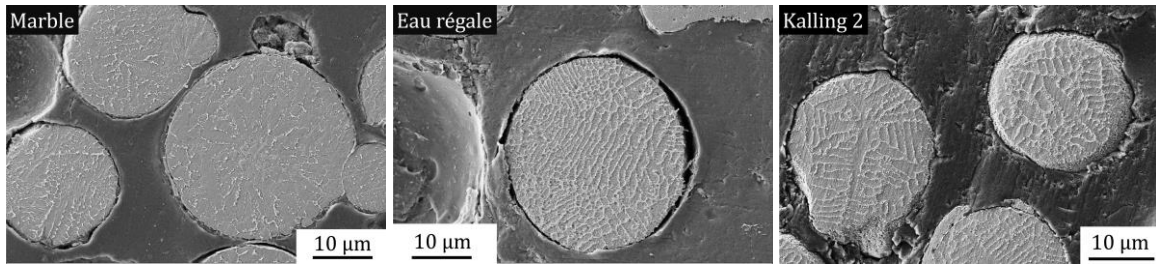


Figure III-5. Images MEB (SE) de particules de poudre d'IN738LC après attaques chimiques

Les grains d'IN738LC présentent des microstructures dendritiques avec des dendrites d'une largeur de l'ordre de 1 µm et donc la longueur varie entre 5 et 10 µm. Ces dimensions dépendent de la vitesse de solidification des particules et donc aussi de leur dimensions. Dans un alliage de fonderie les dendrites peuvent en comparaison atteindre des dimensions millimétriques (Kim *et al.*, 2006). La microstructure dendritique des grains d'IN738LC aussi visible sur la cartographie EBSD de la Figure III-6.

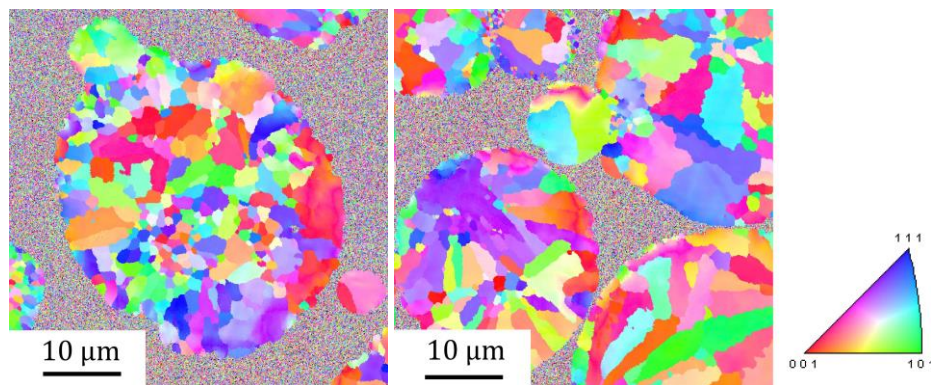


Figure III-6. Cartographie EBSD sur poudre d'IN738LC par atomisation gaz

La vitesse de refroidissement associée au procédé d'atomisation est très élevée, entre 10^4 et 10^6 °C/s (Cote, 2021), elle dépend notamment de la taille des particules, les plus fines refroidissent plus rapidement. Cette vitesse de refroidissement élevée explique le fait qu'aucun précipité γ' n'ait été observé au MEB, malgré des observations à fort grossissement et après une attaque chimique à l'eau régale. L'article de Sun et al. (Sun *et al.*, 2019a) analyse au MET des dépôts d'IN718 à l'état brut de projection et note l'absence de précipités γ' , γ'' ou δ en raison de la très grande vitesse de refroidissement (10^5 °C/s) de ses poudres produites par plasma.

La Figure III-7 est une cartographie de la concentration en éléments d'alliage dans une particule de poudre d'IN738LC analysée par microsonde de Castaing.

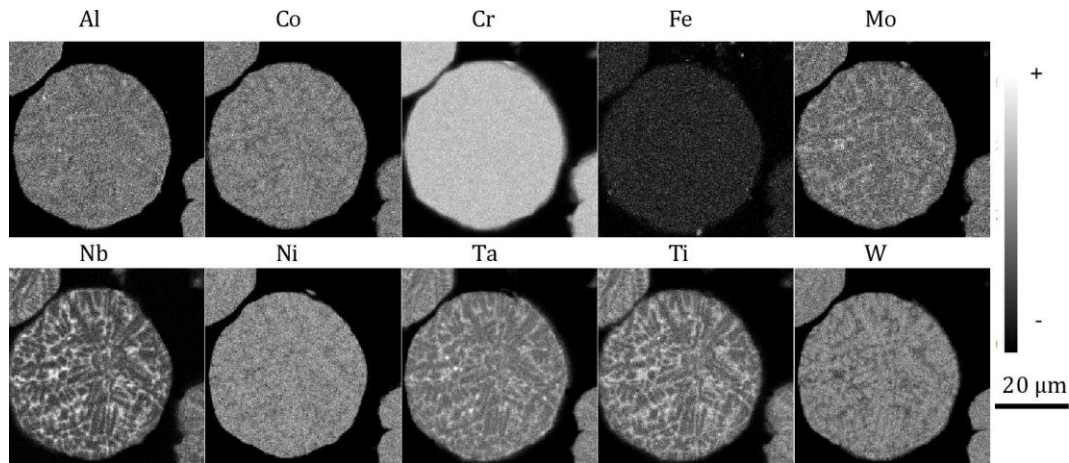


Figure III-7. Cartographie de distribution des éléments d'alliage d'une poudre d'IN738LC

On distingue la microstructure dendritique fine avec des zones interdendritiques plus riches en niobium, en titane, en tantale et en molybdène. A contrario, ces zones interdendritiques sont moins riches en cobalt, en nickel et en tungstène. La ségrégation des éléments chimiques est inhérente au procédé d'atomisation et similaire aux résultats de la thèse de Royer (Royer, 2014).

III.1.1.2 Microdureté

Les particules de poudres sont des matériaux de petite dimension, entre 20 et 50 μm environ. De ce fait, il n'existe pas de méthodes conventionnelles de caractérisation de la ductilité sur poudre. Les mesures de microdureté Vickers sur les poudres permettent cependant d'aborder cette propriété à l'échelle d'une particule. Cependant, il faudra analyser la validité des hypothèses dimensionnelles que l'on retrouve dans la norme (AFNOR, 2018). Dans ce cas, la méthode est limitée par le fait que l'on ne connaît pas la position du plan de coupe, notamment pour le cas critique d'un plan de coupe qui conduit à une calotte de faible épaisseur. Pour pallier au mieux cette limite on choisit parmi l'échantillonnage de particules celles dont les diamètres apparents sont les plus grands.

III.1.1.2.1 Poudres de nickel

Les poudres de Ni ont été analysées avec deux charges différentes : 5 g et 10 g. Les moyennes des duretés sont de $170 \pm 13 \text{ Hv}_{0,005}$ et de $141 \pm 13 \text{ Hv}_{0,010}$. L'augmentation de la charge conduit à une diminution de la dureté potentiellement liée à une influence plus élevée de la résine pour les indents associés à une charge de 10 g. Pour évaluer cette influence, la Figure III-8 consigne les valeurs de dureté mesurées en fonction des diamètres apparents (D_{app}) des particules qui sont comprises entre 24 et 47 μm .

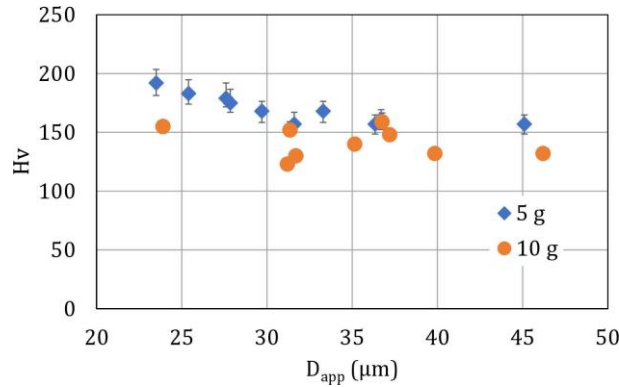


Figure III-8. Dureté des poudres de Ni

Les empreintes pour une charge de 5 g mesurent entre 6,9 μm et 7,7 μm, celles pour une charge de 10 g varient entre 10,7 μm et 12,3 μm. Afin d'analyser l'applicabilité de la norme pour les particules de poudre, il faut s'intéresser au volume de matière autour de l'empreinte.

Avec les diagonales de l'empreinte notées d_1 , d_2 , et D_{app} le diamètre apparent de la particule, en positionnant l'empreinte au milieu de la particule, le respect de la norme implique $\frac{1}{2}D_{app} > 2,5 \times \frac{d_1+d_2}{2}$, ce qui correspondrait à un diamètre apparent minimum de 38,5 μm et 61,5 μm pour des charges respectivement de 5 g et 10 g. Ainsi, une charge de 5 g permet de cibler les particules proches du D_{50} en respectant de manière satisfaisante la condition souhaitée tandis qu'à 10 g on peut considérer que l'on est hors limite car la valeur est bien au-dessus du D_{90} de la poudre analysée. Pour aborder l'influence possible de la profondeur de calotte en dessous du diamètre apparent (inconnue par l'expérimentateur), le respect de la norme $P_{cal} > 1,5 \times \frac{d_1+d_2}{2}$ suggère dans ce cas que les hauteurs de calotte minimales soient respectivement de 11,6 μm et 18,5 μm pour des indentations à 5 g et 10 g. La Figure III-9 présente les trois cas possibles de diamètre apparent selon la position du plan de coupe de la particule.

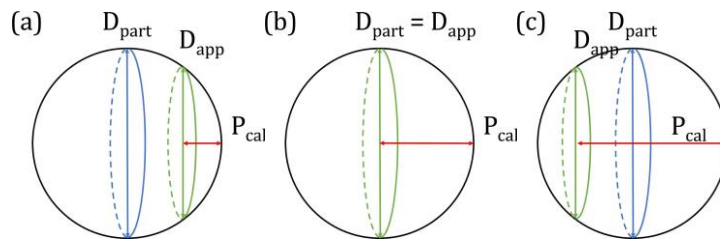


Figure III-9. Cas représentatifs de la profondeur sous la zone d'indentation : (a) Coupe en dessous du plan médian, (b) Coupe médiane, (c) Coupe au-dessus du plan médian

Le cas (a) constitue le cas le plus critique pour lequel la coupe est faite en dessous du plan médian avec $P_{cal} = \frac{D_{part}}{2} - \sqrt{\left(\frac{D_{part}}{2}\right)^2 - \left(\frac{D_{app}}{2}\right)^2}$. La profondeur de calotte est estimée pour les différents D_{app} analysés selon les diamètres représentatifs $D_{part}=D_{10}$, D_{50} et D_{90} afin de positionner les limites de profondeur minimales permettant de respecter la norme (Figure III-10).

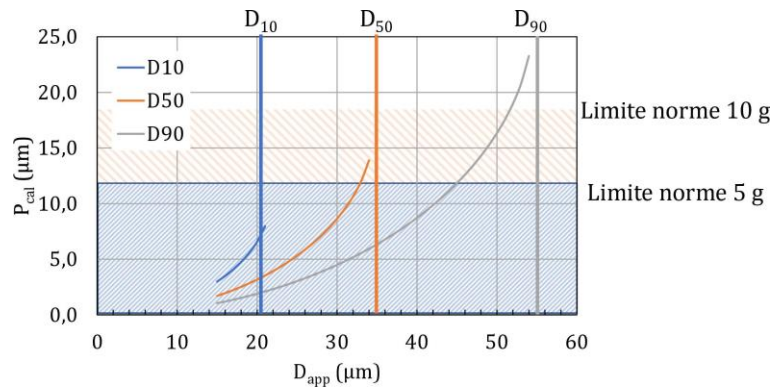


Figure III-10. Estimation de P_{cal} en fonction de D_{app} (cas $D_{app} < D_{part}$) et limites de la norme en profondeur pour 5 g et 10 g dans le cas de la poudre de Ni

Les courbes représentées correspondent au calcul de P_{cal} si la particule à l'origine de la coupe avait un diamètre D_{10} , D_{50} ou D_{90} . Tout d'abord, si D_{app} est supérieur respectivement à D_{10} , D_{50} ou D_{90} , le diamètre initial de la particule ne peut pas être D_{10} , D_{50} ou D_{90} . Ainsi, les courbes D_{10} , D_{50} et D_{90} s'arrêtent à 21,8, 34,7 et 54,6 μm . Ce graphique nous indique, que pour une masse de 5 g, toute mesure de dureté sur une coupe où $D_{app} > 45 \mu m$ respectent la norme. Pour une masse de 10 g, il faut que $D_{app} > 52 \mu m$ pour que la norme soit respectée. Cependant, ces cas constituent les cas critiques, et pour une masse de 5 g, la norme est aussi respectée par exemple pour $33 \mu m < D_{app} < D_{50}$ si la particule à l'origine de la coupe a un diamètre D_{50} .

Ainsi, les mesures de microdureté sur la poudre de Ni ne respectent la norme des mesures vickers par rapport à l'espacement vis-à-vis du bord de l'échantillon et de l'épaisseur que pour les très grosses particules avec $D_{app} > 45 \mu m$ pour 5 g et $D_{app} > 61,5 \mu m$ pour 10 g.

En examinant l'échantillonnage de la Figure III-8, on remarque finalement que les valeurs de dureté dépendent peu du diamètre apparent des particules de Ni, notamment pour $D_{app} > 30 \mu m$. Ceci montre un effet limité de la résine pour ces tailles de particules car si une évolution était due à l'effet de la résine, la dureté augmenterait avec D_{app} , ce qui n'est pas le cas. Cette observation valide les mesures, surtout pour une charge de 5 g, même s'il faut toujours pointer les limites de cette méthode de mesure sur poudre.

III.1.1.2.2 Poudre d'IN738LC

Des mesures de dureté avec des charges de 10 g et de 25 g ont été effectuées sur la poudre d'IN738LC qui conduisent respectivement à des duretés moyennes de $408 \pm 18 \text{ Hv}_{0,010}$ et $376 \pm 8 \text{ Hv}_{0,025}$. Comme pour la poudre de Ni, la charge la plus élevée conduit à la dureté la plus petite mesurée en raison de la présence de la résine. Les valeurs mesurées en fonction des diamètres apparents analysés, compris entre 30 et 45 μm , sont consignées dans la Figure III-11.

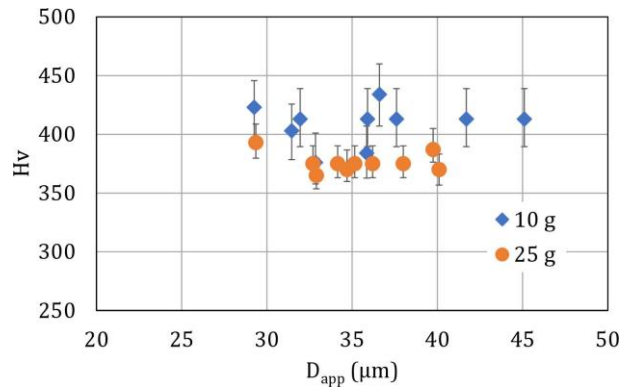
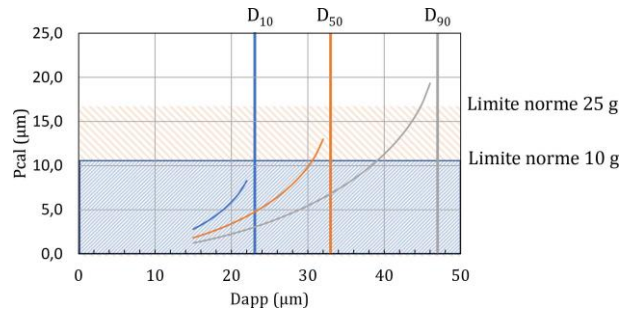


Figure III-11. Dureté de la poudre d'IN738LC

Les diagonales moyennes des empreintes évoluent entre 6,5 µm et 7 µm pour une charge de 10 g et entre 10,9 µm et 11,3 µm pour une charge de 25 g. Ces tailles imposeraient des diamètres apparents minimaux de 35 et 56,3 µm pour les charges appliquées, ce qui n'est le cas que de certaines des mesures à 10 g. Comme pour la poudre de Ni, les limites de profondeurs minimales lorsque D_{app} est inférieur à D_{part} (cas critique) sont évaluées pour l'IN738LC dans la Figure III-12.


 Figure III-12. Estimation de P_{cal} en fonction de D_{app} (cas $D_{app} < D_{part}$) et limites de la norme en profondeur pour 10 g et 25 g dans le cas de la poudre d'IN738LC

Pour respecter la norme, P_{cal} devrait être de 10,5 µm pour une charge de 10 g et de 17 µm pour une charge de 25 g. Sur cette base, on voit qu'il faudrait considérer uniquement les indents effectués avec une charge de 10 g avec $D_{app} > 39$ µm pour être certain de respecter la norme mais au détriment de l'incertitude relative sur la mesure optique de la diagonale.

Tout comme pour la poudre de Ni, les valeurs de dureté de la poudre d'IN738LC ne dépendent pas du diamètre apparent des particules. Par ailleurs, ces niveaux de dureté sont proches des valeurs de dureté de l'IN738LC brut de fabrication L-PBF (Figure I-26), ainsi que de l'IN738LC de fonderie lorsqu'il est faiblement chargé en précipités γ' , comme cela est visible dans la Figure I-7. Dans notre cas, aucun précipité γ' n'est observé au MEB et l'atomisation conduit à des vitesses élevées, analogues aux températures de refroidissement du procédé L-PBF, ce qui peut expliquer ces valeurs proches. Malgré les incertitudes des mesures, du fait de leurs répétabilités, on considère les évaluations faites comme significatives, avec une statistique représentative du lot sauf pour les petites particules ($D_{app} < D_{50}$).

La poudre de Ni, en tant que métal pur, est bien moins dure que la poudre de superalliage d'IN738LC. Ces différences proviennent de la présence des éléments chimiques de l'alliage en solution dans la phase γ , ainsi que potentiellement des phases durcissantes, carbures ou phase γ' en faible proportion sous la forme de précipités nanométriques. La faible dureté du nickel traduit aussi une plus grande ductilité. Le

Tableau VI-3 (Annexe A) fournit des valeurs correspondants aux propriétés mécaniques de l'IN738LC et du Ni à l'état massif. L'allongement à rupture, qui correspond à une indication de la ductilité de l'alliage est de 30 % pour le Ni et de 7 % pour l'IN738LC. Bien qu'on ne puisse pas directement relier la mesure de dureté à la ductilité du matériau, il serait intéressant d'avoir des mesures de nanoindentation pour s'affranchir du problème de profondeur de pénétration des indents avec des charges appliquées plus faibles. Cela permettrait également d'appréhender plus l'influence de la taille des poudres voire des effets de gradient de nanodureté entre le cœur et la peau de la particule. De plus, des valeurs de modules d'Young pourraient être mesurées, par micro ou nanoindentation instrumentées (Cavaliere *et al.*, 2017 ; Cavaliere *et al.*, 2021 ; Fiebig *et al.*, 2020 ; Luzin, Spencer et Zhang, 2011 ; Singh *et al.*, 2018 ; Sun *et al.*, 2019b).

III.1.1.3 Analyses structurales

Les poudres d'IN738LC et de Ni sont analysées par diffraction des rayons X afin d'examiner leur état structural. Les conditions d'analyses avec une source cobalt sont rapportées dans la partie II.3.3.2. Les diffractogrammes obtenus sont fournis à la Figure III-13.

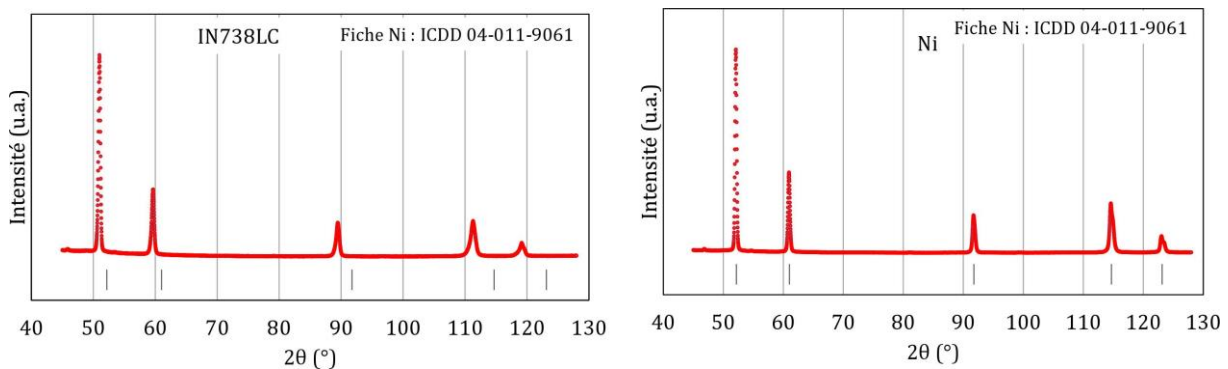


Figure III-13. Diffractogrammes des poudres d'IN738LC (gauche) et de Ni (droite)

Dans les poudres de nickel et d'IN738LC, on ne distingue qu'une seule phase γ et l'intégralité des pics est indexée. Cette phase est cubique à faces centrées et son groupe d'espace est $f\bar{m}\bar{3}m$ et le paramètre de maille attendu pour le nickel pur est de $0,35238 \text{ nm}^{-1}$. A partir de ces diffractogrammes, le paramètre de maille et la largeur du premier pic sont évalués par un code de calcul dont on décrit la méthode dans la partie II.3.3.2.2. Le paramètre de maille du Ni est évalué à $0,35 \pm 0,01 \text{ nm}$ et celui de l'IN738LC est évalué à $0,36 \pm 0,01 \text{ nm}$. La valeur plus élevée du paramètre de maille de l'IN738LC provient de la présence des éléments d'addition en solution solide dans la maille cristalline. La largeur du premier pic est évaluée respectivement à $0,025 \text{ nm}^{-1}$ et $0,030 \text{ nm}^{-1}$ pour la poudre de Ni et d'IN738LC, des valeurs sensiblement proches où l'incertitude portant sur les résultats expérimentaux conduit à une erreur de $\pm 0,004 \text{ nm}^{-1}$.

III.1.2 Paramètres du procédé CS étudiés

III.1.2.1 Choix des conditions de projection CS

Les dépôts CS obtenus au cours de cette thèse ont été produits par deux installations différentes : un équipement moyenne pression, CGT KINETIC® 3000-M (Oerlikon Metco, Suisse), au centre des matériaux, et un équipement haute pression Impact Innovations 5/11® (Impact Innovation

Gmbh, Allemagne) situé dans le centre de recherche de Jülich au laboratoire IEK-1 (Allemagne). Les caractéristiques des équipements sont présentées dans la partie II.2.1.

La section I.3.3 traite en détail les paramètres de projection rencontrés pour la projection des alliages base Ni et du Ni pur. La vitesse critique du nickel se situe entre 450 et 650 m/s en fonction des températures des particules à l'impact et de leurs tailles. Les vitesses critiques des alliages base nickel ont des valeurs d'un minimum 500 m/s (IN718) et autour de 700-750 m/s pour l'IN738LC. Ces niveaux de vitesse élevés peuvent être atteints avec les installations CS moyenne pression, en utilisant l'azote ou l'hélium en tant que gaz porteur, avec des conditions de pression et de température en entrée de tuyère au-delà de 3 MPa et 550°C pour le Ni ; 3 MPa et 600/700°C pour l'IN738LC. Dans la littérature, différentes approches sont mises en œuvre pour réaliser et optimiser la projection CS des alliages base nickel. Tout d'abord, il est possible d'agir sur la granulométrie, les poudres fines étant accélérées à une plus grande vitesse pour une même condition de gaz CS. Dans cette thèse, nous souhaitons conserver le même matériau entre le procédé CS et le procédé L-PBF. Les coulabilités des poudres Ni et IN738LC sont bonnes, avec des mesures de débit de poudre reproductibles entre deux campagnes. Il est possible aussi de projeter un mélange de poudre avec un matériau liant plus ductile pour améliorer le rendement de dépôt et favoriser la montée en épaisseur. Le mélange de poudre de Ni et d'IN738LC a été envisagé, mais les étapes supplémentaires inhérentes à la préparation et au contrôle des mélanges limitent l'intérêt de cette voie de chaînage compatible (mais non homogène) qui est par ailleurs déjà considérée avec la mise en œuvre de dépôts de nickel pur. Une option concerne aussi le traitement thermique des poudres avant projection afin d'améliorer possiblement la ductilité des poudres. Cette voie d'amélioration est implémentée avec succès sur des alliages à durcissement structural à base d'aluminium, pour lesquels elle réduit la dureté des particules qui proviennent de l'atomisation, ce qui est associé à une amélioration de la ductilité des particules de poudres, des épaisseurs ou des rendements de dépôt (Bunel, 2020 ; Sabard, de Villiers Lovelock et Hussain, 2018). Les travaux de Perez et al. (Perez *et al.*, 2021) comparent la projection d'IN718 brut d'atomisation et après des traitements thermiques de la poudre entre 700 et 900°C sous vide avec un balayage d'argon. Mais la précipitation de phases secondaires γ' et γ'' dans les particules de poudres pourrait être à l'origine de la diminution de leur ductilité et entraîner la diminution du rendement de projection. Dans l'optique d'explorer cette voie d'amélioration dans le cas de l'IN738LC, mais aussi de mieux connaître l'évolution des poudres d'IN738LC en température, des traitements et des analyses ont été mis en place et seront décrits dans la partie III.3.1. Même si les poudres traitées n'ont pas été projetées par CS dans le cadre de cette thèse (four spécial en cours d'installation au CdM), il s'agissait d'appréhender les domaines de température pour lesquels des modifications structurales ayant un lien avec la ductilité pouvaient intervenir. Cette méthodologie mise en œuvre sur poudre doit par ailleurs contribuer à l'étude des dépôts pour lesquels les effets de la température lors du dépôt ou après post-traitements peuvent également être déterminants sur la maîtrise ou l'amélioration des caractéristiques des dépôts. Un préchauffage des poudres in-situ (par le gaz du procédé) permet de diminuer la vitesse critique théorique mais nécessite un équipement non disponible sur l'installation MP. Une entrée des particules allongée est utilisée sur l'installation HP pour favoriser la montée en température des particules. Le cas des alliages à durcissement structural est plus complexe que le cas des métaux purs et ceci justifie également l'étude des traitements thermiques sur poudres proposée dans la thèse.

Les possibilités de la projection CS des alliages base nickel sont également affectées par la nature et la préparation des substrats qui conditionnent l'accroche de la première couche. Deux natures de substrat ont été mises en œuvre, en acier inoxydable AISI304 et en alliage d'aluminium 2017A

dont leurs propriétés distinctes sont jugées susceptibles d'influer sur la réalisation et les propriétés des dépôts. Les caractéristiques matériaux des substrats sont fournies dans le Tableau II-2. Les deux substrats sont sablés par des grains d' Al_2O_3 en amont de la projection pour obtenir un état de référence rugueux. Nous avons fait le choix d'employer cette méthode qui favorise un ancrage mécanique du dépôt mais associée à un nettoyage minutieux des substrats pour limiter au maximum la présence résiduelle de particules d' Al_2O_3 .

Dans notre cas, le choix prépondérant pour varier et si possible maîtriser la création des dépôts CS d'IN738LC et de Ni concerne les paramètres gaz de la projection (nature, pression, température), mais également le choix de l'équipement qui conditionne les plages d'utilisation des gaz et également la géométrie des buses adaptée à l'équipement. Par ces choix, il s'agit de varier significativement la vitesse d'impact des particules. La cinématique de projection, caractérisée par le déplacement de la buse de projection, le choix du pas et le nombre de passe (cf. II.2.1). Cette cinématique peut avoir un effet sur la formation du dépôt, notamment en raison du taux d'impact et de la réponse locale du dépôt (en fonction de la vitesse instantanée et du débit de poudre) et aussi possiblement sur l'oxydation *in situ* selon les températures réelles atteintes entre deux passes en cours de projection (Mauer *et al.*, 2021). La synthèse des paramètres de projection mis en œuvre dans la littérature pour la projection de Ni et d'alliages base Ni est fournie dans la section I.3.3. Les conditions de gaz à choisir sont *a priori* nécessairement dans des gammes élevées à la fois en pression et en température, sur des installations moyenne ou haute pression, et la nature du gaz porteur est de l'azote ou de l'hélium. Le cas du nickel pur est moins sujet à problème et ne fera pas l'objet d'une étude aussi développée que l'IN738LC. Ainsi, on ne souhaite pas réaliser une étude paramétrique poussée, ni même une optimisation avancée des conditions de dépôts mais il faut pouvoir aborder la création de couches suffisamment épaisses pour recevoir une fusion laser L-PBF qui n'atteint pas le substrat. C'est à l'issue du chaînage complet que l'optimisation des dépôts CS de base Ni pourra être posée.

Les choix de paramètres de projection étudiés au cours de cette thèse ont pour objectif l'obtention de dépôts suffisamment épais, si possible denses et adhérents d'IN738LC ou de Ni en permettant aux particules d'atteindre et de dépasser des vitesses critiques de l'ordre de 500 – 700 m/s pour la granulométrie considérée.

Le premier paramètre de projection est le choix du gaz de projection, qui peut-être de l'azote ou de l'hélium. L'avantage de l'hélium est sa faible masse moléculaire et sa constante de gaz spécifique R_s élevée par rapport à l'azote qui permet d'atteindre des vitesses plus élevées (Oyinbo et Jen, 2019). L'inconvénient de ce choix est son coût et sa rareté, l'azote est un des éléments majeurs de l'atmosphère, sa production est bien moins coûteuse que celle de l'hélium. De plus, le débit de l'hélium est plus élevé que celui de l'azote à iso-conditions (débit_{N₂} : 80 m³/h, débit_{He} : 220 m³/h pour l'hélium). Les deux autres paramètres de projection à être définis sont la pression et la température en entrée de buse, généralement supérieures à 3,0 MPa et 600°C/700°C pour la projection d'IN738LC. L'installation moyenne pression (MP) du centre des matériaux, CGT KINETIC® 3000-M (Oerlikon Metco, Suisse) permet d'atteindre ces conditions pour l'azote au maximum de ses capacités, mais elle ne permet pas de marges supplémentaires pour augmenter la vitesse et la température des particules. Le deuxième matériau à être projeté, le Ni pur, nécessite des conditions de projection moins élevées en pression et température d'azote autour de 3 MPa et 550°C. Des dépôts CS d'IN738LC avec de l'azote et de l'hélium et de Ni avec de l'azote ont été produits avec l'installation moyenne pression.

Pour obtenir des dépôts avec des vitesses d'impact plus élevées, un partenariat a été mis en place avec le centre de recherche IEK-1 du Forschungszentrum Jülich (Allemagne) dont l'installation CS haute pression (HP) permet d'atteindre une température en entrée de buse de 1100°C et une pression de 5,0 MPa d'azote. La projection CS d'IN738LC a fait l'objet de la thèse de T. Kalfhaus au sein de ce laboratoire (Kalfhaus, 2019) dans l'optique d'utiliser les procédés CS ou plasma pour réparer des pièces aéronautiques dans ce même alliage. Les résultats de Kalfhaus ne sont pas transposables directement ici en raison de différences dans les granulométries des poudres utilisées, cependant, l'échange avec les chercheurs de Jülich a bénéficié de l'apport de ces travaux sur la connaissance de la projection CS d'IN738LC.

Par défaut, on désigne par MP les dépôts IN738LC effectués au centre des matériaux sur l'installation CS moyenne pression avec de l'azote et ceux réalisés avec de l'hélium sur cette même installation par MP-He. Les dépôts CS Ni effectués avec de l'azote sur l'installation MP seront désignés MP-Ni. Enfin, les dépôts IN738LC issus des projections HP à Jülich seront notés HP. Le type de substrat sera désigné par l'ajout d'une lettre (I : Inox, A : Aluminium) dans la nomenclature. Les conditions de projection réalisées sont synthétisées dans le Tableau III-1.

Tableau III-1. Paramètres de projection CS

<i>Projection</i>	<i>MP</i>		<i>MP-He</i>	<i>HP</i>
<i>Poudre</i>	IN738LC	Ni	IN738LC	IN738LC
<i>Débit (g/min)</i>	30	30	30	30
<i>Gaz porteur</i>	N ₂	N ₂	He	N ₂
<i>Pression (MPa)</i>	3,0	3,0	2,5	5,0
<i>Temp. (°C)</i>	600	500	500	1100
<i>Distance de projection (mm)</i>	20	20	20	60
<i>Vitesse d'éclairement (mm/s)</i>	200	200	200	500
<i>Pas de recouvrement (mm)</i>	1	1	1	1

III.1.2.2 Estimation des vitesses de particules

III.1.2.2.1 Calcul 1D des vitesses de particules

Les vitesses critiques minimum pour des particules de Ni sont données entre 450 et 650 m/s, celles des alliages base nickel et plus précisément de l'IN738LC entre 500 et 750 m/s. Ces plages de vitesse critique sont dues à l'influence des tailles et des températures à l'impact de particules, ainsi que des méthodes de détermination (cf. I.3.1.3, I.3.3.1.2 et I.3.3.2.2). Afin d'aider à comparer les conditions appliquées, il est important de s'intéresser aux vitesses atteintes par les particules au regard de ces vitesses critiques. Celles-ci peuvent être mesurées avec des dispositifs du type DPV 2000. La mise en place de ce type de mesure était possible au centre des matériaux, mais compte tenu du choix relativement limité des paramètres étudiés, c'est-à-dire soit MP, MP-He, MP-Ni, ou encore HP et des quantités de poudre nécessaires pour réaliser ce type de mesure, nous avons privilégié une estimation par calcul de la vitesse des gaz et des particules tenant compte de la nature du gaz, de la géométrie de buse et de la granulométrie de poudre (cf. I.3.2.). Pour ces calculs, le flux de gaz est considéré comme isentropique, le gaz suit la loi des gaz parfaits, il n'y a pas de choc, de discontinuité ou de couche limite en bordure de la tuyère et les particules de poudres n'influencent pas sur les mouvements du gaz. Les conditions initiales du calcul sont consignées dans le Tableau III-2. La géométrie de la tuyère est constituée d'une partie convergente et d'une partie divergente conique, elle est déterminée par les diamètres en entrée, au col et en sortie, la longueur de la partie convergente et celle de la partie divergente.

Tableau III-2. Données d'entrée des calculs 1D de vitesses de particules

Conditions du calcul	MP ⁶	MP-Ni ⁶	MP-He ⁶	HP ⁷
<i>Géométrie</i>				
$D_{entrée}$ (mm)	17,5	17,5	17,5	12,9
D_{col} (mm)	2,7	2,7	2,7	2,7
D_{sortie} (mm)	6,5	6,5	6,5	6,4
$L_{convergent}$ (mm)	40,0	40,0	40,0	30
$L_{divergent}$ (mm)	132,4	132,4	132,4	130
$D_{projection}$ (mm)	20	20	20	60
<i>Paramètres d'entrée du gaz</i>				
P_0 (MPa)	3,0	3,0	2,5	5,0
T_0 (°C)	600	500	500	1100
Nature	N ₂	N ₂	He	N ₂
γ	1,40	1,40	1,66	1,40
Masse molaire (kg/mol)	28,0134.10 ⁻³	28,0134.10 ⁻³	4,003.10 ⁻³	28,0134.10 ⁻³
<i>Paramètres des particules</i>				
d_p (μm)	22,9-46,7	21,8-54,6	22,9-46,7	22,9-46,7
ρ_p (g.cm ⁻³)	8,11 ⁸	8,90 ⁹	8,11 ⁸	8,11 ⁸
Masse molaire (kg/mol)	56,805.10 ⁻³	58,693.10 ⁻³	56,805.10 ⁻³	56,805.10 ⁻³

Pour obtenir la vitesse des particules le long de la tuyère, la géométrie de la tuyère est discrétisée et les équations (I-2) à (I-10) sont utilisées pour calculer en chaque point la vitesse, la température, la pression, le nombre de Mach du gaz, le coefficient de traînée et la vitesse des particules. L'équation (I-11) est utilisée pour vérifier si les conditions sont réunies pour qu'aucun choc ne se forme dans la tuyère. Le calcul de P_s , la pression en sortie de la tuyère, donne systématiquement des valeurs supérieures à la pression atmosphérique, ce qui correspond au cas sans choc dans la tuyère.

La température et la pression du gaz observées diminuent le long de la tuyère. L'influence la plus importante sur ces deux conditions sont les paramètres d'entrée du gaz. La température évolue de 1100°C pour atteindre 160°C à la sortie de la tuyère en conditions HP, tandis qu'elles passent de 500-600°C à des températures très faibles, proche du 0 absolu, ce qui ne correspond pas à la réalité expérimentale pour les conditions MP, MP-Ni et MP-He. La pression diminue elle aussi, de 5 MPa à 0,9 MPa en conditions HP, de 2,5-3,0 MPa à 0,3-0,5 MPa pour les trois conditions MP. La vitesse du gaz augmente dans la tuyère, elle atteint en sortie 1118 m/s en MP, 1052 m/s en MP-Ni, 2609 m/s en MP-He et 1398 m/s en HP. Ainsi, l'utilisation de l'hélium permet bien théoriquement une forte accélération du gaz par rapport à l'azote. Le coefficient de traînée C_d est calculé selon l'approximation d'Henderson (Henderson, 1976) (cf. (I-7) à (I-10)). Les valeurs de ce coefficient sont cohérentes avec celles de l'article de Mauer et al. (Mauer *et al.*, 2017).

Les profils de vitesse des particules dans le flux en fonction des conditions de projection pour le diamètre moyen de particule D_{50} sont donnés dans la Figure III-14 pour les conditions MP (gauche) et HP (droite). L'ensemble des vitesses à l'emplacement du substrat pour les différentes conditions sont résumées dans la Figure III-15 pour des particules de tailles D_{10} , D_{50} et D_{90} .

⁶ Dimensions de la buse 24TC (Léger, 2018)

⁷ Dimensions de la buse SiC-OUT2 (Jeandin et Ducos, 2020)

⁸ (Nickel Institute, 2020)

⁹ (Lide *et al.*, 2009)

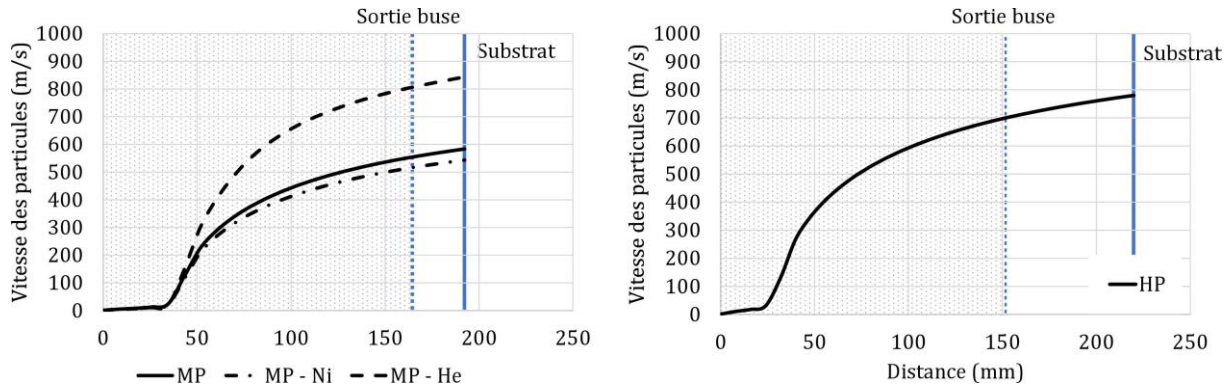


Figure III-14. Profils de vitesses des particules D₅₀ en conditions MP (gauche) et HP (droite)

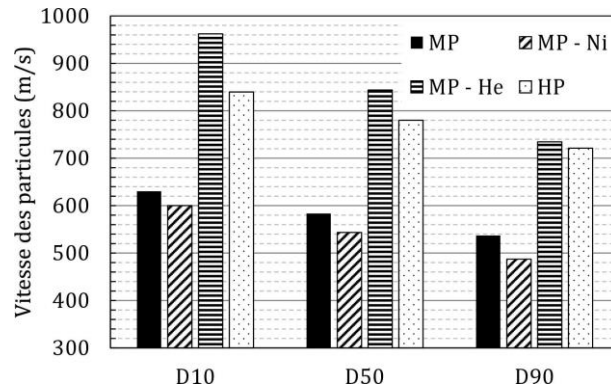


Figure III-15. Vitesses d'impact de particules D₁₀, D₅₀ et D₉₀ en conditions MP et HP

Les conditions de projection MP et MP-Ni conduisent à des valeurs de vitesses à l'impact entre 480 m/s et 640 m/s. Ces estimations ne prennent pas en compte l'effet du bow-shock, qui diminue la vitesse des particules, surtout les plus fines. Ces niveaux de vitesse sont donc dans une plage basse par rapport aux vitesses critiques de l'IN738LC, ce qui justifie l'emploi de l'équipement MP en conditions maximales de pression et température. L'utilisation de l'hélium permet d'atteindre des vitesses presque deux fois plus élevées entre 730 m/s et 960 m/s. Cette fois, les vitesses d'impact sont dans une plage effectivement plus élevée que celle faisant référence aux vitesses critiques, ce qui laisse plus d'amplitude pour projeter l'alliage de Ni et semble une alternative intéressante. C'est le cas des conditions HP qui permettent d'atteindre des vitesses entre 720 m/s et 840 m/s, plus faibles mais relativement proches de celles obtenues avec de l'hélium, surtout pour ce qui concerne les particules les plus grosses.

III.1.2.2.2 Estimation des vitesses de particules par le logiciel KSS

En complément aux résultats du calcul 1D, des mesures de la fenêtre de projection encadrée par la vitesse critique et la vitesse d'érosion, ainsi que la vitesse des particules sont fournies par le logiciel KSS Software mis en œuvre par G. Mauer, chercheur au centre de recherche IEK-1. La dimension des particules à l'origine de la détermination de la fenêtre de projection est issue du calcul $d_{moyenne} = 0,20 \times D_{10} + 0,60 \times D_{50} + 0,20 \times D_{90}$. La Figure III-16 expose les résultats de cette fenêtre de projection, ainsi que les vitesses et températures des particules selon les conditions de projection et leurs tailles. Ces évaluations prennent en compte l'effet bow-shock.

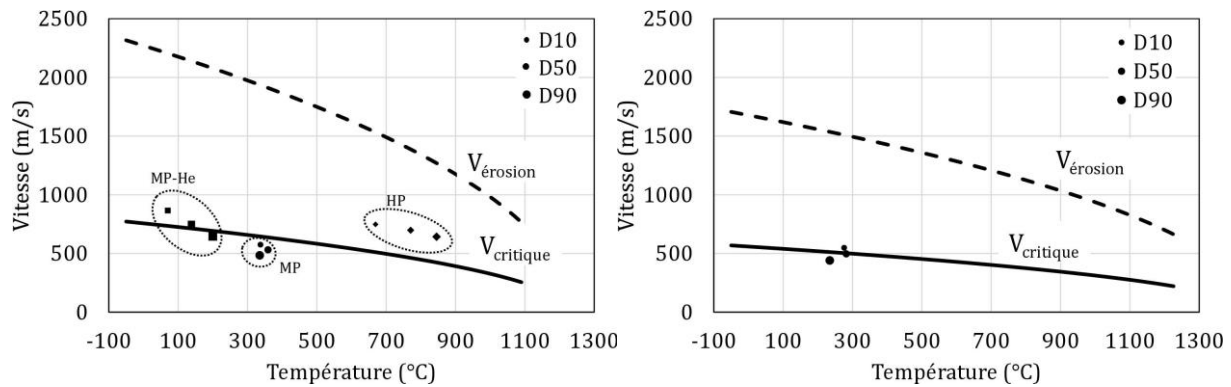


Figure III-16. Vitesse des particules d'IN738LC et de Ni

Les conditions de projection MP conduisent à des vitesses de particules d'IN738LC en-deçà de la vitesse critique, ce qui confirme l'intérêt d'avoir mis en œuvre des projections MP-He et HP qui elles permettent d'avoir des vitesses de particules dans la fenêtre de projection. Les vitesses de particules à l'impact sont proches pour les projections MP-He et HP, surtout pour les grosses particules, avec des vitesses de 640 m/s à 870 m/s en MP-He et de 640 à 750 m/s en HP. En revanche, les niveaux de température en MP-He évoluent entre 70 et 200°C contre 660 et 850°C en HP. Ces différences importantes n'étaient pas appréhendées par le calcul isentropique 1D et confirment l'intérêt des deux types de projection. Pour la projection du Ni pur, les estimations de vitesses des particules conduisent à des valeurs autour de 500 m/s, ce qui serait à la limite de la vitesse critique mais au-delà pour les particules de tailles moyennes.

Ainsi, les estimations des vitesses des poudres de nickel et d'IN738LC sont favorables à l'obtention de dépôt de Ni. En revanche, la vitesse des particules d'IN738LC est à la limite, d'autant plus si on prend en compte le bow-shock et la réalité du flux de particules. Ceci doit jouer sur la capacité à monter en épaisseur et probablement la qualité des dépôts. Les projections à l'hélium (MP-He) ou sur un équipement dernière génération à l'azote (HP) devraient pallier cette limite. Les trois conditions différentes MP, MP-He et HP conduisent donc bien à des dépôts pour lesquels on s'attend à des caractéristiques morphologiques, microstructurales et mécaniques variées.

III.1.3 Influence des paramètres CS sur l'épaisseur des dépôts

Le bain de fusion L-PBF a une profondeur de l'ordre de la centaine de μm , entre 50 et 400 μm d'après Grange et al. (Grange *et al.*, 2021). Pour étudier l'influence de l'épaisseur et de la rugosité de dépôt sur le chaînage avec le procédé L-PBF, on cherche à obtenir des dépôts entre 100 μm et 1 mm. On choisit de faire varier l'épaisseur de dépôt et sa morphologie en fonction des conditions de projection et du rendement de dépôt associé ainsi que du nombre de passes tandis que la cinématique de projection et le débit de poudre restent constants (cf. Tableau III-1). L'évolution de l'épaisseur de dépôt selon les conditions de projections et les campagnes de projection est exposée à la Figure III-17.

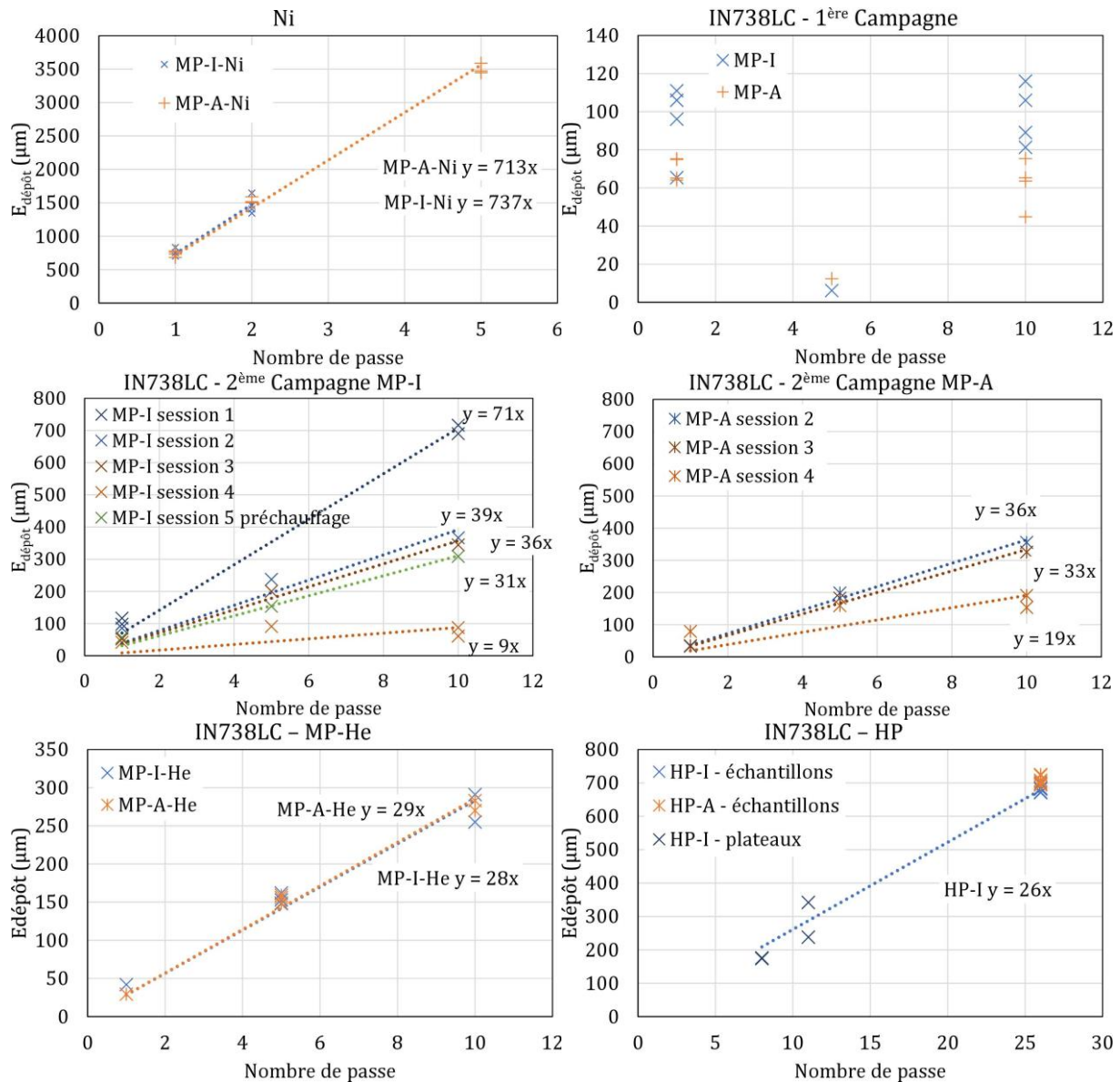


Figure III-17. Epaisseur des dépôts en fonction du nombre de passes

L'épaisseur des dépôts augmente linéairement avec le nombre de passes pour les dépôts de Ni, ainsi que pour les dépôts d'IN738LC MP de la 2^{ème} campagne, les dépôts MP-He et HP.

L'épaisseur déposée pour les dépôts de nickel est d'environ 700 μm par passe. Les dépôts 5 passes sur substrat AISI304 se sont délamés après la projection. L'adhérence des dépôts sur le substrat 2017A semble pour cette raison meilleure que celle sur le substrat AISI304. Pour chaque nombre de passes, l'épaisseur est mesurée pour quatre échantillons différents qui apparaissent tous sur le graphe, ce qui atteste de la reproductibilité de la projection. Enfin, la mesure des épaisseurs pour les dépôts de nickel est faite par micromètre en raison de la forte épaisseur des dépôts, le niveau d'épaisseur est majoré par cette méthode de mesure. Les dépôts 5 passes, de 3500 μm d'épaisseur, ne seront pas étudiés par la suite car ils présentent des variations d'épaisseurs importantes et ne permettent pas de comparer les deux types de substrats.

Les dépôts CS MP d'IN738LC ont été produits au cours de deux campagnes de projections. On choisit de les montrer séparément en pointant chaque échantillon pour la reproductibilité d'une campagne à une autre et au sein d'une même campagne car il est apparu certaines difficultés à

analyser et reproduire ces conditions. Les épaisseurs sont mesurées au profilomètre avec retrait de la courbure de l'échantillon. Lors de la 1^{ère} campagne de projection, les dépôts ont une épaisseur maximale de 150 μm . Le fait que l'épaisseur des dépôts soit moindre entre 1 passe et 5 passes provient sans doute d'un délaminage en cours de dépôt. En revanche, l'obtention de la première couche, qui nécessite une vitesse d'impact au-delà de la vitesse critique, est acquise pour certaines particules avec l'obtention de couche relativement épaisse avec une seule passe. Lorsque les couches restent adhérentes on constate cependant la difficulté de monter régulièrement en épaisseur, ce qui traduit donc une difficulté aussi d'empiler les particules d'IN738LC sur celles déjà déposées. Tout d'abord, si les vitesses d'impact des particules d'IN738LC sont inférieures à leurs vitesses critiques, une partie des particules n'adhèrent pas au dépôt et sont sources de martelage et peuvent même provoquer l'érosion locale de la surface. Ainsi, le martelage répété entraîne un cumul de la déformation plastique et des contraintes résiduelles associées dans les dépôts qui peut favoriser un délaminage complet si la ténacité d'interface ne parvient plus à supporter ces contraintes macroscopiques. Ensuite, si l'épaisseur de dépôt et le rendement semble être plafonnés, c'est que l'apport de matière entrevenu est contrarié par l'érosion mais également par le martelage des particules déposées qui deviennent de moins en moins accommodantes pour les nouveaux impacts. Les échantillons de la deuxième campagne sont répartis par session de projection, avec deux échantillons sur substrat AISI304 par nombre de passes pour la session 1, puis un échantillon sur substrat AISI304 et un échantillon sur substrat 2017A pour les sessions 2, 3 et 4. Enfin, la session 5 avec préchauffage du substrat est composée d'un échantillon sur substrat AISI304 par nombre de passes. Les échantillons d'une même session sont produits simultanément. On observe une augmentation de l'épaisseur proportionnelle au nombre de passes pour toutes les sessions de projection. L'épaisseur des dépôts est proche pour une même session entre les échantillons avec un substrat AISI304 et avec substrat 2017A. En revanche les épaisseurs de dépôts ne sont pas reproductibles entre les sessions avec une augmentation de 70 μm par passe lors de la 1^{ère} session de projection qui a permis d'obtenir des dépôts sur substrat AISI304 de 700 μm d'épaisseur et des épaisseurs par passe autour de 40 μm par passe pour les sessions 2, 3 et 5 et entre 8 et 20 μm pour la session 4.

Les dépôts MP-He ont été produits après les projections MP lors de la 1^{ère} campagne de projection. Respectivement 1, 3 et 2 échantillons par type de substrat sont produits pour 1, 5 et 10 passes. L'augmentation de l'épaisseur des dépôts est proportionnelle au nombre de passe. Aucun phénomène de délaminage complet lié à la multiplication du nombre de passe n'est observé. Les dépôts produits varient entre 50 et 300 μm pour 1 à 10 passes. Ce rendement de croissance est cependant faible par rapport au rendement de croissance maximum obtenu pour un cas de deux échantillons MP (session 1), et plutôt proche des échantillons des sessions 2, 3 et 5. Il sera intéressant de comparer le taux de porosité entre les dépôts pour affiner les résultats de ce rendement de croissance. En effet, pour un même rendement par passe, le rendement massique peut être sensiblement distinct.

Les projections HP effectuées à IEK-1 ont été faites sur les deux types de substrat AISI304 et 2017A de mêmes dimensions que celles des projections au centre des matériaux, ainsi que sur des disques épais (plateaux L-PBF) de forte épaisseur uniquement en acier AISI304. La vitesse de projection est plus élevée, de 500 mm/s contre 200 mm/s pour les projections MP et MP-He. L'épaisseur des dépôts est proportionnelle au nombre de passe avec une augmentation de 26 μm par passe, ce qui équivaut pour une vitesse de 200 mm/s à une augmentation de 65 μm par passe. Ce rendement de projection correspond ainsi à celui de la session 1 en conditions MP, mais ces

conditions sont ici reproductibles sur des surfaces plus importantes (plateaux) et pour l'obtention d'un plus grand nombre de dépôt.

Les dépôts de nickel sont répartis dans trois gammes d'épaisseur de dépôt :

- La gamme « 700 », pour les dépôts entre 650 et 850 μm , (1 passe (p.)),
- La gamme « 1500 », pour les dépôts entre 1,3 mm et 1,7 mm, (2 p.).

Les dépôts d'IN738LC sont répartis dans quatre gammes d'épaisseur de dépôt :

- La gamme « 100 », pour les dépôts inférieurs à 150 μm ,
- La gamme « 200 », pour les dépôts entre 150 et 250 μm ,
- La gamme « 300 », pour les dépôts entre 250 et 350 μm ,
- La gamme « 700 », pour les dépôts entre 600 et 800 μm .

Selon les conditions de projections, ces gammes correspondent à des nombre de passes différents :

- La gamme « 100 » correspond aux échantillons MP 1 ou 10 p. (1^{ère} campagne (camp.)),
- La gamme « 200 » correspond aux échantillons MP 5 p. (2^{ème} camp.), MP-He 5 p. et aux plateaux HP 8 p.,
- La gamme « 300 » correspond aux échantillons MP 10 p. (2^{ème} camp.), MP-He 10 p. et aux plateaux HP 11 p.,
- La gamme « 700 » correspond aux échantillons MP 10 p. (2^{ème} camp.), HP 26 p.

III.1.4 Influence des paramètres CS sur la morphologie de surface des dépôts

L'impact des conditions de projections se traduit par les épaisseurs de dépôt présentées dans la partie précédente, mais aussi par leur rugosité. Pour analyser cette dimension des dépôts, des photographies de dépôts et des mesures de la rugosité au profilomètre sont mises en œuvre. Ainsi, des clichés des dépôts de Ni sur substrat AISI304 sont présentées dans la Figure III-18, et les mesures de rugosité sont exposées dans le Tableau III-3. Les valeurs de rugosité ont été mesurées selon les deux directions, transverses au passage de la buse et longitudinales ou selon la diagonale. Les valeurs obtenues ne dépendent pas de la direction de mesure. Les indicateurs sont à la fois liés au profil de rugosité (R_a , R_z) et au profil d'ondulation (W_a , W_z et W_t), avec les composantes arithmétiques (R_a et W_a), les composantes somme de la plus grande hauteur et du plus profond creux sur la longueur de base (R_z et W_z) et sur la longueur d'évaluation (W_t).

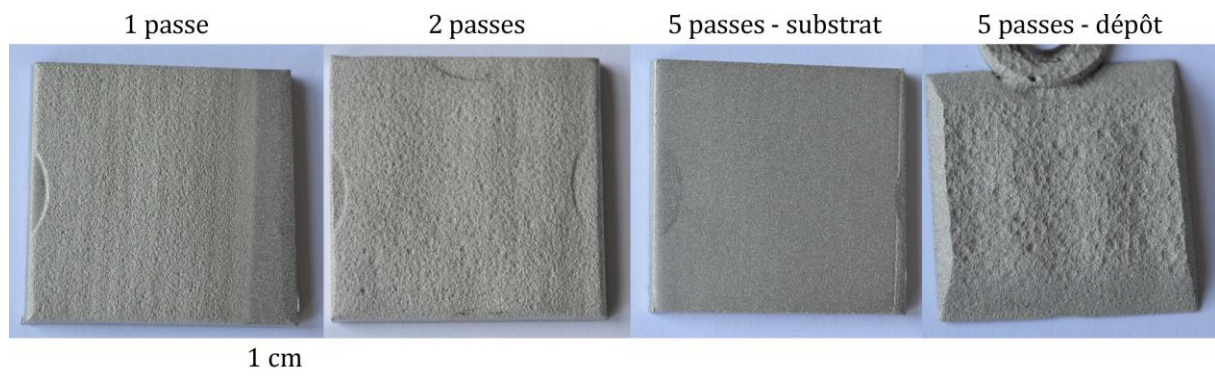


Figure III-18. Dépôts de Ni (1, 2 et 5 passes) sur substrat AISI304 en vue de dessus

Tableau III-3. Mesure de rugosité des échantillons Ni

Gamme	$R_a (\mu m)$	$R_z (\mu m)$	$W_a (\mu m)$	$W_z (\mu m)$	$W_t (\mu m)$
MP-I-Ni-700	$17,0 \pm 0,9$	117 ± 7	64 ± 22	35 ± 5	289 ± 60
MP-A-Ni-700	$17,4 \pm 0,8$	123 ± 7	63 ± 15	38 ± 6	295 ± 64
MP-I-Ni-1500	$18,6 \pm 1,7$	141 ± 13	70 ± 16	47 ± 7	320 ± 56
MP-A-Ni-1500	$18,3 \pm 1,1$	133 ± 11	73 ± 24	47 ± 10	322 ± 93

La morphologie des dépôts semble présenter des irrégularités verticales sous forme de vagues qui correspondent au pas de projection (1 mm) et qui sont particulièrement visibles pour le premier dépôt 1 passe (700 μm). Avec la montée en épaisseur, cette forme de vague tend à disparaître pour être remplacée par des irrégularités morphologiques plus larges et qui dépendent moins directement du pas.

La Figure III-19 présente des photographies des échantillons de la 1^{ère} campagne de projection.

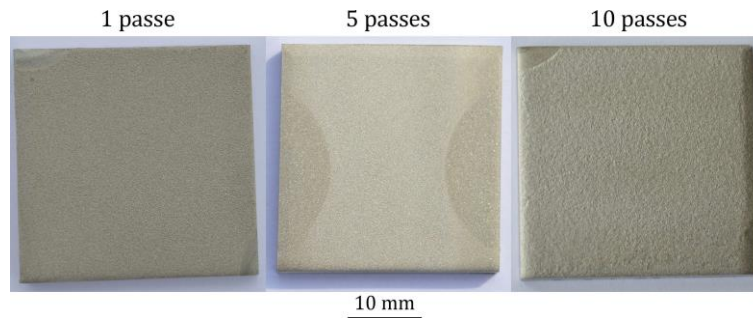


Figure III-19. Vues de dessus représentatives des échantillons CS d'IN738LC - 1^{ère} campagne

Les dépôts de la 1^{ère} campagne de projection ne présentent pas d'effets morphologiques visibles comme sur les dépôts de Ni. Pour 5 passes de projection, la couche de dépôt semble très peu importante, ce qui correspond au délaminage supposé dans la partie précédente. Le Tableau III-4 expose les résultats des mesures au profilomètre sur l'intégralité des dépôts CS à travers des indicateurs de rugosité (R_a , R_z) et d'ondulation (W_a , W_z et W_t).

Tableau III-4. Rugosité des dépôts CS d'IN738LC

Gamme	Note	$R_a (\mu m)$	$R_z (\mu m)$	$W_a (\mu m)$	$W_z (\mu m)$	$W_t (\mu m)$
MP-I-100	1 passe	$14,5 \pm 0,4$	$95,2 \pm 2,9$	$15,2 \pm 4,0$	$15,1 \pm 1,5$	88 ± 16
	10 passes	$7,25 \pm 0,29$	$69,4 \pm 3,0$	$20,6 \pm 5,0$	$10,6 \pm 1,1$	130 ± 31
MP-A-100	1 passe	$16,3 \pm 0,7$	$102,7 \pm 4,2$	25 ± 8	$18,6 \pm 1,4$	133 ± 27
	10 passes	$6,57 \pm 0,46$	67 ± 7	37 ± 11	$10,5 \pm 1,1$	183 ± 48
MP-I-200		$17,9 \pm 0,7$	112 ± 6	$17,7 \pm 3,5$	$25,8 \pm 3$	100 ± 19
MP-A-200		$18,2 \pm 0,8$	$111 \pm 4,4$	19 ± 6	$27,6 \pm 3,3$	109 ± 26
MP-I-He-200		$13,5 \pm 1,3$	86 ± 8	38 ± 16	$23,7 \pm 2,2$	164 ± 26
MP-A-He-200		$13,4 \pm 0,8$	$86,4 \pm 1,4$	$12,5 \pm 2,4$	$25,7 \pm 2,8$	77 ± 7
HP-I-200		$7,95 \pm 0,17$	$45,6 \pm 1,0$	18 ± 7	17 ± 6	PB
MP-I-300		$18,5 \pm 1,0$	114 ± 6	22 ± 5	$33,3 \pm 4,0$	124 ± 15
MP-A-300		19 ± 1	114 ± 8	30 ± 8	$35,1 \pm 3,2$	157 ± 34
MP-I-He-300		$13,7 \pm 1$	$88,8 \pm 4,2$	24 ± 7	$28,3 \pm 2$	120 ± 31
MP-A-He-300		$14,6 \pm 1$	$89,25 \pm 0,08$	23 ± 8	31 ± 7	156 ± 36
HP-I-300		$12,30 \pm 0,27$	$74,7 \pm 1,9$	$13,4 \pm 2$	$18,1 \pm 1,1$	86 ± 11
MP-I-700		$18,2 \pm 2,9$	110 ± 20	33 ± 14	45 ± 7	189 ± 52
HP-I-700		$8,35 \pm 0,38$	53 ± 6	34 ± 23	$19,0 \pm 2,5$	160 ± 88
HP-A-700		$11,1 \pm 2,5$	77 ± 11	77 ± 13	44 ± 24	365 ± 53

Les rugosités des dépôts de la gamme 100 permettent d'analyser l'impact du grenailage sur la morphologie des dépôts. Ainsi, en conditions MP, les dépôts 10 passes de la 1^{ère} campagne de

projection présentent une rugosité plus faible que les dépôts 1 passe, qu'elle soit caractérisée par le R_a ou le R_z . En revanche, W_a et W_t augmentent avec le nombre de passes (W_z diminue). Le martelage induit par l'impact successif des particules qui n'adhèrent pas au dépôt conduit à aplanir localement la surface de l'échantillon, tandis qu'à plus grande échelle, les variations de hauteur peuvent augmenter. La rugosité et les ondulations dépendent faiblement de la nature du substrat pour 10 passes de projections. Pour les échantillons 1 passe, les dépôts MP-A ont des niveaux de rugosité et d'ondulation plus élevés que les échantillons MP-I.

Les dépôts MP des gammes 200, 300 et 700 ont des niveaux de rugosité R_a et R_z plus élevés que les échantillons MP-100. Les rendements par passe plus élevés conduisent à la formation de dépôts avec moins de phénomènes de martelage et de rebonds de particules pour aplanir la surface des dépôts. Le niveau d'ondulation évolue moins clairement avec l'épaisseur de dépôt. Les dépôts MP-200 et MP-300 présentent des paramètres W_a , W_z , et W_t qui augmentent avec l'épaisseur de dépôt. Les dépôts MP-100-1 passe ont des ondulations généralement plus faibles que les épaisseurs de dépôt MP-200 et MP-300. Le cas 10 passes se détache avec des niveaux d'ondulation élevés qui indiquent des variations de hauteurs importantes à l'échelle du dépôt.

Les conditions MP-He conduisent à des niveaux de rugosité plus faibles que les conditions MP équivalentes, avec des R_a entre 13 et 15 μm (17,5 à 19 μm pour MP) et des R_z entre 85 et 90 μm (110 à 115 μm pour MP). En revanche, les paramètres d'ondulation sont comparables. La rugosité et les ondulations ne dépendent pas de la nature du substrat pour les conditions MP et MP-He. Les plateaux HP ont des niveaux de rugosité encore plus faibles, un R_a entre 7,95 et 12,35 μm et un R_z entre 45 et 77 μm . Les plateaux HP-200 et HP-300 ont des niveaux d'ondulation un peu plus faibles que les échantillons MP et MP-He des gammes correspondantes. En revanche, les échantillons HP-700, et surtout les échantillons HP-A-700, qui sont courbés à la suite du procédé, ont des niveaux d'ondulation plus élevés. Les conditions MP-I-700 conduisent à des niveaux d'ondulation proches des conditions HP-I-700.

III.1.5 Problème du bouchage de buse : retour sur l'analyse des projections

Un phénomène de bouchage de buse a été observé de manière sporadique mais finalement répétée et avec suffisamment d'ampleur pour nous obliger à revenir sur l'analyse des projections réalisées que ce soit pour les conditions MP, MP-He et HP.

III.1.5.1 Origine du bouchage de buse

Ce phénomène est connu et mentionné dans la littérature lors de la projection d'alliages base nickel, dans la section I.3.3.2.4, mais il n'est pas *a priori* rédhibitoire pour l'obtention de dépôts suffisamment épais pour cette étude. Pendant la projection, une partie des particules de poudre peut rentrer en contact avec la surface intérieure de la buse généralement après le col et le long de la partie divergente. Un dépôt peut se former et venir colmater en partie la buse modifiant significativement le flux de gaz et la vitesse des particules en sortie. Ce phénomène peut être intermittent (décolmatage en cours de projection) ou cumulé jusqu'à ce que la buse soit bouchée et que la projection s'arrête automatiquement en raison du contrôleur de pression qui ne peut plus réguler la consigne demandée. Les solutions exposées dans la littérature à la problématique du bouchage de buse sont un changement du matériau de la buse pour limiter l'affinité métallurgique poudre/buse, ainsi que l'utilisation d'un système de refroidissement à l'eau ou au

CO₂ supercritique autour de la buse en cours de projection pour diminuer sa température (Foelsche, 2020 ; Singh *et al.*, 2017 ; Singh *et al.*, 2018 ; Wang *et al.*, 2015 ; Wong *et al.*, 2013).

Les projections MP de cette étude ont été faites avec une buse en carbure de tungstène non refroidie (24TC). Si les premières campagnes n'ont pas été perturbées de manière tangible par le colmatage des buses, l'observation de la buse après projection a permis de constater la présence d'amas ou de traces d'usure qui nous ont conduit à changer plusieurs fois de buse par précaution. Cependant, malgré notre vigilance nous avons constaté qu'un bouchage complet pouvait intervenir après différents temps de projection et parfois même assez rapidement. Dans un cas de bouchage très prononcé, l'observation de l'intérieur de la buse après une découpe longitudinale a montré la formation d'un dépôt très épais tapissant la buse dans la zone divergente assez près de la sortie du col comme c'est visible sur la macrographie de la Figure III-20.

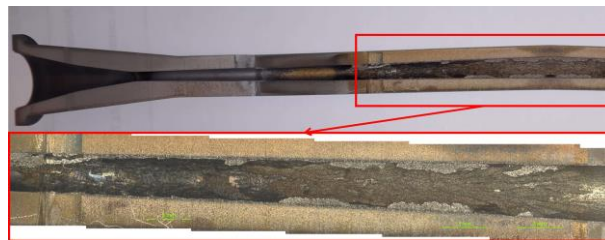


Figure III-20. Vue d'ensemble et de détail d'une buse 24TC bouchée après découpe longitudinale

L'examen au MEB dans la Figure III-21 de la zone de contact buse/amas de poudre montre la présence d'un liseré de métal d'IN738LC déposé de quelques microns d'épaisseur le long de la buse et l'érosion de la buse avec transfert de matière (WC-Co) piégée dans cet amas adhérent.

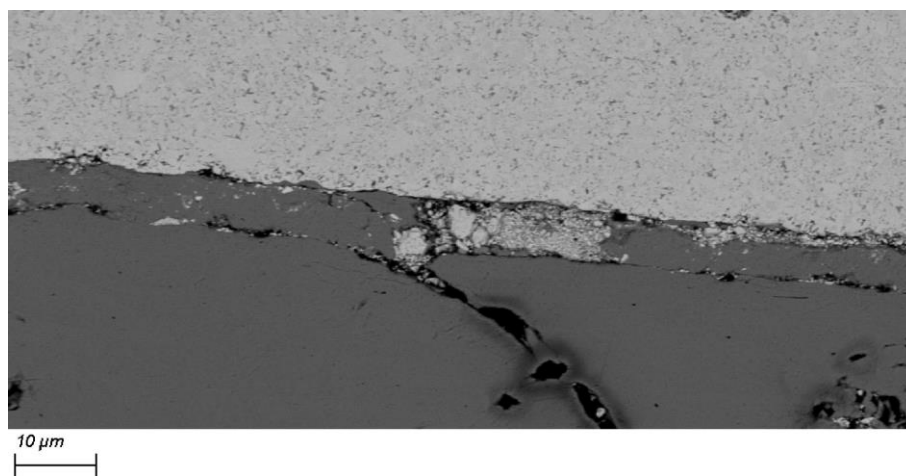


Figure III-21. Images MEB (BSE) de la coupe longitudinale de la buse

Ces observations confirment le phénomène majeur de l'érosion générée par la friction des particules dont l'origine est probablement due à des vitesses et des trajectoires de particules favorisant l'impact avec la paroi de la buse entraînant sa dégradation. On comprend alors que, en sus des conditions de vitesse et trajectoire des particules arrivant sur la paroi, la taille et la température de ces particules ainsi que la dureté, la composition chimique de la buse et sa température interviennent dans ce processus instable mais inéluctable. D'un point de vue composition, le cas du nickel ou des alliages de nickel au contact d'une buse WC avec un liant Co compatible n'est pas le mieux adapté, le nickel étant chimiquement compatible avec le cobalt (cf. Figure I-35). L'emploi de buse refroidie est un atout pour limiter les effets de température qui peuvent accentuer les effets de contact et d'érosion. Cela montre aussi l'enjeu autour des états de

surface des buses en céramique. Dans notre cas, on peut cependant supposer que l'emploi de poudre relativement grossière a pu limiter ces effets de bouchage mais pas les empêcher. Une coupe granulométrique des poudres, en ôtant les particules les plus fines pourrait peut-être limiter le phénomène (Foelsche, 2020). Dans le cas des projections HP, l'emploi d'une buse refroidie céramique en SiC est mieux adapté mais lors de la projection sur les plateaux (projection de plus longue durée que sur échantillon), une diminution de la température du substrat a été observée, ce qui a poussé les expérimentateurs à arrêter la projection et observer l'intérieur de la buse. Il s'avérerait alors la présence d'un dépôt d'IN738LC dans la buse. Le colmatage des buses CS dans le cas des alliages base nickel est donc une problématique importante et coûteuse qui nécessite actuellement de changer de buse régulièrement de manière préventive. En effet, le ré-usinage interne des buses est très compliqué et les techniques de dissolution chimique peuvent aussi affecter et fragiliser les buses. L'augmentation de la rugosité interne par rapport à l'état initial de la buse conduit alors à une détérioration de la vitesse du gaz et des particules comme indiqué dans la Figure I-36.

III.1.5.2 Conséquences pour l'analyse des projections

Ce phénomène de bouchage a été mis en évidence pendant la 2^{ème} campagne de projection, mais il peut s'être produit de manière intermittente ou progressivement pendant la 1^{ère} campagne (azote et hélium). Il peut dans certains cas mener rapidement à l'obturation de la buse (cf. Figure III-20). L'utilisation d'une buse de projection neuve a permis l'obtention des dépôts d'IN738LC les plus épais avec de l'azote, c'est-à-dire avec le rendement de croissance d'environ 70 μm par passe, le plus important, mais uniquement lors du tout premier cycle de projection. Ce niveau de rendement est même supérieur aux projections à l'hélium. Les autres cycles de projection étaient assez reproductibles mais avec des rendements de croissance significativement plus faibles. Finalement, ces expériences MP, MP-He et HP ont permis de préparer des échantillons d'IN738LC dans une gamme d'épaisseur allant de 100 à 700 μm . Les dépôts de Ni ont des épaisseurs entre 700 μm et 3,5 mm. Dans le cas du Ni pur, l'artefact du bouchage a été moins problématique même s'il est aussi un risque d'instabilité. Si l'on envisage les effets de l'érosion de buse et du bouchage, cela modifie nécessairement le flux de gaz et de particules associées et atténuent les vitesses d'impact. Pour l'azote, comme les conditions sont dans un domaine proche des vitesses critiques de l'IN738LC, la moindre perturbation du flux affecte le rendement de dépôt. L'utilisation de l'hélium qui conduit à des vitesses de particules plus élevées est probablement moins sensible à la problématique de bouchage comme dans le cas des conditions HP. Dès lors, avec les instabilités, les rendements de croissance sont moindres et le nombre des impacts avec rebonds est nécessairement accru. Ce martelage peut aussi affecter le rendement de croissance à travers le délaminage qui est favorisé par le cumul des déformations plastiques en cours de dépôt. L'examen des rendements de croissance ne permet de statuer que sur des aspects dimensionnels complétés par des aspects morphologiques avec les paramètres de rugosité de surface. Il est nécessaire d'examiner les microstructures afin d'établir les caractéristiques réelles microstructurales des dépôts en intégrant les effets d'instabilité de vitesse d'impact attribués au phénomène de bouchage.

III.2 Caractérisation des dépôts CS d'IN738LC et de Ni

Dans cette partie, les caractéristiques des dépôts CS d'IN738LC et de Ni bruts de projection sont analysées en termes de microstructures, ainsi que certaines propriétés mécaniques. Ces analyses doivent permettre de mieux distinguer l'influence des conditions de projections, y compris en intégrant les effets possibles du bouchage de buse, afin de statuer plus avant sur les particularités possibles et le choix des différentes gammes d'épaisseur choisies. L'objectif est d'être en mesure de discriminer mieux dans la suite de la thèse les caractéristiques de dépôts essentielles au chaînage des procédés CS et L-PBF. Dans ce cadre, en plus des épaisseurs et des morphologies associées, l'attention sera portée sur la cohésion interne au dépôt et à l'interface substrat/dépôt, ainsi qu'à la porosité. En parallèle, on propose d'examiner les aspects mécaniques qui témoignent des déformations plastiques à différentes échelles subies pendant le procédé CS. Il s'agit de la microdureté complétée par des estimations des microdéformations et des contraintes résiduelles à l'aide de la diffraction des rayons X.

III.2.1 Caractérisation microstructurale

L'observation de la microstructure des dépôts CS permet d'apprécier la cohésion du dépôt et la présence de défauts au lieu des liaisons interparticulaires et de l'interface substrat/dépôt. Ces observations reposent sur des clichés MEB complétées par des analyses d'images pour mesurer le taux de porosité. La méthode d'analyse est décrite dans la section II.3.1.4.2.

III.2.1.1 Cas du nickel

III.2.1.1.1 Microstructures

Les dépôts de Ni sélectionnés dans cette thèse sont répartis dans les gammes d'épaisseur 700 et 1500 qui sont jugées suffisantes pour le chaînage. La ductilité importante de ce métal pur permet des rendements de croissance élevés de plus de 700 μm /passe qui permettraient facilement de sélectionner une épaisseur quelconque inférieure ou supérieure à cette gamme. Des vues en coupe représentatives des différentes épaisseurs sont présentées dans la Figure III-22 (cas de l'acier).

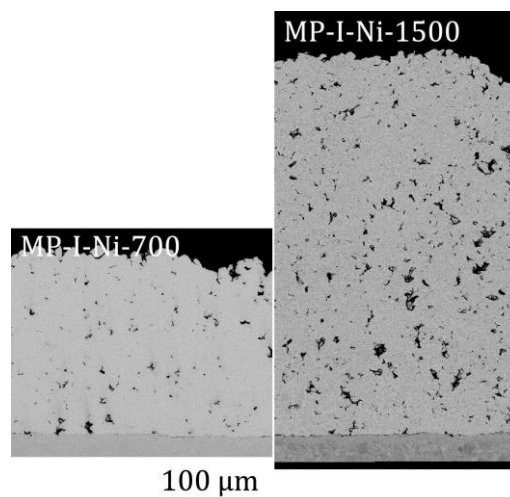


Figure III-22. Vues MEB (BSE) de dépôts de Ni

Ces dépôts épais présentent des liaisons interparticulaires cohérentes avec peu de fissures visibles entre les particules. Le dépôt n'est cependant pas exempt de défauts avec la présence de nombreux pores, qui conduisent aux taux de porosité fournis dans le Tableau III-5.

Tableau III-5. Taux de porosité des dépôts Ni

Référence	Taux de porosité (%)
MP-I-Ni-700	3,5
MP-A-Ni-700	2,6
MP-I-Ni-1500	4,4
MP-A-Ni-1500	4,6

Le taux de porosité est compris entre 3 et 5 % et augmente sensiblement avec l'épaisseur de dépôt. De plus, dans la gamme 700, le dépôt sur substrat 2017A est le plus dense tandis que pour la gamme 1500 il est le plus poreux. Cependant, ces différences, bien établies par la mesure, peuvent provenir de la variation entre deux échantillons d'une même projection ou au sein d'un même échantillon en fonction de la coupe. Les effets ne semblent pas devoir être dus au substrat ici.

III.2.1.1.2 Interfaces

L'interface entre le substrat et le dépôt est un élément déterminant pour la tenue du revêtement, comme on a pu l'exposer dans la partie I.3.4.3. La Figure III-23 montre des vues MEB (BSE) de ces interfaces en fonction des gammes de dépôts, pour les deux natures de substrats.

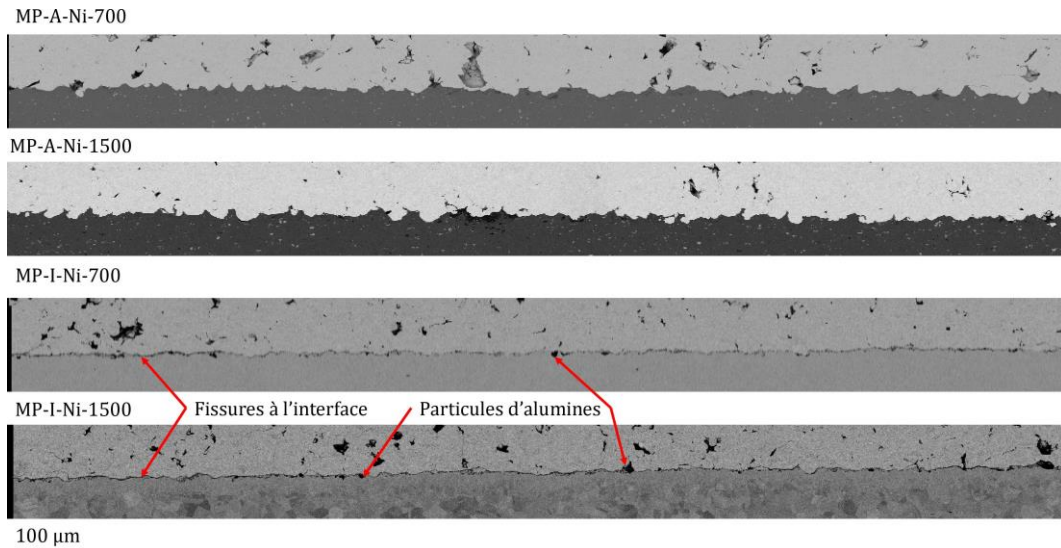


Figure III-23. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts de Ni

La pénétration du substrat est plus importante pour la liaison avec le substrat base aluminium 2017A avec un profil d'interface dentelé. La dureté plus faible du substrat 2017A ($113 \text{ Hv}_{0,025}$) par rapport aux particules de Ni ($141 \text{ Hv}_{0,010}$) favorise la formation d'une telle interface avec la pénétration des particules de Ni. En revanche, le substrat d'AISI304 a une dureté plus élevée que celle des particules de poudre ($220 \text{ Hv}_{0,025}$), ce qui conduit à la formation d'une interface peu déformée mais dont la rugosité a pu cependant être modifiée par rapport à la rugosité de départ. On observe des contacts particules/substrat attribués à des liaisons métallurgiques en certains points mais aussi la présence de fissures distribuées le long de l'interface. Cependant, aucun décollement n'est observé sur ces dépôts bruts de fabrication. Quelques particules d'alumine de sablage restent enchâssées, principalement visibles au sein du substrat d'AISI304. Elles peuvent aussi constituer des sites d'amorçage ou de propagation de fissures.

III.2.1.2 Cas de l'IN738LC

Des dépôts d'IN738LC ont été produits et répartis dans les gammes 100, 200, 300 et 700. Ces gammes correspondent aux épaisseurs minimales et maximales qui sont réalisables et

reproductibles, malgré des rendements de croissance faibles et la susceptibilité accrue aux phénomènes de bouchage de cet alliage. Ces épaisseurs sont aptes a priori à l'étude du chaînage, mais il s'agit à présent d'examiner plus avant les microstructures et interfaces obtenues dans cette perspective. Des vues en coupe représentatives des différentes gammes et les niveaux de porosité mesurés sont présentées dans les paragraphes suivants pour les deux types de substrat.

III.2.1.2.1 Gamme 100

III.2.1.2.1.1 Microstructures

Les dépôts CS de la gamme 100 sélectionnés ont tous été obtenus par des projections MP, avec 1 passe et 10 passes. Ils sont analysés conjointement car ils témoignent de deux rendements de croissance très différents qui doivent permettre aussi d'interpréter la capacité à projeter l'IN738LC en conditions MP. La synthèse des taux de porosité est disponible dans le Tableau III-6.

Tableau III-6. Taux de porosité des dépôts IN738LC de la gamme 100

Référence	Taux de porosité (%)
MP-I-100 (1 passe)	0,9
MP-I-100 (10 passes)	2,3
MP-A-100 (10 passes)	3,1

Les clichés MEB correspondant aux dépôts MP-I-100 respectivement 1 et 10 passes sont présentés dans la Figure III-24.

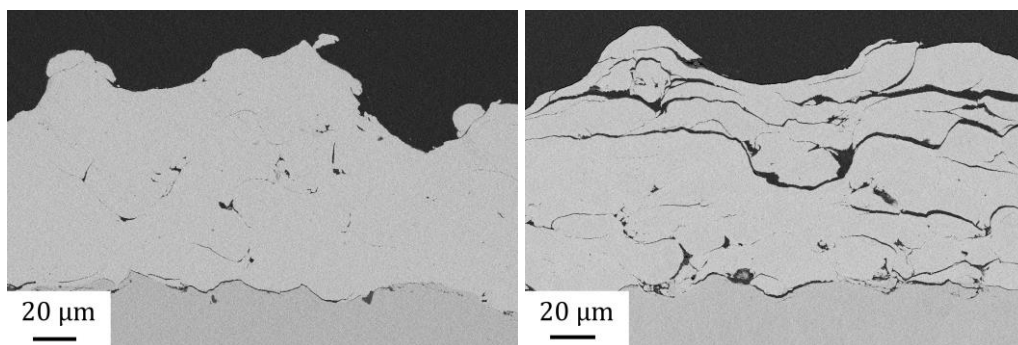


Figure III-24. Vues MEB (BSE) des dépôts d'IN738LC : MP-I-100, 1 passe (gauche), MP-I-100, 10 passes (droite)

Le dépôt MP-I-100 produit en une passe est dense, avec seulement quelques pores et une meilleure cohésion entre particules qui conduisent à un taux de porosité de 0,9 %. Le dépôt MP-I-100 à 10 passes sur le même substrat, d'épaisseur très proche présente une microstructure très différente avec des fissures horizontales très prononcées au sommet du dépôt. Les fissures observées permettent de révéler des déformations plastiques importantes subies par les particules dans cette zone. Le taux de porosité, majoritairement représentatif de ces fissures, s'élève alors à 2,3 %. Lors de ces projections, si les vitesses atteintes par les particules sont suffisantes pour réaliser une première couche de 100 µm, elles semblent limitées pour permettre une montée en épaisseur du dépôt. Le phénomène de bouchage de buse peut être aussi à l'origine de cette limitation. Le martelage de la surface du dépôt par les particules qui n'adhèrent pas conduit alors à la formation de ces fissures importantes dans les dépôts et peut entraîner le délaminage ou l'érosion partielle de la couche. Cela explique également la diminution de la rugosité de surface avec l'augmentation du nombre de passes (cf. § III.1.4) que ce soit pour le paramètre R_a , R_z et pour les deux types de substrat. Enfin, au sein du dépôt MP-I-100 issu de 10

passes, l'homogénéité n'est pas assurée avec des zones plus denses et des zones où se concentrent les fissures, visibles sur la Figure III-25.

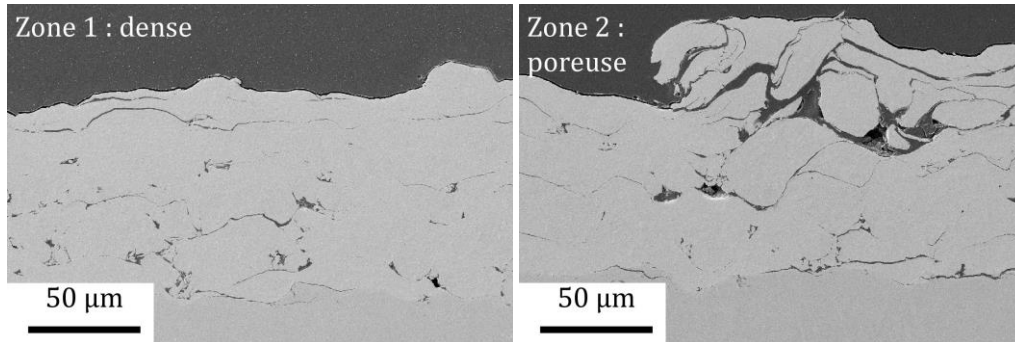


Figure III-25. Vues MEB (SE) - dépôt IN738LC MP-I-100, 10 passes : hétérogénéité

III.2.1.2.1.2 Interfaces

Les caractéristiques de l'interface sont intéressantes à aborder pour les échantillons de la gamme 100 en fonction de la nature du substrat et du nombre de passe. La Figure III-26 présente les interfaces de trois dépôts, MP-I-100, pour 1 et 10 passes, et MP-A-100, 10 passes.

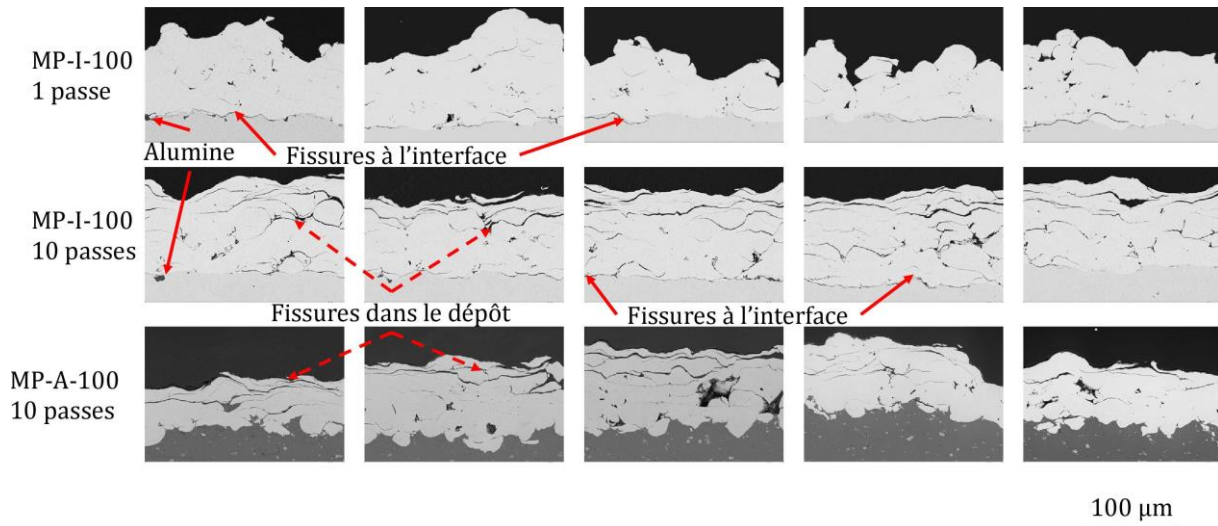


Figure III-26. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts IN738LC MP-100

Les microstructures sont très similaires pour les deux dépôts MP-I-100 10 passes et MP-A-100 10 passes, avec la présence de fissures interparticulaires étendues et parallèles à l'interface, surtout au sommet du dépôt. Les taux de porosité sont par conséquent proches, avec 2,3 % pour MP-I-100 et 3,1 % pour le cas MP-A-100. Les interfaces substrat/dépôt des dépôts MP-I-100 1 passe et 10 passes semble assez similaires, avec une relativement faible pénétration des particules de poudres d'IN738LC dans le substrat AISI304. Pourtant, les poudres d'IN738LC sont nettement plus dures que le substrat AISI304 avec respectivement 376 Hv_{0,025} et 220 Hv_{0,025}. Ainsi pour ce matériau projeté et ce substrat, on pouvait s'attendre à des morphologies d'interfaces différentes que le cas des particules de Ni qui sont bien plus ductiles, mais elles sont finalement assez proches. Tout comme pour les dépôts MP-A-Ni, la poudre d'IN738LC pénètrent bien dans le substrat de 2017A, ce qui est cohérent avec la plus faible dureté de celui-ci (113 Hv_{0,025}). L'interface est donc également bien dentelée, cela devrait favoriser l'ancrage mécanique et limiter les phénomènes de délaminage pour ce substrat. Avant la projection on procède à une étape de sablage des substrats pour avoir une surface non oxydée au contact des particules. Le nettoyage systématique des

substrats a permis de limiter la présence de grains d'alumine au départ, on peut cependant en voir quelques-uns, surtout au niveau du substrat AISI304 peu déformé. Il est possible que l'alumine de sablage soit éliminée partiellement lors des impacts CS et de manière plus prononcée dans le cas du substrat le plus déformé.

III.2.1.2.2 Gammes 200 et 300

III.2.1.2.2.1 Microstructures

Les dépôts des gammes 200 et 300 constituent la majorité des dépôts produits pour répondre aux besoins de l'étude tout en tenant compte des rendements de croissance faibles. Ces épaisseurs de dépôts ont pu être obtenues à la fois avec de l'azote en conditions MP et HP, avec de l'hélium pour la condition MP-He. Cet échantillonnage permet d'aborder l'influence de différents paramètres de projection sur les microstructures et morphologies des dépôts produits. Les taux de porosité mesurés pour ces gammes sont rassemblés dans le Tableau III-7, tandis que les Figure III-27 et Figure III-28 exposent les observations MEB correspondantes. Le nombre de passes est respectivement de 5 et 10 pour les gammes 200 et 300 des conditions MP et MP-He, tandis que les conditions HP correspondent à respectivement 8 et 11 passes (conditions cinématiques différentes). Seul le substrat AISI304 est mis en œuvre pour les dépôts HP qui sont sous la forme de plateaux.

Tableau III-7. Taux de porosité des échantillons des gammes 200 et 300

<i>Gamme</i>	<i>Référence</i>	<i>Taux de porosité (%)</i>
200	MP-I-200	4,2
	MP-A-200	3,1
	MP-I-He-200	3,6
	MP-A-He-200	5,3
	HP-I-200	0,6
300	MP-I-300	4,4
	MP-A-300	3,7
	MP-I-He-300	4,2
	MP-A-He-300	5,6
	HP-I-300	1,9

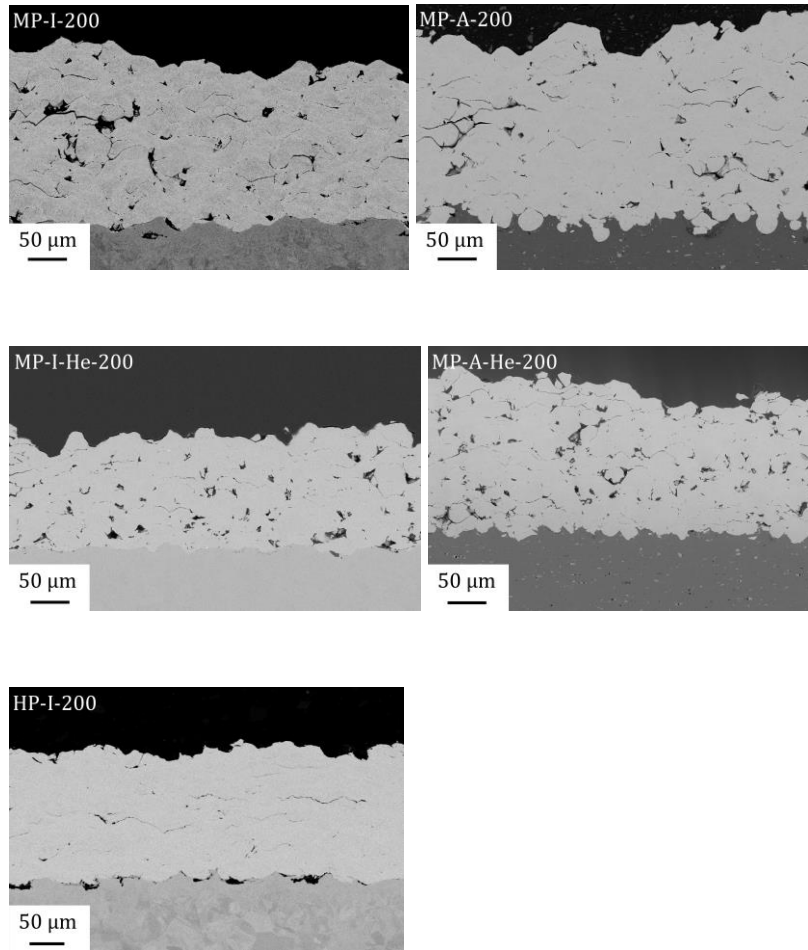


Figure III-27. Vues MEB (BSE) des dépôts IN738LC de la gamme 200

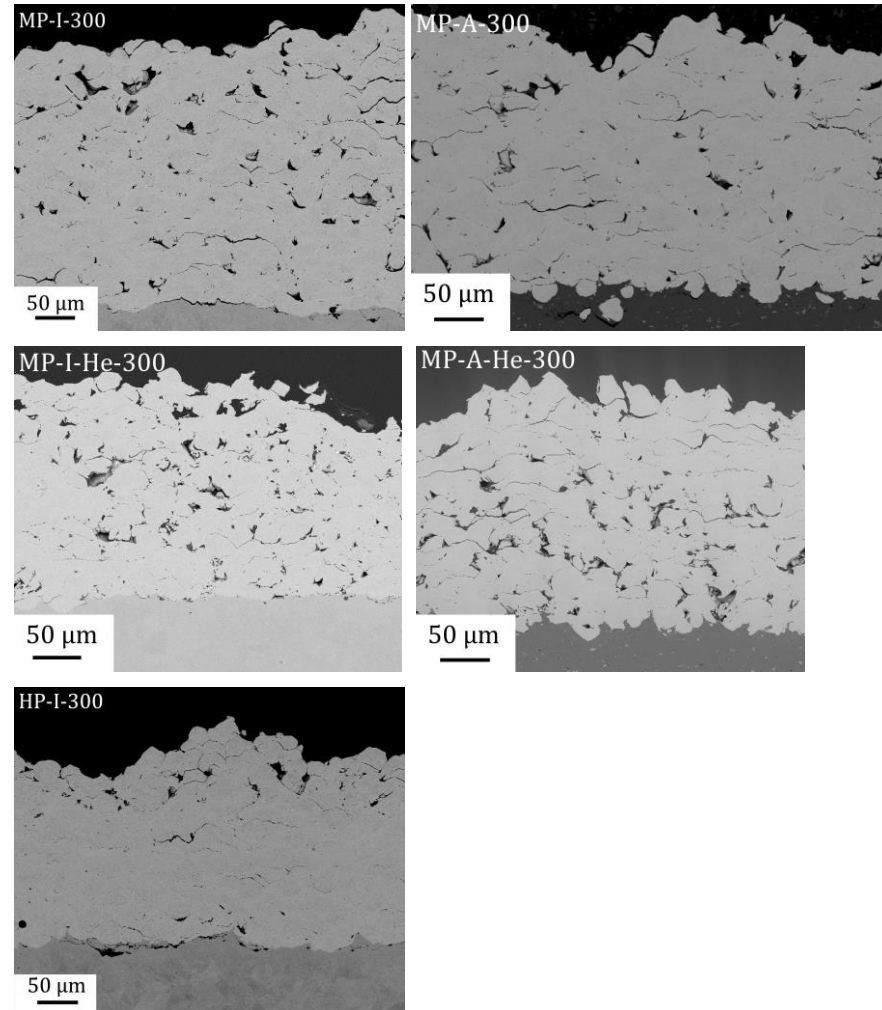


Figure III-28. Vues MEB (BSE) des dépôts IN738LC de la gamme 300

Les dépôts MP-I et MP-A ont des microstructures proches avec des larges zones de particules sans défauts de liaisons observés, mais d'autres zones plus défectueuses avec de nombreuses fissures interparticulaires et des porosités. Cela se traduit par des taux de porosités cohérents entre eux, respectivement de 4,2 % et 3,1 % pour les échantillons MP-I-200 et MP-A-200 ; 4,4 % et 3,7 % pour les échantillons MP-I-300 et MP-A-300. Ainsi, il semblerait que les échantillons sur substrat AISI 304 soient toujours sensiblement plus poreux. Dès les premières couches déposées, les particules d'IN738LC sur substrat AISI304 sont déformées intensément, alors qu'elles pénètrent plus facilement le substrat 2017A en étant moins déformées. Ce sont potentiellement ces premières couches de matière qui conditionneraient la différence entre les taux de porosité des dépôts. En effet, les microstructures ne montrent pas d'hétérogénéité particulière à l'échelle du dépôt et en surface et les deux gammes de dépôts 200 et 300 conduisent aux mêmes taux de porosité ce qui témoigne d'une certaine régularité du procédé MP sous azote, malgré la difficulté à monter en épaisseur.

Les microstructures des dépôts MP-I-He et MP-A-He sont manifestement assez proches de celles des dépôts MP décrites ci-dessus. Ceci tend à montrer qu'il n'y a pas eu de bénéfice à travailler avec des vitesses de particules nettement plus élevées tant du point de vue des épaisseurs produites que du taux de porosité des dépôts réalisés. On obtient même une porosité sensiblement plus élevée avec 3,6 % et 5,3 % pour les échantillons MP-He-I-200 et MP-He-A-200 ; 4,2 % et 5,6 % pour les échantillons MP-He-I-300 et MP-He-A-300. Les conditions de projection MP-He ont conduit à un rendement par passe autour de 28 μm par passe, valeurs plus importantes que les rendements par passe des échantillons MP de la 1^{ère} campagne, mais plus faibles que celles des échantillons MP-200 et MP-300 qui appartiennent à la 2^{ème} campagne (au-delà de 30 μm /passe). La raison imputable à ces rendements assez faibles en projection He en considérant objectivement des vitesses plus élevées qu'en projection azote et théoriquement bien supérieures à la vitesse critique de l'IN738LC doit être le bouchage partiel et intempestif de la buse. On suppose même alors que le mécanisme d'érosion/collage/colmatage est favorisé par ces vitesses élevées en projection He. Cela se traduit par des dépôts soumis plus à un martelage de la surface que l'on vérifie par le biais des niveaux de rugosité plus faibles que les dépôts MP (§III.1.4), même si le niveau d'ondulation reste comparable.

Les projections pour les conditions HP-I-200 et HP-I-300 ont été réalisées uniquement pour le cas de substrats en acier AISI304 qui ont permis l'obtention de dépôts plus denses et dont la porosité correspond à des fissures interparticulaires parallèles à l'interface substrat/dépôt. Les taux de porosité dans ces dépôts HP traduisent ces observations avec respectivement 0,6 % et 1,9 % de porosité pour les échantillons HP-I-200 et HP-I-300, bien plus faibles que les ~4% de porosité des dépôts MP. Pour ces échantillons cependant, des hétérogénéités peuvent être observées comme le cas de zones fortement poreuses en proche surface du dépôt HP-I-300, tandis que le cœur du dépôt est plus dense. La présence d'une zone plus poreuse à la surface des dépôts est connue en CS car cette zone ne subit pas de densification par l'impact des particules des couches suivantes. Dans le cas présent, compte tenu des vitesses importantes on considère plutôt que la porosité est un signe de ralentissement des particules en cours de projection. En effet, le dépôt HP-I-200 est dense et homogène même s'il y a la présence des fissures horizontales typiques de ces projections HP. Ce type de fissure est également présent dans le dépôt HP-I-300, en revanche, l'expérimentateur a remarqué une baisse partielle de luminescence et de température du dépôt pour les dernières passes ce qui témoignerait d'une modification du flux de matière et d'un bouchage partiel de la buse. Morphologiquement, les observations en coupe sont corrélées par un niveau de rugosité plus élevé pour le dépôt HP-300 que le dépôt HP-200 (Tableau III-4). La grande

surface des plateaux, qui ont un diamètre de 100 mm et une épaisseur de 13 à 20 mm, favorise sa rigidité et limite la présence d'ondulations à grande échelle.

Les niveaux de porosité des conditions MP et MP-He sont plus élevés que ceux de la littérature généralement inférieurs à 2 % dans les dépôts CS d'alliages base nickel (Cavaliere *et al.*, 2021 ; Raletz, 2005 ; Singh *et al.*, 2018 ; Srinivasan *et al.*, 2016). Les différents articles considérés ici utilisent aussi des méthodes d'analyse d'images. Le premier facteur qui participe à la porosité dans le cas de nos dépôts est la présence de fissures entre les particules. Celles-ci sont absentes de la plupart des articles de la littérature (Cavaliere *et al.*, 2021 ; Raletz, 2005 ; Singh *et al.*, 2018 ; Fiebig *et al.*, 2020 ; Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021 ; Xie *et al.*, 2019), ou présentes de manière succincte (Kalfhaus, 2019 ; Marrocco *et al.*, 2006a). La projection d'IN738LC mène à des niveaux de porosité entre 0,7 % et 1,2 % pour T. Kalfhaus (Kalfhaus, 2019), 1,6 % pour Fiebig *et al.* (Fiebig *et al.*, 2020). Ils emploient des poudres fines (4,9-12,5 μm) et ont des vitesses de particules élevées, jusqu'à 800 m/s (cf. Figure I-33 et § I.3.4.1). Padmini *et al.* obtiennent un taux de porosité de 0,18 % grâce à l'utilisation d'hélium qui leur permet d'atteindre 990 m/s et de fabriquer des dépôts qui semblent exempts de fissures (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021). Le seul article avec un taux de porosité plus élevé (au-delà de 5 %) est l'article d'Ogawa et Seo (Ogawa et Seo, 2011), lorsque des particules d'IN738LC de granulométrie inférieure à 45 μm sont projetées avec de l'azote (3,5 MPa, 650°C), tandis que d'autres conditions de projection dans le même article permettent d'atteindre des taux entre 0,5 et 0,7 %. L'amélioration des conditions de projection, qui conduisent à une vitesses des particules plus élevées, permet bien de densifier les dépôts (Marrocco *et al.*, 2006a ; Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021 ; Xie *et al.*, 2019). C'est ce qui est observé ici avec la projection HP.

III.2.1.2.2.2 Interfaces

La Figure III-29 présente une vue de détail étendue (2 mm environ) des interfaces des dépôts de la gamme 200 pour des conditions MP, MP-He pour les deux substrats différents et HP dans le cas du substrat en acier inoxydable. Les interfaces des dépôts de la gamme 300 ne sont pas figurées car elles sont fortement similaires à celles de la gamme 200.

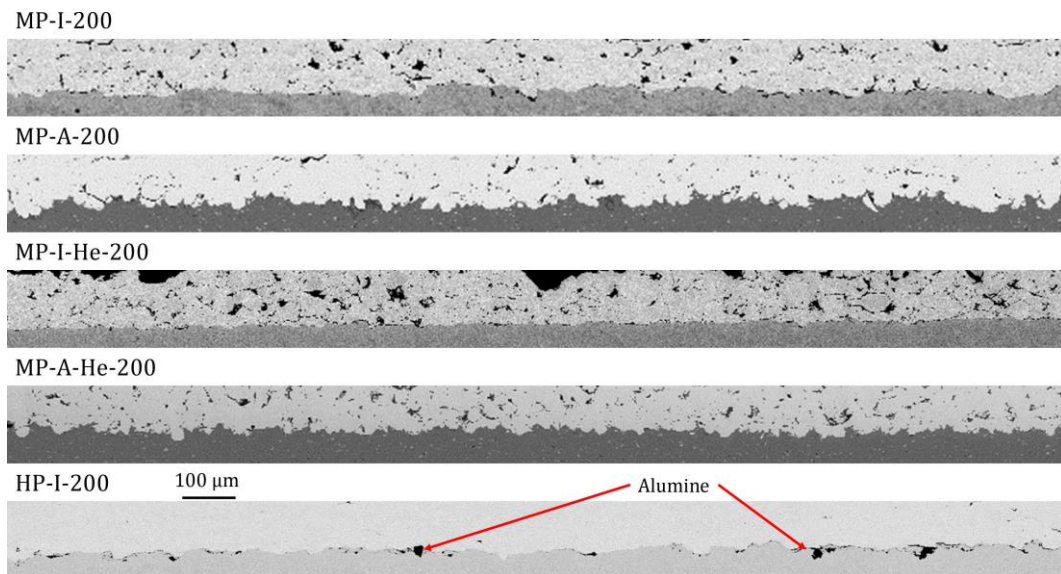


Figure III-29. Vues MEB (BSE) des interfaces des dépôts d'IN738LC de la gamme 200

Tout comme pour les dépôts de la gamme 100, la nature du substrat a un impact majeur sur la morphologie de l'interface, avec une pénétration importante des particules d'IN738LC dans le

substrat en 2017A tandis que les interfaces des substrats AISI304 montrent toujours un profil plus lisse (cf. § III.2.1.2.1.2). Les interfaces des dépôts sur substrats 2017A ne présentent pas de zone de mauvaise cohésion avec un enchâssement régulier. De plus, par rapport aux dépôts de la gamme 100, assez peu de fissures sont présentes au niveau des interfaces des dépôts sur substrat AISI304, ce qui témoigne d'une interface plus cohésive pour ce substrat. Enfin, pour ce qui concerne l'interface des dépôts HP sur substrat AISI304, on observe également une interface bien cohésive mais en présence de résidus d'alumine de sablage plus gros et plus nombreux. Cela correspond à l'utilisation de grains de corindon plus gros pour le sablage des plateaux HP-I-200 et HP-I-300. De plus, les premières passes de buse CS peuvent déloger les grains d'alumine, mais comme le rendement par passe de projection est élevé en condition HP, ce type de phénomène devrait être moins prononcé. Il n'y a pas de différence notable entre les conditions MP et MP-He et HP pour les deux gammes proches considérées.

III.2.1.2.3 Gamme 700

III.2.1.2.3.1 Microstructures

Les dépôts de la gamme 700 qui correspondent aux dépôts les plus épais étudiés pour l'alliage IN738LC proviennent surtout de l'installation haute pression en collaboration avec le laboratoire FZJ-IEK1 pour l'obtention d'échantillons et de plateaux revêtus. Même si le rendement de croissance reste peu élevé et que des artefacts de bouchage peuvent aussi intervenir sur cette buse, il est possible de proposer des dépôts très épais avec un nombre de passes. Nous avons pu également produire deux échantillons dans cette gamme 700 en condition MP même s'il sera difficile d'envisager des projections de longues durées en conditions MP sans régler le problème de bouchage. Les taux de porosité mesurés pour cette gamme sont indiqués dans le Tableau III-8.

Tableau III-8. Taux de porosité des dépôts d'IN738LC de la gamme 700

<i>Référence</i>	<i>Taux de porosité (%)</i>
<i>MP-I-700</i>	4,0
<i>HP-I-700</i>	0,7
<i>HP-A-700</i>	0,9

La Figure III-30 montre les observations au MEB des dépôts d'IN738LC de la gamme 700.

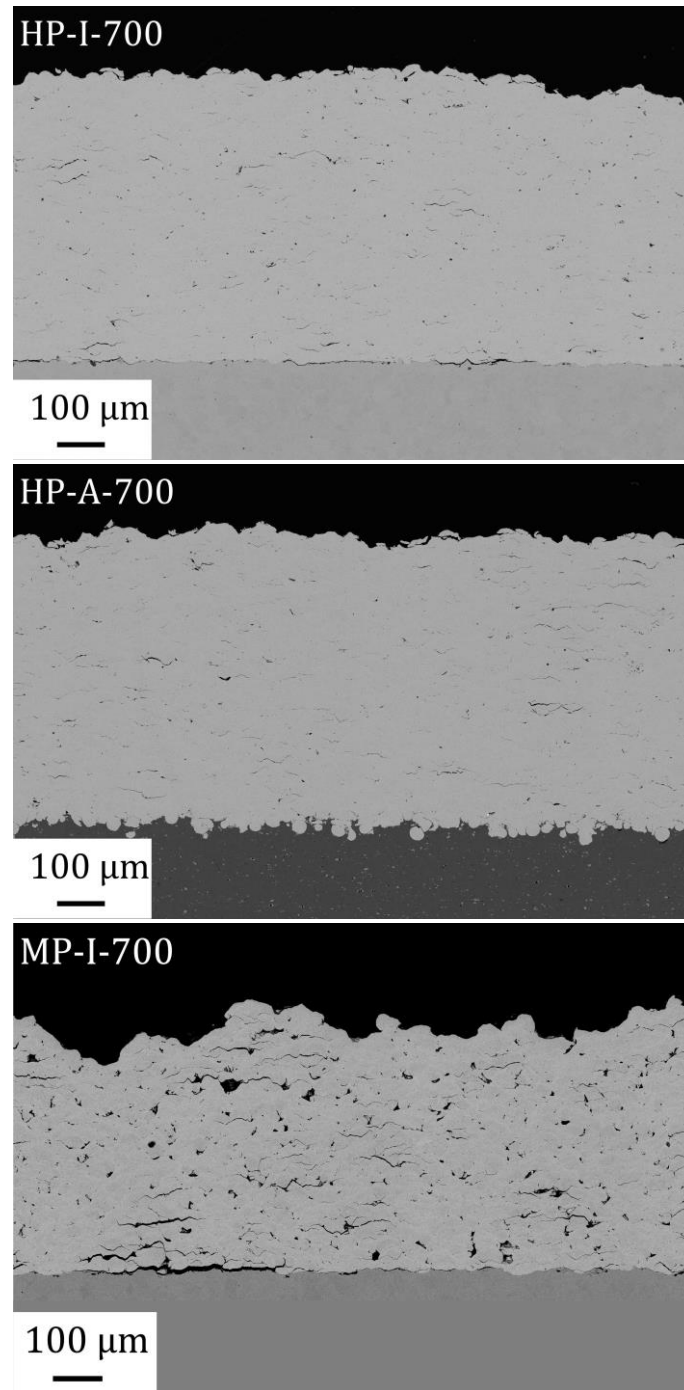


Figure III-30. Vues MEB (BSE) : HP-I-700, HP-A-700, MP-I-700

Les dépôts HP-I-700 et HP-A-700 sont les plus denses obtenus avec peu de défauts détectés au MEB à cette échelle d'observation. Ces défauts sont essentiellement sous la forme de fissures interparticulaires distribuées de manière homogène et orientées parallèlement à l'interface substrat/dépôt. Les tailles n'excèdent pas une ou deux particules déformées. Cela conduit à une porosité faible mesurée à 0,7 % et 0,9 % respectivement pour HP-I-700 et HP-A-700. Pour ces dépôts, on n'observe pas de zone poreuse en surface. Cependant, on remarque une certaine hétérogénéité des dépôts avec la présence de zones denses, qui peuvent jouxter des zones défectueuses avec une population plus grande de fissures comme cela est montré dans la Figure III-31 (vue de détail du dépôt HP-A-700 de la Figure III-30).

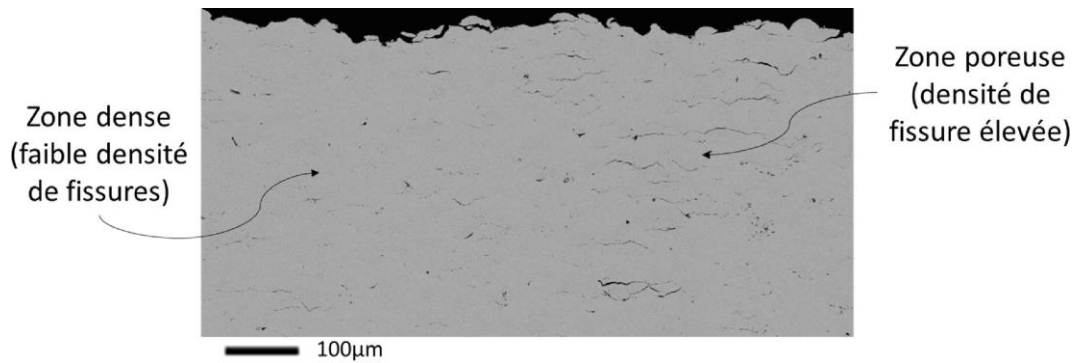


Figure III-31. Vues MEB (BSE) des zones denses et poreuses des dépôts d'IN738LC (ex. HP-A-700)

Compte tenu de la taille des zones d'hétérogénéité, il paraît peu probable que ce soit dû à une instabilité des conditions d'impact pendant le procédé mais bien une caractéristique du dépôt. La création de ces dépôts épais les plus denses conduit aussi à une rugosité faible, avec un paramètre R_a compris entre 8 et 11 μm environ (cf. Tableau III-4) et un R_z plus faible que pour les autres conditions. Cela traduit bien un grand étalement et enchâssement des particules de l'alliage IN738LC y compris en surface qui est probablement amplifié par l'effet de martelage des très nombreuses particules avec rebonds.

Pour ce qui concerne la condition MP-I-700 (cf. Figure III-30), on observe également la présence de zones denses mais accompagnées en plus grand nombre de zones « défectueuses » comprenant des fissures interparticulaires mais aussi des pores globulaires d'un diamètre de 10 μm environ. Les fissures longitudinales sont plus ouvertes que dans le cas précédent. Ces caractéristiques conduisent à une porosité nettement plus prononcée (4,0 %). Morphologiquement, cela mène à une surface nettement plus rugueuse avec un R_a de l'ordre de 18 μm. Ce niveau de rugosité est caractéristique des projections MP et représentatif d'un étalement, d'un enchâssement et d'un martelage moins prononcés qu'en condition HP.

III.2.1.2.3.2 Interfaces

La Figure III-32 présente les vues de détail étendues (6 mm environ) des interfaces des dépôts de la gamme 700 pour des conditions HP pour les deux substrats différents et MP dans le cas du substrat en acier inoxydable seul.

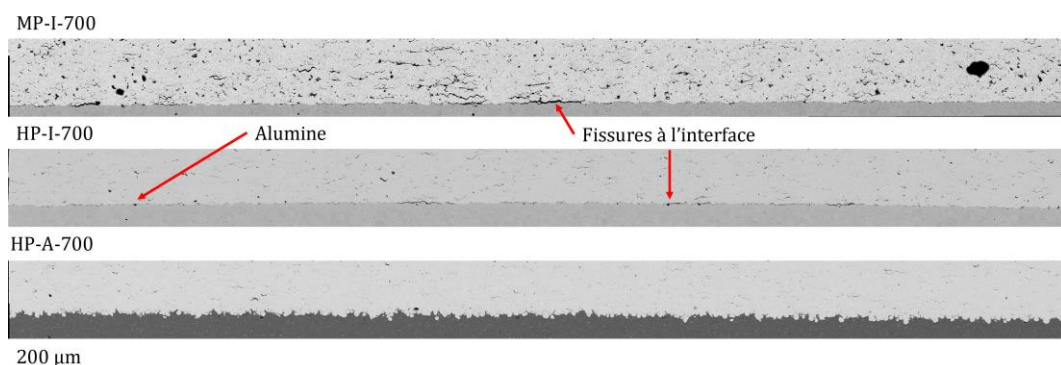


Figure III-32. Vues MEB (BSE) des interfaces des échantillons de la gamme 700

Pour les dépôts HP-700, comme dans les autres gammes, on obtient des morphologies d'interface très différentes caractérisant le choix du substrat. Dans le cas de l'interface lisse caractéristique du substrat AISI 304, on peut observer la présence de quelques fissures à l'interface

substrat/dépôt de l'échantillon HP-I-700, ainsi que quelques résidus de sablage (moins nombreux que sur les images des échantillons MHP-I-200 et HP-I-300 préparés avec des grains de corindons plus gros pour le cas des plateaux). Le dépôt MP-I-700 présente des fissures plus longues (entre 120 et 400 μm) et plus ouvertes que le dépôt HP-I-700, ce qui indique que l'adhérence du dépôt sera vraisemblablement moins bonne dans ce cas.

III.2.1.3 Reproductibilité des dépôts et retour sur le phénomène de bouchage

Lors des projections en conditions MP, on a constaté la reproductibilité des dépôts au sein d'une même session, notamment lorsque l'augmentation de l'épaisseur de dépôt est bien proportionnelle au nombre de passes (cf. Figure III-17). En revanche, on a mis en évidence un phénomène de bouchage partiel de la buse au cours de certaines campagnes de projection sur cette installation MP. Il s'agit d'un inconvénient majeur qui limite la reproductibilité d'une session à l'autre. Cela se traduit par le fait qu'un même nombre de passes des dépôts peut mener à des épaisseurs très différentes si le bouchage opère. Cependant, si on examine des échantillons produits dans les mêmes conditions MP-I pendant la 2^{ème} campagne de projection donnant différentes épaisseurs pour un même nombre de passes (cf. Figure III-33), seul le dépôt le plus fin paraît différent. Dans ce cas, le bouchage est à l'origine de la diminution des vitesses de particules qui limite l'accrochage et favorise un martelage important qui affecte plus la zone haute du dépôt.

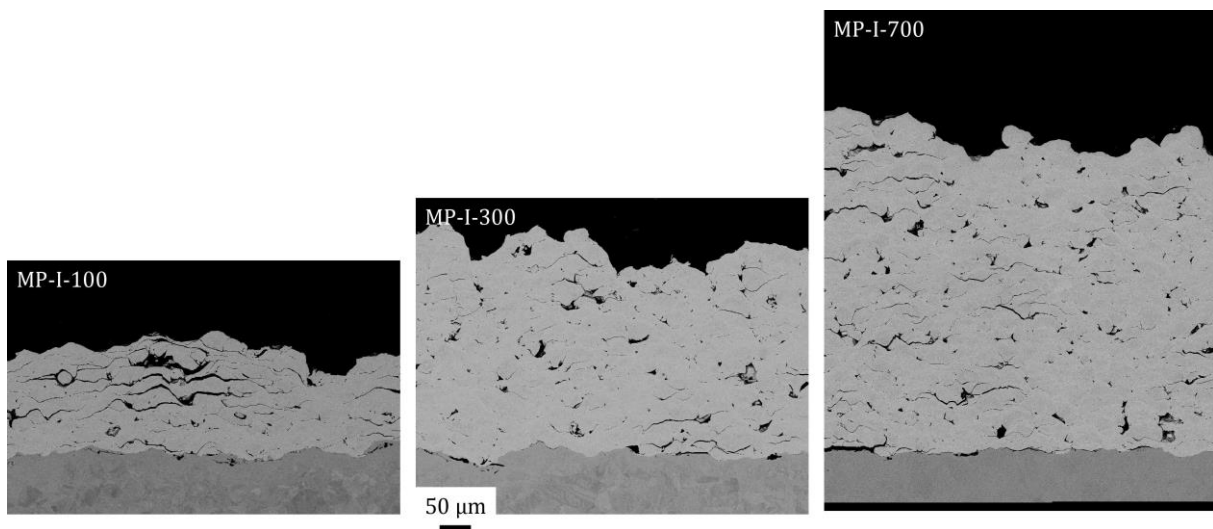


Figure III-33. Vues MEB (BSE) des dépôts MP-I-100, MP-I-300 et MP-I-700 - 10 passes

Pour les dépôts plus épais, on constate en revanche que les microstructures sont proches ce qui témoigne d'une certaine reproductibilité de formation du dépôt. L'usage de l'hélium ne permet pas d'améliorer les rendements de croissance et conduit à des microstructures également proches obtenues pour les gammes 200 et 300. L'emploi d'une buse refroidie en conditions MP pourrait aider à limiter ce bouchage et améliorer la reproductibilité, mais la problématique du bouchage reste un point limitant pour les dépôts CS de base Ni, y compris avec les dispositifs de dernières générations. En effet, la projection en conditions HP a permis d'augmenter les conditions de gaz et donc la vitesse des particules, au bénéfice de l'épaisseur des dépôts, de microstructures plus denses et d'une meilleure reproductibilité. En revanche, le rendement de croissance n'augmente pas significativement par rapport aux échantillons MP-700 (ramené aux mêmes cinématiques). Un atout majeur des conditions HP, serait la possibilité d'aller vers des épaisseurs plus grandes si nécessaire tandis que pour nos conditions MP actuelles cela semble impossible. Dans le cas des

conditions HP, le bouchage partiel n'est pas écarté, surtout pour des projections de longues durées. Dans ce cas, selon nos observations, cela se traduit plutôt par des zones avec de la porosité du fait d'un étalement limité de particules.

III.2.1.4 Synthèse

Les microstructures des dépôts CS de Ni et d'IN738LC bruts de projections ont été caractérisées à travers l'observation de la cohésion interparticulaire et la porosité des dépôts. Les dépôts de Ni sont relativement poreux (2,5-5%) mais présentent une bonne cohésion entre leurs particules qui se traduit ici par une absence de fissures interparticulaires. Les dépôts d'IN738LC MP et MP-He présentent généralement des taux de porosité comparables, qui correspondent à la présence de pores dans les dépôts tandis que les dépôts HP sont beaucoup plus denses (<1%) avec la présence de fissures interparticulaires caractéristiques de ces conditions HP. La similitude des dépôts MP-He et MP conduit à les considérer proches pour la suite de l'étude. L'examen des interfaces montre que la morphologie et la présence de décohésion locale est surtout affectée par la nature du substrat. Les dépôts sur substrats 2017A présentent une interface dentelée qui favorise a priori l'accroche mécanique des dépôts, tandis que les dépôts sur substrats AISI304 ont une interface plutôt lisse qui peut présenter des fissures, surtout dans le cas des conditions MP. Des mesures d'adhérence par la méthode des plots collés pourraient permettre de quantifier l'impact du choix de la nature du substrat et des paramètres de projection sur l'adhérence des dépôts bruts de projection. Compte tenu du caractère exploratoire de cette étude ainsi que les difficultés de reproductibilité des échantillons, ces essais d'adhérence qui nécessitent plusieurs échantillons n'ont pas été privilégiés. Il s'agissait plus, dans un premier temps, d'estimer le rôle de l'interface et de sa tenue mécanique vis-à-vis du chaînage avec une fusion laser d'un dépôt en fonction de son épaisseur, c'est-à-dire en fonction de la distance de la zone fondue avec l'interface substrat/dépôt. Ces différentes gammes permettent donc aussi de proposer différentes typologies de dépôts CS. A ce stade de l'étude, l'ensemble des gammes sont conservées pour aborder par la suite l'évolution et la criticité des caractéristiques microstructurales et des défauts présents dans ces dépôts lors du chaînage. Cependant, on peut considérer ici que les dépôts qui semblent les plus à même de répondre à la problématique du chaînage homogène sont des dépôts d'IN738LC HP.

III.2.2 Caractérisation mécanique

Afin d'étoffer la connaissance de la variété de l'échantillonnage, on souhaite également intégrer la connaissance de leurs états mécaniques au repos en fonction des conditions de dépôts et toujours selon les gammes choisies. L'impact des particules formant le dépôt, puis le grenailage par les particules suivantes sont deux sources d'écrouissage qui durcissent le matériau. Ces états d'une matière écrouie peuvent être examinés à différentes échelles. Des mesures à l'échelle des particules sont permises par la microdureté ou l'analyse des largeurs de raies de diffraction X. Des mesures plus représentatives de l'état global du dépôt sont abordées par l'évaluation des contraintes résiduelles macroscopiques également par DRX.

Pour les mesures de microdureté, les charges d'indenteur utilisées seront plutôt faibles (10 g, 25 g) pour aider à comparer des empreintes de dureté réalisées sur poudre et sur dépôt. Des mesures à 50 g ont été effectuées sur certains dépôts, par soucis de clarté elles ne figureront pas dans le manuscrit, mais les valeurs obtenues sont toujours du même ordre.

A l'échelle microscopique, on cherche à caractériser l'écrouissage de la microstructure par l'étude de la forme et de la largeur des raies de diffraction. Théoriquement, outre la contribution

instrumentale sur la largeur de raie, l'élargissement provient d'une diminution des tailles des domaines cohérents de diffraction ou d'une augmentation du taux de microdéformations (distorsions locales du réseau cristallin). Les deux contributions peuvent être distinguées par différentes méthodes, dont la décomposition du profil en série de Fourier et l'attribution de la composante lorentzienne des profils simulés à la taille des domaines cohérents de diffraction et de la contribution gaussienne aux microdéformations. On peut aussi mettre en œuvre le tracé de diagramme de Williamson-Hall (Gravereau, 2011). Ce type d'analyse est peu développé dans la littérature sauf à travers les travaux de Bagherifard et al., Mauer et al. et Sun et al. qui l'appliquent à l'étude de dépôts CS base nickel en analysant directement la largeur de raies (Bagherifard *et al.*, 2018), les microdéformations (Mauer *et al.*, 2021) ou les deux contributions (Sun *et al.*, 2019a). Dans ce travail de thèse, les largeurs du pic à mi-hauteur (FWHM) brutes sont indiquées en nm^{-1} et calculées uniquement sur le premier pic (111), le plus intense du diffractogramme, qui se situe à $51,0^\circ$ et $52,1^\circ$ respectivement pour les poudres d'IN738LC et de Ni (avec une source Co). Les méthodes de mesure des diagrammes de diffractions et de calcul des largeurs de pics sont décrites dans la partie II.3.3.2.

La détermination des contraintes résiduelles macroscopiques par diffraction des rayons X (méthode $\sin^2\Psi$) est effectuée sur le pic d'orientation cristalline {311} de la phase γ de l'IN738LC ou du Ni pur. Ce pic se situe respectivement à $111,30^\circ$ et de $114,67^\circ$ (source Co), pour les poudres d'IN738LC et de Ni supposées libre de contraintes macroscopiques, soit une valeur de d_0 de $1,062 \text{ \AA}$ et $1,083 \text{ \AA}$. Ces valeurs de d_0 seront utilisées comme références pour le calcul des contraintes par la méthode des $\sin^2\Psi$, dont le détail est donné dans la section II.3.3.2.

III.2.2.1 Cas du nickel

L'étude de l'état mécanique des dépôts MP-Ni est centrée sur les dépôts MP-Ni-700. Les dépôts MP-Ni-1500 beaucoup plus épais ne se distinguent pas du point de vue microstructure. L'étude des dépôts MP-Ni-700 paraît suffisante pour aborder les effets de la projection CS et de la nature du substrat sur les caractéristiques d'écrouissage et de contraintes dans les dépôts de Ni pur.

III.2.2.1.1 Durcissement-Ecrouissage

Les microduretés et largeurs de pic des dépôts MP-Ni-700 sont comparées à celles de la poudre dans la Figure III-34.

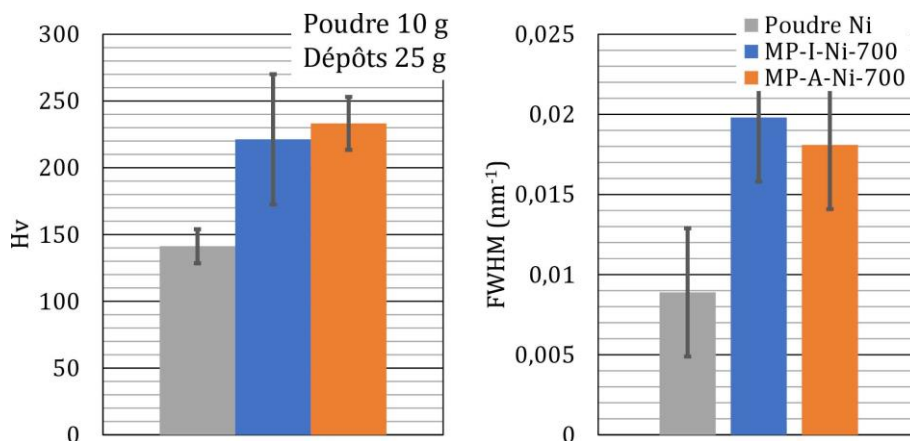


Figure III-34. Caractéristiques mécaniques des dépôts MP-Ni-700 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

La dureté du nickel augmente d'environ 80-90 Hv lors du procédé CS, passant de $141 \text{ Hv}_{0,01}$ pour la poudre à $220\text{-}230 \text{ Hv}_{0,025}$ pour les dépôts MP-Ni. La dimension des empreintes de dureté dans

les dépôts est d'environ 15 μm , ce qui témoigne plus de l'écrouissage interne des particules individuelles avec une influence un peu limitée de la microstructure (porosité, cohésion entre particules) sur la valeur mesurée. L'écart type élevé de ces mesures traduit donc une certaine hétérogénéité du matériau à cette échelle, entre des zones fortement écrouies qui doivent correspondre à des valeurs de dureté plus élevées et des zones moins déformées où elle tend presque vers la dureté des particules de poudre. La dureté des dépôts de Ni ne dépend pas du substrat. En parallèle, on observe que la largeur des pics double avec l'application du procédé CS. Dans l'article de Sun et al., de la poudre et des dépôts CS d'IN718 sont caractérisés par DRX. L'augmentation du taux des microdéformations est attribuée à l'augmentation du taux de dislocation et à une diminution de la taille des domaines cohérents de diffraction cohérente avec la mesure des cellules de dislocations observées au MET (Sun *et al.*, 2019a). De plus, l'augmentation de dureté observée ici est cohérente avec les augmentations observées notamment dans l'article de Bae et al. où on passe d'une poudre à 174 $\text{Hv}_{0,1}$ à des dépôts de 218 $\text{Hv}_{0,1}$ à 313 $\text{Hv}_{0,1}$ en fonction des conditions de projection et des tailles de particules (Bae *et al.*, 2010). Ces augmentations témoignent quantitativement et qualitativement de la déformation plastique cumulée, c'est-à-dire de l'écrouissage comme source de durcissement au sein du dépôt.

III.2.2.1.2 Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles des dépôts MP-Ni-700 sont mesurées par DRX à la surface des dépôts pour les deux substrats. La Figure III-35 rassemble les valeurs de contraintes mesurées ainsi que les courbes en $\sin^2(\Psi)$ à l'origine de ces valeurs.

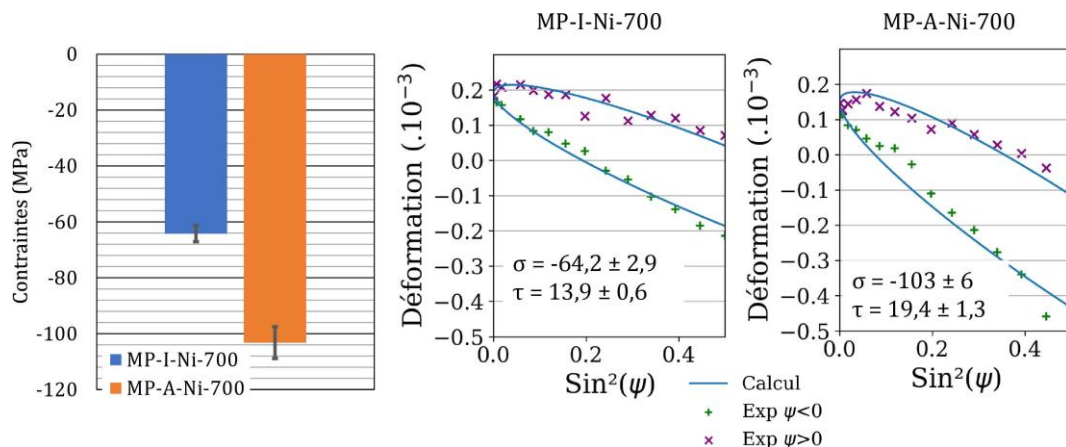


Figure III-35. Contraintes résiduelles en surface des dépôts MP-Ni-700

A l'échelle macroscopique, les contraintes résiduelles mesurées sont en compression avec des niveaux de contrainte entre -60 MPa et -100 MPa respectivement pour les substrats acier et base aluminium. Ces contraintes en compression proviennent principalement des déformations plastiques successives des particules y compris celles associées à des rebonds. Le dépouillement de la méthode donne lieu à une composante en cisaillement négligeable par rapport aux autres composantes. On note également une certaine dispersion des points expérimentaux par rapport à la régression elliptique qui peut correspondre à des effets de gradient ou de rugosité en proche surface. Les contraintes résiduelles sont donc presque deux fois plus élevées pour le dépôt de nickel sur substrat 2017A. Cette différence significative est d'origine thermique au refroidissement du dépôt car le coefficient de dilatation thermique du 2017A ($25,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) est plus élevé que celui de l'acier AISI304 ($16,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), tous les deux étant plus élevés que celui du Ni massif ($13,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) (MatWeb, 2022). Ce résultat est cohérent avec les travaux de Suhonen et al. (Suhonen *et al.*, 2013) avec des mesures de courbures in-situ. Il est montré un effet

prépondérant de la nature du substrat sur les contraintes de refroidissement et donc sur les contraintes résiduelles, notamment pour la comparaison de substrats base aluminium à des base fer. Par ailleurs, il est montré également une influence de la rugosité du substrat sur les contraintes de grenaillage pendant le dépôt (contrainte « de dépôt ») et donc sur la superposition de celles-ci avec les contraintes d'origine thermique qui mènent aux contraintes résiduelles. L'interface rugueuse du substrat 2017A est alors plus à même de transférer les déformations et de favoriser le cumul des déformations macroscopiques dans le système revêtu. Dans le cas du substrat acier d'ailleurs, nous avons constaté une délamination pour les dépôts les plus épais traduisant cette influence et sa différence sur l'état mécanique du dépôt.

Les dépôts MP-Ni-700 présentent à l'échelle microscopique et macroscopique des contraintes et déformations importantes qui proviennent de la déformation plastique des particules lors du procédé CS. Ces déformations se traduisent à l'échelle locale par une augmentation de la dureté, par un élargissement des raies de diffraction qui correspond à une augmentation des taux de microdéformations et/ou une diminution de la tailles des domaines cohérents de diffraction, et à l'échelle du dépôt par la formation de contraintes en compression.

III.2.2.2 Cas de l'IN738LC

L'étude de l'état mécanique des dépôts d'alliage IN738LC est menée pour chacune des gammes d'épaisseur établies avec pour chaque gamme des différences en termes de paramètres de projection (installation, nombre de passe) ou de choix de substrat.

III.2.2.2.1 Gamme 100

III.2.2.2.1.1 Durcissement-Ecrouissage

Les microduretés des dépôts MP-100 sont présentées dans la Figure III-36, en fonction du nombre de passes et de la nature du substrat. Les mesures effectuées sur des porosités conduisent à des empreintes déformées, ce qui permet de les repérer et de ne pas les comptabiliser dans le résultat final. La charge appliquée en microdureté est de 25 g, afin de pouvoir comparer avec les poudres. Pour les largeurs de pic, seul le dépôt avec 10 passes a été analysé.

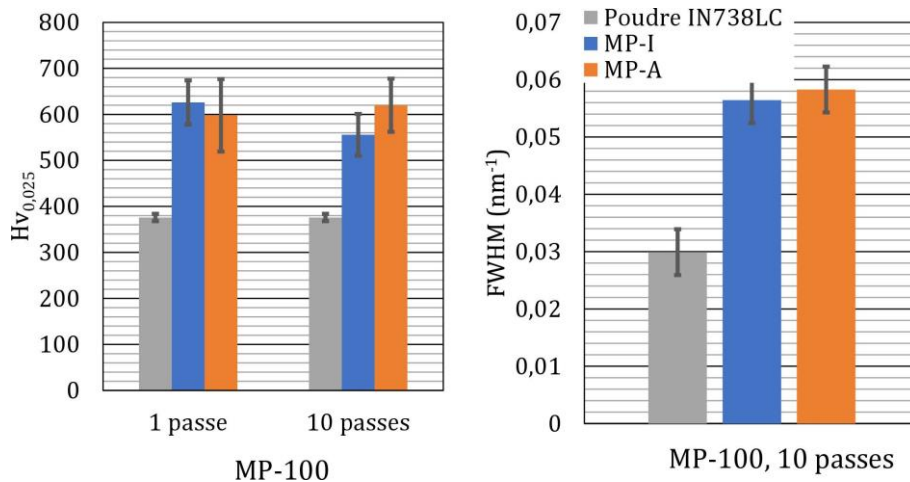


Figure III-36. Caractéristiques de la poudre et des dépôts MP-100 d'IN738LC : dureté (gauche), largeur du pic {111}(droite)

Les empreintes de dureté ont des diagonales mesurant entre 8 et 13 μm pour une charge de 25 g, ces dimensions sont plus faibles que celles des particules ($D_{50} = 32,7 \mu m$). Les valeurs affichées sont le résultat de plus de dix empreintes par conditions réparties dans les dépôts. Elles évoluent

respectivement entre 626 et 556 $Hv_{0,025}$ pour les dépôts 1 et 10 passes sur substrat AISI304, entre 598 et 620 $Hv_{0,025}$ pour les dépôts 1 et 10 passes sur substrat 2017A. Tout comme pour les dépôts de Ni, la dureté augmente très significativement entre la poudre d'IN738LC à l'état brut d'atomisation et les dépôts CS MP-I-100 et MP-A-100, liées à l'écrouissage du dépôt. Le nombre de passes n'intervient pas sur la dureté des dépôts. Les niveaux de dureté sont un peu plus faibles que ceux relevés par Padmini et al., qui sont de 687 $Hv_{0,2}$ pour des dépôts obtenus après une projection à l'hélium d'IN738 (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021). Les deux dépôts 1 passe et 10 passes sont donc très similaires et le cumul des rebonds probablement pour le dépôt 10 passes ne se traduit pas par un changement de dureté. Entre les dépôts MP-I et MP-A, une différence de niveau de dureté est visible. Cette différence, de l'ordre de 25-60 $Hv_{0,025}$ est cependant comprise dans l'incertitude des valeurs ce qui ne permet pas de conclure. Par ailleurs, comme pour le nickel, la largeur des raies de diffraction pour le dépôt à 10 passes double par rapport à la poudre mais ne présente pas de différence en fonction du substrat. Les valeurs sont respectivement de 0,056 nm^{-1} et 0,058 nm^{-1} pour les dépôts 10 passes sur substrat AISI304 et 2017A.

Afin de compléter ces résultats autour de l'influence du substrat, des filiations de dureté en profondeur des deux substrats sur des dépôts avec 1 passe ont été réalisées et sont données dans la Figure III-37 en comparaison des duretés sur substrats bruts.

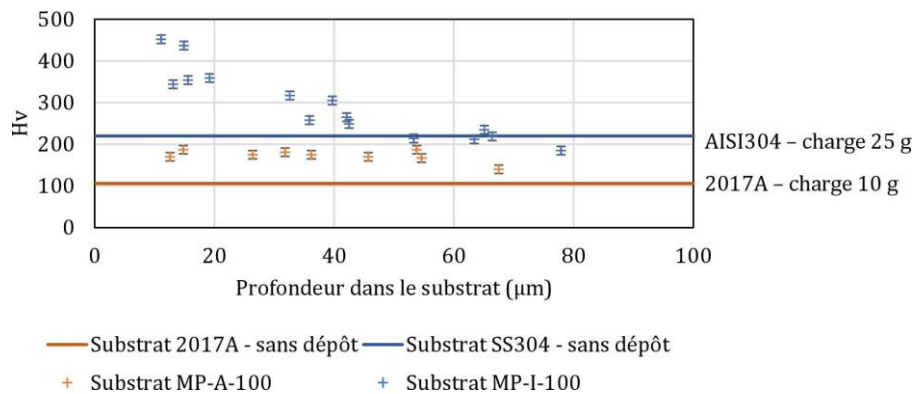


Figure III-37. Filiation de dureté dans les substrats base aluminium ou acier des dépôts MP-100 d'IN738LC (1 passe)

Dans le cas du substrat AISI 304, un gradient de dureté est observé sur environ 40-60 μm avec une dureté proche de celle du dépôt d'IN738LC près de l'interface ce qui témoigne d'une certaine continuité en termes de dureté entre le dépôt et le substrat. Cette augmentation est due au grenaillage induit par les particules de poudre ou à la préparation de surface par sablage. Dans le cas de l'alliage d'aluminium, ce gradient n'est pas observé mais on a plutôt une discontinuité de dureté importante puisque le substrat est à environ 170 Hv tandis que le dépôt est à 600 Hv. On remarque cependant que la dureté du substrat 2017A soumis au procédé CS est supérieure à la tôle brute sur toute la profondeur analysée (environ 70 μm). Cela peut être dû à une influence plus profonde du procédé de la préparation de surface, ou alors à un adoucissement mécanique induit près de l'interface dans le substrat au cours du procédé. Ces filiations témoignent des différences d'interface entre les deux types de substrat tandis que les dépôts d'IN738LC sont similaires.

III.2.2.2.1.2 Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles des dépôts MP-100 (10 passes) sont mesurées par DRX pour les deux substrats. La Figure III-38 expose les moyennes des contraintes mesurées dans les dépôts selon deux directions Φ perpendiculaires ainsi que les courbes en $\sin^2(\Psi)$ à l'origine de ces valeurs.

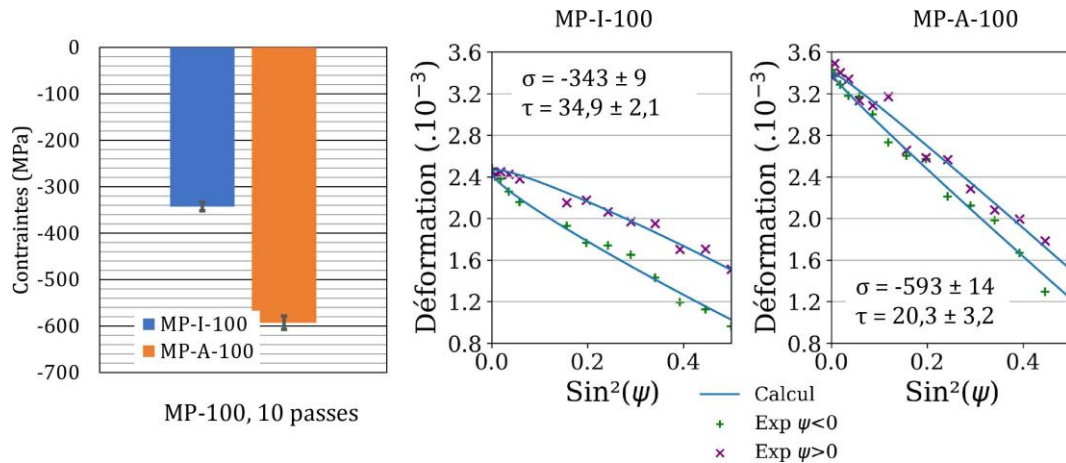


Figure III-38. Contraintes résiduelles en surface des dépôts MP-100 d'IN738LC (10 passes)

Les contraintes résiduelles macroscopiques mesurées en surface de l'échantillon d'IN738LC de la gamme 100 montrent de la compression élevée, avec des contraintes respectives de -343 MPa et -594 MPa pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100. Dans le cas de l'alliage 738LC, les déformations plastiques générées par le procédé se traduisent par des contraintes plus importantes que dans le cas du nickel pur en raison de la limite d'élasticité élevée de cet alliage comparée à la grande ductilité du nickel pur. De plus, le rebond d'une grande partie des particules a accentué le phénomène de grenaillage qui entraîne la formation des contraintes résiduelles en compression dans les dépôts, on retrouve en cela les résultats d'Aghasibeig et al. qui observent aussi une augmentation des contraintes pour leurs dépôts les plus fins (Aghasibeig *et al.*, 2016). En revanche, comme dans le cas précédent du nickel, on mesure une différence très significative en fonction du substrat et une compression deux fois plus élevée obtenue pour le substrat 2017A. Cela peut s'expliquer pour les mêmes raisons que dans le cas des dépôts de nickel (contraintes thermiques au refroidissement associées à celles du grenaillage pendant le dépôt et la présence d'une interface rugueuse) avec ici un temps de projection plus long (10 passes) et probablement un échauffement plus prononcé (non mesuré). Cela montre que les écarts dilatométriques peuvent entraîner la formation de contraintes résiduelles très importantes au refroidissement du dépôt et que le choix du substrat peut conditionner grandement le niveau des contraintes résiduelles et l'énergie élastique stockée dans le cas de ces dépôts fins.

Sur la base de ces différences importantes en fonction du substrat, on souhaite vérifier si ces niveaux de contraintes mesurés en surface sont homogènes en profondeur et si l'effet du substrat affecte également les allures des profils de contraintes. Pour ce faire, des mesures par diffraction des rayons X ont été conduites de manière incrémentale sur deux échantillons de la gamme 100 avec un enlèvement successif de matière par électro-polissage. Les profils de contraintes résiduelles obtenus pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100 sont montrés dans la Figure III-39. Il faut indiquer que ces profils ne tiennent pas compte des redistributions des déformations et des rééquilibrages des contraintes résiduelles d'un enlèvement à l'autre. Cependant, ils témoignent d'une évolution des contraintes en profondeur.

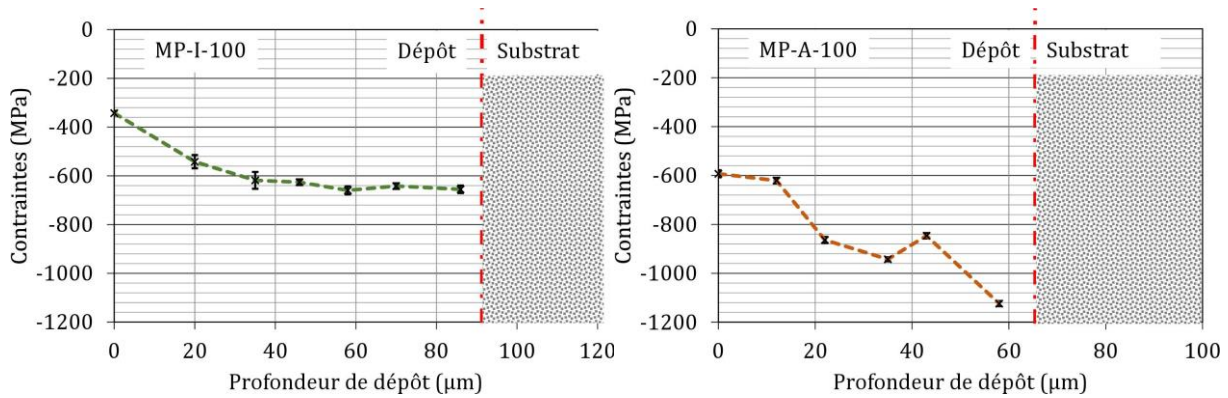


Figure III-39. Profil des contraintes résiduelles : MP-I-100 et MP-A-100 d'IN738LC (10 passes)

En effet, si l'on examine les allures des profils des contraintes résiduelles dans ces deux cas, on constate deux profils très différents. Celui correspondant au substrat acier donne un niveau assez homogène sur l'épaisseur avec cependant une variation assez importante entre la surface (-340 MPa) et quarante μm plus en profondeur (-620 MPa). Nonobstant l'effet de relaxation dû à l'enlèvement de matière, on remarque que ce niveau de -600 MPa en profondeur correspond à la mesure réalisée en surface du dépôt sur substrat base aluminium. Cependant, pour le cas du substrat base aluminium, les mesures réalisées montrent clairement un gradient continu entre la surface et l'interface du dépôt avec des valeurs en compression au-delà de -1100 MPa vers l'interface. Ce gradient important est probablement atténué si l'on tient compte de l'enlèvement de matière mais cela témoigne à nouveau d'une influence des aspects thermomécaniques liés au substrat pendant le procédé. Il ressort de cette analyse qu'un substrat à base d'aluminium favorise le niveau des contraintes résiduelles dans le dépôt d'IN738LC et notamment près de l'interface, comme dans le cas des dépôts de nickel (§ III.2.2.1.2).

III.2.2.2.2 Gamme 200 et 300

III.2.2.2.2.1 Durcissement-Ecrouissage

Les dépôts CS des gammes 200 et 300 correspondent à des rendements de croissance de 30 μm à 40 μm pour les dépôts MP et MP-He, et un rendement de croissance équivalent à cinétique égale à 65 μm par passe pour les dépôts HP (§III.1.3). Ils ont des microstructures différentes en fonction des conditions de projections (§III.2.1.2.2). Ainsi, les dépôts MP et MP-He sont assez poreux (3-6 %) tandis que les dépôts HP sont plus denses (< 2 %) avec une porosité majoritairement sous forme de fissures interparticulaires. La similitude des microstructures des dépôts MP et MP-He constatée dans la partie III.2.1 nous conduit à sélectionner pour les analyses par DRX les dépôts MP et HP. Les mesures de microdureté et de largeurs de pics de DRX des échantillons des gammes 200 et 300 sont synthétisées dans la Figure III-40. Les résultats de dureté sont moyennés pour un minimum de six empreintes pour les conditions MP-He et de dix empreintes pour les autres conditions. Ces résultats concernent les deux types de substrat sauf pour le cas HP pour lequel seul le substrat acier a été analysé sur la base des plateaux projetés.

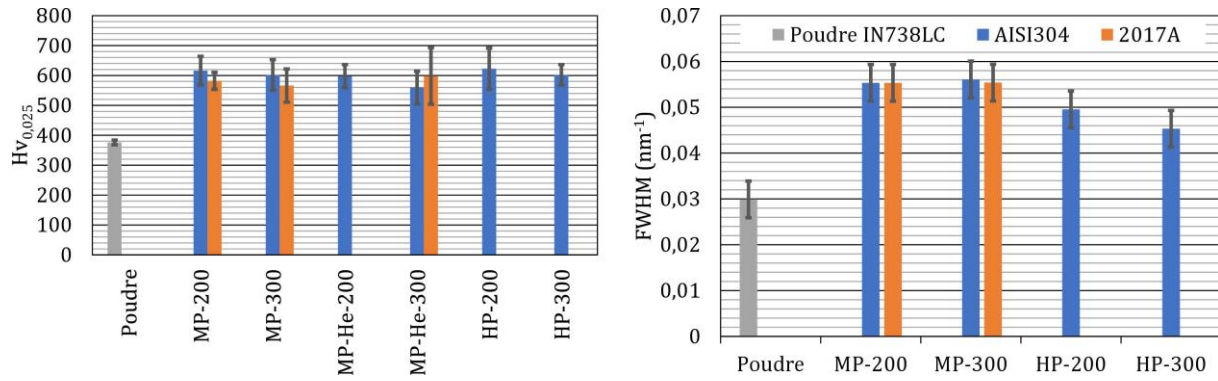


Figure III-40. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

Comme pour la gamme 100, une augmentation de la dureté entre la poudre métallique et les dépôts CS est observée du fait de la déformation plastique du matériau et de son écrouissage. Quelles que soient les conditions de projections, le niveau de dureté se situe entre 550 et 610 $Hv_{0,025}$, il ne dépend pas explicitement de la nature du substrat ou des conditions de projection MP, MP-He et HP. Les échantillons MP-He présentent des microstructures similaires à celles des dépôts MP de même gamme, leurs niveaux de duretés sont aussi proches. Ils n'ont pas été retenus pour les analyses par DRX. La largeur du pic {111} de diffraction est, pour les deux gammes de dépôts 200 et 300, plus élevée dans le cas des dépôts MP que dans celui des dépôts HP, même si cette évolution reste faible par rapport aux incertitudes. Les microstructures des dépôts HP présentent des différences de densité et donc de déformation des couches en surface avec des porosités à la surface du plateau HP-I-300. Cela pourrait se traduire par une déformation moins importante de ces couches, et donc un niveau d'écrouissage plus faible par rapport au plateau HP-I-200. Enfin, les dépôts MP présentent toujours plus de microdéformations et ce, indépendamment du substrat. Ces différences peuvent provenir d'un grenaillage plus important de ces dépôts, lié à un rendement par passe plus faible, 30-40 $\mu\text{m}/\text{passe}$ pour les conditions MP contre 65 $\mu\text{m}/\text{passe}$ pour les conditions HP. De plus, la température des particules au moment de l'impact est évaluée entre 300°C et 400°C en conditions MP, inférieures à 150°C en condition MP-He et entre 650 et 900°C en conditions HP (cf. Figure III-16). A plus haute température, les particules peuvent mieux accommoder la déformation et cela peut aussi limiter l'accumulation des déformations plastiques.

Ces valeurs moyennes à l'ensemble du dépôt sont complétées par une analyse de la dureté dans l'épaisseur des dépôts MP dans la Figure III-41. Chaque point de mesure correspond à la moyenne de plus de trois indents, l'erreur correspond à l'écart type de ces différentes valeurs.

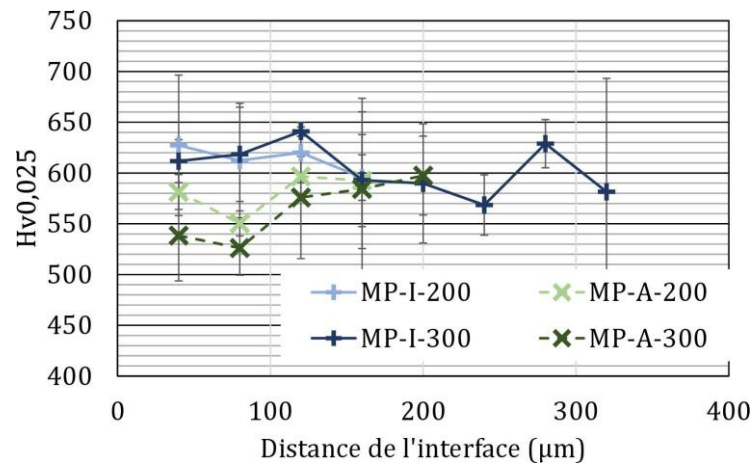


Figure III-41. Filiation de dureté à partir de l'interface des dépôts MP-200 et MP-300 d'IN738LC

Compte tenu des variations de dureté (écart-type) pour chaque mesure, on considère les profils assez homogènes. Cependant, la dureté des particules d'IN738LC près de l'interface semble dépendre de la nature du substrat, avec une différence d'environ 50 $Hv_{0,025}$ et un niveau plus bas enregistré à chaque fois pour le substrat 2017A. La dureté devient équivalente pour tous les dépôts à partir de 150 μm . On suppose que le substrat AISI304 plus dur favorise le mécanisme de cisaillement adiabatique, tandis que le substrat 2017A conduit à l'ancrage mécanique des particules en profondeur au détriment des allongements pour les premières couches uniquement (cf. partie I.3.4.3). Des filiations supplémentaires dans les dépôts HP-I-200 et HP-I-300 pourraient permettre de compléter l'analyse de l'écroissage dans ces dépôts, avec notamment une comparaison locale en surface du niveau de dureté et de la largeur du pic $\{111\}$ par DRX.

III.2.2.2.2 Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles des dépôts d'IN738LC des gammes 200-300 en conditions MP sont mesurées par DRX pour les deux substrats et uniquement pour le substrat acier dans le cas des conditions HP. La Figure III-42 rassemble les valeurs des contraintes résiduelles des deux épaisseurs types mesurées selon deux directions perpendiculaires ($\phi=0^\circ$ et $\phi=90^\circ$) et la Figure III-43 montre les courbes en $\sin^2(\Psi)$ correspondantes (uniquement $\phi=0^\circ$).

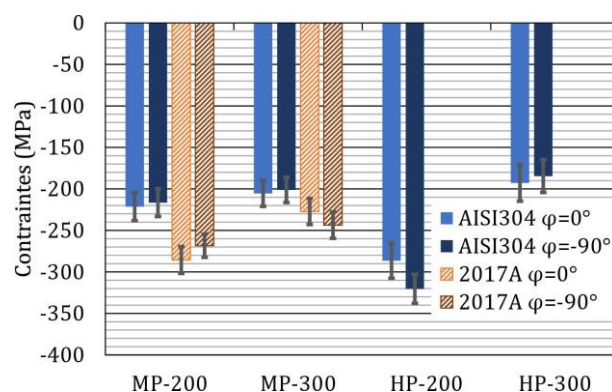
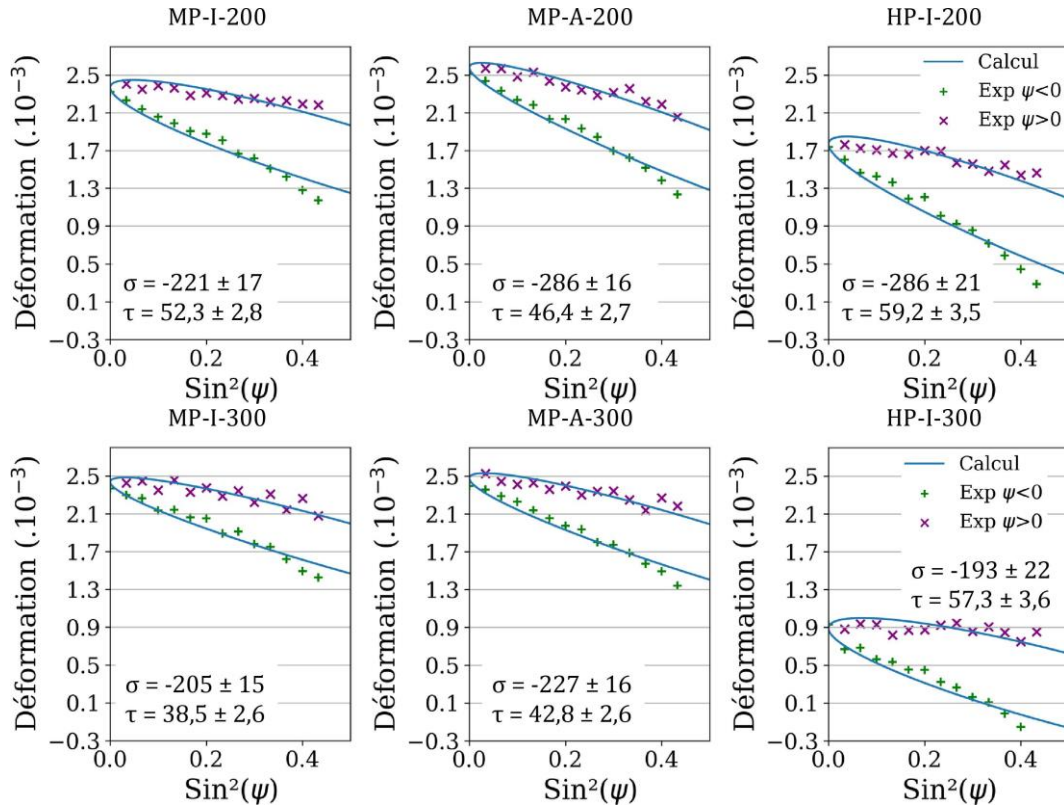


Figure III-42. Contraintes résiduelles en surface des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300


 Figure III-43. Courbes en $\sin^2(\Psi)$ des dépôts d'IN738LC des gammes 200 et 300 ($\phi = 0^\circ$)

Les contraintes résiduelles des gammes 200 et 300 sont en compression et dépendent des conditions de projection et de la nature du substrat. La reproduction des mesures de contraintes pour $\phi = 0^\circ$ et $\phi = 90^\circ$ conduit à des résultats équivalents, ce qui traduit des contraintes isotropes dans le plan de mesure et permet d'assurer la reproductibilité des résultats. L'effet du substrat est étudié par les échantillons MP. Les contraintes résiduelles en surface sont respectivement de -219 MPa et de -277 MPa pour MP-I-200 et MP-A-200, de -203 MPa et -235 MPa pour MP-I-300 et MP-A-300. Ainsi, l'amplification des contraintes résiduelles de compression dues au substrat en raison des effets d'écarts dilatométriques (cf. III.2.2.2.1.2) est plus élevée pour le substrat 2017A, et ce d'autant plus que le dépôt est fin. De plus, le niveau de compression semble diminuer légèrement avec l'épaisseur de dépôt pour les deux substrats en condition MP. Ce constat est plus marqué pour les contraintes résiduelles en surface des plateaux HP-I-200 et HP-I-300 qui s'élèvent respectivement à -303 MPa et -189 MPa. Cela peut provenir de phénomènes de relaxation en cours de projection, comme dans l'article de Singh et al. (Singh *et al.*, 2018). La différence de contraintes entre ces deux cas peut aussi provenir de la plus forte porosité observée en surface du plateau HP-I-300 qui pourrait conduire à une réduction des contraintes résiduelles.

Les régressions elliptiques de courbes en $\sin^2(\Psi)$ donnent un cisaillement résiduel quatre fois plus faible que les contraintes résiduelles. On peut donc le négliger. La forme sinueuse de l'ellipse peut traduire la présence d'un gradient de contraintes peu marqué en profondeur du dépôt.

III.2.2.2.3 Gamme 700

III.2.2.2.3.1 Durcissement-Ecrouissage

Les dépôts épais de la gamme 700 ont été produits dans les conditions MP et HP, avec des rendements de croissance de 65-70 $\mu\text{m}/\text{passe}$ (à cinétique égale) (§III.1.3). La microstructure des dépôts MP-700 est fortement poreuse (4 %). En revanche, les dépôts HP-I-700 et HP-A-700 ont

une microstructure plus dense ($< 1\%$) dont la porosité est sous forme de fissures interparticulaires. Les mesures de microdureté et de largeurs de pics de DRX des échantillons de la gamme 700 sont synthétisées dans la Figure III-44. Les résultats de dureté sont moyennés pour un minimum de dix empreintes, pour les deux types de substrat en conditions HP et uniquement sur substrat AISI304 pour les conditions MP.

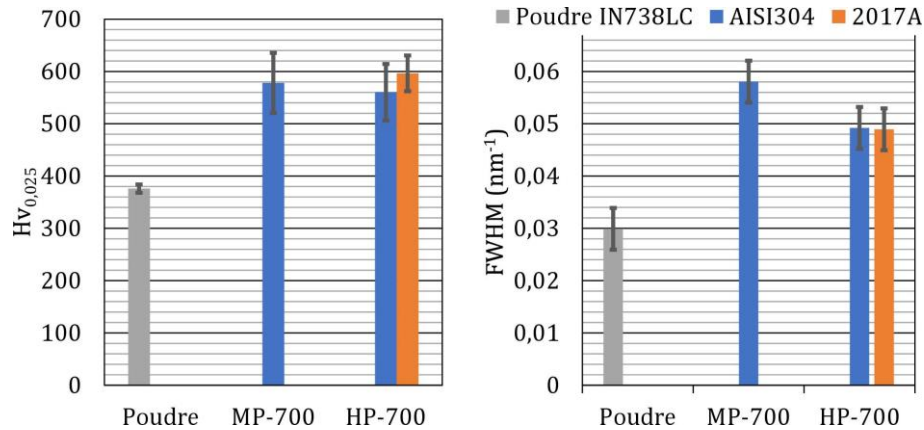


Figure III-44. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC de la gamme 700 : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

La dureté augmente de 380 Hv à 550 et 610 Hv entre la poudre et les dépôts CS comme pour les gammes 100, 200 et 300 et ce, quelles que soient les conditions de projection et la nature du substrat. De plus, la largeur du pic de diffraction ne varie pas en fonction de la nature du substrat (en conditions HP). En revanche, elle est sensiblement plus élevée pour l'échantillon MP que pour les échantillons HP, ce qui traduit un plus fort niveau d'écrouissage en surface dans ce dépôt MP. Dans cette gamme 700, les rendements de croissance par passe sont proches pour les deux dispositifs employés ce qui ne permet pas d'invoquer une différence de grenailage dû aux rebonds. Par ailleurs, la vitesse d'impact est plus grande pour la condition HP ce qui ne permet pas de conclure dans le sens observé. En revanche, tout comme pour les gammes 200 et 300, la température des particules de poudre à l'impact est nécessairement moindre en conditions MP par rapport aux conditions HP. Ainsi, avec une température de particule plus élevée, la mobilité des dislocations est accentuée, ce qui limite le cumul des distorsions microscopiques. Cependant, compte tenu de la durée du dépôt et de la chaleur transférée et cumulée plus importante pour les conditions HP, on peut également envisager un effet de restauration sous forme d'un traitement thermique in situ. Ce traitement ne se traduit pas par des variations de dureté mais est mis en évidence de manière plus sensible par ces mesures de microdéformations qui peuvent mener à une analyse plus poussée des effets thermiques en surface et éventuellement en volume. Pour appréhender cela, ces valeurs moyennes de dureté établies sont alors complétées par l'établissement d'un profil une analyse de la dureté dans l'épaisseur du dépôt HP-I-700, avec les charges de 25 g et de 100 g dans la Figure III-45.

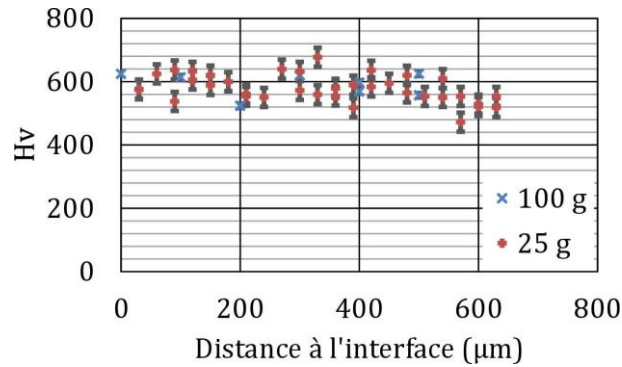


Figure III-45. Filiation de dureté à partir de l'interface du dépôt HP-I-700

Le niveau de dureté pour cette série est de $579 \pm 44 \text{ Hv}_{0,025}$ et $591 \pm 39 \text{ Hv}_{0,01}$ avec respectivement 36 et 8 points de mesures. Les profils sont homogènes et la dureté diminue légèrement en surface. Le choix de deux charges, 25 g et 100 g permet d'évaluer l'évolution de l'écrouissage à l'échelle des particules de poudres, avec une empreinte de 8 à 10 μm (25 g), tandis que la plus forte charge conduit à des empreintes de 17 à 20 μm ce qui caractérise plus les liaisons entre particules. La similitude de dureté avec les deux charges correspond à une bonne cohésion des dépôts HP-700.

III.2.2.2.3.2 Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles des dépôts d'IN738LC de la gamme 700 ont été mesurées par DRX sur le dépôt MP uniquement avec un substrat AISI304 et pour les deux substrats en conditions HP. La Figure III-46 montre les résultats des mesures selon deux directions perpendiculaires ($\phi=0^\circ$ et $\phi=90^\circ$) pour le dépôt MP et uniquement pour ($\phi=0^\circ$) dans le cas HP, ainsi que les courbes en $\sin^2(\Psi)$ des dépôts MP-I-700 et HP-I-700 (uniquement $\phi=0^\circ$).

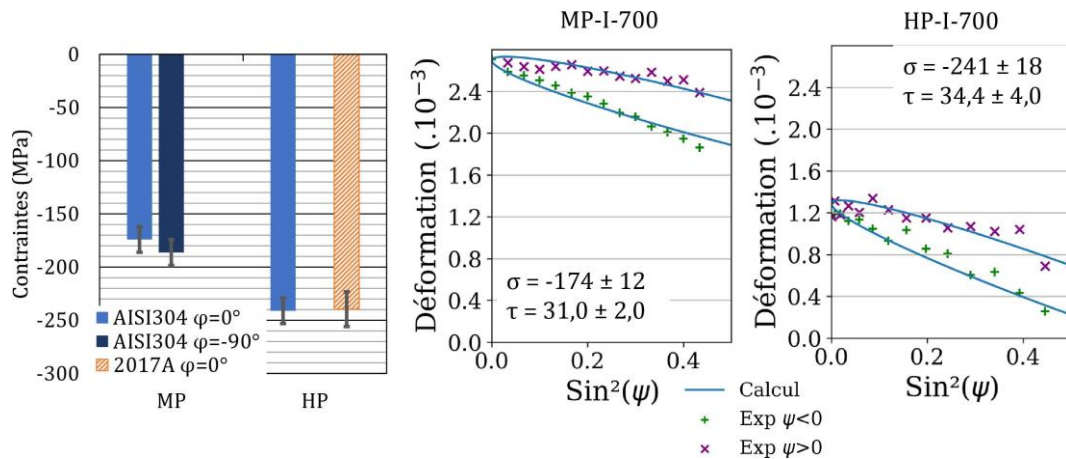


Figure III-46. Contraintes résiduelles en surface des dépôts d'IN738LC de la gamme 700

Les dépôts HP-I-700 et HP-A-700 ont le même niveau de contraintes autour de -240 MPa. Ainsi, l'effet du substrat attribué aux effets thermiques et menant à une amplification des contraintes dans le cas du substrat base aluminium n'est pas mis en évidence pour ces conditions HP-700. Comme cette comparaison de substrat n'est pas disponible ici pour les dépôts MP-700, on ne peut généraliser ce constat établi uniquement pour les gammes moins épaisses en conditions MP. Le dépôt MP-I-700 a un niveau de contrainte de -180 MPa, qui est le niveau le plus bas mesuré en conditions MP pour les épaisseurs analysées. Dans le cas des conditions MP, cela pourrait être expliqué par l'augmentation du rendement par passe et donc une diminution du grenailage par rebonds de particules. Dans le cas des conditions HP en revanche, on constate bien une diminution

signifiante des contraintes résiduelles entre les dépôts HP-I-200 et HP-I-700, respectivement de -303 MPa et -241 MPa, mais le dépôt HP-I-300 conduit au niveau le plus faible mesuré (conditions HP et substrats acier), avec -189 MPa. Dans ce cas, on suggère que ce niveau plus faible est à relier à la présence d'une couche plus poreuse en surface. Les courbes en $\sin^2(\Psi)$ exposées sont toujours sinueuses et mènent à un cisaillement peu prononcé.

III.2.2.3 Synthèse

La déformation plastique induite par le procédé CS conduit à un durcissement et un écrouissage du matériau que l'on a caractérisé par des mesures de microdureté et de la largeurs du pic {111} en DRX. L'ensemble des dépôts CS présentent des duretés plus importantes que la poudre équivalente, avec un niveau autour de 220 Hv dans le cas des dépôts de Ni, contre 141 Hv pour la poudre de Ni, et entre 550 et 650 Hv pour les dépôts d'IN738LC, contre 376 Hv pour la poudre d'IN738LC. Ces niveaux de dureté sont légèrement plus faibles que ceux observés par Padmini et al. sur des dépôts d'IN738 (687 Hv_{0,2}) (Padmini, Bhosale et Niranjana, 2021). La dureté évolue peu en fonction des conditions de projections et de la nature du substrat, mais les mesures effectuées à faible charge témoignent des effets de durcissement au niveau des particules plus que de la cohésion du dépôt dont le rôle est important et mériterait de essais spécifiques ou des mesures à plus forte charge (Levasseur, Yue et Brochu, 2012) quand l'épaisseur du dépôt le permet. Des filiations dans la profondeur des dépôts ont cependant mis en évidence un niveau de dureté plus faible proche du substrat 2017A par rapport au substrat AISI304, ce qui traduit un écrouissage plus faible dans le dépôt dû à l'ancrage des particules qui déforment plus le substrat le plus mou. On obtient un doublement de la largeur de pic par rapport à la poudre pour le nickel pur et l'alliage IN738LC ce qui témoigne d'un écrouissage sévère par le procédé CS pour toutes les conditions MP. Cette mesure ne montre pas d'effet de substrat (les mesures sont effectuées en surface). Les dépôts en conditions HP ont systématiquement des largeurs de pics plus faibles que les dépôts MP, typiquement 0,05 nm⁻¹ contre 0,06 nm⁻¹. On attribue cela à la température des particules à l'impact qui favorise l'accommodation des déformations, ainsi qu'à un potentiel traitement in situ dû à l'accumulation de chaleur au cours de la projection HP. En effet, ce sont les dépôts épais HP-700 qui présentent les pics les moins élargis de cette étude sur dépôt bruts de projection. Afin de discriminer les phénomènes à l'échelles des dislocations, il faudrait procéder à des observations MET qui permettraient peut-être de mieux distinguer la localisation et les taux de dislocations dans ces dépôts MP et HP.

Les effets mécaniques et thermiques influant l'écrouissage à l'échelle des particules ont également des effets à l'échelle macroscopique du dépôt. Ces effets ont été abordés par la détermination des contraintes résiduelles par DRX. Les contraintes résiduelles mesurées dans le plan des dépôts de nickel ou d'IN738LC sont toujours en compression avec cependant des différences significatives de niveau selon la nature de la poudre, l'épaisseur du dépôt et la nature du substrat. Ces contraintes résiduelles sont la résultante des déformations plastiques subies à la fois dans le dépôt et le substrat en cours de dépôt puis lors du refroidissement. En cours de dépôt, ce sont les effets de grenailage qui sont majoritaires mais des effets thermiques induits dans le dépôt peuvent également jouer sur les déformations microscopiques et macroscopiques. Ces effets de grenailage sont exacerbés si les rebonds sont plus nombreux. Ceci est montré par l'analyse des dépôts d'IN738LC de la gamme 100 pour lesquels les contraintes mesurées sont les plus élevées (jusque -600 MPa) en raison des conditions de dépôt à très faible rendement. Ces mêmes dépôts montrent également sans ambiguïté l'effet du substrat et des écarts dilatométriques qui affectent l'état final en compression. Dans notre étude, on montre que l'emploi du substrat base aluminium qui se

dilate le plus et pour lequel les interfaces sont les plus « emboîtées » conduit toujours à une amplification des contraintes résiduelles mesurées en surface. La réalisation de profils de mesure des contraintes en profondeur montre aussi que le niveau est plus élevé dans les couches profondes du dépôt par accumulation du martelage. On trouve cependant une différence notable dans cette évolution avec un gradient beaucoup plus marqué pour le substrat base aluminium conduisant à des valeurs de contraintes en compression presque deux fois plus élevées près de l'interface (sans tenir compte de la redistribution due à l'enlèvement de matière). Pour approfondir l'analyse de ces effets thermiques, il serait intéressant de mesurer aussi les profils de largeurs de pics. En se fondant sur une mesure en surface pour les différentes gammes, on constate que le niveau des contraintes diminue en général avec l'épaisseur de dépôt pour les deux types de substrat. Pour les dépôts épais de 700 μ m, le niveau est de l'ordre de -200/-250 MPa pour l'IN738LC et de -l'ordre de 50/-100 MPa pour le nickel. il pourrait être intéressant de procéder à d'autres filiations en profondeur pour appréhender mieux les gradients sur de telles épaisseurs.

Les caractéristiques différentes des dépôts Ni et IN738LC, en fonction des gammes, épaisseur et conditions de projection, constituent une base d'analyse pour la suite de la thèse. On a mis en avant l'influence des effets thermiques possibles pouvant affecter l'écrouissage et les contraintes résiduelles lors de la genèse du dépôt. On souhaite approfondir la connaissance de ces effets thermiques par l'application de traitements thermiques sur les poudres et une partie des dépôts. Ces traitements peuvent aussi aider à mieux se figurer les évolutions microstructurales et mécaniques possibles lors de l'exposition des dépôts au procédé L-PBF.

III.3 Influence de traitements thermiques sur poudres et dépôts CS d'IN738LC et de Ni

Cette partie traite de l'influence de post-traitements thermiques sur poudres et dépôts dans l'objectif d'appréhender l'évolution possible des matériaux précurseurs ou déposés face à un apport de chaleur. Ces effets thermiques provoqués ou inhérents au chaînage envisagé sont susceptibles d'avoir un rôle important lors de la mise en œuvre des dépôts ou ensuite pour modifier leurs propriétés avant ou pendant le chaînage avec le L-PBF. Dans un premier temps, les transformations thermodynamiques de la poudre d'IN738LC brute d'atomisation sont analysées par calorimétrie différentielle (DSC). Les états microstructuraux et mécaniques sont conjointement investigués sur les poudres traitées thermiquement par le biais de la microdureté et de la diffraction de rayons X. Dans un second temps, fort des connaissances sur les poudres avant dépôt, on examine avec les mêmes outils l'évolution des dépôts CS en priorité dans le cas le plus complexe de l'IN738LC qui présente des particularités de durcissement structural par rapport au Ni pur. Le traitement thermique standard de l'IN738LC est constitué d'une remise en solution à 1120°C/2h sous vide ou sous argon, suivi d'une trempe à l'air puis d'un vieillissement à 845°C/24h sous vide ou sous argon, suivi d'une trempe à l'air pour permettre la précipitation et le grossissement des grains γ' . La Figure I-7, qui représente l'évolution de la fraction de précipités γ' et de la dureté en fonction de la température d'un traitement de vieillissement isotherme de 16 h présente une augmentation de cette fraction de précipités pour des températures de traitement supérieures à 850/900°C. Comme tout alliage à durcissement structural, cette augmentation de la fraction de précipités γ' , entre 20 et 45 %mas., est directement corrélée à l'augmentation de la dureté du matériau. Dès lors, la formation de précipités γ' pourrait s'avérer contre-productive dans l'éventualité d'un traitement sur poudre. Ainsi, on souhaite investiguer la ductilité de la poudre par un traitement thermique à relativement basse température (autour de 500°C, 600°C) afin d'agir sur les contraintes internes du matériau tout en restant en dessous des températures usuelles de vieillissement pour limiter la formation et le grossissement de précipités γ' . On mène le même raisonnement pour les dépôts CS sévèrement écrouis et en présence de contraintes résiduelles pour entamer une étude sur le post-traitement des dépôts CS de base nickel. Dans le cas présent, le choix de traitements thermiques à 500°C ou 600°C est aussi motivé par les choix de substrat en lien avec l'étude du chaînage, notamment celui base aluminium pour lequel les échantillons seront traités au maximum à 500°C.

III.3.1 Influence de traitements thermiques sur la poudre d'IN738LC

Le superalliage base nickel IN738LC est composé principalement à l'équilibre de la phase γ (matrice) et des précipités γ' . La Figure III-47 représente l'évolution des proportions de phases à l'équilibre calculées avec le logiciel ThermoCalc (base de données TCNI 7.2). La proportion de phase γ' à l'équilibre pour une température de 500°C correspond à environ 50 % mol. Cette proportion décroît avec la température pour se dissoudre dans la matrice γ entre 800 et 1100°C. Les autres phases minoritaires sont principalement composées de carbures.

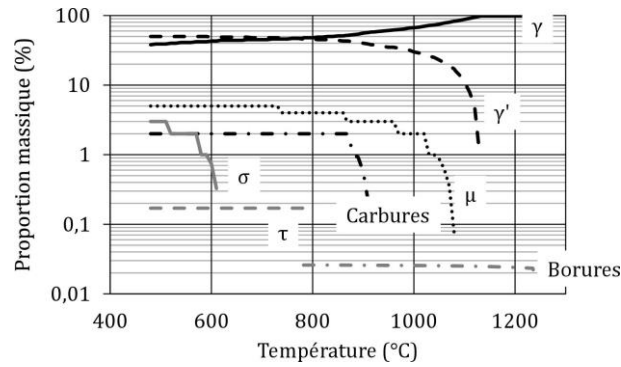


Figure III-47. Proportion de phase à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température – calculs CALPHAD – ThermoCalc

La microstructure de la poudre d'IN738LC à l'état brut d'atomisation n'est pas à l'équilibre thermodynamique (état métastable). La vitesse élevée de refroidissement, entre 10^4 et 10^6 °C/s (Cote, 2021) conduit à la formation d'une microstructure dendritique principalement composée de la phase γ . Aucun précipité γ' n'a été observé à l'échelle des observations MEB, ils peuvent préexister à des échelles de la dizaine de nanomètres. Afin de mieux connaître cet alliage, des mesures de microdureté, des analyses par diffraction des rayons X sont complétées par des analyses par calorimétrie différentielle (DSC) qui sont conduites sur la poudre brute d'atomisation et après des traitements thermiques à 500°C et 600°C sous vide partiel et balayage d'Ar+H₂ pendant des durées entre 8 et 72 h. L'étude des poudres après traitement thermique permet d'appréhender la définition de traitements thermiques adaptés aux pré-traitements de poudres mais peut également aider à la définition de post-traitements thermiques sur dépôts CS en connaissant plus finement les températures de changement de phase et de précipitation γ' et/ou de restauration dans le cas des poudres.

III.3.1.1 Analyse par DSC de la poudre d'IN738LC

Les thermogrammes de DSC réalisés pendant la thèse concernent une seule montée en température. L'observation d'une coloration de la poudre après passage nous oblige à envisager un artefact d'oxydation. Pour cette raison un seul cycle de chauffage est réalisé et on se limitera à une analyse qualitative des pics pour examiner les domaines de température conduisant à des transformations métallurgiques.

La Figure III-48 montrent les thermogrammes de la poudre d'IN738LC entre 300 et 1100°C pour deux vitesses de chauffage, respectivement 10°C/min et 20°C/min. Les analyses DSC de la poudre d'IN738LC brute d'atomisation ont été reproduites deux fois (tracés noirs). Un troisième thermogramme correspond à la poudre d'IN738LC traitée préalablement pendant 24h à 500°C sous argon hydrogéné (tracé rouge).

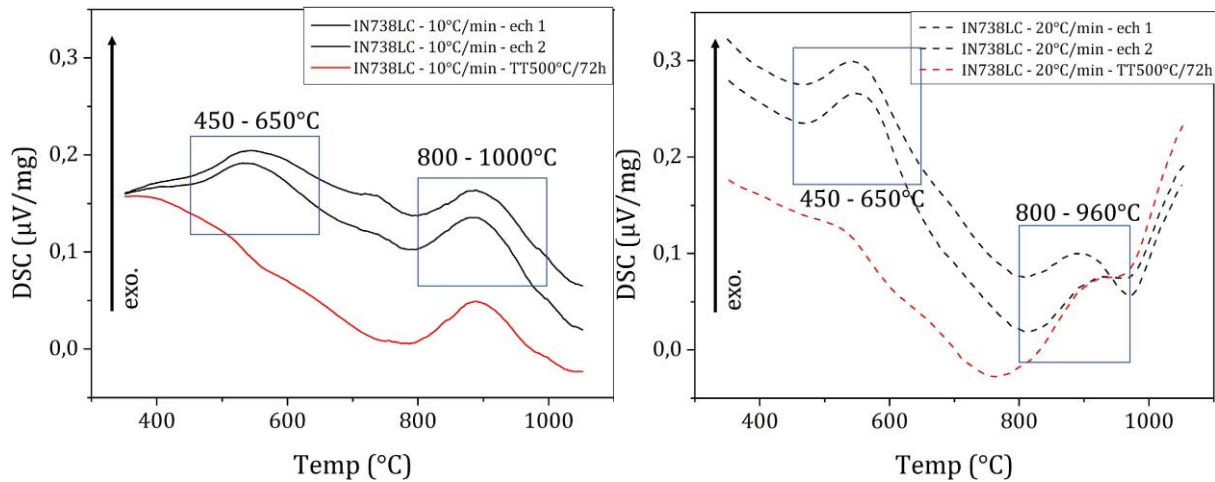


Figure III-48. Thermogrammes DSC de la poudre d'IN738LC et après traitement thermique (500°C/8h/Ar-H₂) : 10°C/min (gauche) ; 20°C/min (droite)

L'analyse par DSC de la poudre d'IN738LC est bien reproductible, les courbes qui correspondent aux échantillons 1 et 2 à l'état brut d'atomisation, présentent des pics similaires autour de 450-650°C avec un maximum de 540°C et 560°C respectivement pour 10°C/min et 20°C/min. Le premier pic est absent du thermogramme à 10°C/min de la poudre traitée à 500°C/72 h et très peu prononcé pour 20°C/min. Un deuxième pic est visible pour la poudre brute entre 800 et 1000°C avec un maximum à 896°C à 10°C/min et entre 800 et 960°C avec un maximum à 900°C à 20°C/min. Ce deuxième pic est également mesuré et positionné pareillement pour la poudre pré-traitée.

La coloration de la poudre après passage en DSC jusque 1100°C laisse supposer une oxydation in situ qui doit perturber l'analyse. Depuis ces expériences et après la maintenance par le constructeur et le renouvellement d'un piège à oxygène au tantale, la poudre d'IN738LC a pu être à nouveau analysée à 10°C/min après la fin de thèse. On obtient alors uniquement le 1^{er} pic qui est bien caractéristique des thermogrammes sur poudres brutes d'atomisation. En revanche, le second pic n'existe plus et un second chauffage pour le même creuset mène alors à un thermogramme sans pic jusque 1000°C. Ceci corrobore bien l'absence de pic en dessous de 650°C pour la poudre pré-traitée à 500°C/72H sous argon hydrogéné. Il avait été envisagé au départ la possibilité que ce 2^{ème} pic « suspect » masque d'autres effets et possiblement des effets en lien avec la précipitation des γ' mais nos analyses DSC étaient donc uniquement perturbées par l'oxydation in-situ au-delà de 800°C.

La plupart des sources consultées qui traitent de l'analyse DSC et par ATD de l'IN738LC (I.1.3.1) portent sur des matériaux de fonderie (Danis, 2008 ; Kim *et al.*, 2006 ; Mallikarjuna, Caley et Richards, 2022 ; Zhang *et al.*, 2019 ; Zlá *et al.*, 2010) ou par Laser Metal Deposition (LMD) (Zhang *et al.*, 2019). Dans ces articles, les analyses sont généralement faites à partir de 800°C et lorsqu'un thermogramme est réalisé à partir de 200°C, aucun pic n'est détecté en dessous de 800°C (Zhang *et al.*, 2019). En général, il est fait état de la température de dissolution des précipités γ' (pic endothermique) entre 930°C et 1201°C (Zlá *et al.*, 2010), tandis qu'au refroidissement la précipitation γ' se situe entre 927°C et 1166°C. En revanche, Royer (Royer, 2014) a étudié par ATD une poudre d'IN738LC atomisée à l'argon. Avec un 1^{er} cycle à 10°C/min, jusqu'à la température de fusion, il obtient un pic exothermique entre 500 et 700°C qui correspond à notre premier pic en DSC. Ce pic n'est plus observé au 2nd chauffage ATD après fusion et solidification dans le creuset ATD (ce qui n'est pas le cas dans nos expériences). Il n'observe pas de pic exothermique entre

800 et 1000°C. Dans son cas, si la poudre est traitée à 650°C pendant 20 h, on a également une disparition de ce premier pic. Ce pic attribué par Royer à une combinaison entre des phénomènes de relaxation de la poudre et de la formation des précipités γ' dont 35 % n'ont pas précipité à l'atomisation (estimation à partir des enthalpies mesurée et calculée). En effet, la poudre d'IN738LC brute d'atomisation dont la microstructure est métastable, sans précipités γ' , carbure ou borure observables au MEB. Des précipités peuvent éventuellement exister à l'échelle nanométrique. Si l'on considère des phénomènes de restauration, des mouvements d'atomes et de dislocations qui conduisent à une diminution de la densité de dislocation, à partir de $T_{fusion}/3$ (Humphreys F., Rohrer et Rollett, 2017), cela correspond à une température entre 307°C et 395°C pour l'IN738LC. Ainsi, de prime abord, le premier pic exothermique de DSC, entre 450 et 650°C peut correspondre à une restauration de la poudre avec un réarrangement des dislocations et une diminution de leur densité pour parvenir à un état de plus faible énergie stockée. Cette restauration s'accompagne d'une relaxation des micro-contraintes internes. Comme dans la thèse de Royer (Royer, 2014), on peut aussi attribuer ce pic à la précipitation γ' , même si les niveaux de température sont bas par rapport aux traitements usuels de vieillissement autour de 800°C sur alliage de fonderie. Sur la base de l'examen des résultats de DSC, l'application du traitement thermique à 500°C sous argon hydrogéné pendant 72h permet de bien stabiliser la poudre même si un pic moins prononcé pour la poudre traitée et analysée en DSC à 20°C/min révèle que des évolutions peuvent encore être possibles à cette température et pour des temps longs. Au-delà de 500°C, la poudre traitée se comporte comme la poudre brute. Si l'on ne tient pas compte des pics attribués de manière certaine à l'oxydation, aucun pic n'est relevé entre 700 et 1000°C. Ceci renforce l'idée que la précipitation γ' attendue et probablement associée à de la restauration-relaxation a lieu dans un domaine autour de 450°C-650°C. Un complément d'expériences à 500°C pour des temps de traitement plus longs, éventuellement avec plusieurs cycles de chauffage-refroidissement et l'application de traitements à plus haute température (600°C) est mis en œuvre pour approfondir nos résultats et statuer plus sur la nature des phénomènes à l'origine du premier pic par le biais des analyses microstructurale et mécanique abordées ci-après.

III.3.1.2 Analyses microstructurale et mécanique de la poudre traitée thermiquement

La poudre d'IN738LC a été traitée thermiquement à 500°C sous argon hydrogéné avec des paliers de 8 h, 24 h et 72 h, et à 600°C pendant 24 h. Des analyses de microdureté et de diffraction des rayons X sont menées après traitement.

III.3.1.2.1 Durcissement

Des mesures de microdureté à 25 g sont effectuées sur les poudres. La Figure III-49 rassemble les résultats en fonction des traitements thermiques appliqués (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h).

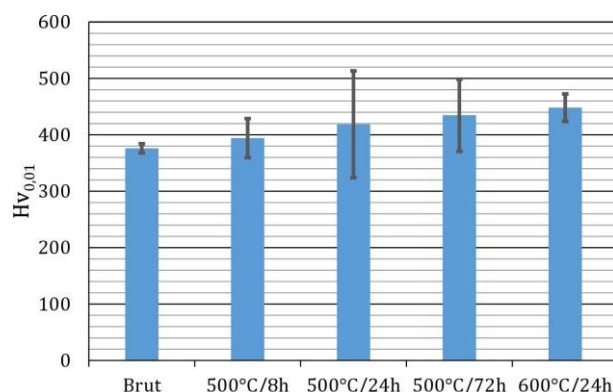


Figure III-49. Microdureté de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)

L'application du traitement thermique à 500°C conduit à une augmentation significative de 376 à 450 Hv respectivement avec des temps de traitement de 8 h à 72 h. Un traitement à 600°C/24 h conduit à une dureté sensiblement plus élevée que celle à 500°C pour 72h, de 456 Hv. Si les phénomènes à l'origine du pic 450-650°C en DSC étaient uniquement de la restauration et de la relaxation de contraintes, on devrait plutôt constater une diminution de cette dureté avec le traitement. Cette augmentation favorise l'hypothèse d'une précipitation γ' au sein de la poudre effective pour ces températures de 500°C et que des temps de traitements longs contribueraient alors à la formation ou à la croissance de ces précipités dans une microstructure non totalement stabilisée. L'expérience d'un traitement court à 600°C permet d'encadrer le domaine de dureté atteignable pour cette plage de température 500-600°C. Ces niveaux de dureté sont en accord avec ceux indiqués par Thakur (Thakur, 1997) dans la Figure I-7 pour ce domaine de température (traitements de 16 h) et pour lequel l'auteur indique un taux de précipités γ' relativement stable et de l'ordre 20 % massique jusque 600°C pour les durées de traitements considérées.

III.3.1.2.2 Ecroûissage

La Figure III-50 présente les diffractogrammes superposés de la poudre brute d'atomisation d'IN738LC et après les différents traitements thermiques (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h) et une vue de détail des pics {111} utilisés pour la mesure des largeurs à mi-hauteur dont les valeurs calculées après fit sont consignées dans la Figure III-51.

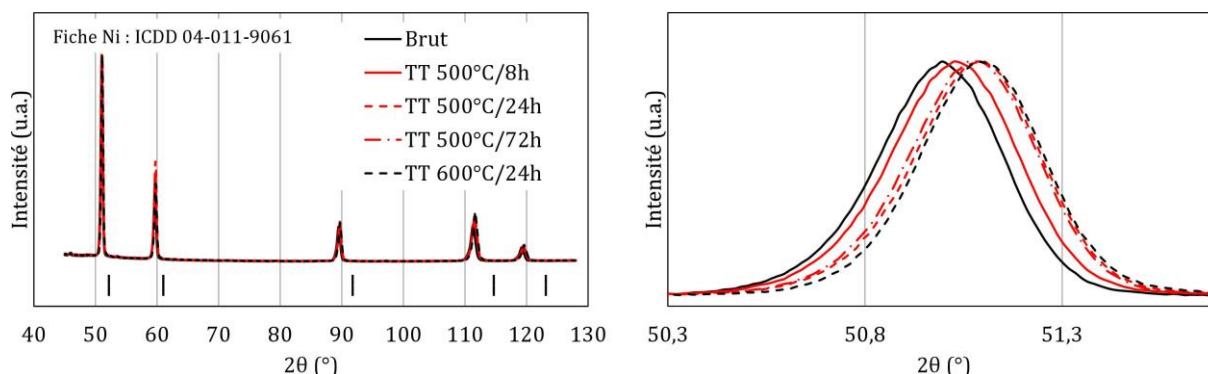


Figure III-50. Diffractogramme de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)

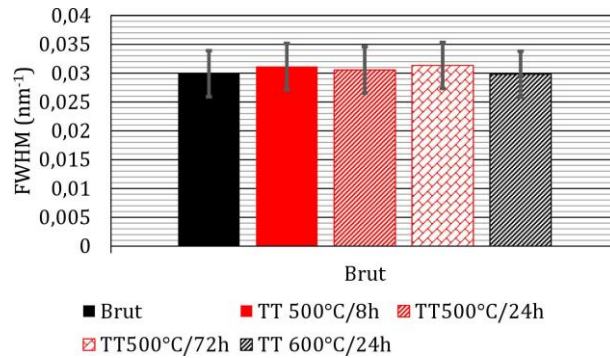


Figure III-51. Largeur du pic {111} de la poudre d'IN738LC brute et traitée (500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h)

Avec l'application d'un traitement thermique sur la poudre d'IN738LC, on ne constate pas d'évolution majeure du taux de microdéformations ou des tailles de cristallites par l'analyse des profils de la raie {111}. En revanche, ces traitements thermiques conduisent au décalage du pic, qui traduit une diminution du paramètre de maille d'autant plus grande que la durée ou la température sont élevées pour les cas étudiés. Cette évolution peut provenir de phénomènes microstructuraux tels que la précipitation γ' . Cependant, la proximité des paramètres de maille des phases γ et γ' ne permet pas de distinguer les deux pics par DRX. Pour ce faire, il faudrait effectuer par exemple des analyses au synchrotron.

III.3.1.3 Synthèse

Les traitements thermiques à 500°C/8 h, 24 h, 72 h et 600°C/24 h ont conduit à une augmentation de la dureté, tandis que la largeur du pic {111} reste stable et que sa position évolue, traduisant une diminution du paramètre de maille. À l'aune de ces résultats, on estime, comme Royer (Royer, 2014), que le pic visible en DSC entre 450°C et 650°C correspond à un retour à un état plus proche de l'équilibre de la poudre, principalement par précipitation de la phase γ' . Cette précipitation augmente la tenue du matériau, mais aussi sa dureté, ce qui peut être néfaste à la projection de poudre traitée par CS car on devrait observer une diminution du rendement de projection.

Par la suite, il s'agit d'étudier l'impact de traitements thermiques sur les dépôts CS. Comme ces dépôts sont à la fois fortement écrouis, avec des contraintes résiduelles importantes, les phénomènes de restauration et de relaxation des contraintes peuvent être plus importants et venir pallier l'augmentation de la dureté du fait de la précipitation γ' .

III.3.2 Post-traitements thermiques des dépôts CS IN738LC et Ni

L'application de traitements thermiques aux dépôts CS dans cette thèse a pour objectif d'évaluer les comportements en termes de dureté, d'écrouissage et de contraintes résiduelles et d'appréhender si possible les évolutions microstructurales associées. On mène le même raisonnement pour les dépôts CS que celui mené précédemment sur les poudres avec le choix de traitements thermiques à 500°C ou 600°C dont on a constaté qu'ils affectaient la poudre et qui peuvent être envisagés en présence des substrats choisis.

III.3.2.1 Analyse par DSC des dépôts d'IN738LC

La Figure III-52 présente le thermogramme d'un dépôt CS d'IN738LC en conditions HP-A-700. Seule la partie dépôt prélevée et séparée du substrat est concernée par l'analyse.

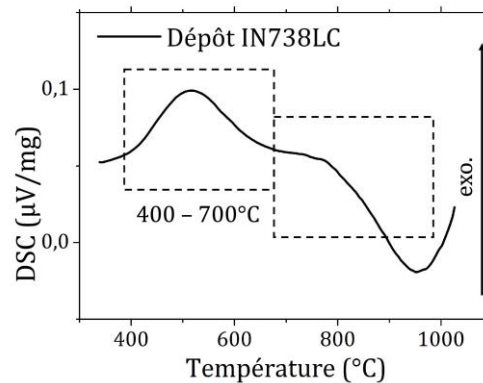


Figure III-52. Thermogramme DSC (chauffage) d'un dépôt d'IN738LC (HP-A-700) à 20°C/min

Comme pour les poudres d'IN738LC brutes d'atomisation, un pic est présent entre 400°C et 700°C, avec un milieu de pic à 520°C contre 560°C pour la poudre. Si l'on fait l'analogie avec les poudres qui subissent un écrouissage et un durcissement à froid, ce pic est attribué principalement à la précipitation de la phase γ' , même s'il peut aussi correspondre à une restauration de la matière avec baisse du taux de dislocations et relaxation des contraintes internes. Ici, les contraintes macroscopiques sont déjà en partie relaxées lors du prélèvement. Le deuxième pic artefact des poudres, entre 800 et 1000°C, est absent dans le cas des dépôts car la surface spécifique est beaucoup plus faible ce qui limite l'effet d'oxydation. Comme précédemment, nous n'interpréterons pas les phénomènes au-delà de 800°C.

Aucune formation de précipités γ' n'est mentionnée lors du traitement thermique des dépôts CS d'IN718 entre 500 et 600°C dans les articles de Vaßen et al. et de Kim et al. (Kim *et al.*, 2020 ; Vaßen *et al.*, 2020), et ce même si des analyses fines au MET ont été conduites dans l'article de Vaßen et al. Dans le même sens, aucun précipité γ' ou γ'' ne sont observés dans des lames minces au MET dans les dépôts CS d'IN625 même après un traitement thermique à 800°C pendant 100 h (Srinivasan *et al.*, 2016). Ces résultats tendent à indiquer que la précipitation de phase γ' nécessiterait des températures plus élevées dans les matériaux CS base nickel fortement écrouis. Ainsi, l'application de traitements thermiques entre 500°C et 600°C à des dépôts CS d'IN738LC pourrait permettre une restauration de la microstructure pour gagner en ductilité, tout en évitant la précipitation de phase γ' durcissante. Cependant, ces articles traitent d'autres alliages base nickel qui n'ont pas nécessairement le même comportement microstructural que l'IN738LC, et l'étude des poudres traitées nous conduit à envisager la possibilité de former des précipités γ' dès 500°C. Il s'agit dans la suite d'approfondir la compréhension du comportement des matériaux CS traités thermiquement par la confrontation de mesures de microdureté et d'analyses par diffraction des rayons X.

III.3.2.2 Influence des traitements thermiques

Les traitements thermiques sur dépôts CS sont étudiés sur les deux types de dépôt : Ni et IN738LC. Les dépôts Ni MP-Ni-700 ont été soumis à un traitement à 500°C/8 h sous argon hydrogéné (rampe à 10°C/min). Parmi les dépôts d'IN738LC, les MP-100 (10 passes) ont été soumis au même traitement thermique que le dépôt Ni. Afin d'approfondir l'analyse, trois dépôts correspondants aux conditions MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 ont été soumis à une température plus élevée de 600°C, pendant 24 h. A cette température seul le substrat acier peut être envisagé.

III.3.2.2.1 Cas du nickel

Les dépôts MP-Ni-700 ont été traités pour les deux substrats. Le dépôt MP-A-Ni-700 s'est détaché du substrat 2017A lors du traitement thermique. Ainsi, l'adhérence des dépôts sur substrat 2017A est trop faible pour compenser les effets de dilatation pendant le traitement thermique, alors même que cette interface apparaissait bien tenace lors des observations des dépôts bruts de fabrication, avec une pénétration des particules dans le dépôt et l'absence de fissures entre le dépôt et le substrat 2017A (§III.2.1.1.2). Dans cette partie, on étudie l'écrouissage des dépôts de Ni, à travers les valeurs de dureté et de largeur du pic {111} rassemblées dans la Figure III-53.

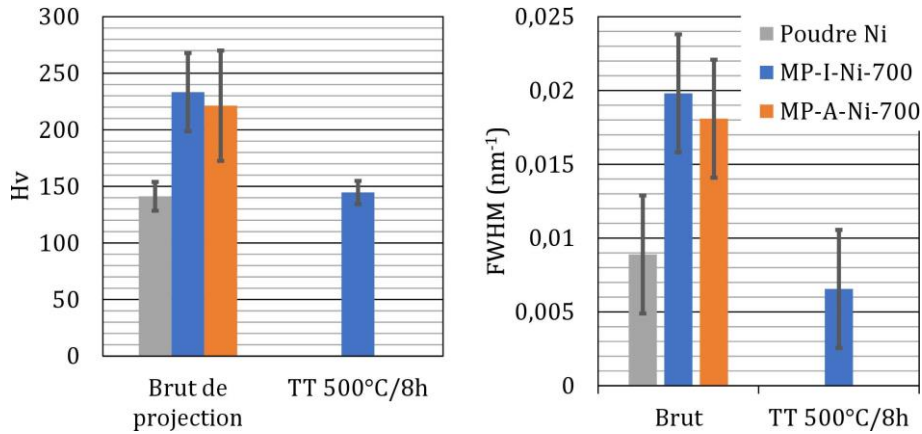


Figure III-53. Caractéristiques de la poudre et des dépôts de Ni (gamme 700), bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

La dureté du dépôt MP-I-Ni-700 diminue avec l'application du traitement thermique, passant de 233 Hv à 145 Hv, avec une dureté proche de celle de la poudre initiale. Cette adoucissement est accompagné de restauration à l'échelle des particules corroborée nettement par la diminution de la largeur à mi-hauteur, respectivement de 0,020 nm⁻¹ et 0,007 nm⁻¹ pour les dépôts bruts et traités. Cette diminution conduit même à une largeur sensiblement plus faible que la poudre initiale, ce qui témoigne d'un retour à un état d'équilibre plus stable et une réduction accrue de l'écrouissage dans le dépôt traité. La diminution de l'écrouissage dans les dépôts de nickel avec l'application d'un traitement à 600°C/1 h/Ar avait été constatée là aussi par un affinement des pics par DRX (cf. I.3.6.1) (Decker, Tran et Shen, 2000). A l'échelle macroscopique l'évolution des contraintes résiduelles est indiquée dans la Figure III-54.

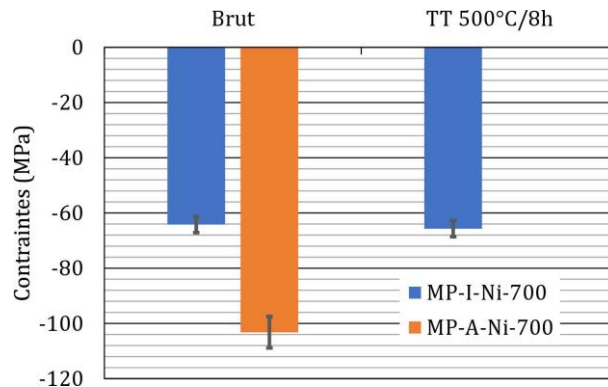


Figure III-54. Contraintes résiduelles des dépôts MP-Ni-700, bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H₂)

Les contraintes résiduelles macroscopiques n'évoluent pas avec l'application du traitement thermique, elles sont respectivement de -64,2 MPa et -65,7 MPa. Ainsi, cela pourrait signifier qu'au sein des dépôts bruts de fabrication, les contraintes résiduelles présentes proviennent majoritairement des effets de dilatation thermique lors du refroidissement et que l'état d'écrouissage même restauré et relaxé ne produit pas d'effet sur les contraintes d'ordre I dans le dépôt qui restent en compression.

III.3.2.2.2 Cas de l'IN738LC

III.3.2.2.2.1 Traitement thermique à 500°C

Des dépôts MP-100 (10 passes) sont soumis au traitement thermique de 500°C/8 h pour les deux substrats. L'écrouissage des dépôts d'IN738LC est étudié avec la Figure III-55 qui rassemble les valeurs de dureté et de largeur du pic {111}.

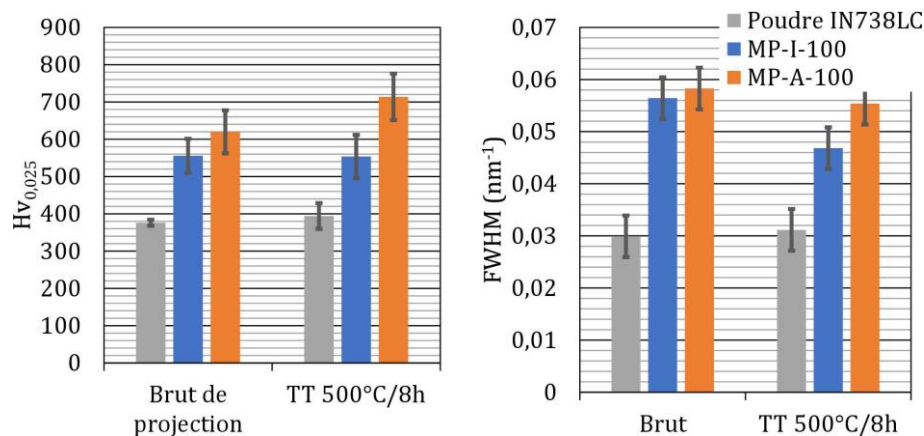


Figure III-55. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC (gamme 100), bruts et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

La dureté des dépôts augmente avec l'application du traitement thermique dans le cas où le dépôt est sur un substrat 2017A, passant de 556 Hv et 620 Hv pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100 brut de fabrication, à 554 Hv et 714 Hv pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100 traités thermiquement. De plus, on constate une légère diminution de la largeur du pic, surtout pour le cas du substrat AISI304, qui passe de 0,056 nm⁻¹ et 0,058 nm⁻¹ pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100 bruts de fabrication à 0,047 nm⁻¹ et 0,055 nm⁻¹ pour les dépôts traités. La combinaison entre une diminution des largeurs de pic, donc une diminution des microdéformations et du taux de dislocations avec une augmentation de la dureté favorise l'hypothèse de la combinaison entre des phénomènes de restauration et de durcissement structural par précipitation γ' . Dans le cas de ces dépôts bruts ou traités thermiquement on remarque que le niveau de dureté établi est toujours supérieur à 500 Hv obtenu au maximum dans le cas d'un durcissement par traitement thermique (cf. Figure I-7) (Thakur, 1997) mesuré sur des matériaux massifs. L'effet du substrat ne peut pas être expliqué par l'interface, car dans ce cas le niveau de dureté serait plus élevé pour le dépôt MP-I-Ni-700. En revanche, avec le traitement thermique, on induit à nouveau des phénomènes de dilatation/contraction des assemblages dépôt/substrat qui justifient ces différences de dureté en faveur du dépôt MP-A-Ni-700. La Figure III-56 porte sur l'évolution des contraintes résiduelles.

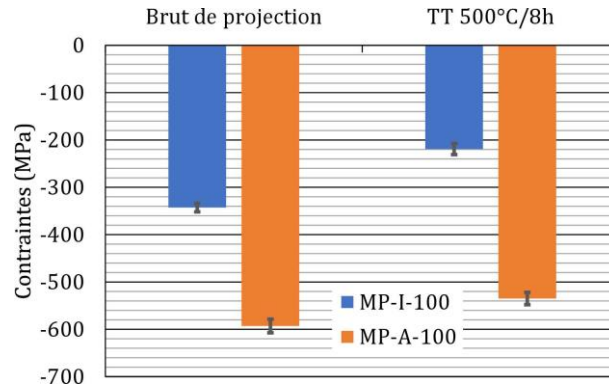


Figure III-56. Contraintes résiduelles des dépôts CS MP-I-100, bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H₂)

Les contraintes résiduelles macroscopiques en compression diminuent avec l'application du traitement thermique, de 35 % pour le dépôt MP-I-100, avec un passage de -343 MPa à -219 MPa, et de 28 % pour le dépôt MP-A-100, avec un passage de -593 MPa à -535 MPa. Au cours du traitement thermique, on a donc une relaxation partielle des contraintes. Les contraintes résiduelles qui subsistent sont possiblement non relaxées par le traitement thermique car celui-ci serait à trop basse température ou trop court, ou encore reformées au refroidissement. La différence significative qui subsiste entre les deux substrats corrobore à nouveau l'idée d'effet thermique amplifié à l'échelle du dépôt avec le substrat qui se dilate le plus. Sur la base de ces résultats, des mesures incrémentales des contraintes résiduelles en profondeur sont rassemblées dans la Figure III-57.

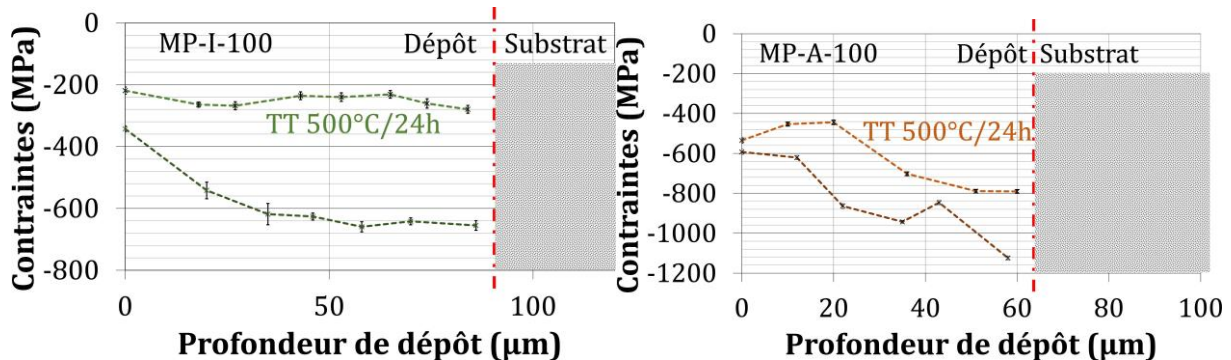


Figure III-57. Profil des contraintes résiduelles : MP-I-100 et MP-A-100 d'IN738LC (10 passes), bruts de fabrication et traités thermiquement (500°C/8h/Ar+H₂)

La diminution des contraintes en compression est bien marquée pour l'échantillon MP-I-100 avec un profil constant de contraintes homogènes après traitement thermique entre -200 MPa et -300 MPa, tandis qu'avant le traitement elle s'élevait jusqu'à -650 MPa près de l'interface. La diminution des contraintes résiduelles sur l'intégralité de l'épaisseur est également observée pour l'échantillon MP-A-100, mais le gradient très important existant subsiste encore après traitement thermique même s'il est beaucoup moins prononcé. Ces résultats montrent un effet de détensionnement partiel des contraintes résiduelles et l'influence des effets thermiques au refroidissement. Ainsi, dans le cas du Ni, on a observé une forte diminution de l'écrouissage et de la dureté avec le traitement thermique, tandis que les contraintes résiduelles, moins élevées initialement que pour l'IN738LC étaient maintenues. Dans le cas de l'IN738LC, on a un comportement mécanique opposé, avec une diminution de l'écrouissage mais une augmentation de la dureté en raison de la précipitation γ' , associée à une diminution des contraintes résiduelles.

III.3.2.2.2 Traitement thermique à 600°C

La relaxation des contraintes résiduelles des dépôts CS d'IN738LC est initiée par le traitement à 500°C/8 h qui introduit d'autres phénomènes comme la précipitation γ' qui durcit les dépôts. Pour évaluer ces effets, un traitement à 600°C/24 h est mis en place sur les dépôts MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700. La Figure III-58 rassemble les valeurs de dureté et de largeur du pic {111}.

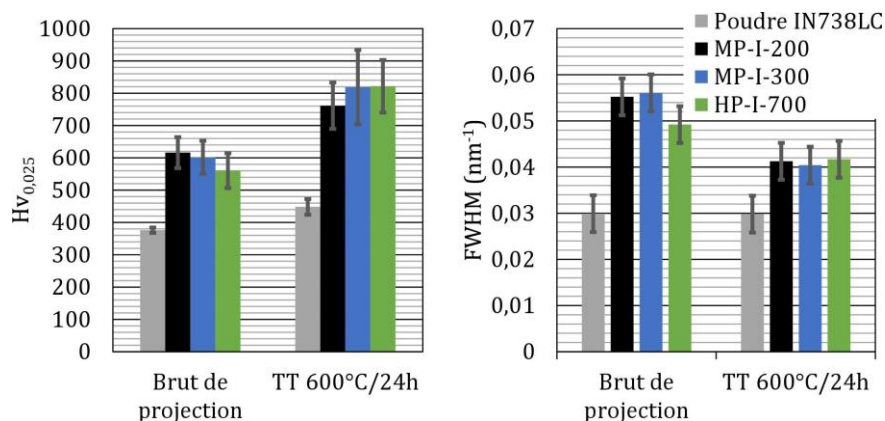


Figure III-58. Caractéristiques de la poudre et des dépôts d'IN738LC MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700, bruts de fabrication et traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H₂) : dureté (gauche), largeur du pic {111} (droite)

La dureté augmente pour la poudre et les dépôts avec le traitement thermique à 600°C. Ainsi, la dureté passe de respectivement 616 Hv, 602 Hv et 578 Hv pour les dépôts MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 bruts de fabrication à 761 Hv, 819 Hv et 821 Hv pour les mêmes dépôts traités thermiquement. En revanche, la largeur à mi-hauteur du pic {111} diminue avec l'application du traitement thermique, passant respectivement de 0,049-0,056-0,050 nm^{-1} à 0,040-0,042 nm^{-1} pour les mêmes dépôts traités thermiquement. Ainsi, la conjugaison de ces deux constatations, plus marquées encore que pour le traitement à 500°C/8h, renforce les hypothèses d'une restauration du matériau en parallèle de la formation de précipités γ' . Par ailleurs, les niveaux de dureté les plus élevés mesurés sur ces dépôts dépassent nettement ceux sur matériaux massifs traités. La Figure III-59 porte sur l'évolution des contraintes résiduelles en surface des dépôts.

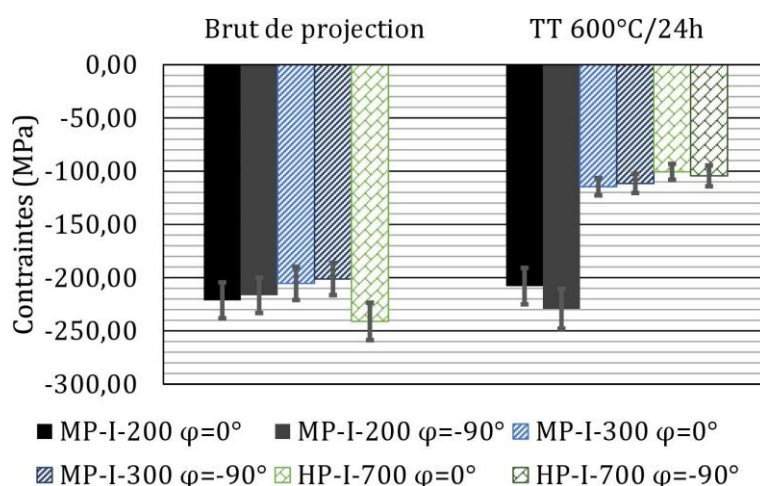


Figure III-59. Contraintes résiduelles des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 bruts de fabrication et traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H₂)

Les contraintes résiduelles macroscopiques des dépôts sur substrat acier diminuent de manière importante avec le traitement thermique pour les dépôts MP-I-300, passant de -203 MPa

à -113 MPa, et HP-I-700, passant de -241 MPa à -103 MPa. Le traitement à 600°C est visiblement plus efficient qu'à 500°C compte tenu du niveau final détensionné atteint. Elles restent étonnamment stables pour le dépôt MP-I-200, ce qui n'est pas cohérent avec le reste des observations et n'est pas expliqué pour le moment. Il est remarquable de noter que ce détensionnement macroscopique s'accompagne d'un durcissement et d'une restauration de la matière à l'échelle microscopique.

Le Tableau III-9 fournit les taux de porosité des dépôts en fonction de l'application du traitement thermique. Ces taux ont tendance à diminuer avec l'application du traitement thermique pour les dépôts MP-I-200 et MP-I-300, tandis qu'ils augmentent pour le dépôt HP-I-700. Si ces effets ont une réelle origine physique, cela pourrait correspondre à une amélioration des liaisons interparticulaires, mais il peut aussi s'agir de simples variations entre les dépôts.

Tableau III-9. Porosité des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 bruts de fabrication et traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H₂)

	MP-I-200	MP-I-300	HP-I-700
<i>Brut de projection</i>	4,2 %	4,4 %	0,7 %
<i>TT 600°C/24h</i>	3,1 %	3,7 %	1,1 %

Des images MEB sont fournies à la Figure III-60 des dépôts traités. Les observations à l'échelle du dépôt au MEB ne permettent pas de statuer sur la présence de changements de microstructure.

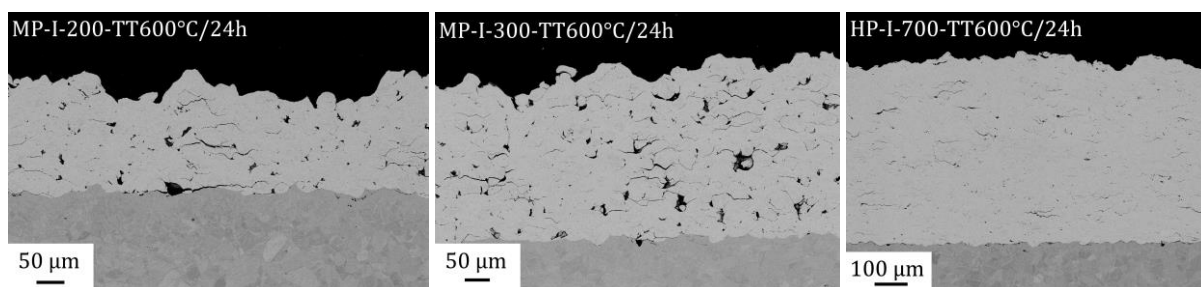


Figure III-60. Vues MEB (BSE) des dépôts CS MP-I-200, MP-I-300 et HP-I-700 traités thermiquement (600°C/24h/Ar+H₂)

III.3.3 Suivi de l'évolution structurale en température des dépôts CS d'IN738LC et de Ni

Pour étoffer cette étude des évolutions des dépôts CS en température, des acquisitions DRX in situ associées à un chauffage des dépôts ont été mises en œuvre sur les dépôts d'IN738LC HP-I-700 et de Ni MP-I-Ni-1500. L'échantillon est soumis à un cycle de chauffage entre la température ambiante et 650°C, avec des paliers de température de 11 minutes et 10 secondes tous les 25°C entre 200 et 650°C pour pouvoir effectuer un diffractogramme complet dans des conditions isothermes. La rampe de chauffage est programmée à 60°C/min, au refroidissement elle dépend de l'inertie du four, La durée cumulée de chauffage entre 200°C et 650°C est de 3h50. Un second cycle est appliqué sans sortir l'échantillon du four pour évaluer la part des évolutions réversibles ou cumulées. L'analyse porte sur le paramètre de maille et la largeur de maille calculés à partir du pic {111} qui est le plus intense et le mieux défini. La Figure III-61 indique les évolutions du paramètre de maille pour les deux matériaux de dépôt.

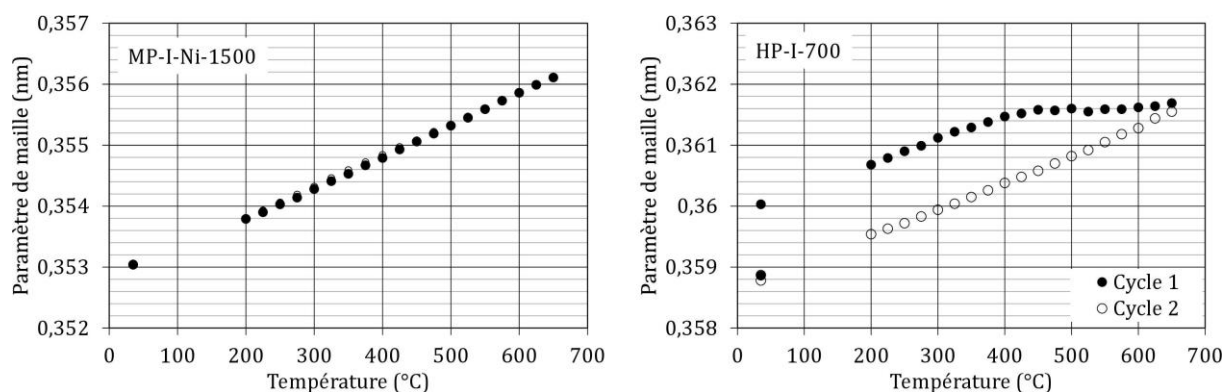


Figure III-61. Paramètre de maille du dépôt CS d'IN738LC HP-I-700 (gauche) et de Ni MP-I-Ni-1500 (droite)

Dans le cas du dépôt de Ni sur substrat acier, le paramètre de maille croît linéairement jusqu'à 650°C et un second chauffage conduit exactement à la même dilatation en cours de chauffage et paramètre de maille après refroidissement. Ceci caractérise une évolution réversible de la structure cristalline pour ce domaine de température. Pour l'échantillon d'IN738LC en revanche, l'augmentation linéaire du paramètre de maille lors du premier cycle est infléchié autour de 450°C pour conduire ensuite à un paramètre constant jusqu'à 650°C. Ainsi, la dilatation naturelle du matériau cristallin est compensée par un autre phénomène qui se traduit par une stabilité du paramètre de maille sur le domaine de température considéré. Il eut été intéressant de monter plus haut en température afin de savoir l'étendue de ce domaine de stabilité traduisant une évolution microstructurale ou une transformation de phase. Comme le second chauffage ne montre pas cette inflexion, cette évolution ou changement de phase est irréversible et on peut alors tabler sur une dilatation thermique avec un coefficient proche de celui du 1^{er} chauffage. La plage de température du phénomène correspond à celle du pic irréversible analysé par DSC (§ III.3.2.1). Compte tenu également des mesures de dureté très élevées de l'IN738LC, cela confirme l'hypothèse d'un phénomène de précipitation γ' amorcé à partir de 450°C et qui peut intervenir à des températures moindres compte tenu du chauffage par paliers. Il y a donc une évolution microstructurale importante après projection pour cette température de traitement. Des analyses sur poudres auraient également aidé à étoffer cette analyse. La Figure III-62 correspond aux largeurs de pic correspondantes pour les deux types de dépôt.

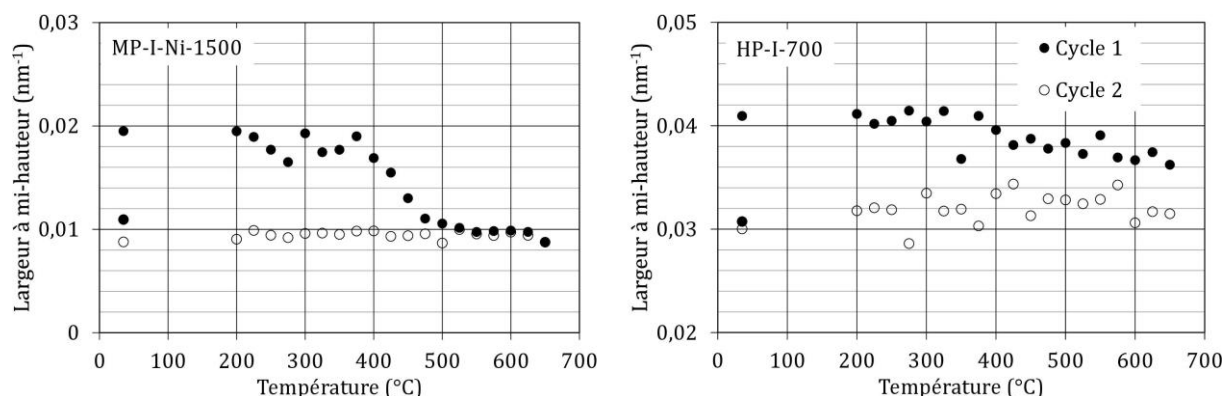


Figure III-62. Largeur du pic {111} du dépôt CS d'IN738LC HP-I-700 (gauche) et de Ni MP-I-Ni-1500 (droite)

Dans le cas du dépôt de Ni, le pic s'affine à partir de 400°C et devient stable à partir de 500°C. Cette évolution sans que le paramètre de maille ne montre de singularité en parallèle correspond à de

la restauration, éventuellement avec de la recristallisation et de la relaxation à l'échelle microscopique associée. L'affinement du pic ne se poursuit pas lors du deuxième cycle ce qui montre le caractère irréversible du processus engendré par un 1^{er} chauffage sur dépôt de Ni. Dans le cas de l'IN738LC l'affinement du pic est visible mais moins prononcé, la température d'activation du phénomène est la même que pour le Ni, c'est-à-dire 400°C. La largeur du pic est plus faible et constante pour le second cycle ce qui peut laisser supposer également une poursuite du phénomène d'affinement lors du 1^{er} refroidissement. Finalement, l'affinement mesuré est du même ordre en valeur absolue pour les deux matériaux mais très différent en valeur relative à l'avantage du nickel. Comme cela a été dit précédemment, la diffraction des rayons X ne permet pas de séparer la phase γ' de la matrice γ qui nécessite des analyses complémentaires par exemple au Microscope électronique en transmission (MET). Cela permettrait en plus d'observer l'évolution du taux de dislocation en plus de la précipitation. Si les matériaux sont trop fortement écrouis, notamment à l'état brut de projection, il peut être même utile de compléter les observations MET par des analyses à la sonde atomique tomographique. Enfin, des observations EBSD avec les nouvelles caméras du Centre des Matériaux devraient permettre à termes de pouvoir analyser des matériaux fortement écrouie pour compléter les analyses MET concernant les phénomènes de restauration et de recristallisation (Brassart *et al.*, 2021).

III.3.4 Synthèse

Les analyses thermiques par DSC sur la poudre d'IN738LC ont mis en évidence la présence d'un pic exothermique entre 450°C et 650°C. L'application de traitements thermiques à 500°C pour des durées entre 8 h et 72 h et 600°C pendant 24 h conduit à une augmentation progressive de la dureté des poudres d'IN738LC, tandis que l'écrouissage, évalué par la largeur du pic {111} reste constant, il n'y a donc pas de phénomène de restauration observé. A l'aune de ces résultats, on considère qu'à ces niveaux de température, la microstructure évolue et des précipités γ' sont probablement formés. Ainsi, améliorer la ductilité de l'IN738LC par des traitements thermiques de la poudre entre 500°C et 600°C est inapproprié. Il conviendrait alors d'évaluer l'impact de traitements thermiques à plus haute température, par exemple à 1120°C, pour une remise en solution mieux contrôlée de l'IN738LC sans passage par l'état liquide comme c'est le cas lors de l'atomisation. Des traitements à plus basses températures sur poudres brutes d'atomisation pourraient être explorés pour tenter de restaurer une microstructure plus à l'équilibre en limitant si possible la croissance des précipités mais cela semble difficile compte tenu des analyses effectuées. Une étude par DRX avec le four de chauffage sur cette poudre permettrait d'appréhender mieux ces effets avant de les reproduire si cela s'avère intéressant en conditions isothermes. L'amélioration de la projection peut aussi être envisagée par l'emploi d'un système de préchauffage de la poudre avec des temps courts au moment de l'injection dans le flux de gaz, comme ce qui est utilisé dans l'installation HP. Ceci permettrait théoriquement d'augmenter la température des particules à l'impact et diminuer ainsi la vitesse critique. On peut aussi penser à des systèmes de préchauffage du substrat puis du dépôt en construction pour augmenter la température des matériaux au contact lors du dépôt.

Le traitement thermique à 500°C/8 h sur un dépôt CS de Ni conduit à une diminution à la fois de la dureté et de la largeur de pic. Avec les enregistrements DRX in situ au four, on constate que les domaines de transition sont bien marqués et que la poudre est stabilisée après un premier traitement. Ce type de traitement de restauration sur poudre pourrait avoir un intérêt en projection CS de nickel pur, car il permet bien de mettre en œuvre des phénomènes de restauration au sein du matériau, ce qui doit favoriser une augmentation de leur ductilité. Il

pourrait être intéressant de procéder à des essais mécaniques (traction par exemple) sur les dépôts brut et traités afin d'évaluer mieux l'évolution de la cohésion du dépôt. Les contraintes résiduelles initialement présentes dans le matériau sont maintenues. Le traitement ne suffit pas à les relaxer, ou bien ces contraintes traduisent toujours les effets thermiques au refroidissement. En revanche, l'application de traitements thermiques équivalents (500°C/8 h) ou plus élevés et plus long (600°C/24 h) sur les dépôts d'IN738LC conduit à de fortes évolutions microstructurales. Le niveau de dureté augmente drastiquement avec la température et la durée des traitements thermiques, jusqu'à atteindre 820 Hv, ce qui correspond à un niveau de dureté très supérieur au niveau maximal indiqué par Thakur (cf. Figure I-7) pour une proportion γ' maximale de 45 %. C'est la concomitance entre une microstructure fortement écrouie avec des précipités γ' existants qui croissent et des nouveaux précipités γ' qui se forment et croissent également dans ce contexte de fort écrouissage qui doit permettre ces niveaux de dureté très élevés. En revanche, la largeur des pics diminue, ce qui traduit bien la présence de phénomènes de restauration, voire de recristallisation au sein des dépôts. La vérification de ces phénomènes métallurgiques nécessiterait des analyses plus poussées au MET pour expliquer cette évolution que l'on juge originale par rapport aux procédés conventionnels. Les contraintes résiduelles macroscopiques diminuent avec les traitements. Dans l'optique d'améliorer la ductilité des dépôts, un traitement thermique à 400°C pourrait être testé, afin d'évaluer la capacité éventuelle à séparer des effets de restauration des effets de précipitation γ' . Comme pour les dépôts de Ni, des essais mécaniques de traction et fractographies associées sur des éprouvettes de dépôts (gamme 700) pourraient compléter ces analyses par des données sur la cohésion interparticulaire. Enfin, l'investigation de traitements thermiques à plus haute température sur nos dépôts n'est pas pertinente dans le cas du 2017A en raison de sa température de fusion, mais elle reste délicate pour le substrat AISI304 compte tenu des effets de dilatation différentielle amplifiés qui exposerait plus à un risque de délaminage. Des traitements thermiques localisés par faisceau d'énergie pourraient être envisagés aussi mais requièrent une maîtrise importante. En dehors du cadre de cette thèse, une étude sur des dépôts IN738LC auto-portés (fabrication additive par CS) ou de la réparation homogène de l'IN738LC par CS permettrait d'investiguer plus facilement des post-traitements à plus haute température.

III.4 Conclusion

Ce chapitre a porté sur la première étape du chaînage CS-L-PBF, avec la réalisation de dépôts épais en IN738LC ou en nickel selon différentes gammes d'épaisseur et deux types de substrats. Ces dépôts sont adhérents et présentent des morphologies d'interface, des microstructures et des propriétés mécaniques variées surtout en fonction du dispositif de projection employé.

La poudre de Ni est nettement moins dure en comparaison de la poudre d'IN738LC (141 Hv contre 408 Hv), ce qui traduit bien la différence importante en termes de ductilité entre les deux matériaux sélectionnés pour cette étude. La projection MP du nickel conduit à l'obtention de dépôts épais (gammes 700 et 1500) avec un rendement par passe élevé (700 μm /passe), plutôt poreux et fortement rugueux. Les contraintes résiduelles sont en compression et d'un niveau faible mais sensiblement plus élevé pour le substrat 2017A. Un traitement thermique à 500°C/8 h conduit à une restauration qui provoque un adoucissement des dépôts, tandis que les contraintes résiduelles sont maintenues probablement par les dilatations différentielles au refroidissement.

La projection d'IN738LC a été mise en œuvre en conditions MP, MP-He et HP, avec des rendements par passe entre 10 μm /passe et 70 μm /passe. Le phénomène de bouchage de buse, présent principalement lors des projections MP et MP-He, limite la vitesse des particules et le rendement, mais n'a pas empêché l'obtention de dépôts épais (700 μm), même en condition MP. Les microstructures dépendent fortement des conditions de projection, avec des dépôts HP généralement plus denses et dont la porosité est plutôt sous forme de fissures (défauts de contact) orientées parallèlement à l'interface, tandis que les conditions MP donnent des dépôts avec des fissures et des pores arrondis. Pour les dépôts les plus fins en condition MP, l'état de surface moins rugueux est attribué au grenaillage exacerbé amplifié par un bouchage sporadique ou progressif. Les dépôts sont fortement écrouis et leurs niveaux de dureté sont élevés, entre 550 Hv et 650 Hv. Des contraintes résiduelles en compression sont générées dans les dépôts par le grenaillage et la déformation plastique à l'impact, mais aussi par les effets thermiques au refroidissement. On constate que le cas du substrat 2017A conduit toujours aux contraintes résiduelles les plus élevées. De plus, les profils de contraintes réalisés donnent des valeurs plutôt homogènes dans le cas du substrat acier, alors qu'un gradient important est visible dans le cas du substrat base aluminium ce qui corrobore l'importance des effets d'origine thermique sur la genèse des contraintes macroscopiques. Des différences existent entre les conditions MP et HP mais elles sont finalement peu prononcées sur les caractéristiques étudiées. Les traitements thermiques à 500°C/8 h et 600°C/24 h conduisent à un durcissement et une restauration avec une relaxation partielle des contraintes résiduelles. Les analyses thermiques de la poudre d'IN738LC conduisent à mettre en avant la formation de précipités γ' au cours de ces traitements thermiques pour expliquer l'augmentation de la dureté qui peut atteindre des valeurs très élevées.

Dans le chapitre suivant, l'ensemble des échantillons qu'il a été possible de produire, répartis en gammes doivent permettre d'évaluer l'influence des propriétés des dépôts sur le comportement en fusion laser dans un premier temps sans ajout de matière. La meilleure reproductibilité en conditions HP qui donne une capacité à sélectionner une épaisseur désirée avec une microstructure homogène et la meilleure stabilité thermique des substrats acier a conduit à privilégier ces choix pour la production de dépôts sur des plateaux de fabrication L-PBF avec une épaisseur de substrat centimétrique.

Chapitre IV. Etude de la fusion laser en conditions L-PBF de dépôts CS base Ni

Introduction

L'étude du chaînage des procédés CS et L-PBF est abordée par une première étape de projection et de caractérisation des dépôts CS Ni et IN738LC variés et répartis par gammes en fonction de l'épaisseur à l'issu du Chapitre III. Pour poursuivre cette étude, on met en œuvre une étape intermédiaire avant de procéder à la fabrication de pièces L-PBF en procédant à la fusion laser superficielle des dépôts sans lit de poudre pour l'obtention de cordons (1D) et de draps (2D) pour différentes conditions laser du domaine du L-PBF (cf. Figure IV-1).

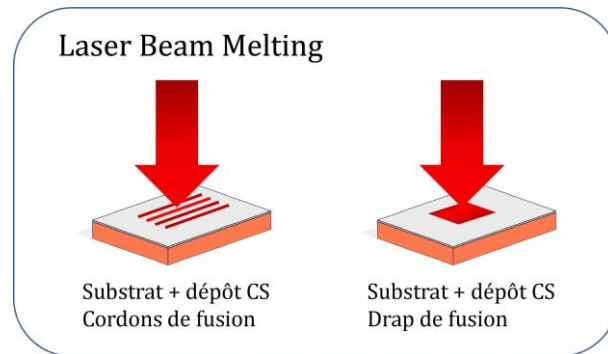


Figure IV-1. Chaînage des procédés CS et L-PBF

Les cordons sans lit de poudre permettent d'explorer dans un premier temps l'influence croisée des paramètres de fusion laser (puissance et vitesse) et des propriétés initiales des dépôts (épaisseur, microstructure, rugosité, propriétés mécaniques) sur la stabilité et la morphologie des cordons produits. A partir de ces cordons, on affinera dans un second temps les choix de paramètres laser avec l'étude de la fusion de draps (2D) laser toujours sans apport de matière afin d'apprécier la réponse des dépôts. Pour ces cas et en fonction des gammes étudiées, on recherchera une fusion : superficielle du dépôt ; à mi-hauteur du dépôt ; ou bien qui s'approche de la fusion complète du dépôt (si possible sans atteindre l'interface). Ces cas types de draps permettent d'évaluer les conséquences du rapport entre la zone fondue et l'épaisseur du revêtement sur les modifications observées dans le dépôt ou à l'interface avec le substrat.

Cette approche expérimentale est complétée dans une troisième partie de ce chapitre par le développement d'une modélisation thermo-mécanique d'un revêtement IN738LC soumis au déplacement d'un bain de fusion pour l'obtention d'un drap. Cette modélisation 3D s'appuie sur les données matériaux collectées dans la littérature et les morphologies réelles des cordons mesurées expérimentalement. Avec le suivi temporel des évolutions thermiques et mécaniques du dépôt lasé numériquement, on essaiera d'apprécier les zones les plus sollicitées dans ces assemblages substrat/dépôt en fonction de la nature du substrat. On traitera de manière comparative un cas théorique homogène (IN738LC/IN738LC) avec un cas réel (IN738LC/AISI304) pour différentes épaisseurs de dépôt et pour des paramètres laser représentatifs des expériences menées sans lit de poudre.

IV.1 Influence des paramètres laser sur cordons

L'étude de la fusion laser de cordons (1D) est réalisée sur la surface brute des dépôts. Elle s'appuie sur une première étude paramétrique avec l'installation L-PBF sans lit de poudre (§ I.2.3). Pour ce faire, la puissance du laser P_0 (W), sa vitesse de balayage V_0 (mm/s), ainsi que son diamètre D_0 (μm) sont variés. A ce stade, afin d'évaluer l'impact de la nature du dépôt (Ni ou IN738LC), de la gamme du dépôt comprenant différentes microstructures et différents états de surface selon l'épaisseur, on réalise les cordons L-PBF sans apport de matière sur les dépôts suivants :

- De la gamme 100 : MP-I-100 et MP-A-100,
- De la gamme 200 : MP-I-He-200,
- De la gamme 300 : MP-I-He-300 et MP-A-He-300,
- De la gamme 700 : MP-I-Ni-700 et MP-A-Ni-700.

Les dépôts HP d'IN738LC n'étaient pas disponibles lors de ces expériences mais ont été intégrés dans le second volet d'étude des draps de fusion (2D) sans ajout de poudre. Grange et al. définissent des plages de paramètres laser propres à l'IN738LC qui favorisent une structure de solidification très peu profonde avec des cordons instables pour une énergie linéique ($E_l = P_0/V_0$) en dessous de 0,22 J/mm, et des cordons en « keyhole » au-delà de 0,55 J/mm. Le domaine recherché est alors entre 0,22 et 0,55 J/mm avec des cordons en conduction. La puissance du laser est alors comprise entre 120 et 360 W et la vitesse entre 200 et 1200 mm/s (Grange *et al.*, 2021). Des conditions laser situées en partie dans cette plage sont choisies pour la réalisation des cordons de longueur 20 mm et espacés de 1 mm. Quatre énergies linéiques sont appliquées entre 0,1 et 0,4 J/mm avec des vitesses de balayage laser entre 200 et 800 mm/s et une puissance évoluant entre 40 et 320 W. Le diamètre du faisceau est fixé à 100 μm . Pour notre étude, dans le cas de la fusion superficielle en condition L-PBF sans apport de matière, il s'agit de la fusion d'un empilement compact de particules dont la morphologie et la microstructure à l'échelle de la couche et au niveau de sa surface peut intervenir sur la phénoménologie de fusion.

IV.1.1 Cordon de fusion sur dépôts Ni

IV.1.1.1 Morphologie des zones fondues – vue de dessus

Pour décrire l'évolution de ces microstructures, les premières observations portent sur des clichés MEB (SE) en vue de dessus des cordons correspondants aux dépôts MP-I-Ni-700 et MP-A-Ni-700. Les cas des dépôts CS lasés sur substrats acier sont rassemblés dans la Figure IV-2. Les mêmes observations menées sur ces dépôts de nickel sur le substrat base aluminium donnent le même type d'évolution de morphologie de cordon. Sur ces clichés, on peut observer à faible énergie linéique (0,1 et 0,2 J/mm) la présence d'irrégularités dans la forme des cordons. Elles dépendent de la répartition et des tailles des particules en surface et de l'épaisseur locale des dépôts, qui sont traduites par le niveau d'ondulation et de rugosité de ces dépôts de Ni.

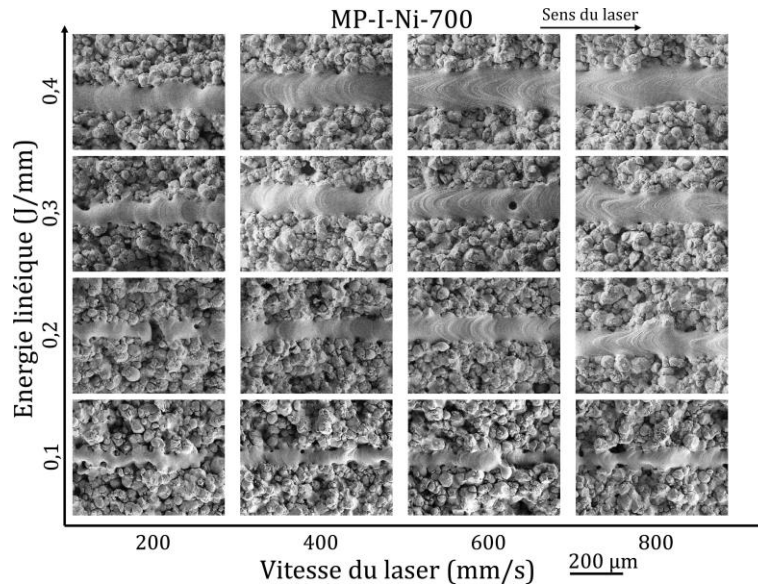


Figure IV-2. Vues MEB (SE) en vue de dessus des cordons L-PBF sur dépôt MP-I-Ni-700

Etudiées dans le Chapitre III, les rugosités des dépôts MP-I-Ni-700 et MP-A-Ni-700 sont autour de $17 \mu\text{m}$ pour le R_a et $120 \mu\text{m}$ pour le R_z , tandis que les ondulations sont encore plus marquées, autour respectivement de $60 \mu\text{m}$, $40 \mu\text{m}$ et $300 \mu\text{m}$ pour W_a , W_z et W_t (cf. Tableau III-3). Ainsi, le niveau de rugosité correspond à une hauteur de quelques particules, et les ondulations peuvent même induire des variations de hauteur d'une dizaine de particules. Pour des niveaux d'énergie linéique plus élevées (0,3 et 0,4 J/mm), et les plus hautes valeurs de vitesse du laser, les cordons semblent plus stables et moins sensibles aux effets de morphologie de surface, avec peu de variations visibles en vue de dessus. Des vues de détails sont rassemblées dans la Figure IV-3 autour des différents défauts observés en vue de dessus des cordons.

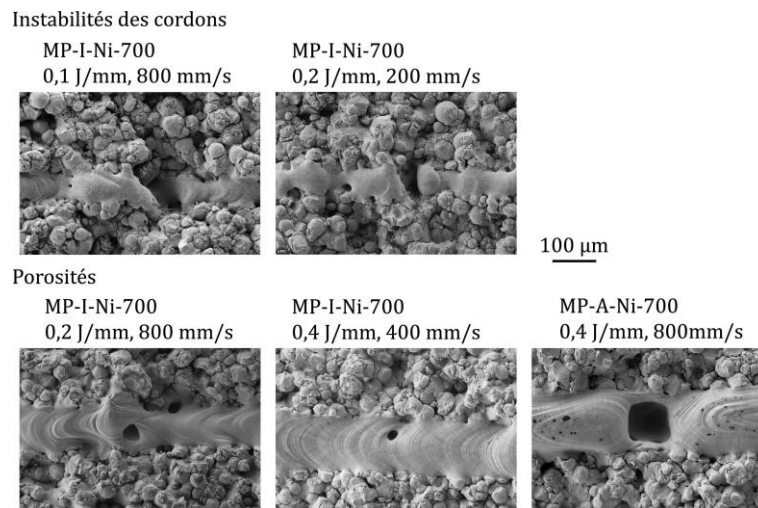


Figure IV-3. Défauts types observés en vue de dessus dans le cas de cordons sur dépôts MP-Ni-700

On retrouve les instabilités des cordons pour les faibles niveaux d'énergie. Ce type de défaut est présent régulièrement le long du cordon et provient dans ce cas principalement du haut niveau de rugosité des dépôts. Pour des énergies linéiques élevées, on peut retrouver des porosités dont l'origine peut être l'échappement de gaz occlus, le trop grand niveau de rugosité et l'éjection de particules. Aucune fissure n'est observée dans les cordons de Ni.

IV.1.1.2 Morphologie des zones fondues – vue en coupe

L'observation en vue de dessus des cordons de fusion a mis au jour la problématique de stabilité pour un niveau d'énergie faible (0,1 ou 0,2 J/mm), d'autant plus si elle est associée à une vitesse de laser entre 200 et 400 mm/s. Il s'agit à présent d'évaluer mieux la morphologie de ces irrégularités avec l'observation en coupe transverse. Une partie des cas sur dépôt MP-I-Ni-700 et MP-A-Ni-700 sont représentés respectivement dans la Figure IV-4 et la Figure IV-5. Les cordons sont révélés par une attaque électrolytique à l'acide nitrique (HNO_3) (§II.3.1.2).

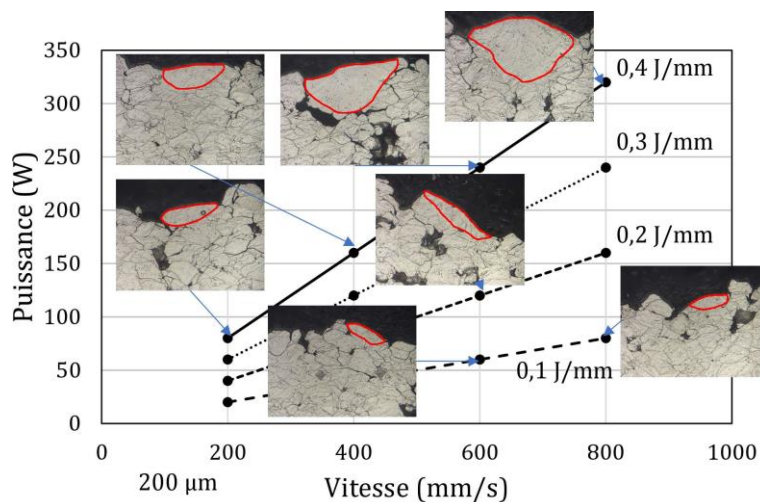


Figure IV-4. Evolution des morphologies de cordons MP-I-Ni-700

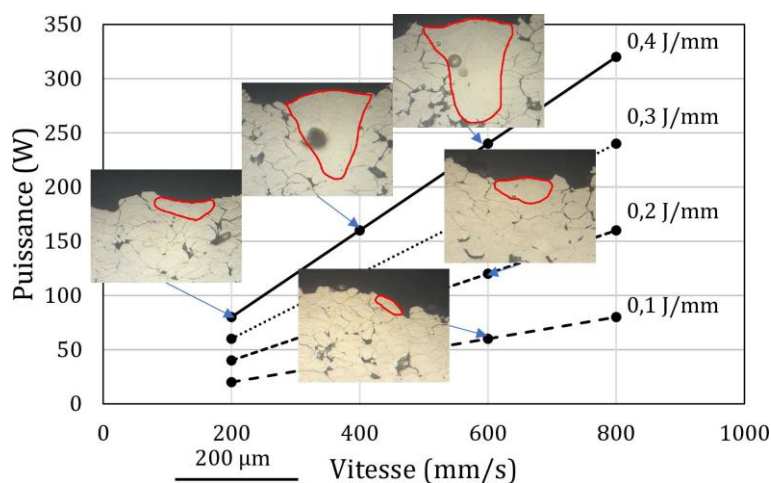


Figure IV-5. Evolution des morphologies de cordons MP-A-Ni-700

Les contours exacts des cordons de fusion L-PBF sont difficiles à discerner de manière précise pour les dépôts de Ni car l'attaque électrolytique reste assez peu discriminante sur le nickel pur. Il est cependant possible de distinguer la forme des cordons qui pénètrent dans le dépôt qui sont entourés en rouge pour plus de lisibilité. Ces observations en coupe optique des cordons révèlent une forte variabilité des morphologies de cordons. Les cordons sont très peu profonds et larges à faible vitesse de laser et faible énergie linéique, avec une zone fondue qui correspondrait à un volume d'une ou deux particules, tandis que pour de plus hauts niveaux d'énergie les cordons présentent une forme en trou de serrure (*keyhole*) qui peut représenter un volume de plus d'une dizaine de particules. Les zones fondues des cordons du dépôt sur substrat 2017A semblent plus profondes et conduisent à la formation de pores occlus dans le cordon.

Les données morphologiques quantitatives sont détaillées dans la Figure IV-6 pour les deux dépôts, avec les mesures systématiques de la profondeur du bain fondu H_{ZR} , de la largeur e_{app} et du rapport d'élancement de la zone refondue : $r_e^{ZR} = \frac{H_{ZR}}{e_{app}}$ (Moniz da Silva Sancho, 2020). Ici $H_{ZR} = H_{bain}$ car il n'y a pas d'ajout de poudre et donc de hauteur au dessus de la zone fondue. Les croix correspondent ici à la moyenne des valeurs mesurées sur trois coupes qui permettent de proposer une représentation en contours d'iso-valeurs selon la vitesse et la puissance du laser et bornées dans le domaine 0,1-0,4 J/mm pour chaque grandeur évaluée et pour les deux substrats.

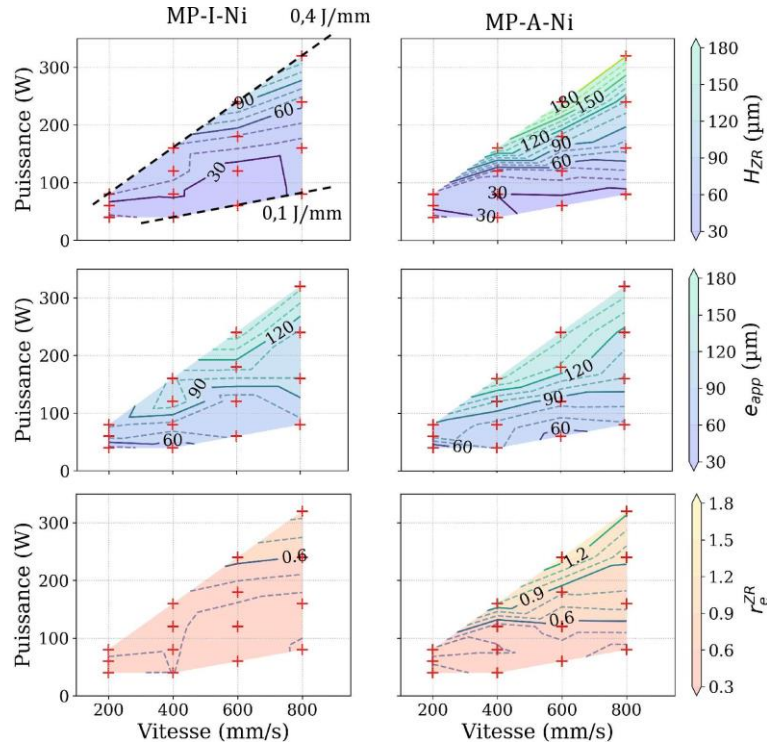


Figure IV-6. Cartographie d'iso-valeurs e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-Ni-700

Les largeurs des cordons e_{app} évoluent entre 50 et 140 μm , tandis que les profondeurs H_{ZR} croissent conjointement de 20 à 180 μm . Cela traduit logiquement bien que la largeur et la profondeur des cordons augmentent avec la puissance du laser et diminuent avec la vitesse. Si l'on ramène cela aux énergies linéiques, on vérifie que ces évolutions de largeur et de profondeur de cordons sont d'autant plus marquées que l'énergie linéique appliquée est élevée. On constate des différences de morphologies importantes entre les deux types de substrat, avec un substrat 2017A, meilleur conducteur thermique, qui, malgré des épaisseurs de dépôt importantes, semble avoir un effet important avec la formation de cordons plus larges et beaucoup plus profonds, jusqu'à 180 μm de profondeur contre 110 μm pour les cordons sur MP-I-Ni-700. Leur forme passe d'un cordon peu profond pour les faibles niveaux d'énergies à un cordon profond qui tend vers une forme en keyhole pour les plus hauts niveaux d'énergie dans le cas du dépôt MP-A-Ni-700, avec un rapport d'élancement qui s'élève jusqu'à 1,2. A contrario, les cordons produits sur le dépôt MP-I-Ni-700 conservent un rapport d'élancement inférieur à 1 avec des cordons plus larges que profonds. Ces différences morphologiques peuvent aussi être le fruit de la rugosité importante de ces dépôts ou de leurs porosités. Cependant, les niveaux de rugosité sont proches, et les taux de porosités ne vont pas dans le sens d'un bain plus profond pour MP-A-Ni-700, avec respectivement 2,6 % et 3,5 % pour les dépôts MP-A-Ni-700 et MP-I-Ni-700.

Si on examine la dispersion des valeurs (rapport entre l'écart type des valeurs mesurées et leur moyenne pour trois coupes, $Disp_{H_{ZR}} = \frac{\sigma_{H_{ZR}}}{\bar{x}_{H_{ZR}}}$), cela peut traduire l'instabilité des cordons selon les domaines de paramètres. Une cartographie de la dispersion des valeurs de e_{app} et H_{ZR} est indiquée à la Figure IV-7.

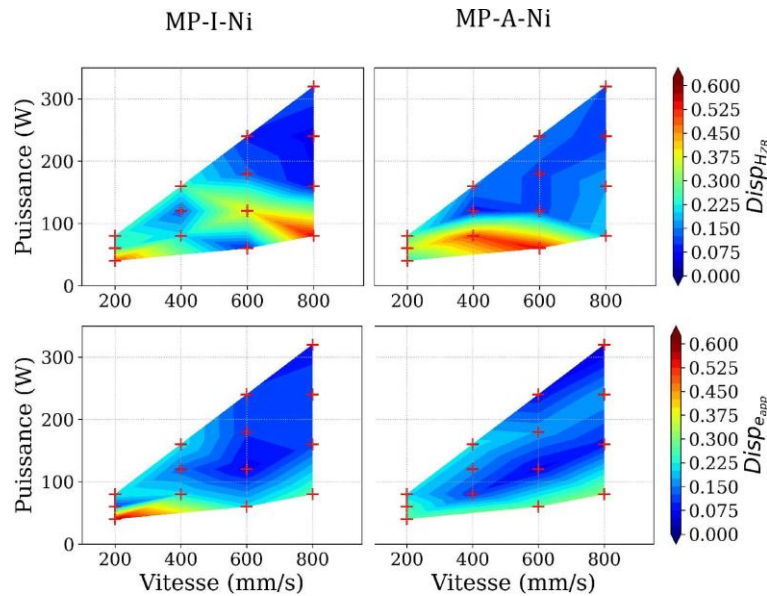


Figure IV-7. Cartographie d'iso-valeurs de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) des dépôts MP-Ni-700

Pour des niveaux d'énergie linéiques entre 0,1 et 0,2 J/mm, la dispersion des mesures de e_{app} et de H_{ZR} est plus importante ce qui traduit des cordons instables qui présentent des variations de sections importantes. Ce résultat est cohérent avec les observations en vue de dessus. Les domaines stables d'énergie semblent plutôt pour des énergies linéiques de 0,3 J/mm et 0,4 J/mm, ainsi que des vitesses au-delà de 400 mm/s. Dans ces cas la pénétration des cordons dans les dépôts est supérieure à 90 μm et inférieure à 200 μm , ce qui reste faible par rapport aux épaisseurs de dépôts de l'ordre de 700 μm . Les niveaux de rugosité, avec un R_a autour de 17 μm sont en partie responsables des instabilités des cordons aux énergies inférieures à 0,2 J/mm.

IV.1.2 Cordon de fusion sur dépôts IN738LC

L'influence des caractéristiques de dépôts IN738LC selon les gammes d'épaisseur sur la morphologie des cordons laser est évaluée dans cette partie à partir de cinq dépôts différents représentatifs des gammes 100, 200 et 300 obtenus en conditions de projection MP et MP-He. Ces premières expériences sur le superalliage ont été aussi mises en œuvre afin d'évaluer les limites en termes de choix d'épaisseurs et de conditions de projection dans le cas de dépôts relativement fins en raison des difficultés à monter en épaisseur. Comme pour le cas du nickel, quatre énergies linéiques entre 0,1 et 0,4 J/mm pour quatre vitesses de laser entre 200 et 800 mm/s et quatre puissances entre 40 et 320 W sont appliquées avec un faisceau de 100 μm .

IV.1.2.1 Morphologie des zones fondues – vue de dessus

IV.1.2.1.1 Gamme 100

Les dépôts d'IN738LC de la gamme 100 obtenus avec 10 passes en condition MP sont fortement écrouis avec la présence notable de fissures et de pores dans les dépôts. Ils sont par ailleurs de

rugosité faible avec un R_a autour de $7\text{ }\mu\text{m}$ et un R_z autour de $70\text{ }\mu\text{m}$. Le niveau d'ondulation est aussi plus faible que pour les échantillons de Ni précédents, avec pour W_a et W_z respectivement $20,6\text{ }\mu\text{m}$ et $10,6\text{ }\mu\text{m}$ pour MP-I-100 et $37\text{ }\mu\text{m}$ et $10,5\text{ }\mu\text{m}$ pour MP-A-100. Les vues de dessus des cordons laser sur MP-I-100 et MP-A-100 sont montrées dans la Figure IV-8.

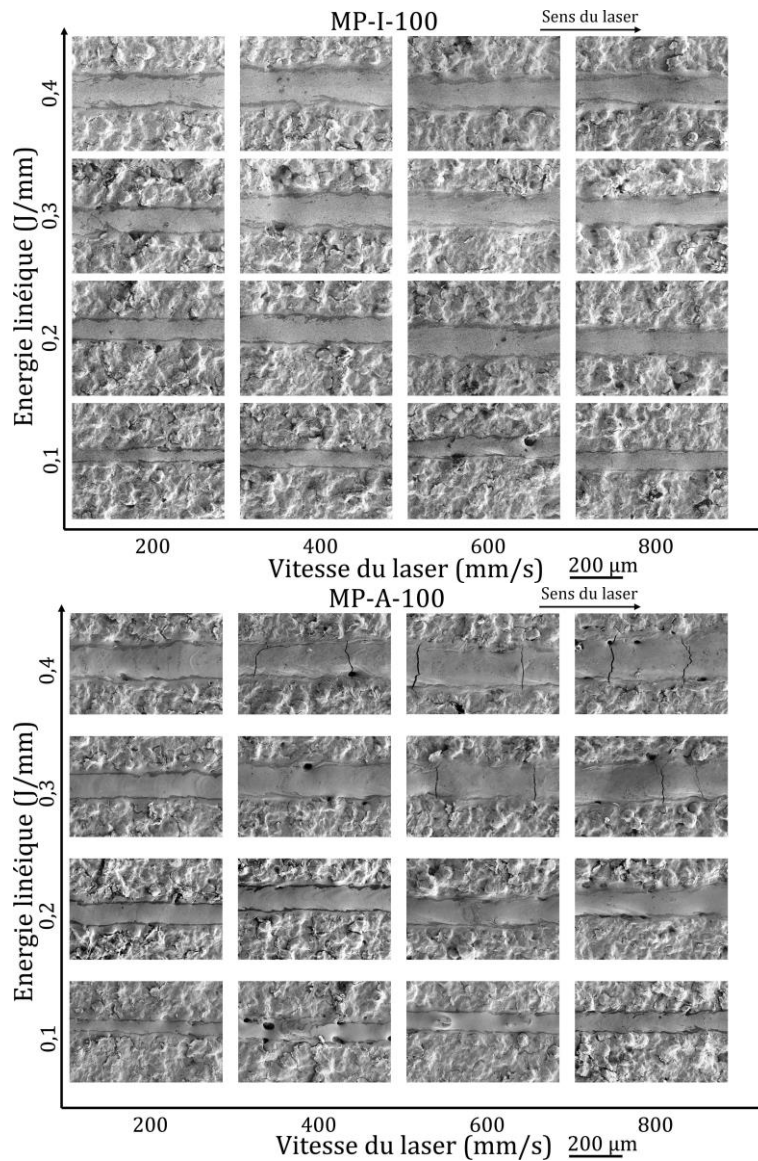


Figure IV-8. Vues MEB (SE) en vue de dessus des cordons sur dépôts MP-I-100 et MP-A-100

A nouveau, pour les deux types de substrat, les cordons augmentent en largeur et en régularité avec l'augmentation de l'énergie linéique, mais contrairement aux dépôts MP-Ni-700, assez peu d'interruption des cordons sont observées. Cela provient de la rugosité et de l'ondulation beaucoup plus limitées pour cette gamme. Dans le cas du superalliage, on observe une ségrégation chimique de l'aluminium (EDS) qui conduit à la formation de liserés en bordure des cordons. Cela témoigne de zones plus riches en aluminium pour les deux substrats. Des vues de détail des instabilités de cordon et de la porosité sont présentées dans la Figure IV-9.

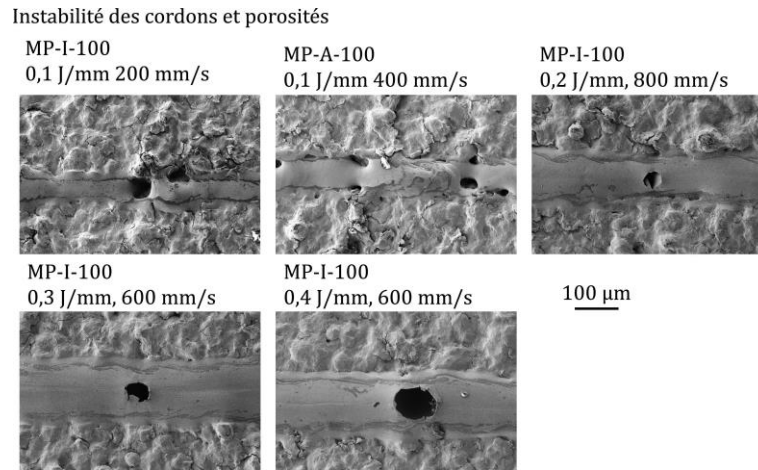


Figure IV-9. Instabilités des cordons et porosités sur dépôts MP-100

On observe quelque que soit les niveaux d'énergie des pores globulaires débouchants en surface qui proviennent de l'éjection de gaz occlus au cours du refroidissement du cordon. Il est important de remarquer que surtout dans le cas du dépôt sur substrat base aluminium, on observe des fissures dont la typologie et les faciès sont représentés dans la Figure IV-10.

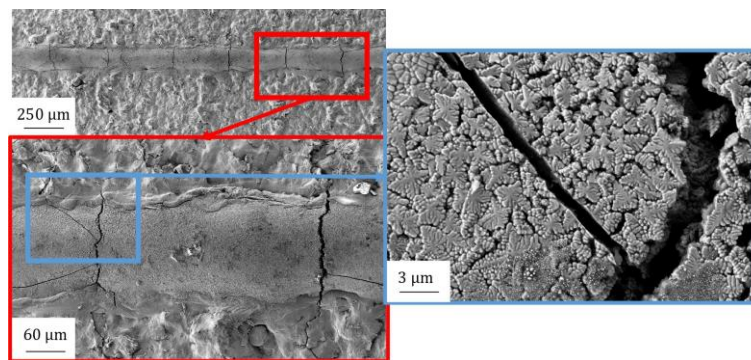


Figure IV-10. Fissuration en vue de dessus, dépôt MP-A-100, 800 mm/s - 320W - 0,4 J/mm

Des fissures apparaissent plutôt pour les niveaux d'énergie linéique les plus élevés à savoir 0,3 et 0,4 J/mm. Elles correspondent aussi aux vitesses laser les plus grandes, dès 600 mm/s à 0,3 J/mm (cf. Figure IV-8). Ces fissures sont toujours perpendiculaires à la direction de lasage et peuvent être très nombreuses pour ce dépôt MP-A-100. En effet, d'une fissuration sporadique pour les énergies les plus faibles (0,3 J/mm - 200 ou 600 mm/s), on remarque une fréquence de fissures assez périodique établie à environ une fissure tous les 300 μ m environ pour 0,4 J/mm et 800 mm/s. Le dépôt MP-I-100 contient aussi quelques fissures perpendiculaires, mais ce n'est pas un phénomène aussi systématique et prégnant. La conductivité thermique beaucoup plus élevée du substrat 2017A ($134 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$) par rapport au substrat AISI304 ($15 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$) (Cf. Tableau II-2) favorise des gradients de température plus faibles et donc une meilleure propagation de la chaleur. Dès lors, il semble que le cas du substrat base aluminium soit plus sensible aux contraintes de traction au refroidissement. Ces contraintes concernent le refroidissement du bain liquide dans le dépôt et aussi les écarts de coefficients dilatométriques entre matériaux également plus prononcés dans le cas du substrat base aluminium. La présence de contraintes de compression dans le dépôt ne permet pas de mitiger ce phénomène qui est localisé dans le cordon. Par ailleurs, il faut prendre aussi en considération l'épaisseur réelle des dépôts, car le dépôt MP-I-100 a une épaisseur précise de 106 μ m contre 65 μ m pour le MP-A-100. Cet écart d'épaisseur

peut influencer sur le comportement différent lors du lasage. La compréhension de la fissuration nécessite les observations en coupe des cordons présentées dans la section IV.1.2.2.

IV.1.2.1.2 Gamme 200 et 300

Les dépôts CS d'IN738LC MP-I-He-200, MP-I-He-300 et MP-A-He-300 permettent d'illustrer une gamme de dépôt d'épaisseurs relativement faibles mais significativement supérieures à la gamme précédente. Ces dépôts se démarquent aussi des dépôts précédents du fait de leurs rugosités et ondulations plus élevées (avec R_a et R_z chacun autour de $13,5 \mu\text{m}$ et $88 \mu\text{m}$ et W_a et W_z chacun de l'ordre de $23\text{-}38 \mu\text{m}$ et $23,7\text{-}31 \mu\text{m}$). De plus, la porosité est aussi plus élevée (4-5 % contre 2-3 %). Les contraintes résiduelles mesurées en surface sont aussi en compression mais avec un niveau plus faible, de l'ordre de -200 MPa à -250 MPa selon le type de substrat. Les vues représentatives des cordons de cette gamme MP-I-He-300 et MP-A-He-300 sont fournies dans la Figure IV-11.

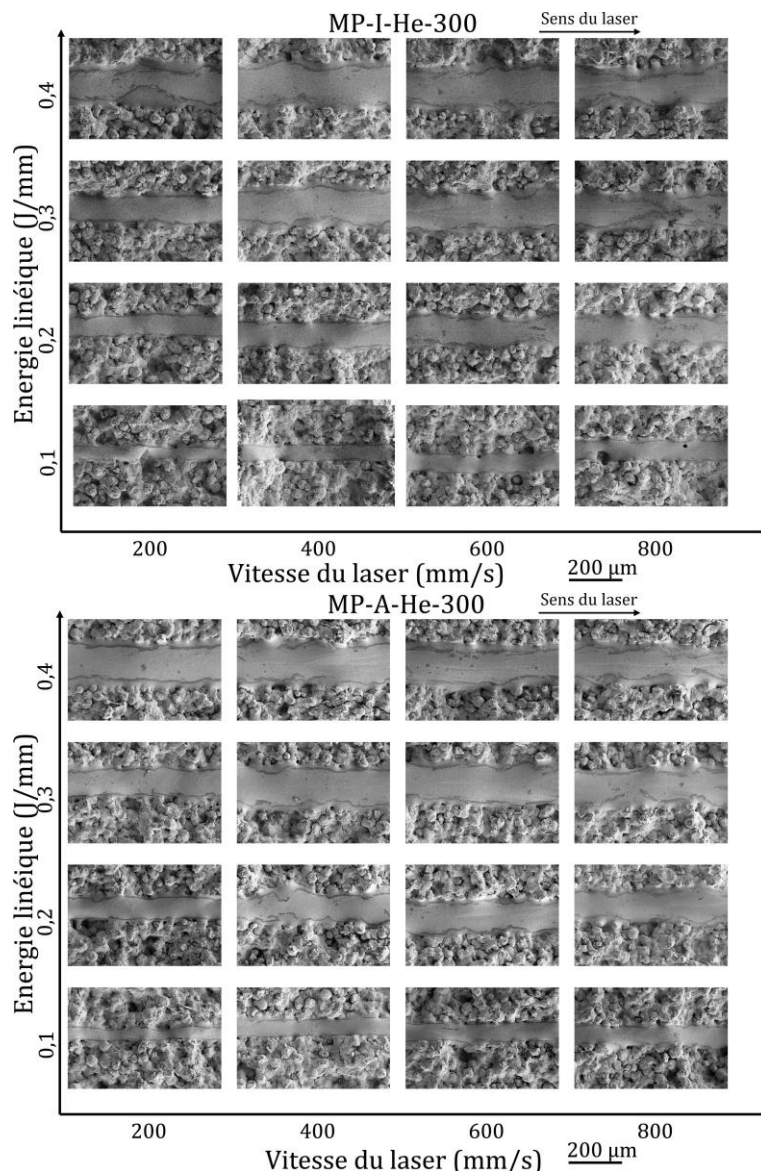


Figure IV-11. Vues de dessus MEB (SE) des cordons sur dépôts MP-I-He-300 et MP-A-He-300

Tout comme pour les dépôts précédents, la largeur des cordons augmente avec l'énergie linéique. Les dépôts à faible énergie (0,1 J/mm) sont les plus fins et les plus instables en largeur mais sans discontinuités malgré la rugosité plus prononcée que les dépôts les dépôt fins. Cette rugosité reste

cependant éloignée de celle des dépôts de nickel pour lesquels des interruptions de cordons avaient été observées à ces niveaux d'énergie. Pour cette gamme d'épaisseur, quelques rares pores sont observés mais surtout aucune fissure traversant les cordons n'est visible en vue de dessus pour les deux substrats. Ceci distingue ce cas du cas précédent pour lequel une fissuration a été mise en évidence en présence du substrat base aluminium.

IV.1.2.2 Morphologie des zones fondues – vue en coupe

IV.1.2.2.1 Gamme 100

Il s'agit à présent d'analyser les morphologies des cordons observés en coupe pour évaluer les caractéristiques spécifiques dimensionnelles des cordons et en premier lieu la profondeur de cordon en fonction de la puissance et de la vitesse du laser. Des vues des cordons pour les cas des dépôts MP-I-100 et MP-A-100 sont représentées à la Figure IV-12 et à la Figure IV-13.

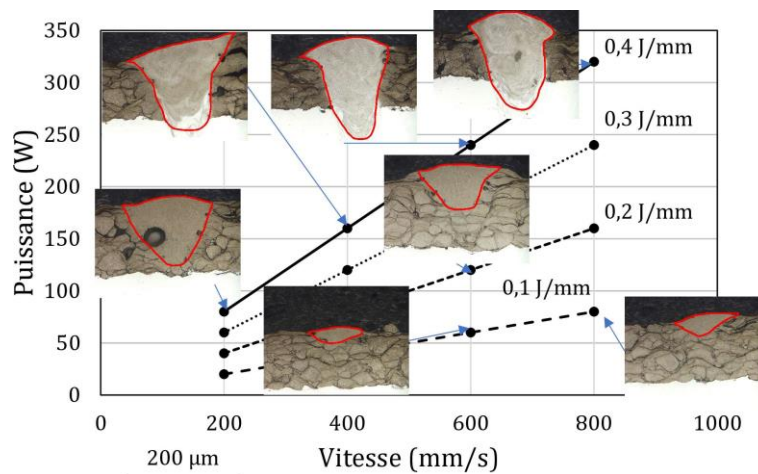


Figure IV-12. Evolution des morphologies de cordons MP-I-100

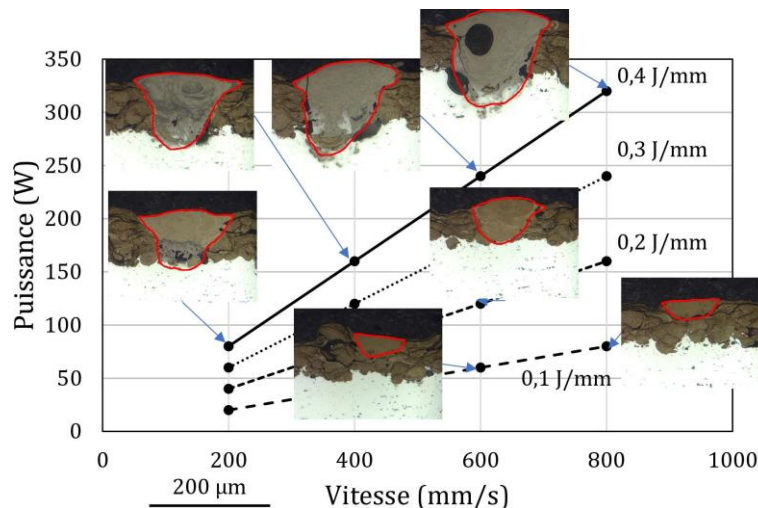


Figure IV-13. Evolution des morphologies MP-A-100

La morphologie des cordons évolue notablement en fonction des conditions de fusion laser. Ainsi, tout comme pour le Ni très épais, la profondeur des cordons augmente avec l'énergie linéique. Les formes des cordons évoluent avec un gain en profondeur des cordons pour les niveaux d'énergie linéique et de vitesse du laser élevés. La surface en coupe de la zone fondue correspond à une ou deux particules de poudres pour les énergies les plus basses, et autour d'une dizaine de particules pour les plus hautes. On observe des pores de gaz occlus à hautes énergies ainsi qu'une fissure

verticale à 0,4 J/mm et 600 mm/s du dépôt MP-A-100. Compte tenu de l'épaisseur de dépôt, la zone fondue peut affleurer mais aussi pénétrer le substrat sous-jacent pour certains cordons qui font donc apparaître une zone de dilution. Des analyses à la microsonde de Castaing ont été menées pour approfondir cette observation des cordons avec zone de dilution pour les deux cas de substrat. Les cartographies relatives au substrat acier correspondent à la Figure IV-14 et celles relatives au substrat base aluminium à la Figure IV-15.

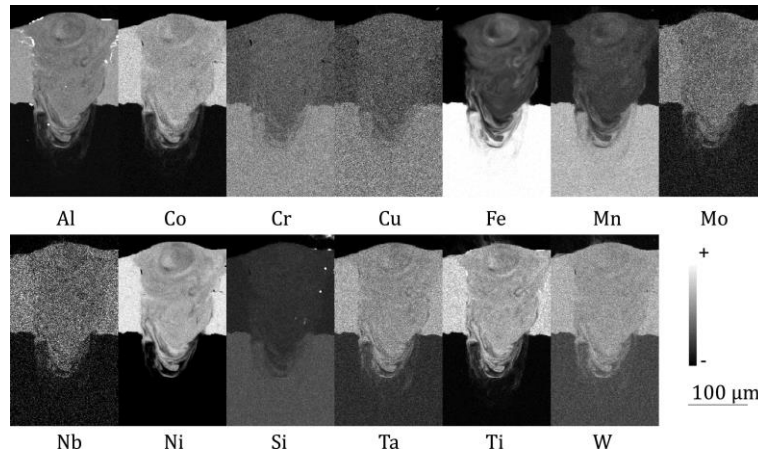


Figure IV-14. Cartographies WDS d'une zone de dilution d'un dépôt IN738LC – substrat acier, cordon 800 mm/s – 320W

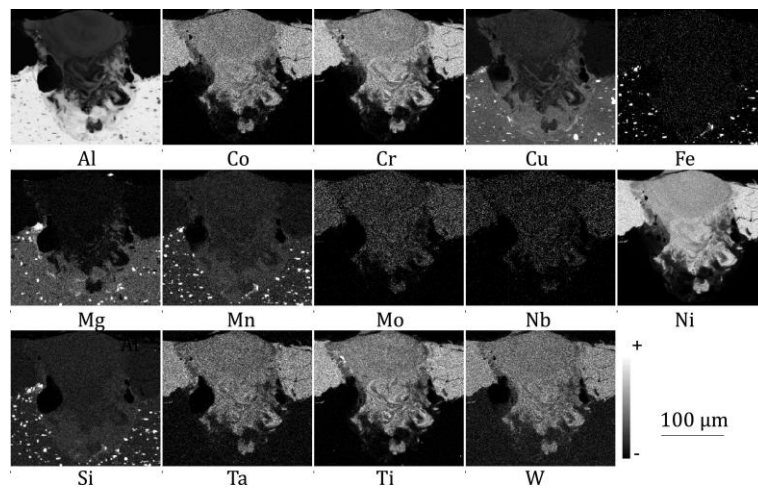


Figure IV-15. Cartographie d'une zone de dilution d'un dépôt IN738LC – substrat base aluminium, cordon 800 mm/s – 320W

Dans le cas du dépôt MP-I-100, l'échange des éléments chimiques conduit à un enrichissement de la zone fondue en Fe, Mn, Cr et Cu, tandis qu'elle s'appauvrit en Al, Co, Mo, Nb, Ni, Ta, Ti et W. Dans le cas du dépôt MP-A-100, le substrat 2017A présente des petits précipités riches en cuivre, fer, magnésium, manganèse et silicium et la zone fondue est enrichie en Al, Cu, Mg, Mn et potentiellement en Si, elle s'appauvrit en Co, Cr, Mo, Nb, Ni, Ta, Ti, W. Le bain de fusion a bien pénétré le substrat avec la formation d'un mélange entre les deux alliages avec la présence de volutes témoins des phénomènes thermo-physiques de convection (effets marangoni). L'avantage de cette fusion pourrait être une modification de l'interface substrat/dépôt en créant une zone dense d'interdiffusion et en réparant des fissures ou des défauts à ce niveau. Cependant, dans l'éventualité d'un plateau L-PBF, cela conduirait à une modification de la composition du dépôt supposé recevoir la fabrication homogène. La modification de la composition chimique de la zone

fondue peut participer à la fissuration observée au niveau des cordons MP-A-100. Ainsi, l'addition de Si dans la zone fondue peut favoriser une fissuration à la solidification (Engeli *et al.*, 2016).

A partir des mesures sur les cordons, les domaines de e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} sont représentés sur des cartographies balayant dans le domaine des énergies laser appliquées (Figure IV-16).

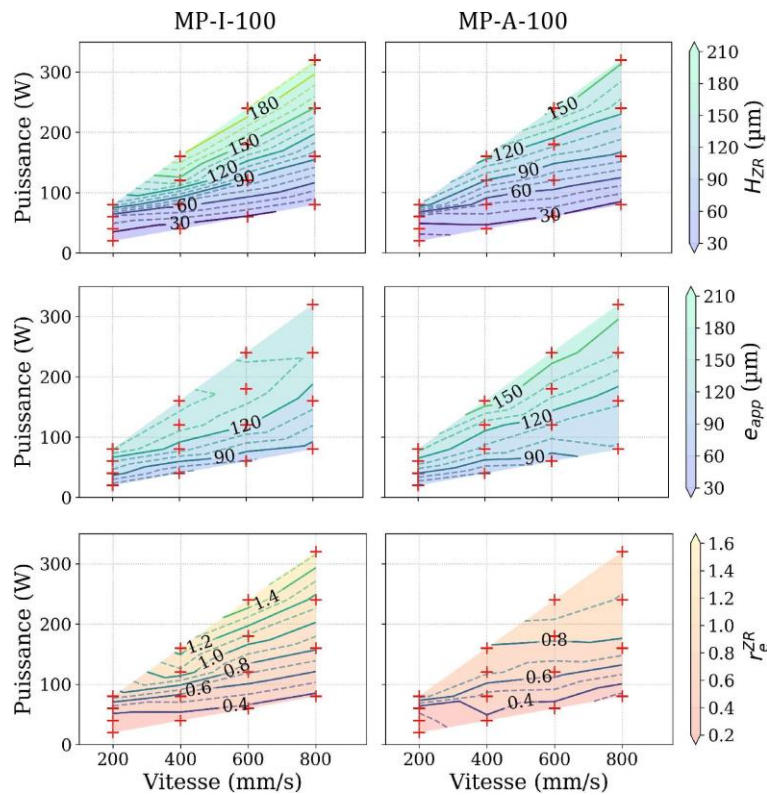
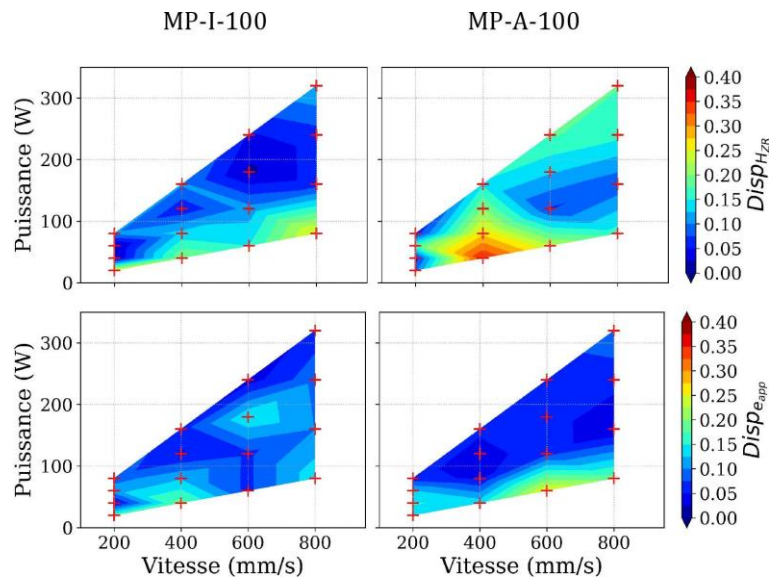


Figure IV-16. . Cartographie d'iso-valeurs e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-100

La profondeur de cordon varie entre 20 et 190 μm pour les dépôts MP-I-100 et un peu moins pour les dépôts MP-A-100 (20 et 160 μm). La largeur des cordons évolue entre 70 et 150 μm pour les dépôts MP-I-100 et entre 70 et 160 μm pour les dépôts MP-A-100. Ces valeurs sont assez proches pour les deux types de substrat ce qui est attribué au niveau de rugosité faible. En revanche, pour des niveaux d'énergie linéique faibles, les cordons sont plus larges que profonds pour les deux substrats. L'augmentation de l'apport d'énergie conduit à un bain de fusion large et profond, surtout pour le dépôt MP-I-100, avec un rapport d'élancement qui atteint 1,5 et seulement 0,9 pour le cas MP-A-100. Cette différence de morphologie est expliquée cette fois par la présence d'une zone de dilution dans les deux cas aux énergies les plus élevées. Cette zone de dilution est plus ou moins bien définie par l'attaque chimique, et dépend des propriétés thermiques des substrats, principalement de leur température de fusion et de leur conductivité thermique. Il faut aussi prendre en compte que le dépôt sur base aluminium est plus fin que le dépôt sur substrat acier, ce qui modifie là encore les mesures de hauteur de zone fondue. Dans le cas des dépôts de Ni, beaucoup plus épais, c'est plutôt la rugosité de surface qui affectait de manière prédominante la forme du cordon.

Si on examine les dispersions de ces mesures (Figure IV-17), au niveau de H_{ZR} et de e_{app} , celles-ci semblent assez faibles en dehors des cordons avec une énergie linéique de 0,1 J/mm. Ces dispersions sont plus importantes pour la hauteur de cordon dans le cas du dépôt MP-A-100 que l'on relie à nouveau aux propriétés intrinsèques de ce matériau dans le cas du dépôt le plus fin.


 Figure IV-17. Cartographie de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) des dépôts MP-100

Les évolutions des largeurs et profondeurs des cordons en fonction de la puissance et de la vitesse du laser sont en accord avec les résultats de D. Grange (Grange *et al.*, 2021) qui obtient des cordons d'IN738LC par L-PBF (avec apport de matière dans son cas) dont les largeurs font entre 100 et 175 μm , et des profondeurs inférieures à 175 μm (cf. Figure I-17). Les dépôts d'une épaisseur de 100 μm sont donc trop fins si l'on souhaite s'affranchir de la zone de diffusion entre le substrat et le dépôt. Il est préférable de travailler sur des dépôts d'au moins 200 μm .

IV.1.2.2.2 Gamme 200 et 300

Il s'agit à présent d'analyser les morphologies des cordons en coupe pour des gammes d'épaisseur brute de projection pour lesquelles le substrat serait préservé de la dilution. Les cordons dans les cas des dépôts MP-I-He-200, MP-I-He-300 et MP-A-He-300 ont été analysés et on choisit de montrer les vues représentatives des cordons dans le cas du dépôt le plus fin de cette gamme et dans le cas du substrat acier (Figure IV-18). Les autres cas sont assez similaires et tous analysés dimensionnellement dans la Figure IV-20.

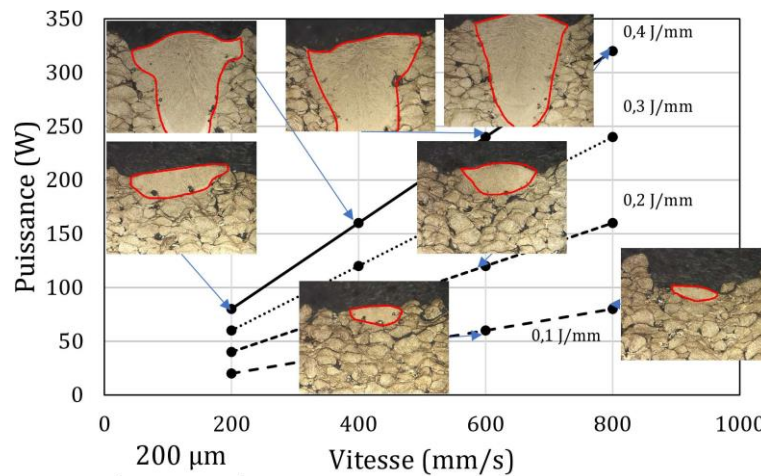


Figure IV-18. Evolution des morphologies de cordons MP-I-He-200

La Figure IV-19 représente le cordon le plus profond (0,4 J/mm – 800 mm/s – 320 W) pour les trois épaisseurs de dépôt sur substrat acier.

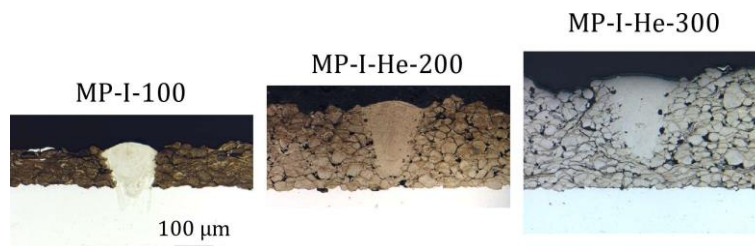


Figure IV-19. Evolution du cordon à 0,4 J/mm (800 mm/s – 320 W) pour les dépôts MP-I-100, MP-I-He-200 et MP-I-He-300

Les cordons présentent quelques pores fermés de gaz occlus en bordure du bain de fusion et une évolution à partir de bains peu larges et peu profonds à faible énergie, vers des bains plus profonds avec l'apport d'une énergie plus importante. L'observation du cordon entier jusqu'au substrat met en évidence la refusion de l'interface substrat/dépôt dans le cas MP-I-100, tandis qu'il reste un espace de quelques particules pour les cas MP-I-He-200 et MP-I-He-300. Les cartographies des domaines de H_{ZR} , e_{app} et r_e^{ZR} sont représentées sur la Figure IV-20.

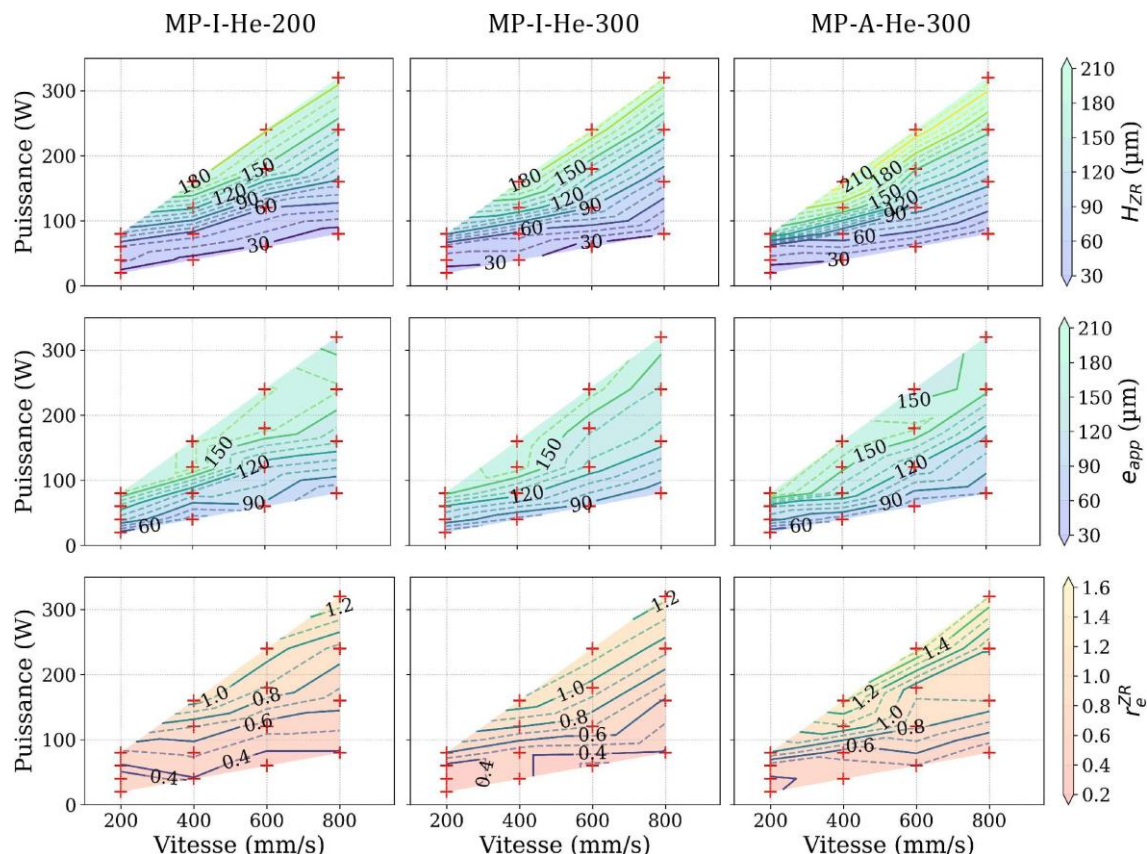


Figure IV-20. Cartographie de e_{app} , H_{ZR} et r_e^{ZR} de cordons sur dépôts MP-I-He-200 et MP-He-300

La profondeur H_{ZR} et l'épaisseur des cordons e_{app} sont stables quelque soit l'épaisseur de dépôt. En revanche, la profondeur H_{ZR} semble dépendre de la nature du substrat avec une profondeur de 20 à 210 μm pour le dépôt MP-A-He-300 contre 30 à 190 μm pour les cas des substrats acier. Dans le cas présent, les épaisseurs de dépôt sont comparables et la zone refondue est entièrement incluse dans le dépôt CS. Le substrat 2017A semble favoriser la formation de bain fondue plus profond. La dimension des bains de fusion peut être affectée en partie par la porosité qui est plus

grande pour le dépôt MP-A-He-300 (5,6 %) par rapport au dépôt MP-I-He-300 (4,2 %). Elle peut aussi provenir des différences de propriétés thermiques des dépôts, avec des diffusivités thermiques respectives de $55,0 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $3,77 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour le 2017A et AISI304 (Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019 ; Euralliage, 2019).

Si l'on examine la dispersion de ces mesures dimensionnelles sur ces trois dépôts de la gamme 200-300, les dépôts MP-He-200 et MP-He-300 ont une dispersion plus importante pour les profondeurs de cordon que pour les dépôts MP-100 (cf. Figure IV-21). Ce sont toujours les plus faibles énergies qui sont concernées. On attribue cela à la rugosité plus élevée de ces dépôts. En revanche, les largeurs de cordons mesurés sont à nouveau très peu dispersées.

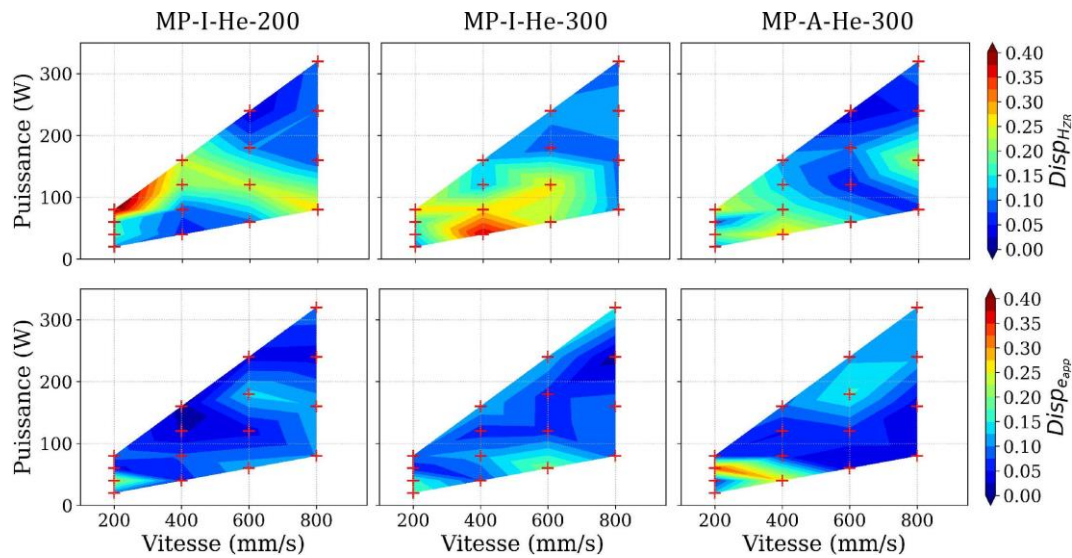


Figure IV-21. Cartographie d'iso-valeurs de dispersion de H_{ZR} (haut) et e_{app} (bas) Dispersion de e_{app} et H_{ZR} des dépôts MP-He

IV.1.3 Synthèse

La réalisation de cordons de fusion en conditions L-PBF sans apport de matière permet d'explorer différents paramètres de fabrication laser afin de sélectionner des conditions de fabrication applicables aux dépôts CS base nickel. Quelques soient les dépôts, la profondeur de la zone fondue augmente avec l'énergie linéique, avec la puissance et diminue avec la vitesse. Les cordons aux plus faibles énergies linéiques ($0,1 \text{ J/mm}$) sont sujets des instabilités et à la formation de pores non fondus et ce d'autant plus que la rugosité est marquée. La forme des cordons évolue pour les faibles énergies linéiques d'un cordon plus large que profond, qui correspond à des mécanismes de conduction, vers une augmentation de la profondeur avec l'énergie pour des cordons qui deviennent plus profonds que large (rapport d'élancement > 1) et qui tendent vers des cordons en « keyhole ».

La fusion L-PBF du dépôt MP-I-Ni-700 conduit à la formation d'une zone fondue moins profonde que pour les autres dépôts, avec au maximum $110 \mu\text{m}$ de profondeur, contre $180 \mu\text{m}$ pour les dépôts MP-A-Ni-700, MP-I-He-200 et MP-I-He-300. Cette faible profondeur pourrait être due à la forte rugosité des dépôts qui déstabilise le bain fondue, mais elle devrait être dans ce cas aussi observée pour le dépôt MP-A-Ni-700. Les profondeurs de cordons sont similaires entre les dépôts MP-A-Ni-700, MP-I-He-200 et MP-I-He-300, et un peu plus profonde pour le dépôt MP-A-He-300, autour de $220 \mu\text{m}$ au maximum. Ces profondeurs importantes rendent les dépôts de la gamme 100 inaptes à la fusion de cordons pour les niveaux d'énergies les plus importants, autour de

0,3 J/mm et 0,4 J/mm, car cela conduit à une refusion partielle de l'interface substrat dépôt et à la diffusion des éléments entre le substrat et la zone fondue, ainsi qu'à la formation de fissures transverses dans le cas du substrat base aluminium. Des conditions de fabrication à 0,1 J/mm pourront être utilisées par la suite dans l'optique d'étudier des bains peu profonds au sein notamment de ces dépôts fins. Si on recherche des conditions de fabrication optimales, avec la formation d'un bain de fusion stable qui limite les zones non fondues et la formation de la porosité, il conviendra cependant de sélectionner des énergies linéiques entre 0,2 et 0,4 J/mm, et des vitesses laser de 600 à 800 mm/s et des épaisseurs de dépôts d'au moins 200 μm . La mesure des morphologies des cordons permettra de définir la stratégie laser pour l'obtention de draps 2D dans la partie suivante notamment pour choisir des écarts vecteur. De plus, cette mesure expérimentale sera également utilisée pour définir la géométrie du terme source pour la modélisation thermomécanique de la fusion laser d'un bicouche développée dans la partie IV.3.

IV.2 Influence des paramètres de fusion laser sur draps

Les cordons de fusion laser (sans apport de matière) réalisés sur dépôts CS base nickel ne permettent pas d'aborder l'influence du recouvrement des cordons avec les refusions multiples et des transferts de chaleur cumulés sur les caractéristiques du surfacage du dépôt en présence de son substrat. A partir des morphologies des cordons étudiés précédemment, on sélectionne tout d'abord des cas de paramètres laser à étudier en considérant les profondeurs de bains fondus pour mettre en œuvre différents types de draps 2D adaptés aux gammes d'épaisseurs accessibles (de 100 μm à 1500 μm). L'idée est de définir des cas d'étude qui permettront d'envisager différentes profondeurs de draps par rapport à celles des dépôts disponibles. La zone fondue pourrait alors être plus ou moins proche de la surface ou de l'interface selon l'épaisseur du dépôt et les paramètres laser choisis. Les différents draps produits seront alors observés comme les cordons pour évaluer la réponse des dépôts selon les cas. On s'intéressera en particulier aux aspects morphologiques et microstructuraux par des observations en vue de dessus et en coupe, par des mesures de rugosité et de dureté des zones lasées.

IV.2.1 Paramètres de fabrication L-PBF des draps

En fonction de l'épaisseur des dépôts H_d et de la morphologie du bain de fusion, en particulier la profondeur de la zone fondue H_{ZR} , on définit trois cas types :

- Cas 1 : $H_{ZR} \ll H_d$, la zone de fusion est petite par rapport à l'épaisseur du dépôt. L'interface sera a priori peu sollicitée. Ce cas permettra d'évaluer plus la réponse du dépôt sous-jacent non fondu.
- Cas 2 : $\frac{H_d}{3} \leq H_{ZR} \leq \frac{2H_d}{3}$, la zone de fusion occupe une partie importante du dépôt CS, ce qui conduit à une sollicitation du dépôt et également de l'interface substrat/dépôt.
- Cas 3 : $H_{ZR} \geq \frac{2}{3}H_d$, ce cas correspond au cas avec une fusion complète du dépôt qui peut affleurer ou atteindre l'interface substrat/dépôt. Ce cas très particulier correspond aux paramètres laser de forte énergie et aux dépôts les plus fins, notamment les dépôts de la gamme 100.

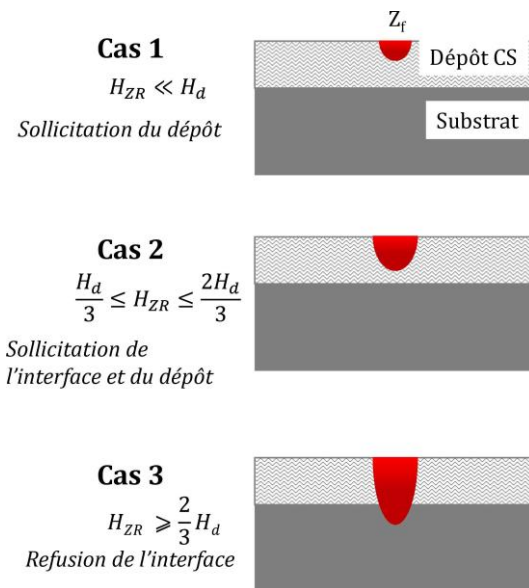


Figure IV-22. Cas types de draps

L'influence de la nature du substrat est étudiée en appliquant lorsque c'est possible des draps aux mêmes conditions laser sur les deux types de substrats. On choisit trois conditions laser qui permettent d'assurer une stabilité des cordons avec une vitesse de laser supérieure à 600 mm/s et on ajuste la profondeur de pénétration par le choix de l'énergie linéique : E_1 : 0,1 J/mm, 600 mm/s, 60 W, E_2 : 0,2 J/mm, 600 mm/s, 120 W, E_3 : 0,4 J/mm, 800 mm/s, 320 W. Les conditions E_1 doivent conduire à une faible profondeur de pénétration dans les dépôts, permettant de mettre en place la fusion dans les draps fins, notamment de la gamme 100. Cependant, ce type de conditions peut s'avérer instable. En revanche, les conditions E_2 et E_3 , mises en œuvre sur les cordons, conduisent à des cordons stables, en conduction pour E_2 et qui tendent vers une forme en keyhole pour E_3 . Les conditions de fabrication L-PBF avec lit de poudre établies

pour l'IN738LC déployées dans l'article de Grange et al. correspondent plutôt à E_3 , avec une énergie linéique comprise entre 0,22 et 0,55 J/mm (Grange *et al.*, 2021). La morphologie attendue pour les draps se base sur les géométries des cordons. Elles sont résumées dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-1. Morphologie (H_{ZR} , e_{app}) des cordons modèles et draps de fusion correspondants

<i>Cas cordon modèle</i>	<i>Cas drap</i>	$H_{ZR}, e_{app} (\mu m)$		
		$E_1 (0,1 J/mm)$	$E_2 (0,2 J/mm)$	$E_3 (0,4 J/mm)$
<i>MP-I-100</i>	MP-I-100	29 ; 79	86 ; 121	-
<i>MP-A-100</i>	MP-A-100	29 ; 84	70 ; 110	-
<i>MP-I-He-300</i>	MP-I-He-300, MP-I-700, HP-I-700	24 ; 86	89 ; 127	191 ; 159
<i>MP-A-He-300</i>	MP-A-He-300, HP-A-700	35 ; 71	97 ; 119	229 ; 153
<i>MP-I-Ni-700</i>	MP-I-Ni-700, MP-I-Ni-1500	23 ; 72	23 ; 72	120 ; 143
<i>MP-A-Ni-700</i>	MP-A-Ni-700, MP-A-Ni-1500	23 ; 54	46 ; 84	180 ; 148

Des draps de 5 mm×10 mm sont obtenus avec un balayage unidirectionnel dans le sens long. L'écart vecteur e_v (incrément latéral entre deux cordons) appliqué pour les draps est calculé pour permettre un taux de recouvrement de 30 % à partir de mesures de e_{app} en vue de dessus au MEB. Cependant, ce taux peut être différent si l'on considère cette même largeur des cordons mesurée en coupe. Un taux de recouvrement plus représentatif a été recalculé à partir des mesures en coupe conduisant à des taux de recouvrement variant alors entre 20 et 60 %. Ces valeurs de taux de recouvrement τ_R et d'écart vecteur e_v correspondants sont répertoriées dans le Tableau IV-2, avec le calcul de l'énergie surfacique $E_{surf.}$ apportée au drap selon la formulation suivante :

$$E_{surf.} = \frac{P_{laser}}{e_v \cdot V_{laser}} (J/mm^2) \quad (IV-1)$$

Dans cette partie, dans le cas de draps avec différents taux de recouvrement, on s'appuiera plutôt sur l'énergie surfacique calculée à partir des paramètres d'entrée pour les comparer.

Tableau IV-2. Paramètres laser des draps en conditions laser L-PBF

	$E_l (J/mm)$	$e_v (\mu m)$	$E_{surf.} (J.mm^{-2})$	$\tau_R (\%)*$	$\tau_R (\%)**$		H_{ZR}/H_d***	
					<i>AISI304</i>	<i>2017A</i>	<i>AISI304</i>	<i>2017A</i>
<i>MP-100</i>	0,1 (E_1)	42	2,4	30	47	50	0,4	0,4
	0,2 (E_2)	69	2,9	30	43	37	1,1	0,9
<i>MP-He-300</i>	0,1 (E_1)	43	2,3	30	50	40	0,1	0,1
	0,2 (E_2)	64	3,1	30	50	46	0,3	0,4
<i>MP-I-700</i>	0,2 (E_2)	55	3,6	30	57		0,1	
	0,4 (E_3)	128	3,1	30	20		0,3	
<i>HP-700</i>	0,2 (E_2)	55	3,6	30	57	54	0,1	0,1
	0,4 (E_3)	128	3,1	30	20	16	0,3	0,3
<i>MP-Ni-700</i>	0,4 (E_3)	91	4,4	30	37	38	0,1	0,2
<i>MP-Ni-1500</i>	0,1 (E_1)	48	2,1	30	34	12	0,02	0,02
	0,2 (E_2)	58	3,4	30	19	31	0,02	0,03
	0,4 (E_3)	110	3,6	30	23	25	0,1	0,1

* à partir de e_{app} sur cordon mesuré en surface MEB

** à partir de e_{app} sur cordon mesuré en coupe optique avec attaque chimique

*** à partir de H_{ZR} sur cordon mesuré en coupe optique avec attaque chimique

IV.2.2 Draps de fusion sur dépôts de Ni

Les dépôts de Ni de cette thèse présentent un niveau de rugosité et d'ondulation important qui provoquent des instabilités surtout à basse énergie linéique (0,1 J/mm) ou aux niveaux de vitesse du laser les plus faibles de l'étude (<600 mm/s). Pour ces conditions limitées en énergie (E_1), il s'agira d'évaluer si la fusion sous la forme de cordons juxtaposés peut intervenir pour limiter ces

défauts par un effet de recouvrement. Pour les autres conditions (0,2 et 0,4 J/mm) la stabilité observée sur cordons 1D laisse supposer des conditions a priori plus adaptées et plus proches des conditions de fabrication L-PBF. Il s'agit alors d'évaluer l'impact de cette fusion multi-cordons sur la zone fondue et dans le dépôt sous-jacent. L'intégralité des cas de drap sur dépôt de nickel correspondent au cas d'une zone fondue petite à très petite par rapport à la hauteur de dépôt.

IV.2.2.1 Morphologie de surface

La Figure IV-23 rassemble des images en vue de dessus représentatives des draps obtenus sur dépôts de nickel pur très épais (700 μm et 1500 μm) selon quatre énergies surfaciques croissantes avec les paramètres laser correspondants indiqués dans le Tableau IV-2. Chaque colonne de cette figure correspond à un type de substrat.

Avec ces observations en vue de dessus, on constate facilement que les draps n'ont pas le même aspect selon les conditions laser appliquées et la gamme de dépôt. En revanche, compte tenu de l'épaisseur importante de ces dépôts, la nature du substrat n'intervient sans doute pas dans l'aspect de ces draps. Ainsi, pour le cas E_1 , la surface du drap paraît perturbée avec de nombreux pores débouchants d'une taille de 10 à 50 μm qui sont presque tous localisés dans la zone interstitielle entre deux cordons. L'écart de taux de recouvrement (environ 10 % et 30 % recalculés) ne donne pas de différence d'aspect pour cette condition-là moins énergétique. Avec l'augmentation progressive de l'énergie linéique et surfacique (cas E_2 et E_3), l'aspect des draps devient de plus en plus lissé. L'aspect des draps est homogène et régulier malgré des variations de taux de recouvrement (19-38 %) et d'épaisseur de dépôt. Pour ces conditions, le nombre de pores, toujours interstitiels est drastiquement diminué, presque inexistant en vue de dessus. Pour tous les cas de lasage sur dépôts Ni, aucune fissure superficielle n'est observée au sein des cordons et aux abords de ceux-ci.

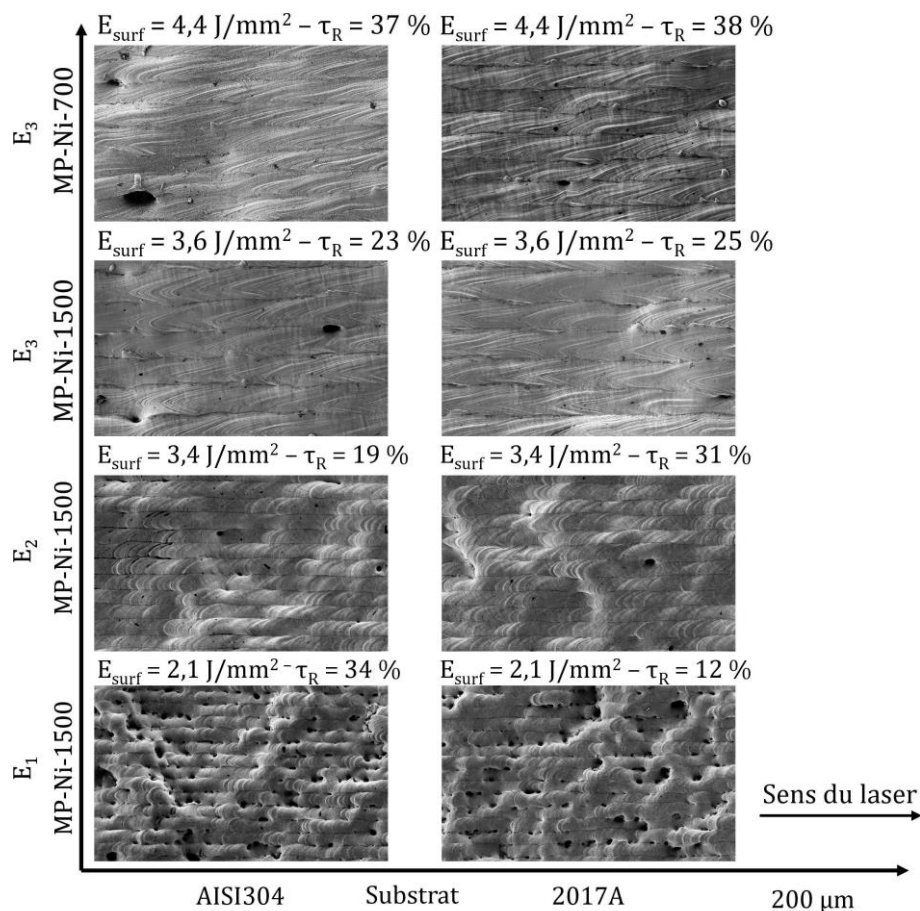


Figure IV-23. Vues de dessus de draps laser sur dépôt Ni, $E_{surf.}$ de 2,1 à 4,4 J/mm² (MEB (SE))

Des mesures de rugosité (R_a) dans les directions longitudinales (L) et transverses (T) ont été effectuées et sont comparées à la rugosité initiale des dépôts de nickel de 700 µm et 1500 µm dans la Figure IV-24.

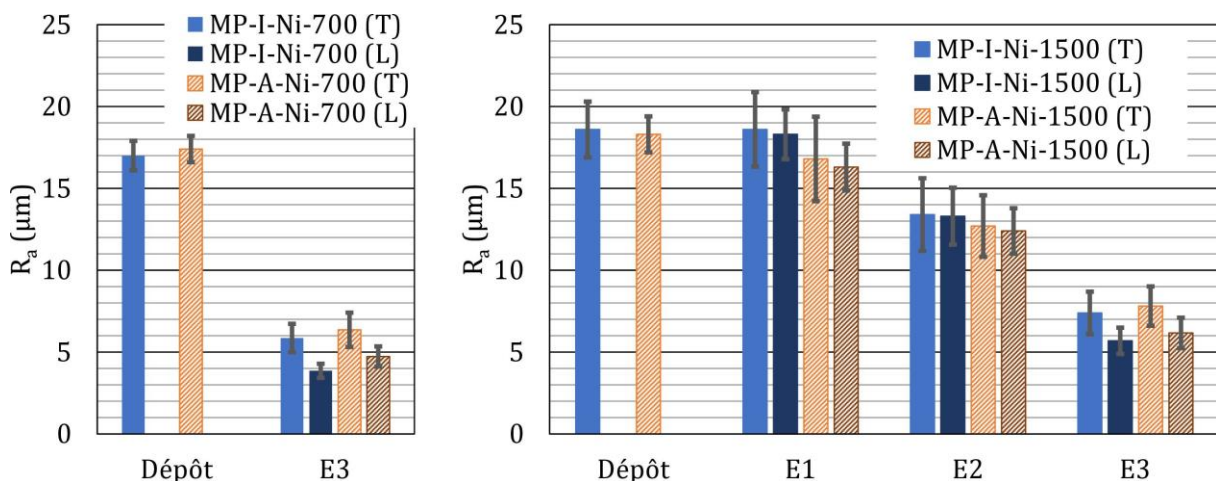


Figure IV-24. Rugosité (R_a) de draps laser sur dépôts Ni, E_1 , E_2 et E_3 avec $E_{surf.}$ de 2,1 à 4,4 J/mm²

La rugosité dépend à la fois du substrat et du sens de mesure de la rugosité. Ainsi, la rugosité dans le sens longitudinal (L) par rapport à la direction de déplacement du laser est généralement plus faible que la rugosité dans la direction transverse (T). Les draps à faible énergie linéique (E_1) ont une rugosité proche de celles du dépôt initial, ce qui corrobore les observations en vue de dessus.

Le niveau de rugosité diminue proportionnellement avec l'énergie surfacique, traduisant ainsi l'effet de lissage. Des mesures d'ondulations (Annexe B) sont elles plus faibles dans le sens transverse par rapport au sens longitudinal. Elles diminuent avec le passage du laser par rapport au dépôt brut de fabrication. Cependant, on constate assez peu d'évolution avec l'augmentation de l'énergie linéique. Pour améliorer la fabrication de pièces, notamment pour le cas d'un faible niveau d'énergie linéique, il pourrait être intéressant d'appliquer un ou plusieurs cycles de fusion sous forme de draps, afin de partir d'une surface lissée plus homogène avant la fabrication.

IV.2.2.2 Microstructure

Les échantillons MP-Ni-700 et MP-Ni-1500 sont observés en coupe selon la direction transverse (T) de lasage. Le cas le plus faible en énergie (E_1) ne permet pas de visualiser de manière satisfaisante la couche fondue qui reste trop superficielle compte tenu de la rugosité de ces dépôts. La Figure IV-25 montre le sommet des dépôts dans une zone fondue pour le dépôt MP-A-Ni-1500 et les conditions E_2 et E_3 . Les draps sur les dépôts MP-I-Ni-1500 et MP-Ni-700 ont des microstructures proches. Il est difficile de distinguer la transition dépôt/drap, La profondeur maximale des draps atteint respectivement 30-50 μm et 130-180 μm pour les conditions E_2 et E_3 pour les dépôts MP-Ni-1500 sur les deux types de substrats, ainsi que 120-170 μm et pour le dépôts MP-I-Ni-700 en conditions E_3 . Les zones fondues ne montrent pas de fissures internes et traduisent une densification de la matière, une fusion des pores et défauts initiaux mais aussi la formation de nouveaux pores sphériques non débouchants de dimensions massives, jusqu'à 110 μm , pour les draps en conditions E_3 .

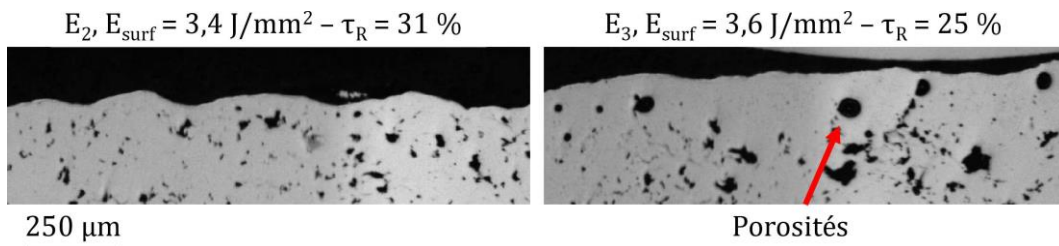


Figure IV-25. Vues en coupe des draps E_2 et E_3 sur dépôts MP-A-Ni-1500 (optique)

Le cas d'un drap en conditions E_3 est présenté à pleine échelle dans la Figure IV-26 pour montrer l'allure de la microstructure et des défauts produits dans le cas d'un dépôt à forte épaisseur, ici pour MP-A-Ni-700. Ces défauts sont d'autant plus nombreux et marqués que l'énergie linéique choisie est élevée.

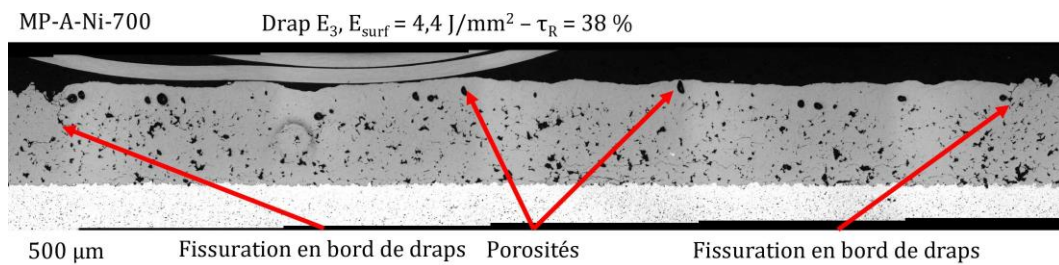


Figure IV-26. Vue en coupe d'un drap E_3 (4,4 J/mm²) sur dépôts MP-Ni-700 (optique)

Les porosités observées dans les draps à plus forte énergie linéique E_3 proviennent de la vaporisation du métal et de la formation d'un capillaire de vapeur qui peut se refermer et conduire à la formation de pores avec du gaz occlus au cœur de la zone solidifiée (Moniz da Silva Sancho, 2020). En plus de ces porosités, on observe la formation de fissures verticales localisées en

bordure des draps et qui n'étaient pas visibles en vue de dessus. Leurs longueurs sont comprises dans la hauteur du drap. Dans le cas du dépôt de 700 μm d'épaisseur sur substrat acier, le dépôt avec drap s'est détaché du substrat au moment de sa préparation, signe d'une adhérence notablement moins élevée. Pour autant, cette différence n'est pas attribuée aux effets du lasage.

IV.2.2.3 Microdureté

Le dépôt lasé MP-I-Ni-700 a été soumis à des mesures de dureté avec différentes charges : 10, 25, 50 et 100 g pour analyser l'évolution des caractéristiques mécaniques du dépôt dans la zone lasée. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux des dépôts et des poudres dans la Figure IV-27.

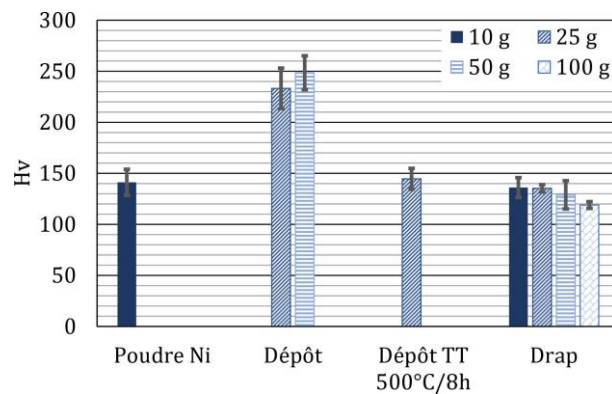


Figure IV-27. Microdureté du drap sur le dépôt MP-I-Ni-700

La fusion et la solidification rapide du dépôt CS élimine la microstructure écrouie. Le niveau de dureté diminue grandement en passant de 230-250 Hv à 120-140 Hv, ce qui est un niveau équivalent à celui de la poudre initiale et des dépôts post-traités à 500°C/8h. Cette mesure témoigne d'un gradient fort des propriétés mécaniques entre le dépôt brut et la zone fondue. Ce gradient de dureté pourrait être atténué si on procédait au lasage d'un dépôt traité thermiquement ou post-traité après lasage.

IV.2.3 Draps de fusion sur dépôts d'IN738LC

Pour les dépôts d'IN738LC, la fusion de draps 2D a été effectuée sur les cas MP-100, MP-He-300, MP-I-700 et HP-700. Pour tenir compte des épaisseurs de dépôt et des profondeurs de cordon, différents draps à basse et moyenne énergie linéique (E_1 et E_2) ont été produits sur les dépôts des gammes 100 et 300, tandis que des draps à moyenne et haute énergie (E_2 et E_3) sont choisis pour les dépôts de la gamme 700. Ces différentes conditions et les écarts vecteurs investigués sont résumés dans le Tableau IV-2. Le cas 1, $H_{ZR} \ll H_d$, correspond aux draps E_1 sur les dépôts MP-I-He-300 et MP-A-He-300, ainsi qu'à l'intégralité des draps sur les dépôts de la gamme 700. Le cas 2, $\frac{H_d}{3} \leq H_{ZR} \leq \frac{2H_d}{3}$, correspond aux draps E_1 sur les dépôts MP-I-100, MP-A-100, et aux draps E_2 sur les dépôts MP-I-He-300 et MP-A-He-300. Enfin, le cas 3, $H_{ZR} \geq H_d$, correspond aux draps E_2 sur les dépôts MP-A-100 et MP-I-100, avec une éventuelle fusion de l'interface.

IV.2.3.1 Morphologie de surface

IV.2.3.1.1 Gammes 100 et 300

Pour les dépôts relativement fins de la gamme 100, MP-A-100 et MP-I-100, la zone fondue peut occuper une grande partie du dépôt. Dans le cas des dépôts MP-A-He-300 et MP-I-He-300, pour les conditions E_2 la zone fondue peut occuper toujours une partie significative du dépôt (cas 2), tandis que pour les conditions E_1 elle doit être petite devant la hauteur de dépôt. Des images en

vue de dessus au microscope optique numérique permettent d'apprécier qualitativement le relief morphologique des draps complets ($5 \times 10 \text{ mm}^2$) comme dans la Figure IV-28.

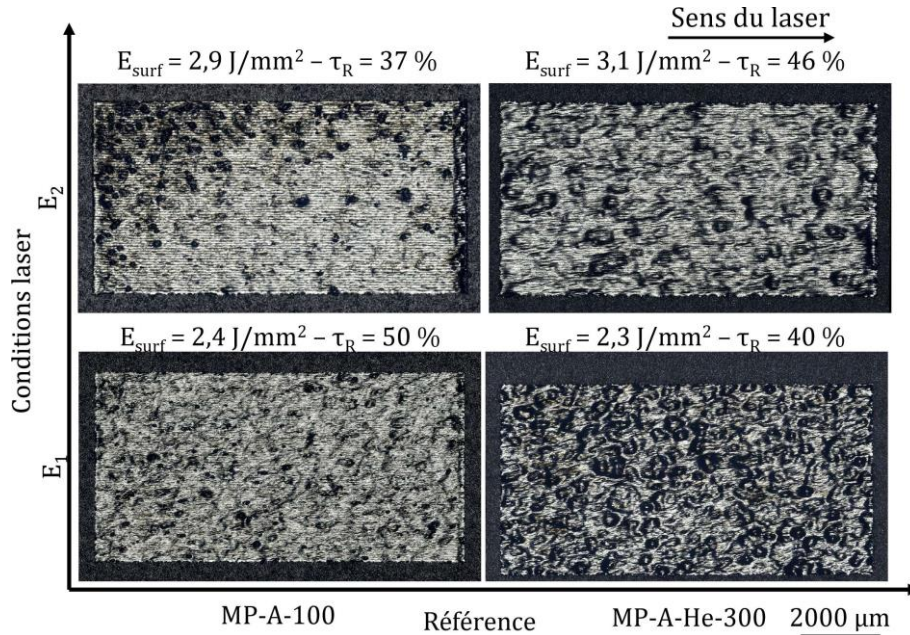


Figure IV-28. Vues de dessus des draps sur dépôts MP-A-100 et MP-A-He-300 (optique)

Les observations en vue de dessus mettent en avant une surface un peu plus lisse et homogène avec un faciès strié surtout dans le cas des draps E_2 . Cependant, pour cette énergie linéique la plus élevée, le cas draps sur dépôt MP-A-100 donne un aspect non homogène dans un des coins du drap. Dans l'ensemble des draps on remarque des inhomogénéités de morphologies globulaires qui laissent supposer une hérédité de la morphologie initiale du dépôt et dépendent donc à la fois des paramètres laser utilisés et de la rugosité initiale. La Figure IV-29 reprend les résultats de rugosités obtenues au profilomètre pour deux directions transverses.

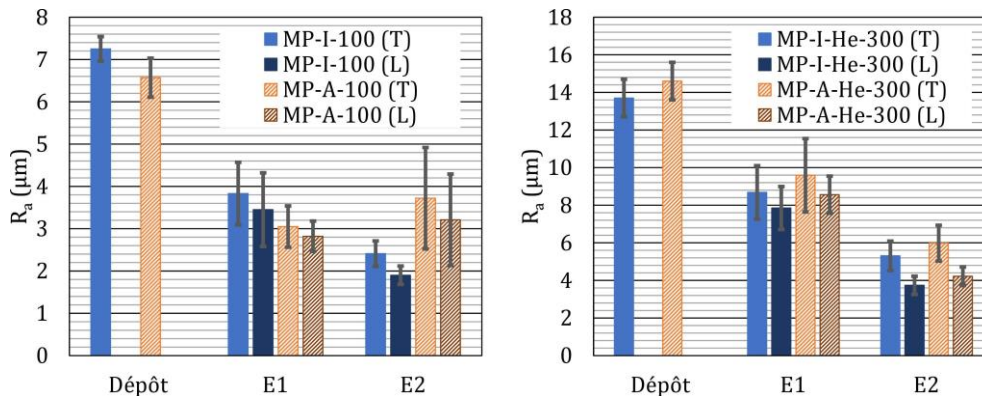


Figure IV-29. Rugosité des draps sur dépôts d'IN738LC – Gammes 100 et 300 – R_a

Dans le cas des dépôts d'IN738LC, la rugosité initiale est bien plus faible, avec un R_a autour de $6-7 \mu\text{m}$ pour les dépôts MP-100 et de $14 \mu\text{m}$ pour les dépôts MP-He-300 contre $17-19 \mu\text{m}$ pour les dépôts de nickel. Le lasage conduit à un lissage morphologique d'autant important que l'énergie est élevée. La rugosité diminue notablement même pour les draps à faible énergie (E_1) mais pour lesquels un taux de recouvrement effectif est sensiblement plus élevé dans le cas des expériences sur IN738LC par rapport au nickel (40-50 % contre 12-35 %, cf. Tableau IV-2). Cela se traduit par une diminution du niveau de rugosité d'environ la moitié en conditions E_1 puis encore de la moitié

pour E_2 sauf pour un cas (MP-A-100). Ainsi la rugosité minimale obtenue en conditions E_2 est autour de $2\text{ }\mu\text{m}$ pour le dépôt le plus fin (sur substrat acier) et $5\text{ }\mu\text{m}$ pour le dépôt de $300\text{ }\mu\text{m}$ initialement plus rugueux. Ceci confirme les observations en vue de dessus pour lesquelles on constate qu'une hérédité de la morphologie globulaire initiale se traduit par une rugosité de surface lasée plus élevée. Des vues de détails réalisées au MEB correspondant à ces quatre cas de draps sont proposées dans la Figure IV-30 uniquement pour les draps de fusion effectués sur les dépôts MP-100 en conditions E_1 et E_2 .

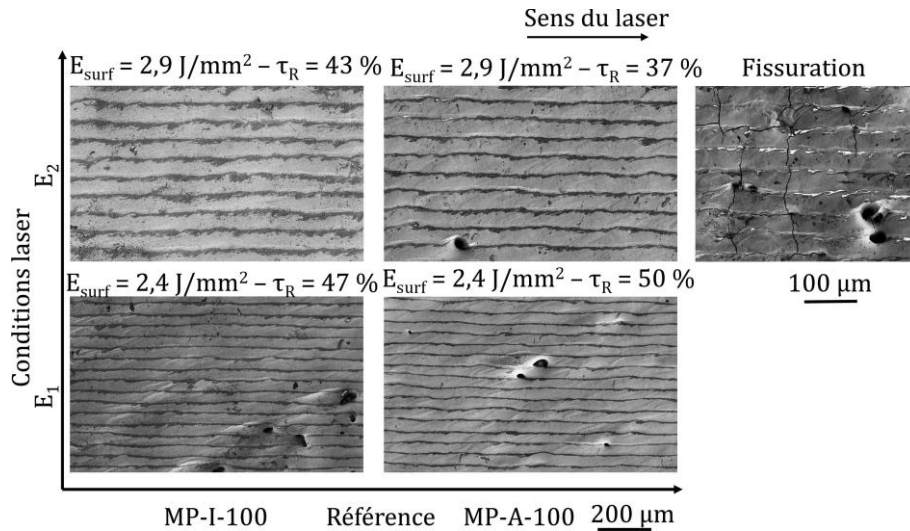


Figure IV-30. Clichés MEB (SE) en vue de dessus des draps sur les dépôts MP-100 – vue de détail de la fissuration dans le drap MP-A-100 ($0,2\text{ J/mm}$)

Ces observations permettent de distinguer les traits laser à la surface grâce aux liserés riche en Al qui étaient déjà présents aux bords des cordons 1D. Les surfaces sont lisses et régulières et on observe juste la présence de quelques pores, assez rares, à la surface des dépôts. Le cas des draps en conditions E_2 sur les dépôts MP-100 est examiné en détail dans le coin supérieur gauche (cf. Figure IV-27) où l'on décèle de nombreuses fissures transverses par rapport à la direction des traits laser. Des fissures similaires avaient été mises en évidence sur les cordons à forte énergie sur le même type de dépôt sur substrat aluminium et peu épais. Elles provenaient de la fusion conjointe du dépôt et du substrat qui modifie à la fois les aspects thermo-mécaniques et physico-chimiques dans le dépôt pouvant expliquer la présence de nombreuses fissures. Ce dépôt présente aussi de nombreuses pores débouchants. Avec l'examen au MEB, on confirme qu'aucune fissure n'est observée après lasage sur le dépôt MP-I-100, ou dans le cas des dépôts MP-300 (non montrés ici). Ceci renforce l'hypothèse d'un effet de substrat dans ce cas particulier de dépôt fin sur substrat base aluminium qui peut par ailleurs expliquer la rugosité plus prononcée.

IV.2.3.1.2 Gamme 700

Les vues complètes des dépôts lasés de la gamme 700 sont présentées dans la Figure IV-31. Ils correspondent a priori tous au cas 1 (cf. Tableau IV-2), avec une zone fondue petite à très petite devant l'épaisseur des dépôts.

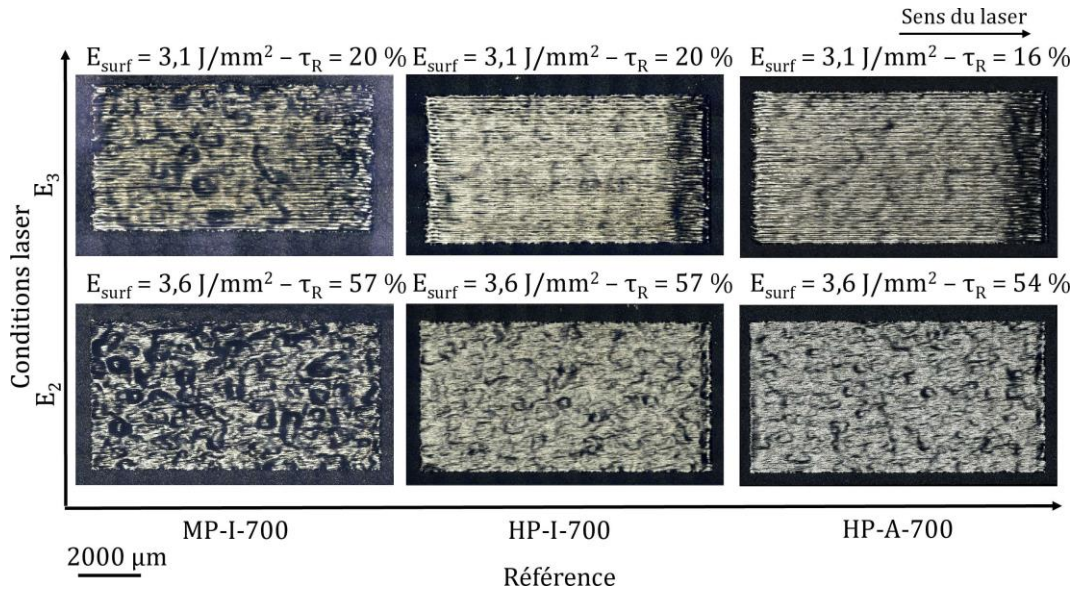


Figure IV-31. Vues de dessus des draps sur dépôts MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 (optique)

Notons que pour cette gamme 700 que compte tenu des écarts vecteurs choisis (initialement pour un taux de 30 %, cf. Tableau IV-2), le cas à E2 à 0.2 J/mm conduit à l'énergie surfacique la plus élevée (3.6 J/mm²) avec un taux de recouvrement effectif le plus élevé (55 % env.) tandis que le cas E3 à 0.4 J/mm donne une énergie surfacique et un taux de recouvrement moindres, respectivement 3,1 J/mm² et 20 %. Pour aborder ces observations morphologiques, on peut examiner conjointement les niveaux de rugosité mesurés rassemblés dans la Figure IV-32.

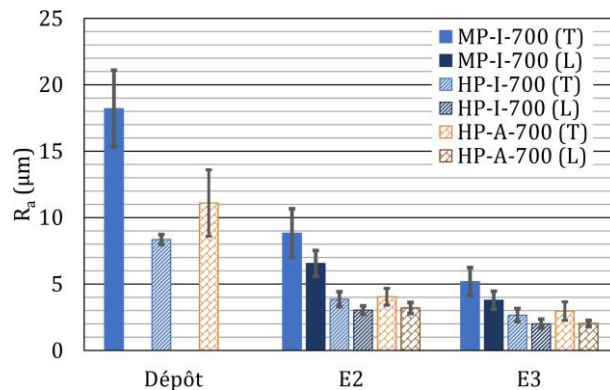


Figure IV-32. Rugosité des draps sur dépôts d'IN738LC – Gamme 700 – Ra

Les surfaces des draps sur dépôt MP-I-700 (initialement le plus rugueux des trois cas de cette gamme) restent plus rugueuses que celles des draps sur les dépôts HP-700, avec une présence caractéristique de bosses dues aux particules peu déformées en surface qui sont à l'origine de la rugosité prononcée de ce dépôt. Cependant, si la rugosité des draps dépend du niveau initial des dépôts (pas du substrat compte tenu de l'épaisseur) ; à nouveau on voit que le lasage en conditions E2 et E3 permettent d'abaisser la rugosité d'environ moitié pour le premier et du quart pour le second. Par ailleurs, si la rugosité dans le sens transverse est toujours supérieure, l'écart devient de l'ordre du μm en Ra pour le dépôt HP le moins rugueux dont la rugosité atteint des valeurs très faibles entre 2 μm et 3 μm pour les draps E3. Dans ce cas, on voit bien en comparant les différentes vues de la Figure IV-31 que l'hérédité de la morphologie initiale semble être totalement lissée et aplanie en conditions E3 et un taux de recouvrement effectif de 20 %. Au MEB en vue de dessus et à fort grossissement, on peut observer également ces dépôts (cf. Figure IV-34) qui font bien

apparaître les taux de recouvrement différents grâce aux liserés et l'homogénéité finale des cas HP initialement les moins rugueux.

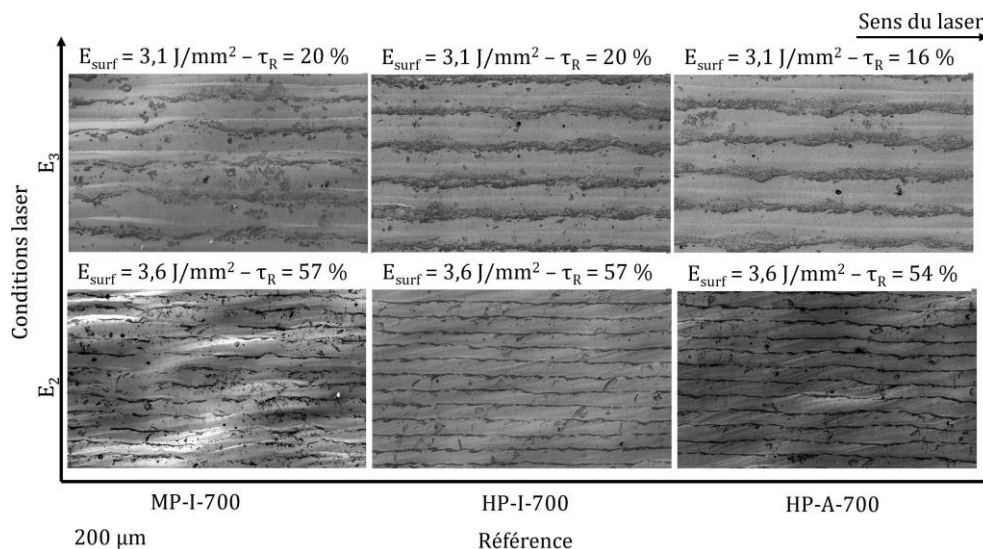


Figure IV-33. Clichés MEB (SE) en vue de dessus des draps sur les dépôts de la gamme 700

Aucun des dépôts de la gamme 700 ne présentent de fissures à la surface des dépôts. En revanche, si l'on effectue une cartographie au MEB d'un drap complet MP à 0,4 J/mm (Figure IV-34), on constate un certain nombre de pores débouchants mais distribués de manière inhomogène qui peuvent être dus à la rugosité locale car cela ne concerne que le dépôt MP.

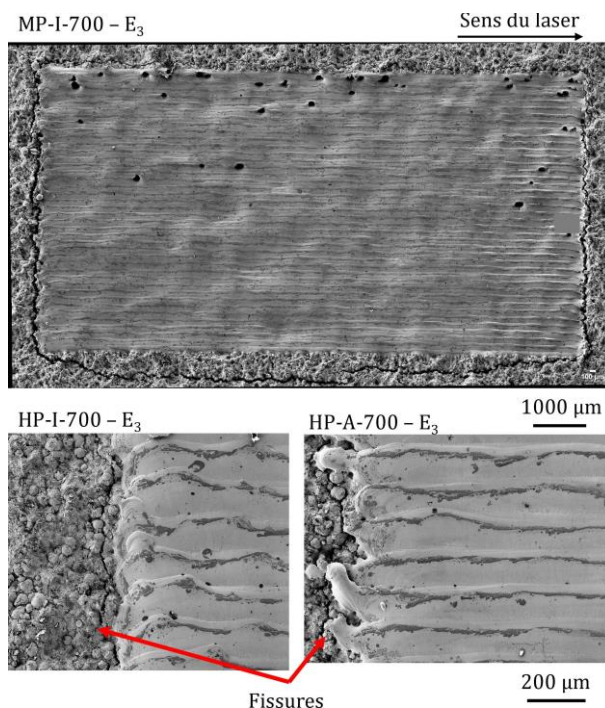


Figure IV-34. Fissuration autour des draps à 0,4 J/mm – Clichés MEB (SE)

En plus de ces pores débouchants, on distingue la présence d'une fissure périphérique dans le dépôt non lasé très bien visible dans le cas MP-I-700, qui est aussi détectable mais de manière moins prononcée pour les dépôts HP plus denses et cohérents que les dépôts MP. L'analyse de cette fissuration du dépôt sera approfondie par l'examen des microstructures observées en coupe ci-après.

IV.2.3.2 Microstructure

IV.2.3.2.1 Gammes 100 et 300

Les draps de fusion en coupe transverse à la direction de lasage sont observés au microscope optique après attaque électrolytique (§ II.3.1.2) pour révéler la zone fondue du dépôt CS. Les images des draps sur les échantillons MP-100 et MP-He-300 sont données dans la Figure IV-35.

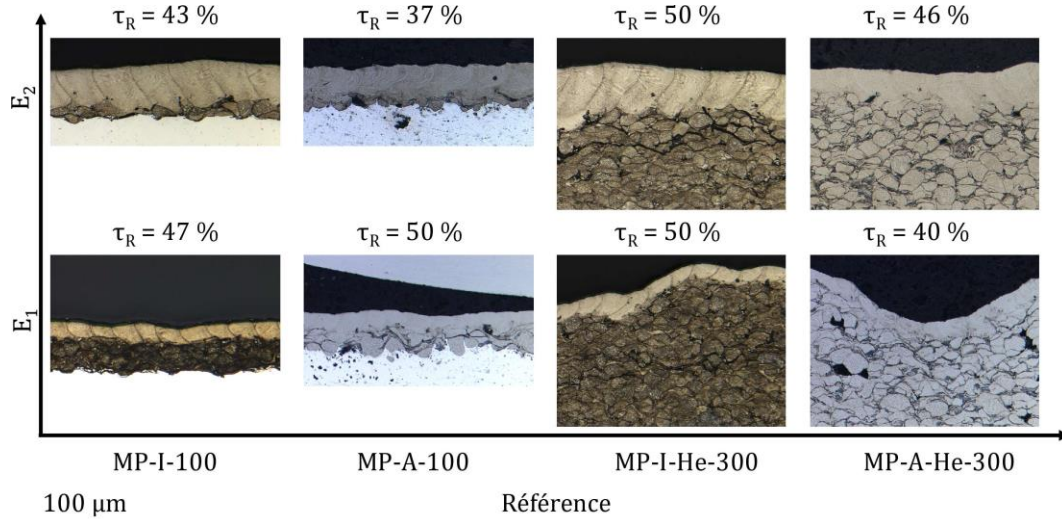


Figure IV-35. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-100 et MP-He-300 (attaque chimique)
 $(E_1 : E_{surf} = 2,4 - 2,3 \text{ J/mm}^2 \text{ (MP-100/MP-He-300)} ; E_3 : E_{surf} = 2,9 - 3,1 \text{ J/mm}^2 \text{ (MP-100/MP-He-300)})$

L'attaque chimique sur le superalliage IN738LC révèle trois zones bien distinctes : les cordons juxtaposés (relativement bien séparés entre eux) qui délimitent la zone fondue, le dépôt CS et le substrat. Comme escompté, la hauteur des draps dépend principalement des conditions laser et de l'énergie linéique. Les hauteurs maximales des draps E_1 sont évaluées à 25-50 et 20-35 μm pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100. Ces profondeurs sont en adéquation avec les profondeurs de cordons effectuées dans la partie IV.1. Ils sont classés dans le cas 2. Dans le cas des draps en conditions E_2 , on a une très grande proximité entre la zone fondue et le substrat, avec une hauteur maximale des draps qui peut atteindre 90 μm sur le dépôt MP-I-100. Pour le drap MP-A-100, on estime les hauteurs maximales autour 55-75 μm . Ces valeurs sont assez proches des cordons et elles montrent une bonne répétabilité des traitements malgré les différences de taux de recouvrement qui influencent finalement peu le résultat pour les taux appliqués (37 à 50%). Dans ces cas d'énergie et d'épaisseur, on peut considérer que l'on a bien satisfait le cas 3 avec une hauteur de drap assez proche de la hauteur du dépôt et des refusions ponctuelles de l'interface dépôt/substrat. Sur ces coupes avec attaque chimique, on ne constate pas de fissures dans le dépôt ou à l'interface avec le substrat.

Pour les dépôts de la gamme 300, avec la même augmentation d'énergie linéique H_{ZR} maximale passe de 20-45 μm en conditions E_1 , à 80-100 μm et 50-90 μm pour les draps E_2 sur les dépôts MP-I-He-300 et MP-A-He-300. Ces valeurs sont systématiquement inférieures à 1/3 de l'épaisseur des draps, (cas 1). Il y a donc une réponse assez similaire en termes d'épaisseurs de drap pour les dépôts soumis aux mêmes paramètres laser avec des taux de recouvrement dans la gamme 37%-50% (ou 30% si l'on prend les largeurs de mono-cordon en vue de dessus pour choisir l'écart-vecteur correspondant). Cela montre une bonne stabilité du processus de chauffage et de fusion du dépôt malgré la présence de quelques pores et défauts dans ces dépôts MP et d'une certaine

rugosité de surface, surtout pour la gamme 300. Pour cette épaisseur, on voit d'ailleurs que la rugosité prononcée et l'aspect ondulé du dépôt n'entraîne pas de discontinuité de profondeur dans les draps E_1 . En conditions E_2 , ce même dépôt est nettement lissé et aplani comme le montraient les observations et mesures en vue de dessus (cf.IV.2.3.1.1). La Figure IV-36 fournie des images sans attaque chimique en coupe des draps sur les dépôts MP-He-300.

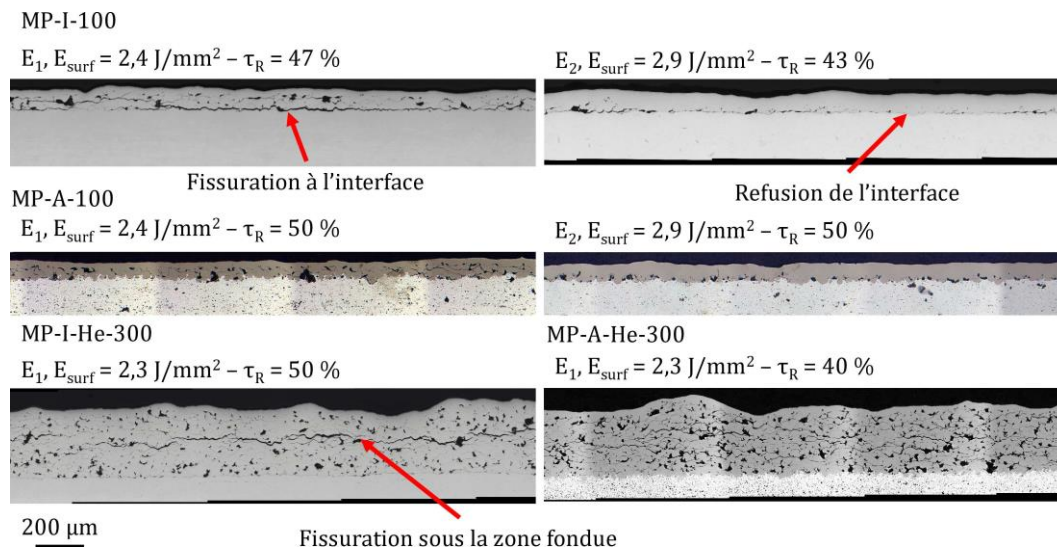


Figure IV-36. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-100 et MP-He-300 (sans attaque chimique)

Dans le cas des dépôts de la gamme 100 (Figure IV-36, haut) pour le substrat en acier, en conditions E_1 , une fissure à l'interface est visible, tandis qu'en conditions E_2 cette fissuration interfaciale est moins généralisée certainement en raison de la fusion localisée du substrat pour ce cas particulier. Le cas du substrat base aluminium présente également des zones d'interface localement refondues mais aucune fissure interfaciale n'est observée du fait de la morphologie de l'interface. Dans le cas des dépôts de la gamme 300 (Figure IV-36, bas), le cas le moins énergétique E_1 , qui correspond au cas 1, on observe une fissure sous-jacente dans le dépôt sur substrat acier (figure de gauche) à environ 100-150 μm de la zone fondue. Pour un dépôt identique mais sur un substrat base aluminium (figure de droite), la fissuration observée est moins continue avec probablement une influence de la microstructure initiale car les dépôts présentaient déjà des fissures entre quelques particules, mais elles n'étaient pas aussi longues et connectées. On obtient le même type d'endommagement pour tous les dépôts de la gamme 300 traités en conditions E_2 . Aucune fissure d'interface n'est observée pour cette gamme 300 et ces énergies laser étudiées.

IV.2.3.2.2 Gamme 700

Les dépôts MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 en présence de draps de fusion à 0,2 et 0,4 J/mm sont observés au microscope optique après une attaque électrolytique (Figure IV-37).

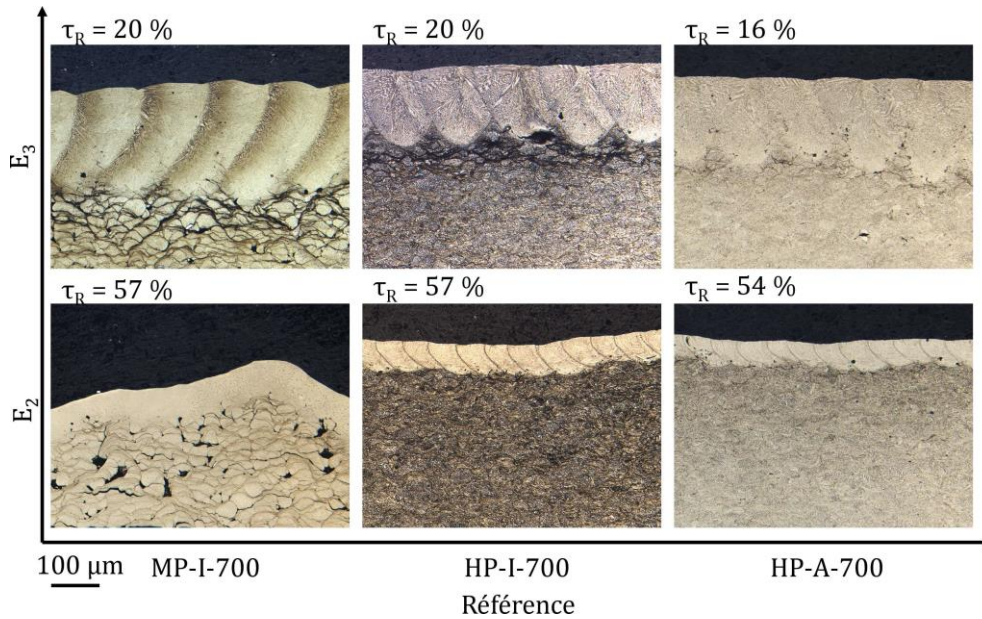


Figure IV-37. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 (attaque chimique) (E_2 : $E_{surf} = 3,6 \text{ J/mm}^2$; E_3 : $E_{surf} = 3,1 \text{ J/mm}^2$) pour les draps

Les draps pénètrent dans les dépôts avec des hauteurs maximales de cordons respectives de 60-100 μm , 50-70 μm et 45-65 μm pour les draps E_2 sur les dépôts MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700 et 200-240 μm , 140-165 et 160-200 μm pour les draps E_3 . Ces hauteurs de draps correspondent globalement au cas 1. Les draps sont toujours plus profonds en conditions MP, ce qui peut être dû notamment à la plus grande porosité de ces dépôts. On pourrait en second ordre envisager des effets de multi-réflexion au sein de l'édifice poreux. Les draps des dépôts HP-I-700 et HP-A-700 sont très proches et aucun effet du substrat n'est constaté. Les zones fondues présentent quelques rares pores et aucune fissure n'est observée. Pour approfondir l'observation des fissures dans le dépôt, on réalise des vues en coupe polie sans attaque chimique des dépôts (Figure IV-38). La longueur observée est d'environ 6 mm ce qui permet d'englober un drap complet prélevé dans le sens transverse.

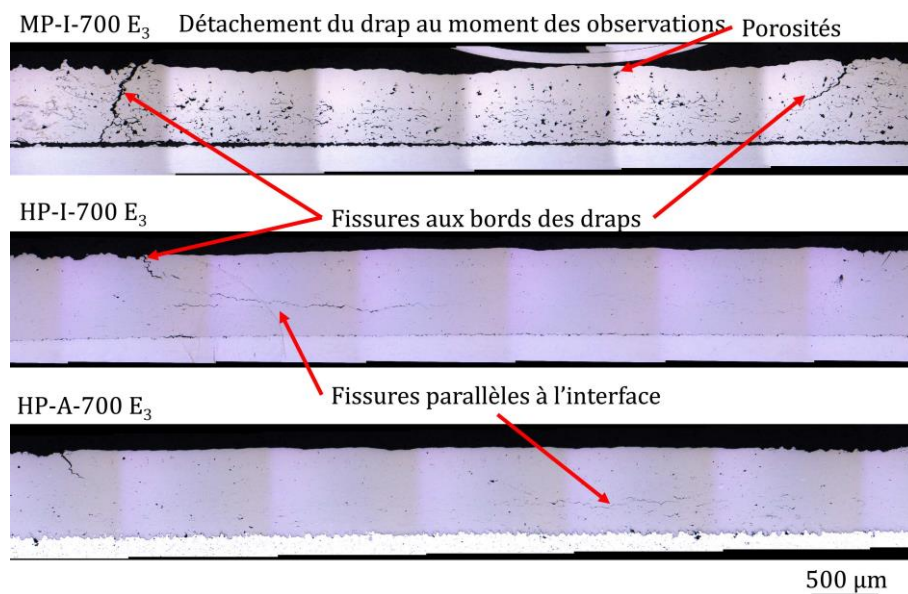


Figure IV-38. Vues en coupe (optique) des draps sur MP-I-700, HP-I-700 et HP-A-700

Aux bords des cordons E_3 se trouvent de grandes fissures ouvertes, d'une longueur de plus de 200 μm qui s'amorcent et se propagent dans le dépôt CS. Ces fissures, présentes sur tous les dépôts de la gamme 700, sont cependant plus longues et ouvertes dans le cas du dépôt MP-I-700 qui est le dépôt le plus poreux (Figure IV-38 ; haut). Ainsi, un dépôt plus dense et cohérent obtenu en conditions HP semble se comporter mieux vis-à-vis de l'apparition et/ou de la propagation des fissures en bordure des draps. Sous les draps, on observe des fissures parallèles à l'interface qui sont assez éloignées du drap et de l'interface. Dans le cas du dépôt HP-I-700 (Figure IV-38 ; milieu), on observe que la fissure sous-jacente semble rejoindre la fissure en bord de drap. Ce n'est pas le cas du dépôt HP-A-700, qui pour la coupe étudiée, montre une fissuration beaucoup moins prononcée même si les fissures pré-existantes entre particules (typiquement 30-50 μm) sont alors plus longues et plutôt orientées parallèlement à l'interface. Ces endommagements sont provoqués par le procédé de fusion L-PBF et localisé assez loin du drap. En conditions E_2 , on observe les mêmes caractéristiques mais nettement moins prononcées. Lors de la préparation des échantillons, le dépôt HP-I-700 traité en conditions E_3 s'est détaché du substrat ce qui témoigne d'une adhérence moins élevée à nouveau pour le substrat acier.

Une analyse par EBSD de l'orientation des grains au niveau d'un cordon au sein d'un drap a été conduite afin d'estimer la nature et la portée des éventuels changements microstructuraux à proximité de la zone fondue dans le cas du dépôt MP-I-700 avec un drap E_3 (Figure IV-39).

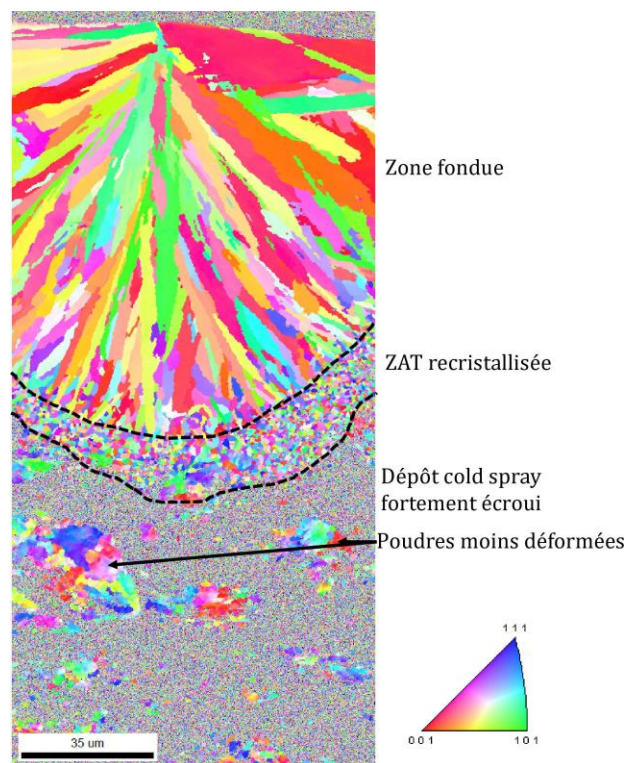


Figure IV-39. Cartographie EBSD de MP-I-700, drap à 0,4 J/mm, coupe perpendiculaire

Cette cartographie d'orientation des grains permet de définir la zone fondue constituée de dendrites orientées et d'une zone affectée thermiquement (ZAT) en dessous dont l'épaisseur est de 10-15 μm . Dans la ZAT, la matière n'atteint pas la température de fusion, et malgré la durée courte du traitement il existe un phénomène de recristallisation de grains équiaxes submicroniques d'un diamètre moyen autour de 0,83 μm . En dessous de la ZAT, le dépôt CS n'est pas affecté directement et constitué de particule fortement déformées plastiquement et écrouies, ce qui limite l'indexation EBSD des particules. On observe seulement quelques particules dans le

dépôt qui sont moins déformées. Ce type d'analyse pourrait à terme être utilisé sous deux aspects : en connaissant la température de recristallisation du matériau, on pourrait en déduire des isothermes et des gradients qui ont eu lieu pendant l'étape de fusion L-PBF, ou alors, à partir de la connaissance des températures par le calcul, on pourrait remonter à la température de recristallisation.

IV.2.3.3 Microdureté

Des mesures de microdureté obtenues pour différentes charges dans les draps en conditions E_1 et E_2 sur le dépôt MP-I-He-300 sont rassemblées dans la Figure IV-40.

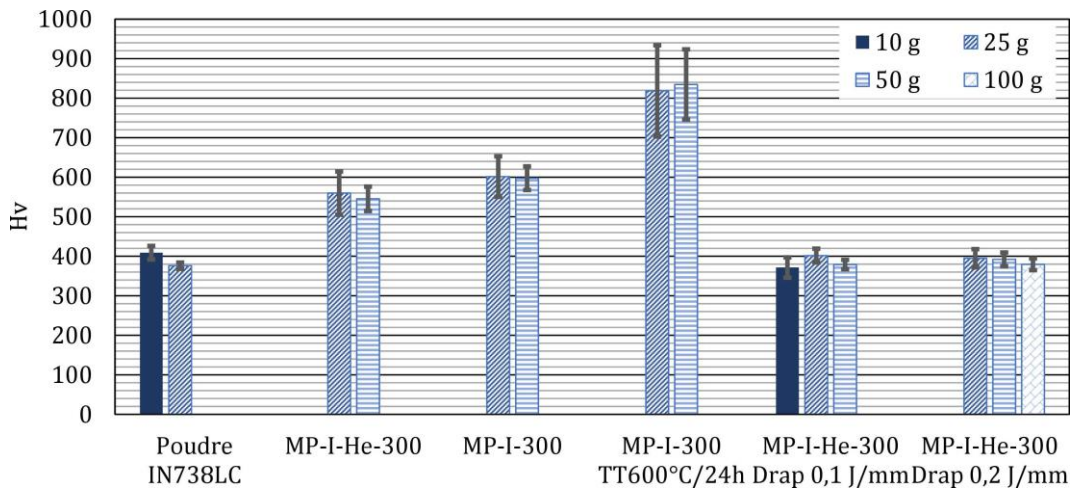


Figure IV-40. Microdureté sur les draps du dépôt MP-I-He-300

La fusion des dépôts CS d'IN738LC conduit au même niveau de dureté que la poudre initiale. Il y a une certaine analogie des transformations entre le procédé d'atomisation et celui de fusion L-PBF (fusion et refroidissement rapide). Ainsi, l'étude de traitements thermiques sur poudre peut contribuer à l'étude des traitements sur cordons laser. Dans le cas des cordons laser cependant, il serait intéressant d'évaluer les duretés dans la ZAT qui concerne la recristallisation d'un alliage initialement écroui. Il faudrait faire appel à de la nanodureté dans un premier temps et probablement du MET pour aller plus avant sur la connaissance des gradients de microstructures entre la zone fondue et le dépôt qui débouche sur un gradient de propriétés comme cela est montré à travers ces mesures de dureté. Les niveaux de dureté des poudres et des zones lasées sont très faibles par rapport à ceux des dépôts CS fortement écrouis et des dépôts traités thermiquement qui sont durcis par une potentielle précipitation γ' . Contrairement au cas des dépôts de nickel, le lasage d'un dépôt CS traité thermiquement ne réduirait ainsi pas le gradient de dureté. Les mesures par DRX des contraintes résiduelles dans un drap n'ont pas pu être dépouillées en raison de la texture cristallographique marquée des draps.

IV.2.4 Synthèse

Le passage de cordons aux draps de fusion en conditions L-PBF sans apport de matière permet d'explorer certains cas pour lesquels on essaye d'adapter la hauteur de zone fondue avec les différentes gammes des dépôt base nickel réalisés. Selon le rapport entre la profondeur de drap et celle du dépôt on a pu explorer 3 cas pour lesquels la zone fondue est plutôt localisée en surface à mi-hauteur ou éventuellement sur la totalité du dépôt si possible sans affecter l'interface. Le passage d'un cordon à un drap s'opère en appliquant un écart vecteur entre chaque cordon. Dans notre cas, l'écart vecteur est choisi initialement constant à 30 % pour chaque type de dépôt à

partir des vues de dessus de cordons réalisés pour différents paramètres laser. Il a ensuite été corrigé pour l'expression des résultats afin de tenir compte de la largeur effective mesurée en coupes. Sur la base de cette correction, les taux de recouvrement effectifs étaient compris entre 20 et 60 % selon les cas. Après examen des draps en vue de dessus et en coupe, on constate que cette différence de taux de recouvrement effectif n'intervient pas dans l'analyse comparative menée sur les draps qui est surtout fondée sur les trois niveaux d'énergies linéiques choisies. En effet, la fusion en conditions L-PBF de drap conduit à un lissage du dépôt initial avec une rugosité de surface d'autant plus faible que l'énergie linéique est élevée. Pour des R_a de dépôts bruts allant de 15 à 20 μm on obtient typiquement une rugosité finale en conditions E_3 de l'ordre de 3 à 5 μm . Comme pour les cordons, la profondeur de la zone fondue des draps augmente aussi proportionnellement avec l'énergie linéique choisie ce qui a bien permis de balayer les 3 cas recherchés.

Les draps correspondant au cas type 1 sont représentés par les draps à 0,1 (E_1), 0,2 (E_2) et 0,4 J/mm (E_3) sur les dépôts de Ni pur et sur les dépôts d'IN738LC de la gamme 700. Ce cas de fusion superficielle correspond aussi aux dépôts MP-He-300 en conditions E_1 et E_2 . Les draps E_1 sur les dépôts MP-100 appartiennent au cas 2 avec des draps assez profonds (plus d'1/3 de l'épaisseur du dépôt). Ces mêmes dépôts traités en conditions E_2 correspondent au cas 3 avec une fusion presque complète du dépôt avec parfois l'interface qui est affectée localement par la fusion. On suppose que la fusion de l'interface dans le cas 3 sur le substrat 2017A conduit à une modification de la composition chimique des draps et à la formation de fissures et de pores visibles en vue de dessus sur ces dépôts fins. Pour les autres draps correspondant aux cas 2 et 3 sur les dépôts d'IN738LC, il est important de noter qu'aucune fissure n'est observée dans la zone fondue (en vue de dessus et en coupe) et on observe juste quelques pores globulaires de gaz occlus qui pourraient être éliminés en maîtrisant mieux le recouvrement ou en multipliant les passages. En revanche, dans le cas des draps E_3 sur les dépôts de Ni pur, de nombreuses porosités à la racine de la zone fondue sont caractéristiques de la formation d'un capillaire de vapeur et de sa fermeture en keyhole. Ces défauts ne peuvent être ici enlevés qu'en changeant de paramètres de fusion laser.

Les draps de cas 1 et 2 sur les dépôts d'IN738LC présentent des fissures parallèles à l'interface substrat/dépôt qui sont localisées sous les draps mais au sein du dépôt CS à une distance de 100-200 μm de la base du drap. Au bord du drap, dans tous les cas E_3 et dans quelques cas E_2 , des fissures verticales au niveau des bords et le long de la périphérie du drap sont observées en vue de dessus et en coupe. Ces fissures peuvent traverser le dépôt si la microstructure est très poreuse (cas MP) ou bien rejoindre les fissures parallèles à l'interface quand le dépôt est plus dense et cohésif (cas HP). La jonction de ces fissures pourrait conduire à une rupture et à un détachement des draps. Enfin, la rupture de l'interface substrat/dépôt n'est observée que dans le cas MP-I-700, mais elle intervient au moment de la préparation des échantillons ce qui témoigne d'une interface moins adhérente que dans le cas de dépôt HP-I-700 et HP-A-700. Dans le cas des draps sur les dépôts de Ni, des fissures verticales en bords de draps sont observées pour les draps E_3 . En revanche, on ne remarque pas de fissures parallèles à l'interface sous ces draps. Dans le cas de ces dépôts épais de Ni, il conviendra aussi de porter attention à l'adhésion des dépôts, surtout dans le cas du substrat acier. Une rupture a aussi été observée lors de la préparation de l'échantillon MP-I-Ni-700.

Pour les dépôts fins, plutôt représentatifs des cas 2 et 3 de fusion, on peut avoir une fissure adhésive juste à l'interface substrat/dépôt. Celles-ci sont mises en évidence uniquement sur le substrat acier. Elles peuvent être discontinues et donc moins prononcées quand la fusion peut

atteindre le substrat. Dans le cas de substrat aluminium, la fusion de l'interface dont on suspecte des effets délétères dus à la dilution des éléments d'alliage n'a pas été détectée sur les coupes réalisées.

Quand cela a été réalisé, pour des draps de fusion en Ni ou en alliage 738, des mesures de dureté dans les zones fondues ont montré que la matière possède un niveau de dureté plus bas que dans le dépôt et est de même niveau que la poudre initiale. Il y a une analogie du procédé d'atomisation et celui du chauffage laser qui passe par un état fondu et un refroidissement rapide. Ces états mécaniques conduisent à des gradients de propriétés au sein du revêtement en présence d'une zone fondue

Afin de mieux comprendre la genèse des effets thermomécaniques locaux au sein du dépôt d'IN738LC pendant la fusion laser et après refroidissement, une modélisation thermomécanique est mise en place dans la suite de ce chapitre.

L'expertise menée conduit à privilégier des conditions E_1 et E_2 pour limiter la formation de fissures en bordure et sous les draps. Cependant, elles sont moins représentatives des conditions réelles de fabrication. Dans le Chapitre V, qui porte sur la fabrication L-PBF (avec apport de matière) sur des dépôts CS base nickel, on privilégiera uniquement deux conditions de fabrications : E_2 : 600 mm/s – 120 W (0,2 J/mm), afin de favoriser la tenue des dépôts et d'évaluer la capacité de la structure à supporter l'apport cyclique thermique, et E_3 : 800 mm/s – 320 W (0,4 J/mm), pour être représentatif des conditions de fabrication usuelles des pièces en L-PBF.

IV.3 Modélisation thermomécanique de la fusion laser d'un dépôt d'IN738LC en condition L-PBF

Cette partie porte sur la mise en place d'un modèle 3D par éléments finis (EF) pour l'analyse numérique de l'évolution de la température et des contraintes d'origine thermique au sein du dépôt d'IN738LC pendant la fusion laser d'un drap (sans apport de matière) et après refroidissement de l'assemblage substrat/dépôt. Dans un premier temps on expose le modèle fondé sur des données matériaux collectées dans la littérature avec des tailles de bain réglées sur les morphologies réelles des cordons mesurées expérimentalement pour les différents paramètres laser sélectionnés pour le calcul. Cette approche numérique prédictive doit aider à appréhender mieux les effets matériaux (nature), dimensionnels (épaisseurs de dépôt) et de chaleur (taille du bain liquide) sur les contraintes générées. Pour ce faire on aborde de manière comparative un cas théorique homogène (IN738LC/IN738LC) avec un cas réel (AIS304/IN738LC) pour différentes épaisseurs de dépôt et pour des paramètres laser sélectionnés à la suite de l'étude précédente sur draps. Ce type d'analyse vient en complément des observations expérimentales des draps avec les défauts rencontrés.

IV.3.1 Présentation du modèle

La modélisation de la fusion laser avec des paramètres de type L-PBF s'inscrit dans cette thèse comme un outil de compréhension phénoménologique de l'évolution thermique et mécanique du matériau face à l'apport intense et rapide d'énergie thermique par le laser L-PBF. Il s'agit de reproduire l'expérience et d'acquérir de nouvelles informations par la simulation.

IV.3.1.1 Etat de l'art et choix de la simulation thermomécanique éléments finis (EF)

IV.3.1.1.1 Modélisation mésoscopique

Dans la partie I.2.5.1.1, qui traite de la simulation du procédé de fusion L-PBF en présence d'un lit de poudre, différentes échelles de modélisation sont présentées. L'échelle macroscopique permet la simulation de la fabrication de pièces massives mais ne s'intéresse pas aux phénomènes générés. A l'opposé, l'échelle de modélisation microscopique consiste à simuler finement la physique du bain de fusion et du lit de poudre afin par exemple de prévoir les dimensions des bains de fusion. Dans ce développement qui a pour objet la fusion d'un drap sans apport de matière, nous avons privilégié une modélisation intermédiaire, à l'échelle mésoscopique visant à s'approcher des cas expérimentaux. Il s'agit surtout d'évaluer l'impact des effets thermiques sur la zone adjacente à la zone fondue et dans la profondeur du dépôt et du substrat.

Ce type de modélisation à l'échelle mésoscopique peut permettre de modéliser l'interaction entre les phénomènes thermiques, mécaniques et métallurgiques présentés dans la Figure IV-41.

Les interactions majeures sont indiquées par des flèches rouges, tandis que les interactions généralement négligeables sont figurées en gris. Ainsi, le champ thermique contribue aux déformations et aux changements de phases et l'état métallurgique (nature des phases et état microstructural) conditionne le comportement mécanique. Des déformations mécaniques peuvent avoir des effets thermiques ou même produire des changements de phase mais ce sont des phénomènes mineurs la plupart du temps. La métallurgie peut jouer sur la thermique lors de changements de phases endo ou exothermiques mais surtout elle intervient sur la proportion et

la nature des différentes phases qui sont en revanche des caractéristiques majeures pour les propriétés mécaniques.

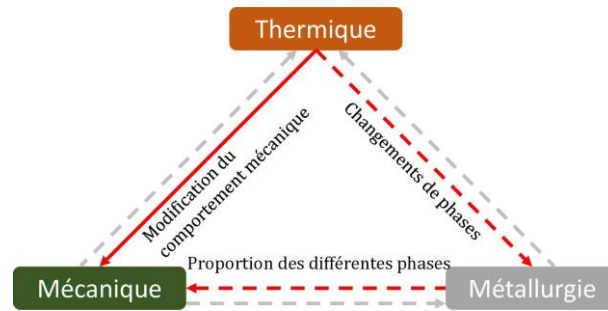


Figure IV-41. Couplage entre les phénomènes thermiques, mécaniques et métallurgiques

Dans le cadre du modèle 3D développé, les phénomènes métallurgiques ne sont pas pris en compte. Les propriétés mécaniques des alliages sont issues de la littérature et on ne modélise pas les changements de phases éventuels, ni le processus de fusion du matériau. De plus, l'influence de la partie mécanique sur la partie thermique n'est pas considérée. Ainsi, seule l'influence du champ thermique sur la partie mécanique est véritablement au cœur de notre modélisation, selon la structure présentée à la Figure IV-42 qui montre une première analyse thermique afin d'établir les champs de température et les variables d'état suivie ensuite d'une analyse mécanique.

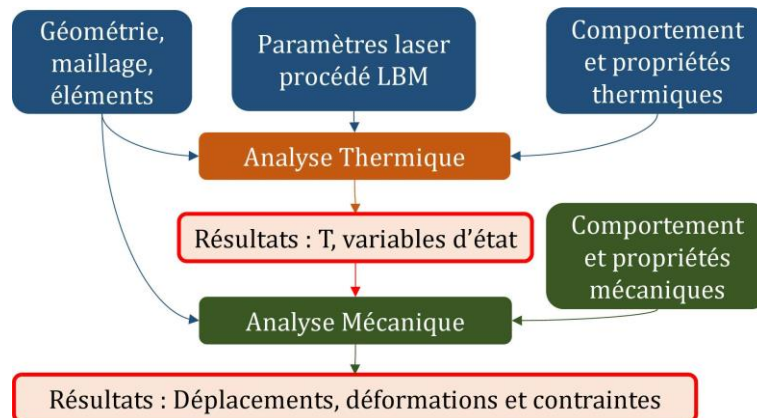


Figure IV-42. Vue synoptique Structure de la modélisation

La modélisation de la fabrication additive par éléments finis requiert la gestion de l'ajout de nouvelles couches par l'activation d'éléments ou par la génération de maillage. Ces outils n'ont pas été utilisés dans cette thèse car nous simulons uniquement la fusion d'un dépôt CS, il n'y a pas besoin de modéliser un lit de poudre et l'ajout d'éléments.

IV.3.1.1.2 Modèle thermique

IV.3.1.1.2.1 Modélisation de la source de chaleur

La fusion laser est modélisée dans la plupart des études par une source de chaleur volumique ou surfacique gaussienne dont les propriétés dépendent des paramètres laser (puissance, diamètre, profondeur de pénétration, absorptivité) (Lee et Yun, 2021 ; Bian *et al.*, 2020 ; Hussein *et al.*, 2013 ; Liu, Fang et Lei, 2021 ; Waqar, Guo et Sun, 2021). Il est parfois difficile d'accéder à une valeur fiable de l'absorptivité qui dépend à la fois du matériau, de l'état de la poudre (oxydation, granulométrie), mais aussi des paramètres laser (Grange *et al.*, 2021). Dans le cadre de ce travail, il s'agissait de modéliser des expériences réelles. Or, nous avons accès aux dimensions des bains de fusion à travers les mesures sur mono-cordons. Ainsi, le bain liquide qui représente la source

de chaleur mobile est représenté par une forme elliptique dont le diamètre et la profondeur sont définis par les mesures expérimentales. La température de tous les éléments dans cette zone est alors fixée à la température de fusion de l'alliage IN738LC. Grâce à cette méthode, nous n'avons pas besoin de rechercher les paramètres d'absorptivité du matériau CS.

IV.3.1.1.2.2 Equation d'équilibre thermique

La modélisation thermique est ensuite conditionnée par le respect de l'équation de la chaleur (IV-3) et des conditions aux limites.

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \text{div} \left(\lambda \overrightarrow{\text{grad}}(T) \right) = G \quad (\text{IV-2})$$

Avec $\rho(T)$ la densité du matériau (kg.m^{-3}), $C_p(T)$ la capacité calorifique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), T la température (K), t le temps (s), $\lambda(T)$ la conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et G la source de chaleur volumique (W.m^{-3}).

Les conditions aux limites imposées sont un champ de température à température ambiante (293 K) à l'état initial. Aucun phénomène de convection ou de radiation n'est implémenté. Comme la physique dans le bain de fusion n'est pas modélisée, il n'est pas utile de quantifier les transferts vers l'extérieur. De plus, le substrat est suffisamment grand par rapport aux dimensions de la zone fondue pour que les parois extérieures soient soumises à une condition adiabatique de flux nul vers l'extérieur tout au long de la simulation.

IV.3.1.1.3 Modèle mécanique

IV.3.1.1.3.1 Equation d'équilibre mécanique

Pour chaque pas de temps, le calcul consiste à obtenir la déformation mécanique à partir du champ thermique. En l'absence de termes d'accélération, l'équation d'équilibre s'écrit :

$$\text{div} \underline{\underline{\sigma}} + \rho \underline{\underline{f}} = 0 \quad (\text{IV-3})$$

Avec $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes, $\rho(T)$ la densité (kg.m^{-3}), $\underline{\underline{f}}$ les forces de volume. On pose l'hypothèse des petites perturbations en déformation et en déplacement. Cette hypothèse est justifiée dans notre cas car les déformations sont uniquement d'origine thermique et restent faibles. En effet, en considérant un coefficient de dilatation thermique α de $1,9.10^{-5} \text{ K}^{-1}$ pour l'IN738LC, on a une dilatation de l'ordre de $\alpha \Delta T = 2,5 \%$ avec un écart de température entre la fusion de cet alliage (1512 K) et la température ambiante (293 K). Dans l'éventualité où le substrat AISI304 subirait le même écart de température, sa déformation serait au maximum de 3 % ($\alpha_{\text{AISI304}} = 2,27.10^{-5} \text{ K}^{-1}$).

Le tenseur de contraintes peut alors être décomposé comme suit :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^t + \underline{\underline{\epsilon}}^p \quad (\text{IV-4})$$

Avec $\underline{\underline{\epsilon}}$ le tenseur total de déformation, $\underline{\underline{\epsilon}}^e$ le tenseur de déformation élastique, $\underline{\underline{\epsilon}}^p$ le tenseur de déformation plastique et $\underline{\underline{\epsilon}}^t$ le tenseur de déformation thermique.

La relation entre les contraintes et les déformations est décrite dans l'équation (IV-5) (loi de Hooke).

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\epsilon}}^e \quad (\text{IV-5})$$

Avec $\underline{\underline{C}}$ le tenseur de rigidité.

La déformation thermique est calculée par l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^t = \alpha(T)(T - T_{ref})\underline{\underline{1}} \quad (IV-6)$$

Avec $\alpha(T)$ le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température.

IV.3.1.1.3.2 Modélisation du comportement plastique des matériaux

La déformation plastique est modélisée ici à partir du critère de Von Mises suivant.

$$J_2(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2}s_{ij}s_{ij}} = \sqrt{\frac{1}{2}((\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2)} \quad (IV-7)$$

Avec $\underline{\underline{s}}$ la partie déviatorique des contraintes qui correspond à l'équation $\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3}Tr(\underline{\underline{\sigma}})\underline{\underline{1}}$.

Lorsque la valeur de la contrainte équivalente de Von mises dépasse le seuil R_0 , on considère que le matériau se déforme plastiquement. La plasticité est alors modélisée comme suit :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}, p) = J_2(\underline{\underline{\sigma}}) - R(p) \quad (IV-8)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{s}}}{J_2(\underline{\underline{\sigma}})} \quad (IV-9)$$

Avec p la déformation plastique cumulée, $R(p)$ la fonction d'écrouissage isotrope.

Dans le cadre de nos calculs, pour l'IN738LC, $R(p) = R_0$, c'est un modèle d'écrouissage constant qui est mis en œuvre, indépendant de la vitesse de déformation. En l'absence de données propres à l'IN738LC sous forme de dépôt CS, on considère qu'au-delà du seuil d'élasticité le matériau s'écoule et se plastifie. Dans la réalité des dépôts bruts de projection, il y aurait probablement des ruptures du matériau au niveau des défauts (ex : fissures, porosités) car les revêtement CS bruts de projection présentent plutôt un comportement élastique-fragile.

Pour l'acier inoxydable AISI304, on choisit un modèle plus complexe avec $R = R_0 + Q(1 - e^{-bp})$ avec un écrouissage qui dépend du niveau de déformation plastique.

IV.3.1.2 Paramètres du modèle

IV.3.1.2.1 Modèle thermique

Les données matériaux associées à l'IN738LC et au substrat AISI304 sont issues de la littérature et concernent le matériau massif. Elles sont résumées dans l'Annexe C, Tableau VI-4. La température maximale du système est la température de fusion de l'IN738LC, fixée à 1512 K.

IV.3.1.2.2 Modèle mécanique

Les données matériau du modèle mécanique sont issues de la littérature et concernent le matériau massif. Les données sont résumées dans l'Annexe C, Tableau VI-5 (thermoélasticité) et Tableau VI-6(plasticité). L'acier se distingue de l'IN738LC avec des caractéristiques thermiques (λ et C_p) plus élevées et une limite d'élasticité R_0 beaucoup plus faible. Les contraintes résiduelles dues au CS ne sont pas prises en compte dans le modèle, le niveau initial des contraintes est nul.

IV.3.1.2.3 Géométrie 3D

Le substrat est un parallélépipède de dimensions $(X ; Y ; Z) = (3,2 ; 3,2 ; 6,3) \text{ mm}^3$. Cette géométrie, représentée dans la Figure IV-43, est extrudée dans la direction z de 200, 300 ou 700 μm pour représenter différents cas d'épaisseur de dépôt CS. Les éléments utilisés sont hexaédriques linéaires (c3d8) pour la thermique et hexaédriques quadratiques à intégration réduite (c3d20r) pour le calcul mécanique. La taille du bain et les gradients thermiques et mécaniques requièrent l'utilisation d'un maillage raffiné dans le dépôt et la partie supérieure du substrat. On déraffine progressivement le maillage pour le reste du substrat pour réduire la taille du problème et accélérer le calcul. Les éléments du dépôt ainsi que les 100 μm sous l'interface ont des éléments de 50 μm . Ces calculs contiennent entre 36 852 et 77 812 éléments pour le cas d'un dépôt de 200 μm et 700 μm . Cela conduit pour le calcul thermique à un nombre de DoF (Degree of Freedom) entre 40 311 et 82 561 et pour la partie mécanique entre 473 103 et 976 203.

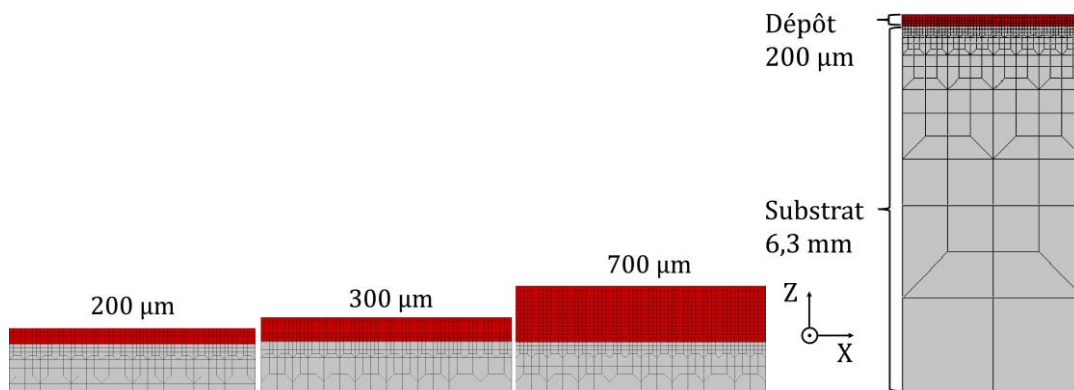


Figure IV-43. Vue 2D du maillage 3D de l'assemblage – maillage raffiné (3 cas d'épaisseur)

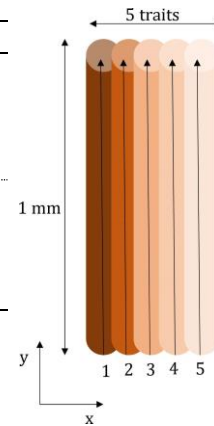
Ici le comportement du dépôt CS est assimilé à celui d'un matériau dense issu de fonderie. Afin d'éviter des mouvements de corps libre, les translations de 3 points à la base du substrat sont bloquées (selon $(X ; Y ; Z)$ en $(0 ; 0 ; 3,7)$, selon Y et Z en $(3,2 ; 0 ; 3,7)$ et selon Z en $(0 ; 3,2 ; 3,7)$.

IV.3.1.2.4 Paramètres de la source de chaleur et choix des conditions à modéliser

Les dimensions de la zone fondue sont évaluées à partir des cordons L-PBF sans apport de matière. Elles sont consignées dans le Tableau IV-3. Deux conditions laser ont été choisies à la suite de l'obtention des draps, E_2 : 600 mm/s, 120 W (0,2 J/mm) et E_3 : 800 mm/s, 320 W (0,4 J/mm). Ainsi, pour les calculs correspondants au cas d'un dépôt de 200 μm , les dimensions des cordons effectués sur les substrats MP-I-He-200 sont employées quelque soit la nature du substrat modélisé. Dans le cas d'un dépôt de 300 ou 700 μm , les dimensions des cordons sur le substrat MP-I-He-300 sont utilisées. Le trajet du laser est ensuite défini par un parcours de 5 traits unidirectionnels d'une longueur d'1 mm. L'écart vecteur est calculé à partir de e_{app} afin d'obtenir un taux de recouvrement de 30%. Le laser parcourt les traits, ainsi que la distance séparant la fin d'un trait et le début du nouveau, à la vitesse du cas considéré.

Tableau IV-3. Dimensions de la zone fondue et trajet du laser

Laser	$E_{\text{dépôt}}$ (μm)	Substrat	Cas « modèle »	H_{ZR} (μm)	e_{app} (μm)
E_2	200	AISI304	MP-I-He-200	60	110
		IN738LC		60	110
AISI304		190		140	
E_3		IN738LC		190	140
E_2	300, 700	AISI304	MP-I-He-300	90	130
		IN738LC		90	130
AISI304		190		160	
E_3		IN738LC		190	160



IV.3.2 Cas d'un substrat massif IN738LC

L'étude d'un cas modèle homogène IN738LC/IN738LC permet d'exposer les différentes étapes du calcul de la fusion d'un drap sans apport de matière en conditions laser L-PBF. En fait, ce cas correspond au cas fictif d'un substrat massif en IN738LC pour lequel on utilise les données de fusion établies sur dépôt CS. Ce cas peut servir de référence ensuite dans le cas d'un assemblage AISI304/IN738LC. Cela aidera à d'aborder de manière comparative l'influence de la nature du substrat, des paramètres laser et de l'épaisseur de dépôt. On considère donc ici un cas avec une zone superficielle (maillage plus fin) de 200 μm de nature homogène à celle du substrat. On choisit les paramètres les moins énergétiques pour entamer cette démarche E_2 (600 mm/s – 120 W). Dans ce cas, les dimensions de la zone fondue sont celles établies sur dépôt IN738LC réels à savoir le cas MP-I-He-200 avec $H_{\text{ZR}} = 60 \mu\text{m}$ et $e_{\text{app}} = 110 \mu\text{m}$ (Cf. Tableau IV-3).

IV.3.2.1 Choix de représentation des résultats

Une série de cartographies des températures en surface au cours du temps de lasage est présentée à la Figure IV-44. Les pas de temps correspondent à la fin des cinq traits laser menant au drap.

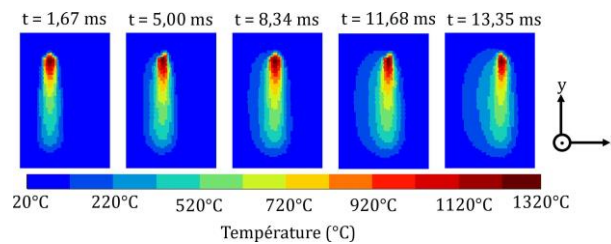


Figure IV-44. Distributions de température de surface au cours du temps de lasage

Une accumulation et un étalement de la chaleur est visible au fur et à mesure des traits laser. Cependant, on voit que l'augmentation de température reste assez confinée à la zone lasée. Afin d'observer l'évolution des contraintes dans la zone fondue puis solidifiée et dans le reste du modèle, trois coupes sont privilégiées. Une coupe transverse dans le plan XZ à mi-drap, une coupe longitudinale dans le plan YZ à mi drap et différentes coupes en profondeur dans le plan XY jusque l'interface prévue pour le pseudo-dépôt. Trois profils sont définis pour sonder l'évolution temporelle de la température en un point et en profondeur selon Z. Le profil 1 situé au milieu du deuxième cordon selon X et à $\frac{1}{4}$ de son avancée selon y, le profil 2 situé au milieu du drap, et le profil 3 situé en dehors du drap à une distance e_{app} par rapport au premier cordon selon X. Les positions des plans de cartographie et des points de profils sont repris sur la Figure IV-45.

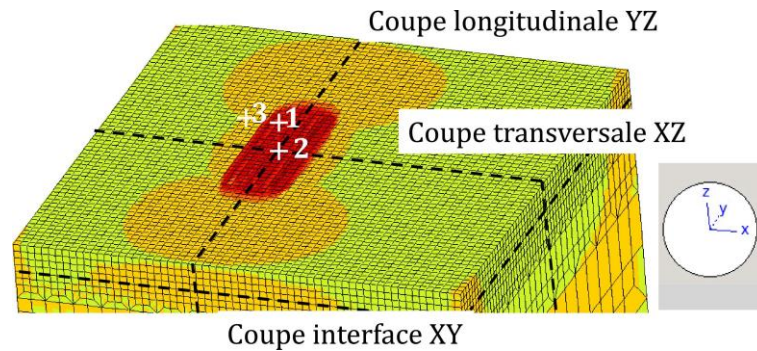


Figure IV-45. Vue du rendu d'un drap et positions des plans de cartographie et points de profils

IV.3.2.2 Cartographies de températures et de contraintes selon XZ, YZ et XY

Des relevés cartographiques des températures et contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} pour différents temps sont donnés dans la Figure IV-46, Figure IV-47 et Figure IV-48 respectivement selon les trois plans définis ci-dessus. L'interface théorique substrat/dépôt est représentée par une ligne pointillée dans ce cas homogène.

Pour les cartographies en température de la Figure IV-46, on a choisi six temps : 0,42 ms, 0,83 ms, 1,25 ms et 1,67 ms pour correspondre respectivement à $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$ et 1 fois la durée du premier trait laser puis 15 ms pour relever le temps correspondant à la fin du dernier trait laser et enfin à 5 s qui caractérise la fin du refroidissement. On peut alors observer la fusion localisée du matériau à 0,83 ms dans le plan médian transversal XZ. Pour les pas de temps suivants : 1,25 ms et 1,65 ms, on constate une diminution progressive de la température au même endroit du drap ce qui témoigne du passage du laser dans la direction transverse et successivement de droite à gauche sur ces cartographies. Ces variations de températures conduisent à la formation de contraintes dans le matériau. Celles-ci sont représentées sous la forme de cartographies de composantes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} dans le matériau. Ainsi, avec le passage du laser, la zone fondue se dilate, ce qui favorise la formation de contraintes en compression σ_{11} et σ_{22} (dans un niveau moindre σ_{33}) dans la zone sous-jacente ($t = 0,83$ ms). Après le passage du laser ($t = 1,25$ et $t = 1,67$ ms), la zone refondue se solidifie, elle se contracte mais son mouvement est limité par les zones à plus basse température qui l'entourent, ainsi cela génère des contraintes en traction (σ_{11} , σ_{22}) dans la zone initialement fondue, tandis que les zones environnantes présentent des contraintes en compression (σ_{11} , σ_{22}).

L'application des cinq traits laser conduit à une accumulation des contraintes, avec des cycles thermiques qui contribuent au développement de contraintes en traction (σ_{11} , σ_{22}) à la surface du dépôt (zone fondue) et des contraintes en compression (σ_{11} , σ_{22}) sous cette zone. Après le refroidissement complet, les contraintes en traction subsistent mais les contraintes en compression semblent s'être réparties dans la structure avec cependant une zone de compression σ_{11} assez localisée en dessous de la zone de traction. Dans la direction Z, la pièce est en bord libre. Elle peut donc se déformer plus librement ce qui explique que les contraintes σ_{33} sont toujours nettement plus faibles que les contraintes σ_{11} et σ_{22} . Elles ne sont pas significatives pour la suite des analyses. Dans le cas présent, l'interface théorique est sollicitée en compression (σ_{11} , σ_{22}) à $t = 15$ ms, et aucune contrainte n'est présente au niveau de l'interface à l'état final. Elle est globalement assez peu sollicitée au cours du procédé. Les résultats de la littérature sur l'évolution des contraintes pendant le procédé L-PBF sont présentés dans la partie I.2.5.1. L'origine principale de la formation des contraintes résiduelles au cours du procédé L-PBF est la présence de gradients

thermiques intenses au cours du procédé et de cycles thermiques. Les résultats présentés ici sont cohérents avec la littérature, avec des contraintes généralement en traction dans la partie supérieure de la pièce et des contraintes en compression dans la pièce ou le substrat (cf. Figure I-22, Figure I-24).

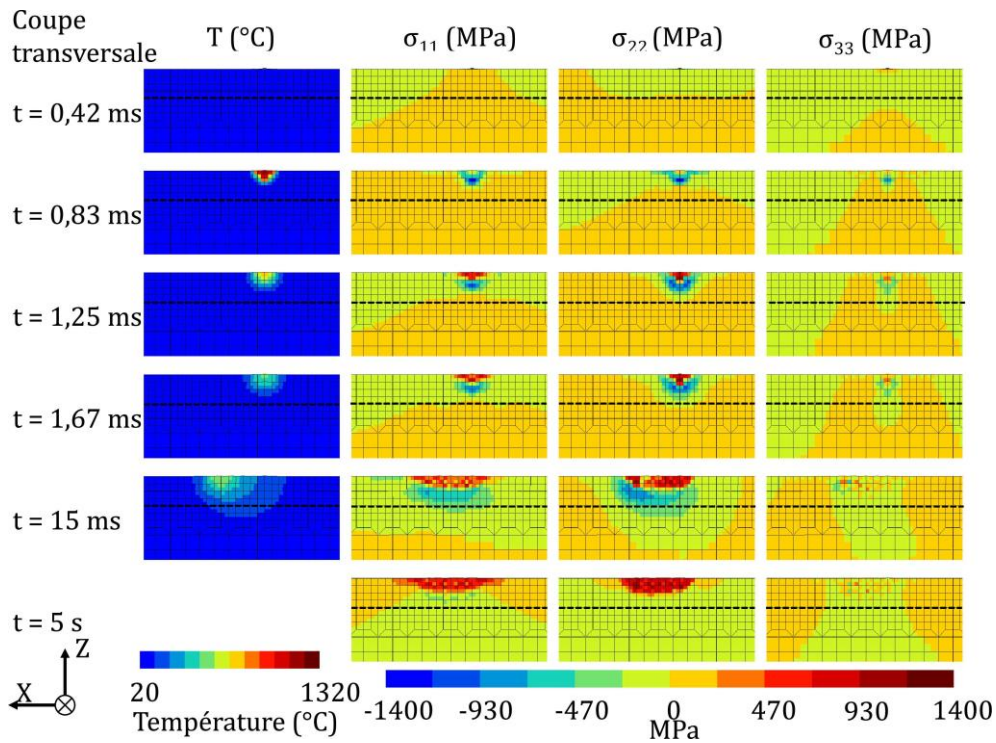


Figure IV-46. Température et contraintes au cours du temps, Coupe transversale

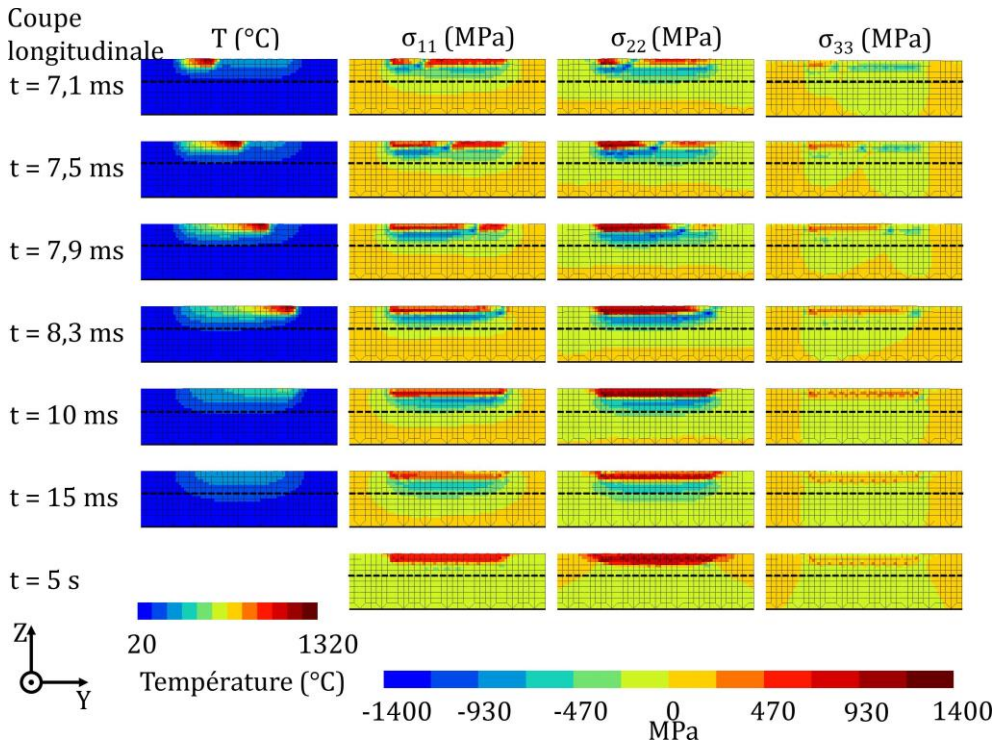


Figure IV-47. Température et contraintes au cours du temps, Coupe longitudinale

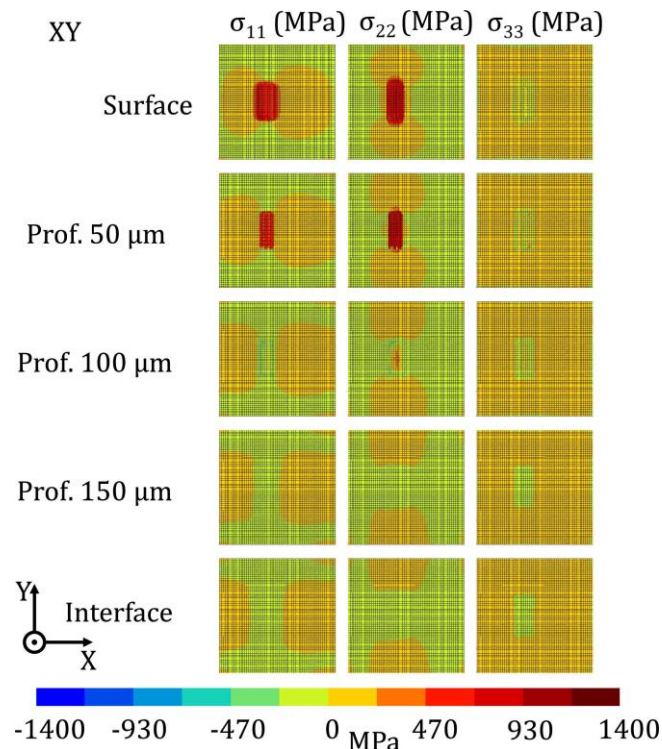


Figure IV-48. Température et contraintes à l'état final, Coupes parallèles à l'interface

Pour les cartographies en température de la Figure IV-47, on a choisi 6 temps : 7,1 ms, 7,5 ms, 7,9 ms et 8,3 ms pour correspondre respectivement à $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$ et 1 fois la durée du troisième trait laser puis 15 ms et 5 s comme précédemment pour correspondre à la fin du lasage et au refroidissement final. L'évolution de la genèse et du type de distribution des contraintes en cours de lasage est similaire à celle de la coupe transversale. Ainsi, on retrouve des contraintes σ_{11} et σ_{22} en traction en surface et en compression dans la zone sous-jacente pour les pas de temps en cours de lasage. Après refroidissement complet, il reste les contraintes en traction dans l'ancienne zone fondue, tandis que les contraintes en compression se sont réparties dans la structure. Enfin, les contraintes σ_{33} sont négligeables et l'interface est en compression ($t = 15$ ms).

Des coupes planes dans le plan XY à différents niveaux de profondeur jusque l'interface sont proposées dans la Figure IV-48 ci-dessus pour décrire la distribution des contraintes résiduelles ($t = 5$ s). Les composantes σ_{11} et σ_{22} sont homogènes dans les plans sélectionnés. Ainsi dans la zone fondue de profondeur H_{ZR} de 60 μm on retrouve des contraintes en traction, et autour de cette zone les contraintes sont équilibrées en compression de manière diffuse avec l'échelle de valeur choisie. Pour les contraintes σ_{11} , elles occupent un volume plus grand dans la direction X, tandis que les contraintes σ_{22} , il s'agit de la direction Y. Cela traduit une anisotropie en lien avec le sens de lasage. L'interface ne présente pas de contraintes de compression élevée à l'état final. L'examen des cartographies ci-dessus peut-être avantageusement complété par l'examen des profils en profondeur afin d'apprécier les gradients au cours du lasage et après refroidissement.

IV.3.2.3 Profils de températures et de contraintes selon la profondeur Z

Les profils en profondeur correspondant aux trois points définis dans la Figure IV-45 ci-dessus sont exposés respectivement dans les Figure IV-49, Figure IV-50 et Figure IV-51. Sur ces figures la zone fondue puis solidifiée est représentée en rouge tandis que la zone relative au pseudo-dépôt est en bleu. On s'intéresse à toutes les composantes σ_{ij} des contraintes.

IV.3.2.3.1 Profil au point 1 centré sur ¼ de drap

La Figure IV-49 correspond au profil réalisé au point 1. En plus des profils aux temps longs correspondant à la fin du lasage et au repos, des profils sont choisis pour 3,34 ms, 3,76 ms et 5,0 ms pour correspondre respectivement au début, à ¼ de la durée et à la fin du deuxième trait. Sur les différents profils en profondeur au point 1, on constate que la température évolue rapidement avec le passage du laser. Ainsi, au moment où la source se situe au-dessus du profil 1 (3,76 ms), les éléments en surface sont à la température de fusion, mais les éléments sous-jacents ont une température qui décroît rapidement spatialement. Ces gradients de température importants sont bien à l'origine de la formation des contraintes en traction dans la zone fondue et de contraintes en compression en dessous pendant le lasage. Au repos, cela se traduit par un profil avec un passage traction-compression à partir de la zone fondue en surface puis un étalement de la compression plus en profondeur avec un niveau de compression assez faible au niveau de l'interface. Des contraintes σ_{33} hors-plan et des gradients associés pendant le lasage sont calculés mais le niveau résiduel est toujours faible le long du profil. De même, les contraintes de cisaillement σ_{12} , σ_{23} et σ_{31} sont négligeables. Si les contraintes au moment du passage du laser semblent élevées et avec de fort gradient, il faut prendre en compte le fait que la matière est à haute température et qu'elle a la capacité de se déformer pour accommoder ces contraintes. Une autre façon d'accommoder est de générer de l'endommagement local. Les contraintes résiduelles à l'état final sont importantes car elles vont influencer sur d'éventuels phénomènes de fissuration post-lasage. Ici ce sont donc les contraintes en traction σ_{11} et σ_{22} présentes dans la zone fondue et dans le dépôt à la frontière de cette zone fondue qui vont favoriser le plus le risque de fissuration avec notamment la propagation de fissures parallèles à l'interface en mode II et mode III, mais aussi possiblement la formation de fissures dans la zone fondue.

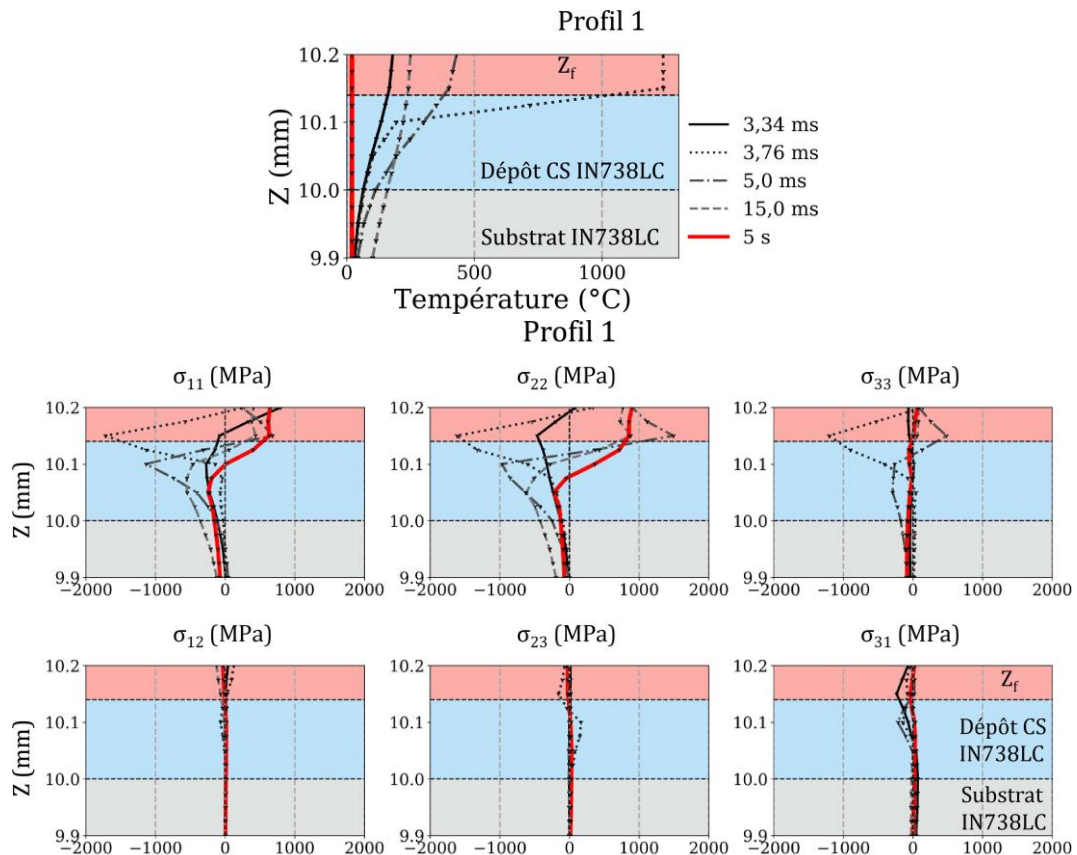


Figure IV-49. Températures et contraintes du profil 1, dépôt CS IN738LC/IN738LC, laser E₂

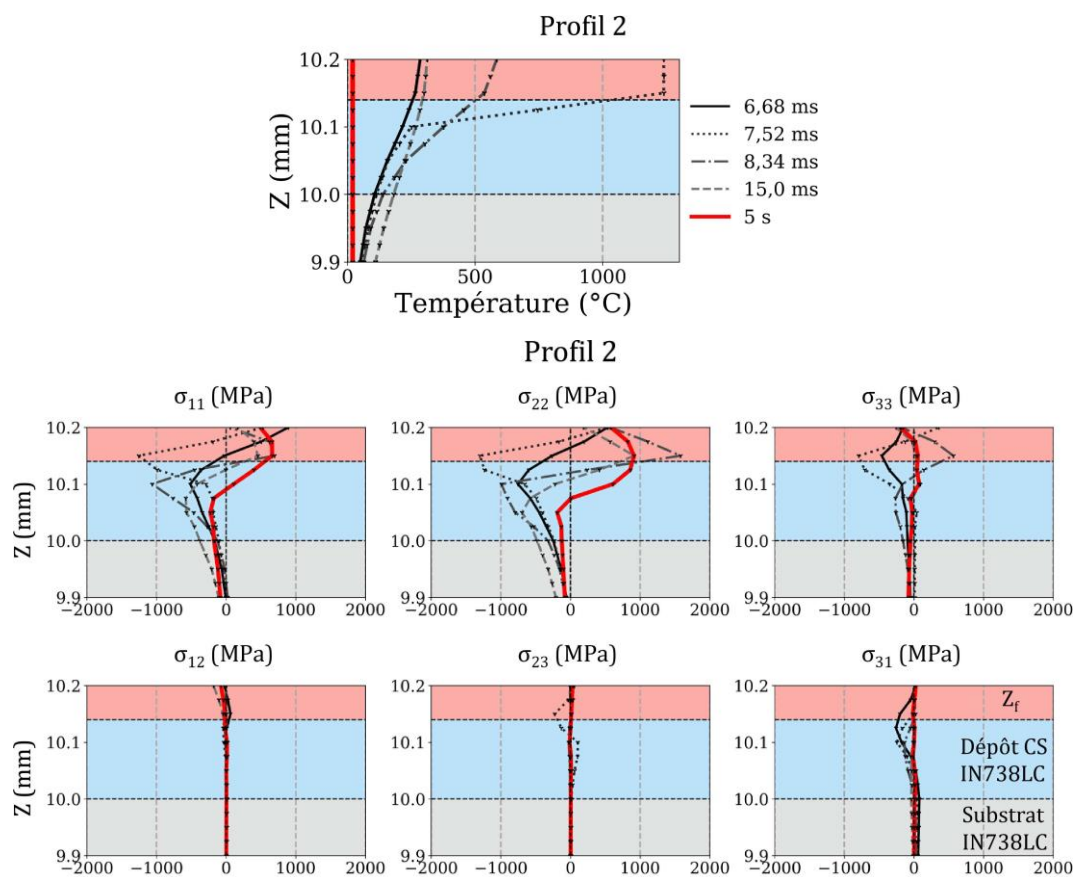


Figure IV-50. Contraintes du profil 2, dépôt CS IN738LC/IN738LC, conditions laser E₂

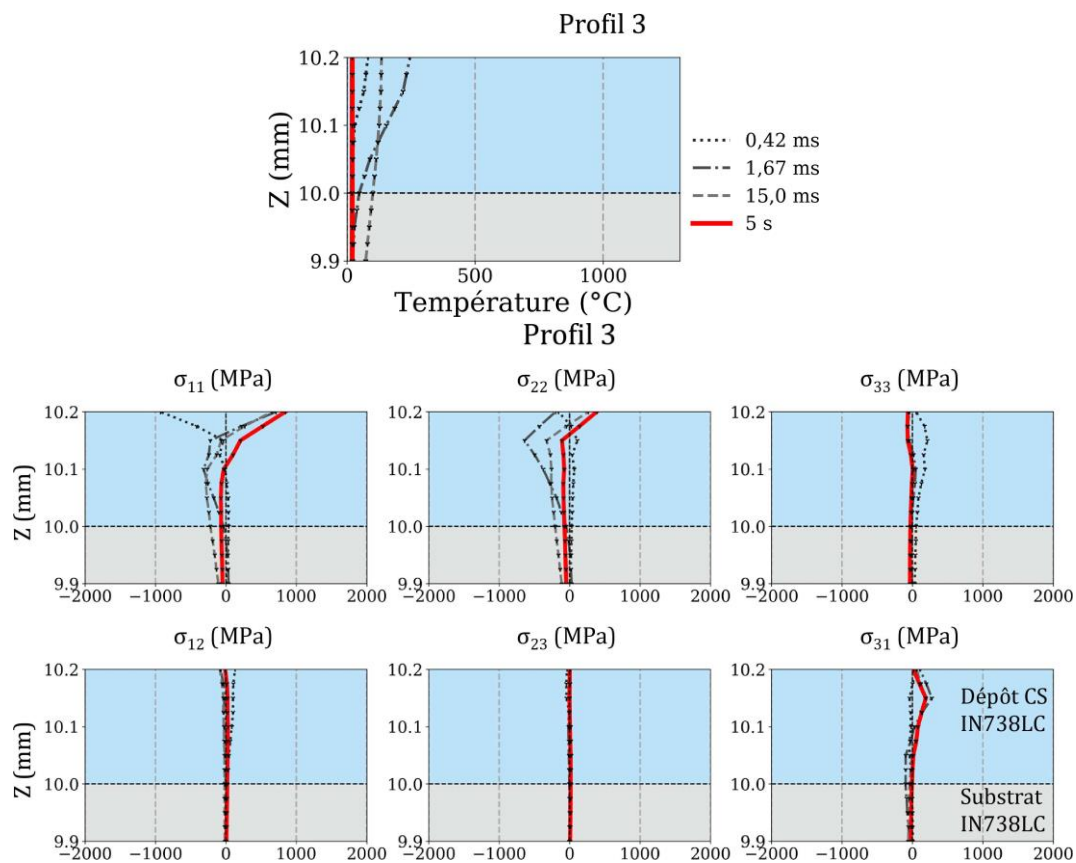


Figure IV-51. Contraintes du profil 3, dépôt CS IN738LC/IN738LC, conditions laser E₂

IV.3.2.3.2 Profil au point 2 centré sur le drap

La Figure IV-50 correspond au profil de températures et contraintes réalisés au point 2 (cf. Figure IV-45). Les profils sont représentés pour cinq pas de temps, 6,68 ms, 7,52 ms et 5,0 ms pour correspondre respectivement au début, à ½ de la durée (passage du laser) et à la fin du troisième trait laser et les temps finaux à 15 ms (fin de lasage) et 5 s (repos). Les températures et les contraintes au centre du drap présentent la même phénoménologie et le même comportement que celles du profil 1. Au moment du passage du laser se développent des contraintes en compression dans la zone fondue qui se convertissent en traction avec le refroidissement et à la solidification. Dans la zone théorique de dépôt se développent comme dans le profil 1 des contraintes σ_{11} et σ_{22} en traction qui peuvent favoriser la propagation des fissures, puis un passage traction-compression. Au niveau de l'interface les contraintes sont en compression tout au long du processus et à l'état final. Les contraintes en cisaillement sont négligeables.

IV.3.2.3.3 Profil au point 3 à proximité du drap

La Figure IV-51 ci-dessus correspond aux profils réalisés au point 3 (cf. Figure IV-45). Les profils sont représentés pour quatre pas de temps, 0,42 ms et 1,67 ms pour correspondre respectivement au passage du laser à proximité puis à la fin du premier trait laser et toujours à 15 ms et 5 s finalement. La température est toujours assez faible dans le profil 3, inférieure à 300°C. Malgré ces températures moins élevées, des gradients de contraintes (traction/compression) existent en cours de lasage et finalement, le bord non fondu est donc soumis à de la traction résiduelle à proximité du drap dans une zone où des fissures verticales ouvertes sont observées (ouverture selon σ_{11} et σ_{22}). Au niveau de l'interface théorique (profondeur 200 μm) les contraintes en compression sont très faibles et les autres contraintes en cisaillement sont encore une fois négligeables au même titre que σ_{33} .

IV.3.2.4 Synthèse

L'exposition de l'ensemble des composantes des contraintes conduit à constater que les contraintes en cisaillement, σ_{12} , σ_{23} et σ_{31} sont très faibles et ne semblent pas constituer un facteur clé de l'analyse. Elles ne seront pas présentées dans la suite.

Le refroidissement est rapide, ainsi au sein de la zone fondue, qui est portée à 1512 K (1239°C) au passage du laser et se trouve dès la fin du trait entre 500 et 600°C (profil 2). Dans la zone fondue des profils 1 et 2, des contraintes en traction se forment au cours du refroidissement, avec un gradient maximum de -1 000 MPa à +1 600 MPa pour σ_{22} . Ce gradient est très élevé au regard des propriétés des matériaux avec un R0 de 750 MPa. Cela est dû au modèle de plasticité qui utilise un critère de Von Mises ne prenant pas en compte la partie hydrostatique des contraintes, or, cette pression hydrostatique est ici fortement présente dans la zone fondue. Il faut ainsi être prudent quant au niveau des contraintes. Cependant, il reste intéressant d'interpréter le positionnement de ces gradients et de comparer entre eux les différents cas. Si l'on peut donc douter des valeurs de ces contraintes, on voit cependant la sévérité du gradient en cours de lasage même s'il devient moins prononcé et s'étale au cours du refroidissement. Ces gradients peuvent conduire à la formation et à la propagation de fissures au niveau de l'interface entre la zone fondue et le reste du « dépôt ». Du fait de l'étalement du gradient au cours du refroidissement des contraintes en traction (σ_{11} et σ_{22}) sont aussi présentes résiduellement dans la zone non fondue et peuvent aussi engendrer ou favoriser de la fissuration dans ces zones et plus probablement dans la zone de passage traction-compression si le gradient est prononcé. A contrario, la formation de contraintes en compression peut être bénéfique en limitant la propagation ou la formation de fissure dans la

zone interfaciale de ce cas homogène qui traite d'une zone fondue petite par rapport à l'épaisseur de « dépôt ».

Cette analyse complète d'un premier cas permet de comprendre l'évolution des températures et des contraintes au cours du procédé de fusion avec le déplacement d'un bain liquide pour un cas de référence s'apparentant au traitement d'un substrat massif en IN738LC. Il s'agit dans la suite de cette partie d'évaluer l'impact des conditions laser (représentées par les dimensions de la zone fondue), du changement de substrat par un substrat acier et de l'épaisseur du dépôt IN738LC.

IV.3.3 Cas d'assemblages AISI304/IN738LC

IV.3.3.1 Influence des conditions laser pour dépôts IN738LC (cas 1, cas 3)

L'influence des conditions laser (E_2 et E_3) sur la distribution des températures et des contraintes est abordée dans le cas d'un dépôt IN738LC de 200 μm sur substrat AISI 304 par rapport au cas fictif de référence d'un substrat massif. Le choix des conditions laser différentes permet d'aborder le cas 1 avec le laser E_2 pour un rapport $H_{ZR}/H_d = 0,3$, et le cas 3 pour les conditions laser E_3 , et $H_{ZR}/H_d = 0,95$. Ce second cas correspond à la fusion presque complète du dépôt. La Figure IV-52 montre l'évolution des profils de température en profondeur au point 2 (milieu du drap) pour différents temps choisis comme précédemment (cf. IV.3.2.3.2) et pour les quatre cas considérés (deux conditions laser et des deux natures de substrat).

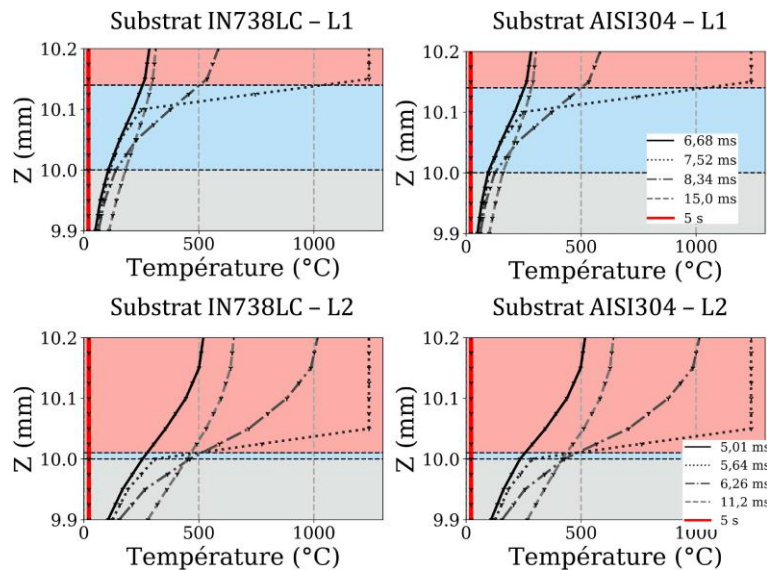


Figure IV-52. Température du profil 2 en fonction du temps, du substrat et des conditions laser

Avec le substrat acier on remarque que les profils de température en profondeur sont très similaires pour les deux cas de substrat avec un très faible écart en faveur du substrat acier (légèrement moins chaud près de l'interface en conditions E_3) dont la diffusivité thermique est autour de $3,77 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ alors que l'IN738LC est à $2,64 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Il est donc difficile de différencier les différents cas d'un point de vue thermique. De plus, les mêmes dimensions de la zone fondue sont utilisées dans les deux cas, car aucune expérience n'a été menée sur des dépôts d'IN738LC sur substrat d'IN738LC. On a ainsi mesuré expérimentalement par exemple des différences entre les bains de fusion sur les dépôts sur substrat base aluminium et sur substrat acier. Pour avoir un effet complet du choix du substrat sur le champ thermique, il faudrait avoir

ces informations. Comme attendu, les conditions laser exercent une influence majeure sur ces profils avec des bains de fusion de 60 μm et de 190 μm . Notamment à l'interface substrat/dépôt dont l'étude approfondie est proposée dans la Figure IV-53. Cette figure rassemble les profils de température calculée le long de l'interface selon le plan transversal médian du drap pour différents temps et uniquement pour le cas du dépôt AISI304/IN738LC avec les deux conditions laser E_2 et E_3 .

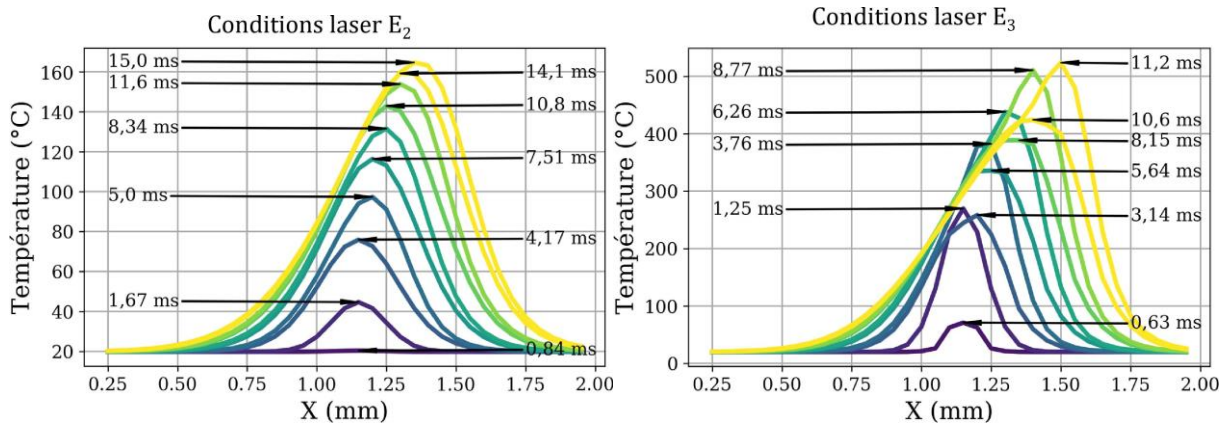


Figure IV-53. Profils de température selon l'interface AISI304/IN738LC à mi-drap (plan XZ) selon les conditions laser

Tout d'abord, on constate une augmentation et un étalement de la température de l'interface avec le temps et les passages successifs du laser. Le maximum de température se décale vers les X positifs ce qui correspond là aussi au déplacement du laser. Compte tenu des différences de profondeur de zone fondue, le niveau maximum atteint diffère naturellement entre E_2 et E_3 . De plus, si la température au niveau de l'interface augmente et s'étalement continuent au fur et à mesure des passages du laser pour la condition E_2 , on peut voir que pour la condition E_3 , la température maximale augmente au cours du temps mais on observe une succession de chauffages-refroidissements cycliques. En effet comme la zone fondue est aussi plus large que pour les conditions E_2 , ces effets d'oscillation de température interviennent au niveau de l'interface substrat-dépôt. Cela se traduit au global par une température maximale de 160 °C avec E_2 et plus de 500 °C pour E_3 . Dans le cas du substrat acier, celui-ci est préservé mais dans le cas d'un substrat 2017A cela pourrait approcher la fusion de l'interface avec le substrat. En présence d'un matériau homogène ou compatible, cette fusion pourrait aussi permettre de renforcer l'interface. Ces phénomènes thermiques ont été observés expérimentalement dans le cas du 2017A sur des dépôts les plus fins (gamme 100) dans la partie IV.1.2.2.1.

Sur la base de ces champs de température établis pour deux natures de substrat et deux conditions laser E_2 et E_3 , les profils de contraintes en profondeur à mi-drap correspondants sont fournis pour différents temps dans la Figure IV-54 et la Figure IV-55 pour les conditions E_2 et E_3 .

L'application du laser conduit toujours là aussi à des contraintes σ_{11} et σ_{22} en traction au sein de la zone fondue et un passage traction-compression au-dessous dans le dépôt. La nature du substrat et les écarts dilatométriques substrat/dépôt modifient le profil de contraintes pour les conditions laser E_2 , conduisant à un passage compression-traction proche de l'interface substrat/dépôt dans le cas du substrat acier (surtout σ_{22}) dans une zone qui n'a pas été refondue (cas 1) et qui peut être sujette au délaminage. Ceci montre que malgré l'éloignement de la zone fondue, la nature du substrat peut affecter l'allure du profil de contraintes à l'interface. Dans le cas

présent, ces profils avec des changements de signe de contraintes résiduelles vers l'interface substrat-dépôt sont peu prononcés par rapport au niveau de traction généré sous la zone fondue.

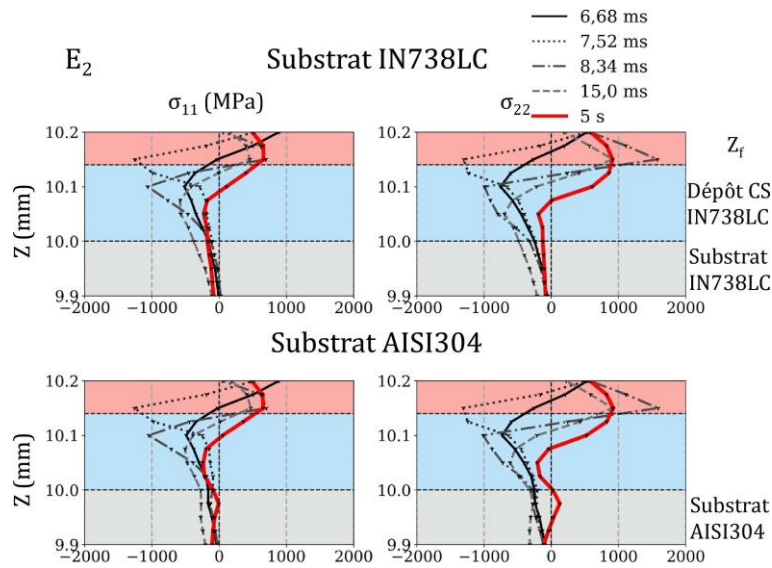


Figure IV-54. Contraintes en fonction du temps et du substrat (conditions laser E_2)

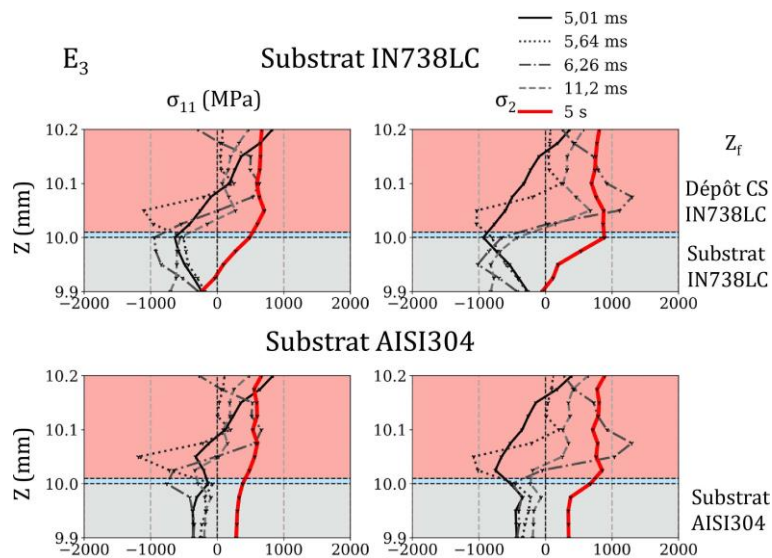


Figure IV-55. Contraintes en fonction du temps et du substrat (laser E_3)

Avec les conditions E_3 , la profondeur de la zone fondue est quasiment égale à l'épaisseur de dépôt (cas 3), ainsi les contraintes en traction sous la zone fondue sont largement présentes au niveau de l'interface et au-delà dans le substrat après refroidissement tandis que pendant le processus l'interface est soumise à un gradient traction-compression à l'endroit de cette interface. En revanche, au repos, on note que la profondeur de la zone de traction dans la zone fondue et au-delà de l'interface est beaucoup plus profonde dans le cas du substrat acier. Dans ce cas même, le profil calculé ne permet pas d'estimer cette profondeur tandis que pour le cas massif il est situé à environ 100 μm en dessous de la zone fondue. Avec ces calculs, on montre l'influence du substrat sur la distribution des contraintes résiduelles même si les champs thermiques sont peu différents.

IV.3.3.2 Influence de l'épaisseur du dépôt IN738LC (cas 1, 2 et 3)

L'influence de l'épaisseur des dépôts CS est explorée ici en comparant une même condition laser (E_2) et un substrat d'AISI304 les évolutions de températures et de contraintes dans des dépôts de 200, 300 et 700 μm . L'application du drap en condition L_2 conduit à une zone fondue de 190 μm . Pour un dépôt de 200 μm , cela conduit à un rapport H_{ZR}/H_d de 0,95 (cas 3), pour un dépôt de 300 μm , ce rapport est de 0,63 (cas 2), et pour un dépôt de 700 μm , ce rapport est de 0,3 (cas 1). La Figure IV-56 montre l'évolution des profils de température en profondeur au point 2 (milieu du drap) pour différents temps choisis comme précédemment.

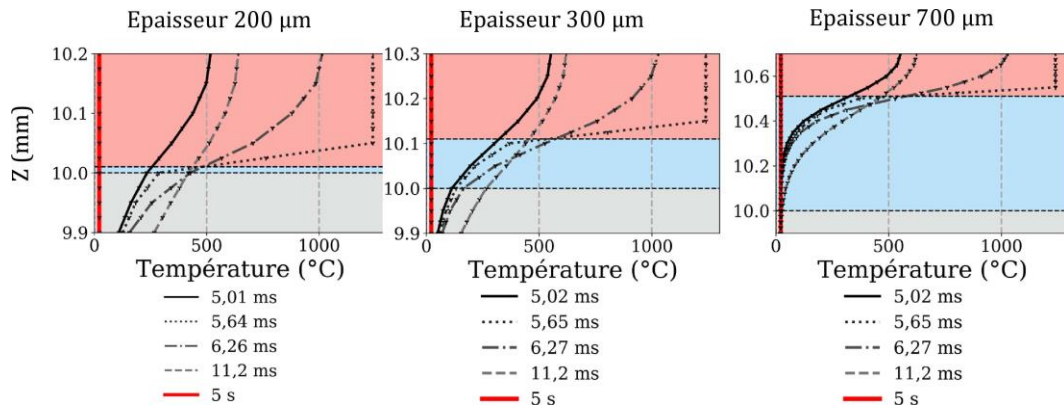


Figure IV-56. Température du profil 2 en fonction de l'épaisseur des dépôts

La température dans la zone fondue atteint la température de fusion et décroît rapidement après le passage du laser et en dessous de cette zone. La température au niveau de l'interface diminue notablement avec l'augmentation de l'épaisseur des dépôts. Pour approfondir ces analyses, la Figure IV-57 reprend les profils de température calculés le long de l'interface.

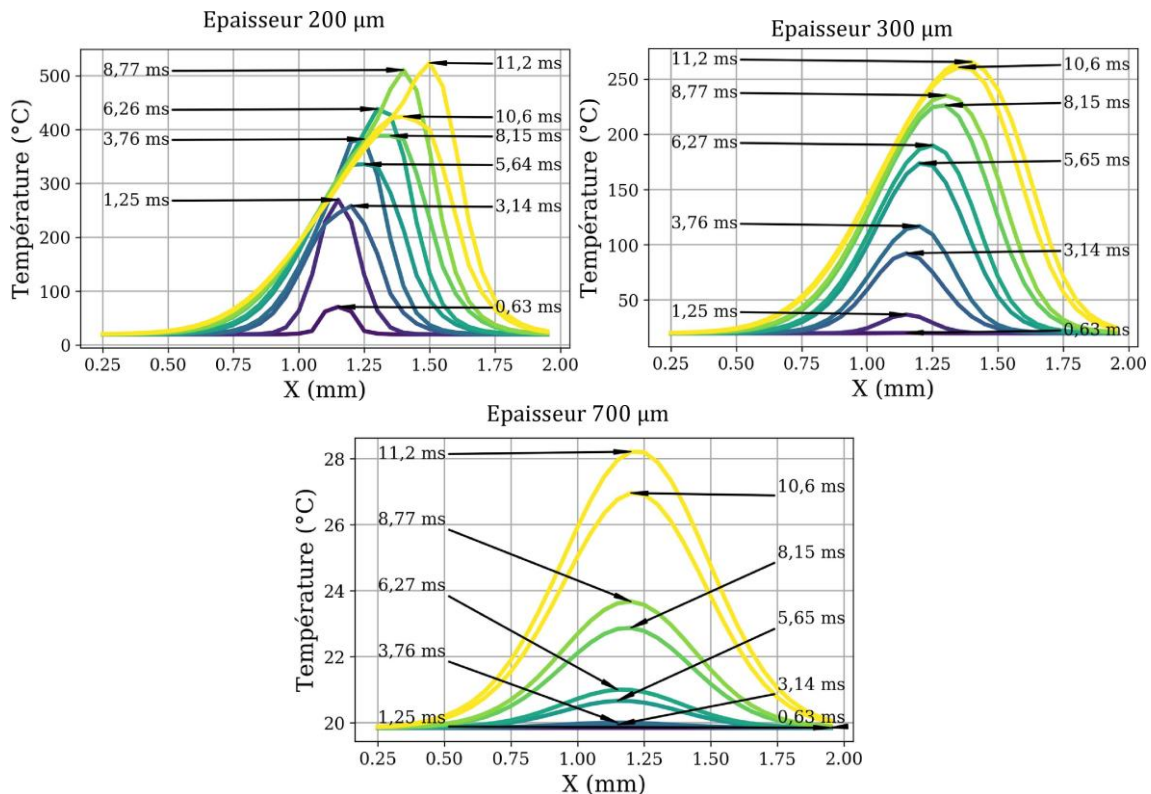


Figure IV-57. Profil de température selon l'interface AISI304/IN738LC à mi-drap (plan XZ), 3 ép.

La température au niveau de l'interface augmente bien au fur et à mesure des passages du laser, régulièrement pour les dépôts de 300 et 700 μm et avec une oscillation pour le dépôt de 200 μm dont l'interface peut atteindre plus de 500°C. Avec un dépôt plus épais, dès 300 μm , la température maximale atteinte à l'interface devient nettement inférieure à 280°C, ce qui permettrait d'envisager plus favorablement un substrat base aluminium. Pour le dépôt de 700 μm , l'interface reste « froide » avec une température maximum de 28°C.

Sur la base de ces champs de température établis pour trois épaisseurs de dépôts en condition E₂, la comparaison des profils de contraintes en profondeur à mi-drap correspondants est effectuée dans la Figure IV-58.

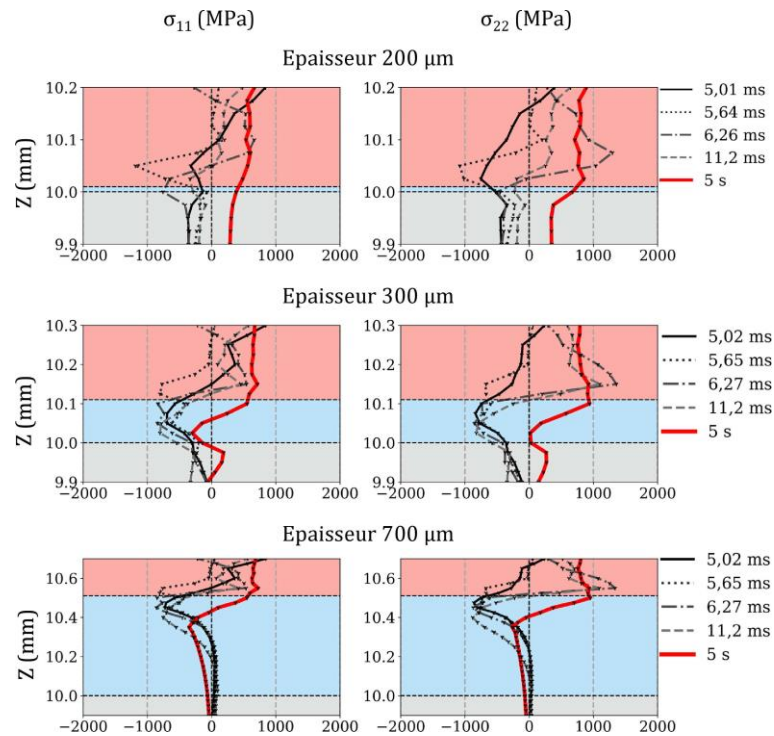


Figure IV-58. Contraintes en fonction du temps et de l'épaisseur des dépôts

Dans le cas du dépôt fin de 200 μm d'épaisseur presque complètement fondu, on retrouve les profils déjà discutés précédemment avec des gradients importants traction-compression en cours de lasage et une zone en traction très étendue au-delà de l'interface. L'utilisation d'un dépôt un peu plus épais de 300 μm , modifie significativement l'allure des profils en dessous la zone fondue et au niveau de l'interface. On observe avec une transition traction-compression ou traction-contrainte nulle respectivement pour σ_{11} et σ_{22} puis le substrat est à nouveau en traction près de l'interface dans le système au repos. Le dépôt à 700 μm est suffisamment épais pour que le profil des contraintes soit stabilisé au niveau de l'interface. Au niveau des contraintes résiduelles, le profil de traction dans la zone fondue mène ensuite à une transition traction-compression dans le dépôt à environ 400 μm de l'interface. Au-delà de ces 400 μm , le dépôt est soumis à de la compression avec une atténuation jusque l'interface. A partir de ces calculs, on montre que l'influence de l'épaisseur est très importante et peut conduire à des états de contraintes très différents au sein du dépôt non fondu et au niveau de l'interface.

IV.3.4 Synthèse

La modélisation de la fusion laser en condition L-PBF sans apport de matière d'un dépôt CS permet d'accéder aux champs de températures et de contraintes transitoires et résiduelles dans les assemblages substrats/dépôts. Dans notre cas, on passe par des mesures sur cordons afin d'évaluer un terme source mobile à la température de l'alliage fondu. Au regard de ces résultats, plusieurs problématiques sont mises en avant.

Tout d'abord l'analyse de la température a montré que les gradients thermiques calculés sont très marqués spatialement ce qui permet de mettre en évidence des contraintes élevées (jusque de -1000 MPa à 1600 MPa) et des gradients de contraintes prononcés avec toujours une zone de traction résiduelle dans la zone fondue puis des transitions traction-compression plus ou moins étalées et marquées dans la pièce au repos. Selon que la traction ou ces transitions se trouvent dans le dépôt non fondu ou au niveau de l'interface cela peut entraîner une réponse différente en termes d'endommagement. Ainsi, pour le cas d'une zone fondue dont la profondeur est proche de celle du dépôt (10 μm), l'interface peut atteindre 500°C ce qui peut compromettre l'adhérence et la composition du dépôt en cas de fusion avec le substrat. De plus, avec un cas 3 comme celui-ci les contraintes (σ_{11} et σ_{22}) sont nécessairement en traction au niveau de l'interface, ce qui peut entraîner un délaminage. Dans les autres cas 1 et 2, avec des conditions laser moins énergétiques ou une épaisseur de dépôt plus importante, l'interface est maintenue à des températures inférieures à 300°C. De plus, les contraintes en traction sont majoritairement dans le dépôt, à la frontière avec la zone fondue et en dessous de cette zone avec des transitions traction-compression, ce qui peut favoriser la formation et la propagation de fissures parallèles à l'interface, cette fois-ci dans le dépôt. Le cas d'un substrat en AISI304 semble favoriser la formation de gradient de contraintes à l'interface substrat/dépôt en raison des différences de propriétés thermiques et mécaniques par rapport à un massif d'IN738L. Il est probable que le cas d'un substrat base aluminium accentue ces effets de gradients. Pour le cas d'un dépôt à 700 μm , il semble que l'interface soit très peu sollicitée mécaniquement.

Ces calculs ne préfigurent pas une fusion avec des surfaces très grandes ou avec apport de matière mais ils permettent de cerner mieux les aspects dimensionnels et d'énergie laser. Ainsi, les draps E_2 sur les dépôts MP-I-He-300, et les draps E_2 et E_3 sur les dépôts de la gamme 700 présentent effectivement des fissures sous la zone fondue, parallèles à l'interface. L'initiation et la propagation de ces fissures semblent donc favorisées par les contraintes générées pendant le procédé et au refroidissement. Expérimentalement, on retrouve aussi des fissures à l'interface pour des draps E_1 sur le dépôt MP-I-100, qui correspondent au cas 2 avec une zone fondue de taille importante par rapport au dépôt. Dans ce cas, l'effet du substrat doit favoriser la propagation des fissures. En revanche, on constate que pour le cas 3, lorsque le bain est très proche de l'interface avec des zones de fusion (conditions E_2 sur les dépôts MP-I-100 et MP-A-100), aucune fissure ne se propage à ce niveau. De plus, alors qu'on peut imaginer une sollicitation encore plus importante de l'interface substrat/dépôt pour le dépôt MP-A-100, l'ancrage des particules et la refusion de l'interface limite la fissuration pour le draps E_1 . Ainsi, certains éléments comme d'adhérence des dépôts et les effets de refusion nécessitent une interprétation fine des résultats de calculs. Les contraintes résiduelles initiales en compression ne sont par ailleurs pas incluses dans le modèle et elles pourraient avoir un rôle favorable dans la zone non fondue.

Pour poursuivre ces analyses et en tirer des informations quantitatives plus fiables des contraintes, il faudrait apprécier mieux les propriétés mécaniques en traction à différentes températures des dépôts CS afin d'affiner le comportement mécanique de ces dépôts qui est

différent de celui d'un matériau massif. Ce type de campagne requiert l'usinage de mini-éprouvettes de traction qui pourraient être prélevées dans les dépôts les plus épais ($> 700 \mu\text{m}$) qui n'étaient pas disponibles suffisamment tôt au cours de l'étude pour envisager cette campagne de caractérisation qu'il aurait fallu également mener sur échantillon traités thermiquement. Une fois ces données obtenues, une étude de la convergence en maillage du calcul permettrait de renforcer la validité de ces résultats numériques, et des calculs sur la géométrie complète du drap ($5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$) pourraient renforcer la validité de ces résultats numériques. Les dimensions des éléments sont en effet assez grandes par rapport à celle de la zone fondue (zone fondue de $60 \mu\text{m}$ pour des éléments de $50 \mu\text{m}$).

IV.4 Conclusion

L'étude des cordons sur des dépôts d'IN738LC (MP-100, MP-I-He-200, MP-He-300) et de Ni (MP-Ni-700) a permis d'explorer les conditions de fabrication laser afin de déterminer l'évolution de la morphologie des cordons (H_{ZR} et e_{app}) et des défauts en fonction de la vitesse du laser et de sa puissance. Ainsi, il est préférable pour une bonne stabilité de privilégier des conditions de fabrication avec une vitesse entre 600 mm/s et 800 mm/s et des énergies linéiques entre 0,2 et 0,4 J/mm. De plus, des fissures sont présentes dans les cordons de fusion sur les dépôts de la gamme 100 sur substrat 2017A. Ces fissures se retrouvent dans les draps sur le même type de dépôt. Elles proviennent d'une modification de la composition chimique du matériau par la refusion du substrat et la diffusion des éléments entre le substrat et la zone fondue. Les cordons et draps sur les dépôts de Ni sont généralement moins profonds que leurs équivalents sur dépôts d'IN738LC. La forte rugosité de ces dépôts peut constituer un facteur générant ces faibles profondeurs en raison des instabilités de la fusion superficielle. Les morphologies de ces cordons permettent de prévoir les écarts vecteurs pour les draps de fusion, ainsi que d'utiliser H_{ZR} et e_{app} pour modéliser la source de chaleur pour le calcul.

La fusion des draps, conduit à une diminution de la rugosité en surface d'autant plus importante que l'énergie linéique apportée est grande, lorsque le taux de recouvrement est suffisant. On retrouve dans le cas MP-A-100 des fissures dans la zone fondue qui ne se retrouvent pas dans les autres cas de draps. La fusion des draps pour le cas 1 (fusion superficielle) peut conduire à la formation de fissures parallèles à l'interface sous les draps et verticales au niveau des bords des draps. Ces fissures sont explicitées par le calcul. En effet, c'est dans ces zones qu'on observe des contraintes en traction et des transitions traction-compression qui doivent favoriser la formation et la propagation de fissures. La propagation de ces fissures dépend aussi des propriétés initiales des dépôts, avec un chemin de fissure favorisée par les décohésions entre particules en conditions MP et une meilleure résistance des dépôts HP plus cohésifs. On observe expérimentalement des jonctions entre les fissures sous la zone fondue et autour du drap qui pourraient à terme favoriser un détachement.

Pour les draps dans le cas 2 (fusion environ à mi-dépôt), on retrouve ces zones de traction-compression dans le dépôt. Cependant, on a mis en évidence l'influence du substrat avec une zone en compression-traction à l'interface. Cet effet est avéré expérimentalement pour les dépôts sur substrat AISI304 (cas MP-I-100 et conditions E_1) qui présentent des fissures interfaciales. Le drap sur dépôts MP-A-100 équivalent devrait théoriquement présenter aussi cette zone de contrainte favorisant le délaminage. Cependant, les propriétés d'adhérence viennent contrebalancer ce phénomène avec dans notre cas un ancrage des particules plus important pour le substrat 2017A.

Les draps dans le cas 3 (fusion presque complète du dépôt) présentent nécessairement des contraintes en traction au niveau de l'interface, ce qui peut favoriser un délaminage, mais cela n'est pas observé expérimentalement. Cela est dû notamment à la présence de zones de refusion de l'interface qui renforcent l'adhésion du dépôt, mais peuvent conduire à une modification de la composition chimique dans la zone fondue. On privilégiera dans la suite de l'étude des dépôts n'appartenant pas à la gamme 100 pour éviter ces phénomènes et conserver une composition homogène des pièces produites. Il faudra vérifier la présence ou non d'un délaminage dans le cas de dépôts de la gamme 200 avec une zone refondue quasiment égale à l'épaisseur de dépôt mais sans fusion de l'interface. Ce cas est étudié dans le Chapitre V.

Au regard des résultats présentés dans ce chapitre, il convient par la suite de privilégier des dépôts d'au moins 200 μm pour éviter la refusion du substrat et une modification des compositions chimiques. De plus, il semblerait que les conditions de projection optimales sont les conditions HP et MP-I-Ni, car ce sont ces conditions qui présentent le moins de défauts après l'application du laser. Ainsi, le chapitre V consiste à mettre en œuvre des draps et pièces avec ajout de poudre sur des plateaux en acier représentatifs des plateaux usuels de fabrication, revêtus en conditions HP (gamme 200 et 300), ainsi que des échantillons parallélépipédiques pour les conditions HP-700 dans les deux cas de substrat, ainsi que pour des dépôts de nickel en condition MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500. Il s'agira d'approfondir l'étude des effets thermiques sur le chaînage de ces deux procédés avec la montée en épaisseur par le procédé L-PBF, avec une étude principalement centrée sur l'évolution de la fissuration.

Chapitre V. Réalisation du chaînage CS/L-PBF dans le cas de dépôts base Ni

Introduction

Le travail de thèse a consisté jusqu'alors à produire et caractériser des dépôts CSd'IN738LC et de Ni aux propriétés variées (épaisseur, microstructure, dureté et écrouissage, contraintes résiduelles). Puis, parmi ces dépôts appartenant aux gammes d'épaisseur de 100 à 1500 μm obtenus sur deux dispositifs MP et HP et pour deux substrats différents (2017A et AISI304), certains sont soumis à la fusion sans apport de matière sous forme de cordons (1D) et de draps (2D). Il s'agissait d'affiner le choix des paramètres laser en conditions L-PBF et d'examiner la stabilité, la profondeur affectée et les évolutions de microstructure et des défauts, notamment la fissuration dans les dépôts sous-jacents. Une modélisation 3D a été développée pour expliciter les champs de température et les positions des zones les plus fortement contraintes selon les cas d'épaisseur sélectionnés et pour l'assemblage acier/IN738LC (CS).

Dans ce Chapitre V, on aborde de manière complémentaire au chapitre précédent la réalisation expérimentale du chaînage CS-L-PBF par la fabrication de draps multicouches sur des dépôts CS d'IN738LC et de Ni en présence du lit de poudre IN738LC (cf. Figure V-1). Dans le cadre de ce travail exploratoire, il est important d'évaluer le comportement des dépôts base nickel en conditions de fabrication dont on a montré qu'ils pouvaient fissurer lors du lasage sans apport de matière. Cette confrontation au chaînage complet est une étape importante pour poser les enjeux d'optimisation tant du point de vue des dépôts CS que des conditions laser dans le cas de matériaux réputés difficilement projetable et lasable.

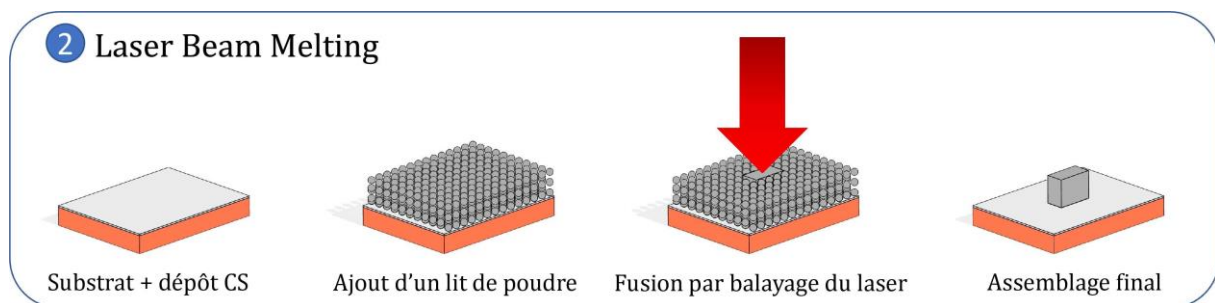


Figure V-1. Chaînage des procédés CS puis L-PBF

Pour la réalisation du chaînage de ces deux procédés, des plateaux usuels de construction L-PBF sont revêtus d'un dépôt CS d'IN738LC pour s'approcher du cas réel de fabrication. Ces plateaux sous forme de disque sont en AISI304 avec un diamètre de 100 mm et une épaisseur de 13-20 mm. Les dépôts d'IN738LC sont obtenus avec l'installation HP pour favoriser des dépôts plus denses et plus reproductibles (moins sensibles au bouchage de buse), qui permettent aussi de choisir différentes gammes d'épaisseur et qui sont les plus prometteurs lors d'une fusion sans apport de matière. En revanche, le cas d'un plateau L-PBF en acier est privilégié pour cette première réalisation concrète car il s'agit de plateaux assez usuels en LPBF et dont la rigidité et l'échauffement en cours de L-PBF sont déjà éprouvés. Le cas intéressant de plateaux L-PBF en base aluminium pour lequel on a montré une meilleure tenue de l'interface comme substrat n'est

abordé que par le biais des échantillons parallélépipédiques. Le choix de plateaux acier à revêtir doit aussi permettre d'ouvrir plus facilement sur des post-traitements au-dessus de 500°C. Après avoir explicités les choix de dépôts à laser et les choix des paramètres de fabrication L-PBF, on compare des cas de fabrication LPBF pour des draps multi-couches afin d'apprécier les premières étapes de fabrication avec un nombre croissant de couches (de 1 à 10 couches). Sur cette base, on s'intéresse spécifiquement aux influences de l'épaisseur de dépôt, des paramètres laser, de la nature du substrat ou de la nature du dépôt sur les évolutions du comportement du dépôt notamment entre la zone fondue et les dépôts CS sous-jacents avec un regard prioritaire sur la fissuration qui est l'enjeu majeur du chaînage étudié.

V.1 Expériences de chaînage CS-L-PBF

V.1.1 Choix des dépôts CS et des paramètres de fabrication

Des plateaux de diamètre 100 mm sont revêtus de dépôts d'IN738LC pour former les cas HP-I-200 et HP-I-300, tandis que les cas de dépôts HP-I-700, HP-A-700, MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500 sont issus des échantillons parallélépipédiques. Aucun dépôt d'IN738LC en condition MP n'est utilisé afin de privilégier les dépôts au meilleur potentiel pour une première tentative de chaînage. En revanche, le cas d'échantillons de dépôts de nickel concerne ces conditions MP sur substrat acier pour deux épaisseurs : MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500. L'ensemble de ces cas permet de balayer quatre épaisseurs, deux types de substrats et deux dispositifs CS et le cas d'un plateau réel revêtu pour lequel il a fallu obtenir une couche homogène et adhérente d'un dépôt de superalliage sur 80 cm² environ. Deux conditions laser issues des cas précédents ont été choisies : E_2 : 0,2 J/mm, V_0 = 600 mm/s et P_0 = 120 W et E_3 : 0,4 J/mm, V_0 = 800 mm/s et P_0 = 320 W. Avec les conditions laser E_2 , on souhaite un niveau d'énergie limité pour avoir accès à un cas où le risque de fissuration est réduit avec des bains de fusion de taille limitée. En revanche, les conditions laser E_3 sont plus représentatives de conditions réelles de fabrication L-PBF. Les grandes dimensions des plateaux ont permis de tester conjointement différentes conditions de fabrication L-PBF. Sur ces plateaux sont réalisés des draps multi-couches distincts avec un nombre croissant de couches en conditions E_2 .

Pour l'obtention de draps, les écarts vecteurs sont posés à partir des mesures de largeur de cordons obtenus dans des conditions identiques ou approchantes pour un taux de recouvrement de 30 %. Pour ces expériences, trois coupes optiques étaient disponibles pour la mesure des largeurs de cordons à considérer ce qui améliore la robustesse du choix de cet écart vecteur et du taux de recouvrement choisi. L'épaisseur de couche est fixée à $\Delta Z_{piston} = 66 \mu m$. Cette valeur est calculée à partir de l'épaisseur $\Delta Z_{poudre} = 110 \mu m$ mis en œuvre par D. Grange, avec la formule $\Delta Z_{piston} = (1 - p) \times \Delta Z_{poudre}$, pour p la porosité du lit de poudre d'environ 40 % (Grange *et al.*, 2021). Cette hauteur de couche est plus grande que dans l'article de D. Grange (Grange *et al.*, 2020), mais elle est dans la gamme que l'on peut rencontrer dans la littérature, généralement entre 30 μm et 60 μm (cf. Tableau I-4).

Le Tableau V-1 résume les informations relatives aux expériences de fabrication L-PBF sur lit de poudre IN738LC de draps multi-couches sur échantillons ou plateaux revêtus par CS.

Tableau V-1. Conditions de fabrication L-PBF d'IN738LC sur dépôts CS d'IN738LC et Ni

	<i>Cordon modèle</i>	E_l (J/mm)	e_v (μm)	τ_R (%)	ΔZ_{piston} (μm)	<i>Nb couches</i>
<i>HP-I-200 (plateau)</i>	MP-I-He-200	0,2 (E_2)	77	30	66	1 à 10*
		0,4 (E_3)	101	-	-	1 et 10
<i>HP-I-300 (plateau)</i>	MP-I-He-300	0,2 (E_2)	89	-	-	1 à 10*
		0,4 (E_3)	109	-	-	1 et 10
<i>HP-I-700</i>	MP-I-He-300	0,2 (E_2)	89	-	-	1 et 10
<i>HP-A-700</i>	MP-A-He-300	0,2 (E_2)	83	-	-	1 et 10
<i>MP-I-Ni-700, MP-I-Ni-1500</i>	MP-I-Ni-700	0,2 (E_2)	50	-	-	1 et 10

*Pas de 1

Tous les draps mono- et multi-couches ont une dimension de 5 mm $\times$ 10 mm et fabriqués avec une stratégie unidirectionnelle, sans rotation entre les couches. Cette stratégie permet de s'approcher des conditions de la modélisation numérique, mais elle n'est pas la plus efficace pour réduire les gradients thermiques et la formation de contraintes dans les matériaux.

Sur la Figure V-2 on peut observer un plateau L-PBF AISI304/IN738LC (CS) représentatif d'une série de draps épais. On peut voir que ces draps d'épaisseur croissante sont manifestement l'objet d'un décollement avec l'augmentation du nombre de couches. Le décollement peut être renforcé par le rouleau de mise en couche et provoquer un risque de collision néfaste pour la machine, surtout pour des pièces au-delà de 10 couches. C'est pourquoi on s'est attaché surtout à examiner l'origine et la localisation de fissures avec des observations en vue de dessus et en coupe transverses et longitudinales en fonction d'un nombre croissant de couches. Cela concerne alors deux cas de plateaux revêtus CS. Pour les autres cas d'échantillons on a uniquement observé les cas 1 et 10 couches. L'ensemble de ces cas (cf. Tableau V-1) permettent d'évaluer l'influence de l'épaisseur de dépôt, des paramètres laser, de la nature du substrat ou de la nature du dépôt sur la réponse au L-PBF.

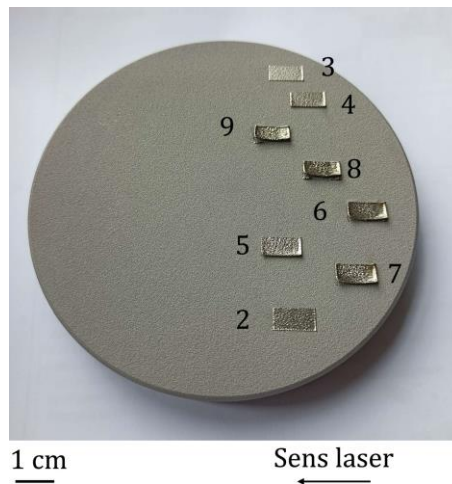


Figure V-2 : Vue d'ensemble d'un plateau L-PBF AISI304/IN338LC (CS) avec une série de draps multi-couches

V.1.2 Influence de l'épaisseur des dépôts sur la tenue en cours de fabrication des draps L-PBF

V.1.2.1 Cas des dépôts CS HP d'IN738LC sur substrat AISI304

Le cas des plateaux de fabrication revêtus concerne les dépôts HP-I-200 et HP-I-300 pour lesquels on réalise 10 draps de 1 à 10 couches avec E_2 (0,2 J/mm). La montée en épaisseur est mesurée sur chaque drap par profilométrie comme résumé dans le diagramme de la Figure V-3.

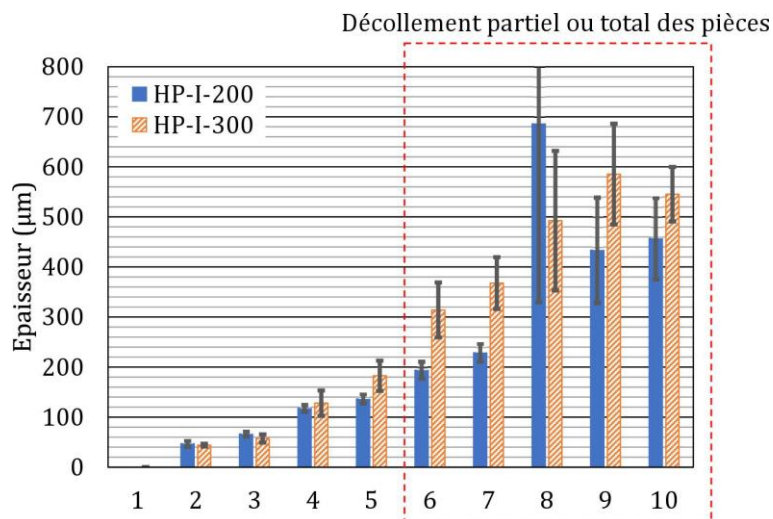


Figure V-3. Montée en épaisseur de draps L-PBF de 1 à 10 couches sur HP-I-200 et HP-I-300

L'épaisseur des draps augmente progressivement au cours des six premières couches, puis le drap commence à présenter des signes de décollements locaux puis de soulèvement progressif ou « curling » qui impacte la mesure d'épaisseur avec des incertitudes très élevées. L'augmentation de l'épaisseur mesurée au profilomètre est de 27-36 $\mu\text{m}/\text{couche}$ pour les 5 premières couches, ce qui donne une épaisseur de drap maximum d'environ 150 μm . Les draps prélevés par découpe EDM (Electrical Discharge Machining) des plateaux puis préparés pour la métallographie donnent un taux de croissance d'environ 35-38 $\mu\text{m}/\text{couche}$, toujours pour les 5 premières couches. Cette hauteur est plus faible que le lit de poudre et correspond au retrait de la densification de celui-ci. Le comportement de curling est le même pour les deux épaisseurs de dépôts analysées.

Il est possible de comparer les hauteurs de zone fondue pour les draps 1 couche en conditions E_2 et E_3 sur les dépôts HP-I-200 et HP-I-300, pour cela on considère ici la hauteur totale de la zone fondue, $H_{tot} = H_{ZR} + H_{app}$ (cf. Figure I-12). Pour le dépôt HP-I-200, on a ainsi respectivement 60 μm et 130 μm pour E_2 et E_3 . Pour HP-I-300, les valeurs sont un peu plus élevées avec respectivement 70 μm et 140 μm pour E_2 et E_3 . En conditions E_2 , les bains occupent moins de 30 % de la hauteur des dépôts, tandis que pour E_3 les draps 1 couche occupent plus de la moitié de la hauteur des dépôts.

Les morphologies en vue de dessus des draps multi-couches sont illustrées par le cas de draps 1, 3, 5, 7 et 10 couches observés au MEB dans la Figure V-4 pour le cas HP-I-200.

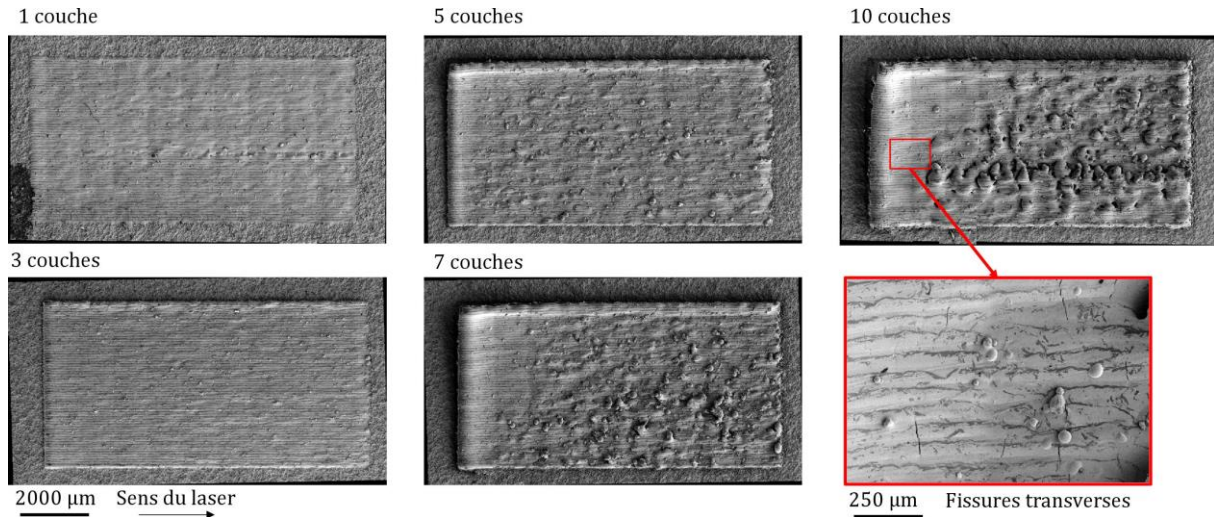


Figure V-4. Vues MEB (SE) en vue de dessus des draps obtenus avec E_2 (0,2 J/mm) sur HP-I-200

Ces vues montrent des morphologies qui évoluent au fur et à mesure de l'ajout de nouvelles couches, avec l'apparition de défauts de surface sous forme d'éjectas de petites tailles et de particules de poudres sphériques infondues qui forment du relief. Il semble que ces défauts de surface ne soient pas éliminés par la refusion de la couche étalée suivante. Dès lors, ce relief est même amplifié par l'accumulation de ces défauts. On constate également la présence de fissures perpendiculaires aux traits laser à partir de 3 couches. Le curling est amorcé préférentiellement le long du front de départ des traits laser et est accentué particulièrement à l'endroit des premiers traits (bord haut à gauche). Ces observations montrent que la construction n'est pas assez stable avec des paramètres L-PBF (laser, hauteur de couche) qui laissent visiblement des zones non fondues. Pour apprécier plus les effets de matériau sur la genèse et la progression de la fissuration, les draps de 1, 3, 5, 7 et 10 couches sont également observés au MEB en coupes transversale et longitudinale pour les dépôts HP-I-200 et HP-I-300 respectivement dans la Figure V-6 et la Figure V-7. La coupe transversale permet d'avoir un plan de drap complet tandis que la coupe longitudinale ne permet de visualiser qu'une moitié de drap dans la direction des traits laser. Un schéma représentatif du type de découpe est fourni à la Figure V-5. Des vues semblables des draps 1 et 10 couches sur le dépôt HP-I-700 sont fournies dans la Figure V-8.

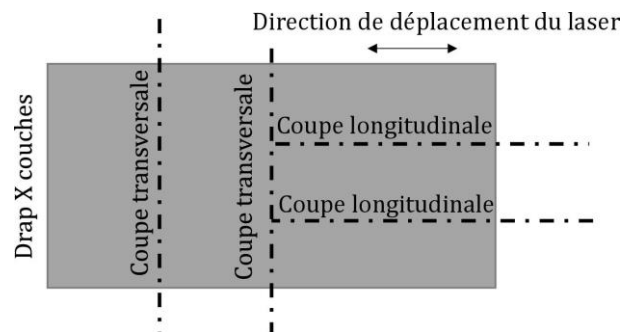


Figure V-5. Types de découpe

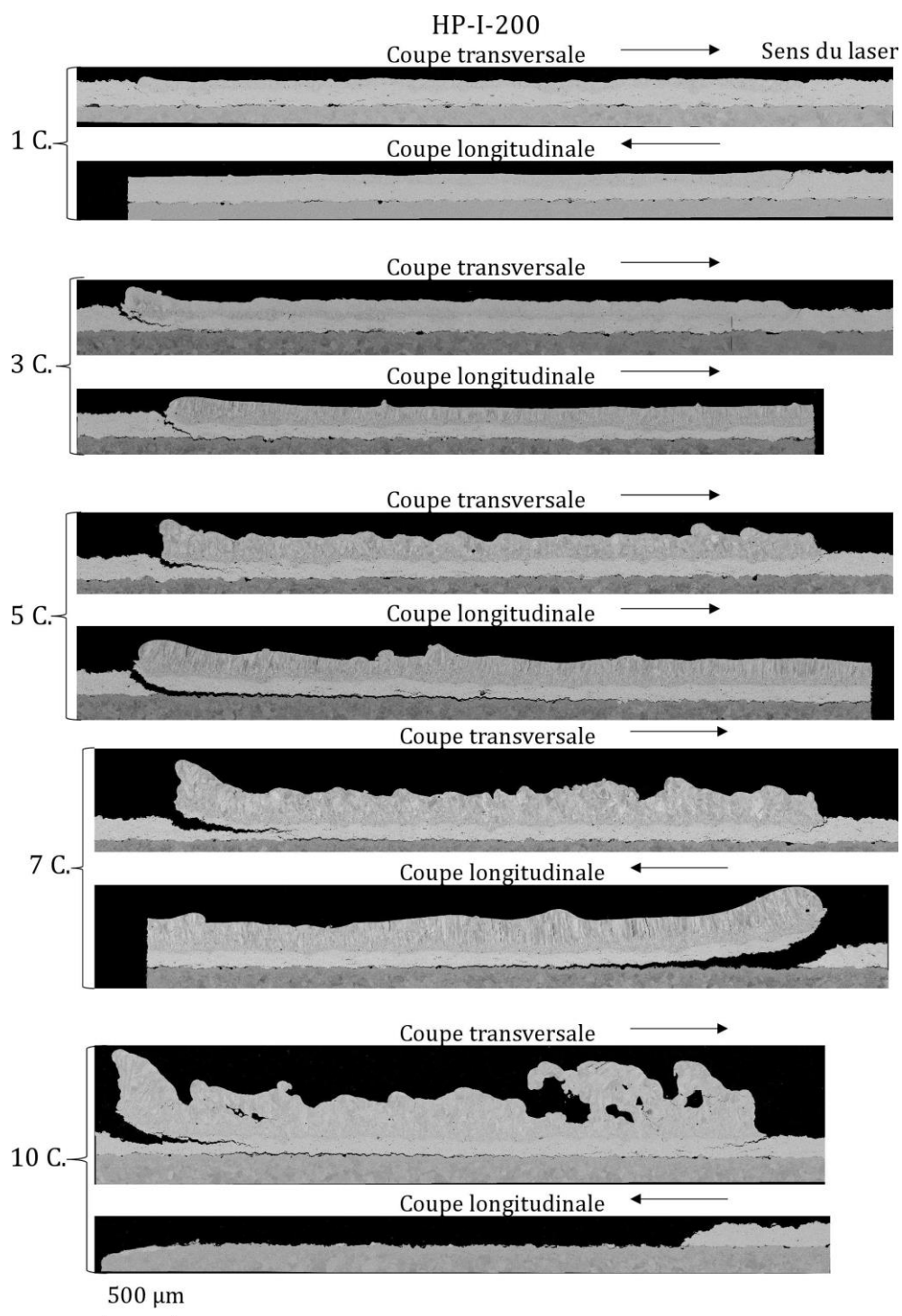


Figure V-6. Vues MEB (BSE) en coupe de l'ajout de couche à E₂ sur le dépôt HP-I-200

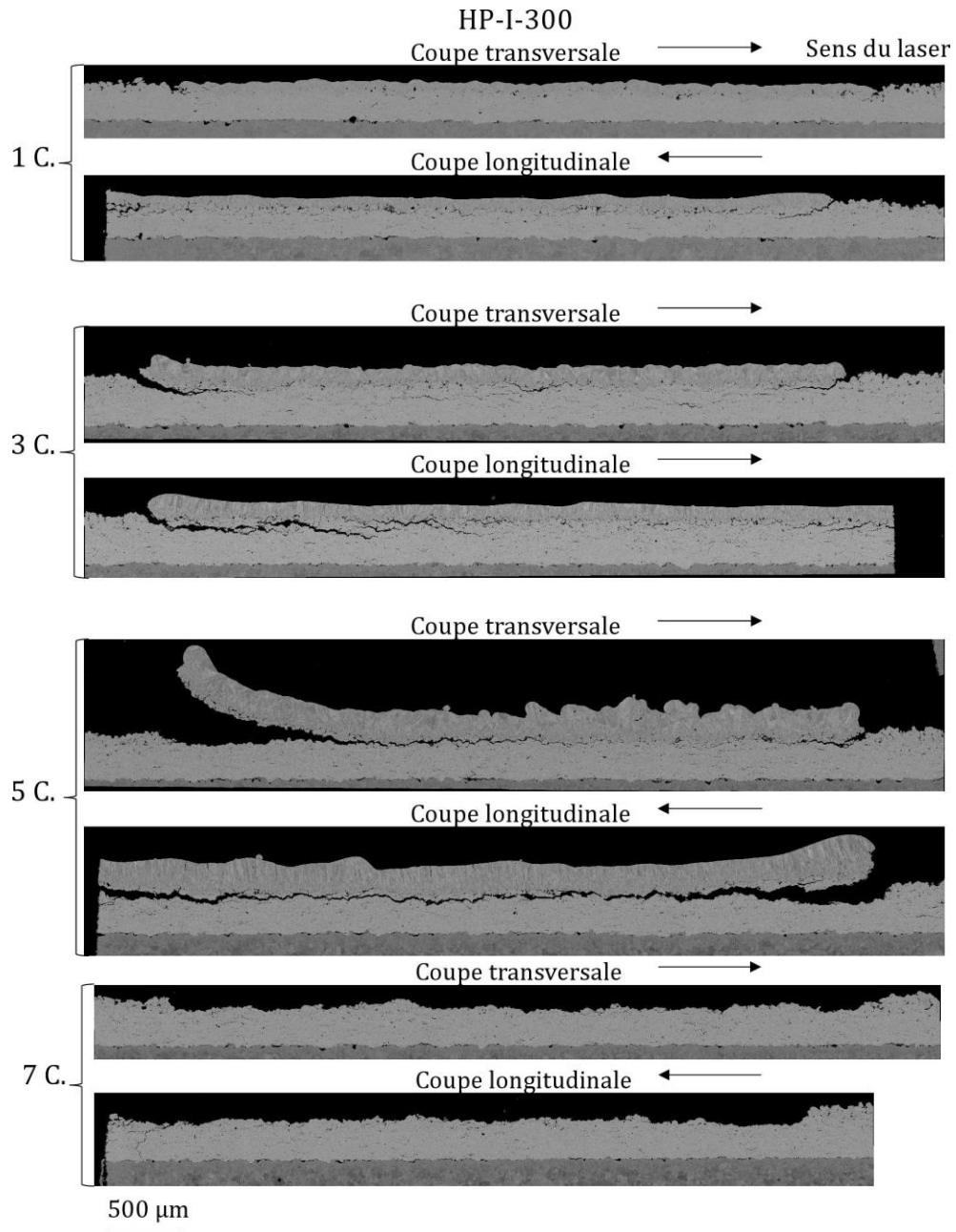


Figure V-7. Vues MEB (BSE) en coupe de l'ajout de couche à E₂ sur le dépôt HP-I-300

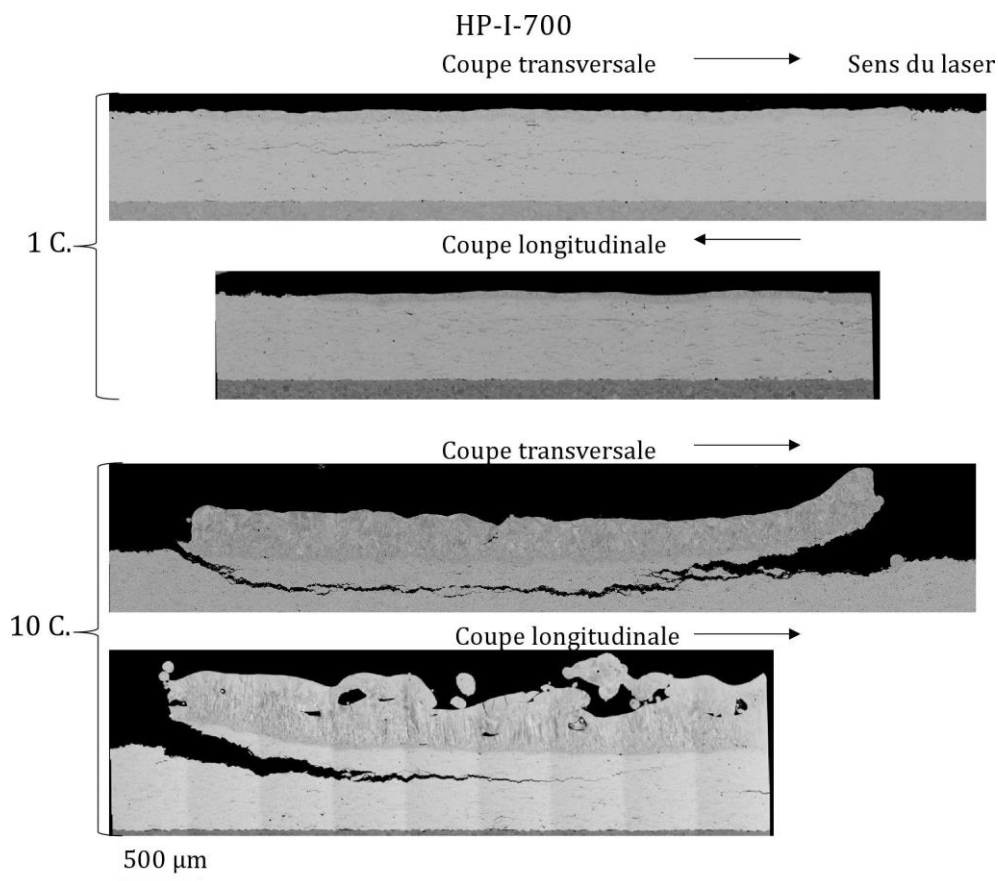


Figure V-8. Vues MEB (BSE) en coupe de draps 1 et 10 couches E_2 sur le dépôt HP-I-700

Des premières fissures apparaissent à partir de 3 couches de fabrication au niveau des bordures de drap pour tous les cas de dépôt, toujours préférentiellement au début des traits laser, là où le gradient thermique est le plus élevé. Les fissures se propagent ensuite horizontalement. Dans le cas du dépôt HP-I-200, (Figure V-6) elles rejoignent l'interface substrat/dépôt et cela conduit au détachement de la zone fondue et du dépôt par délaminage dans certaines parties du dépôt (ici en coupe longitudinale) pour 10 couches de matières. Dans le cas du dépôt HP-I-300 (Figure V-7), la fissuration est amorcée et se propage au niveau de l'interface entre la zone fondue et le dépôt CS, toujours à partir de l'initiation des traits laser, jusqu'au détachement complet du dépôt dans les cas de 7 et 10 couches de matières. Enfin, pour le dépôt HP-I-700 (Figure V-8), les fissures débutent en bordures et se propagent dans le dépôt, mais il n'y a pas de rupture complète pour 10 couches de fabrication.

Cette différence de comportement correspond aux rapports entre les dimensions de la zone fondue et celle des dépôts, qui définissent l'emplacement des zones les plus fortement contraintes. La modélisation de la fusion de cordon sans apport de matière mise en œuvre dans le Chapitre IV a ainsi montrée que dans le cas du dépôt de $200\text{ }\mu\text{m}$, avec une profondeur de zone fondue proche de l'épaisseur de dépôt, pour une énergie linéique de $0,4\text{ J/mm}$ (E_3), on sollicite en traction principalement l'interface substrat/dépôt. A contrario, pour des dépôts plus épais ou des apports d'énergie moins élevés, cette zone de contraintes en traction se situe au sein même des dépôts. Dans le cas des dépôts HP-I-200 la zone fondue occupe environ $1/3$ de l'épaisseur de dépôt dans le cas du drap 1 couche. Avec l'augmentation du nombre de couches et la thermique du procédé, c'est au niveau de l'interface substrat/dépôt CS qu'intervient la rupture. Ce doit être la zone la plus sollicitée en contraintes et/ou la zone la plus fragile. Cela peut être ainsi renforcé par une

mauvaise adhérence du dépôt et par les effets d'écart dilatométriques. Pour les épaisseurs de dépôts plus importantes, la rupture a lieu à l'intérieur des dépôts, malgré la densité élevée et la bonne cohésion apparente des dépôts HP. En complément de ces observations, des évaluations de dureté dans les dépôts et au niveau de la zone fondue ont été conduites et sont fournies dans la Figure V-9 pour les dépôts HP-I-200 et HP-I-300 surmontés d'un drap 1 couche en conditions E_2 , pour deux niveaux de charges (25 et 50 g).

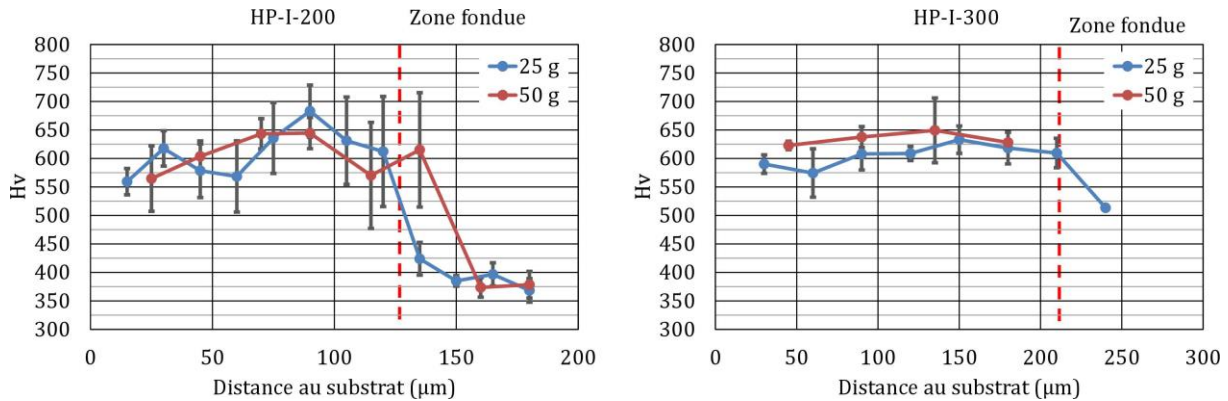


Figure V-9. Dureté dans l'épaisseur des dépôts HP-I-200 et HP-I-300 avec un drap 1 couche E_2

La dureté dans les deux dépôts oscille entre 550 et 700 Hv. Dans la zone fondue du dépôt HP-I-200, cette dureté chute autour de 375 Hv, ce qui correspond au niveau de dureté des particules de poudres initiales (376 Hv). Cela traduit une zone de gradient des propriétés. Les incertitudes de mesures, qui correspondent à la variation des valeurs en raison de la très grande variabilité de la microstructure, ne permettent pas de caractériser des évolutions de la dureté au sein du dépôt sous la zone fondue. Ainsi, nous ne sommes pas en mesure d'évaluer l'effet thermique de la zone fondue sur la zone sous-jacente. Cependant, il pourrait être pertinent dans de prochaines analyses en nano-indentation de procéder à des mesures localisées finement afin d'observer l'impact de ces procédés thermiques sur ces zones.

V.1.2.2 Influence des paramètres laser L-PBF

Sur les plateaux de fabrication L-PBF revêtus, HP-I-200 et HP-I-300, des draps 1 et 10 couches en conditions E_2 et E_3 ont été produits afin d'étudier l'influence de la variation des paramètres laser sur la tenue des draps. Les observations MEB en vue de dessus ne sont pas montrées ici car elles sont similaires aux observations en vue de dessus sur les dépôts HP-I-200, avec des fissures perpendiculaires à la direction de lasage, des défauts provenant d'éjectas de particules et un détachement progressif des draps. Il est alors plus pertinent d'étudier en détail les vues MEB. La Figure V-10 rassemble les vues MEB en coupe des draps 1 couche en conditions E_2 et E_3 sur le dépôt HP-I-200.

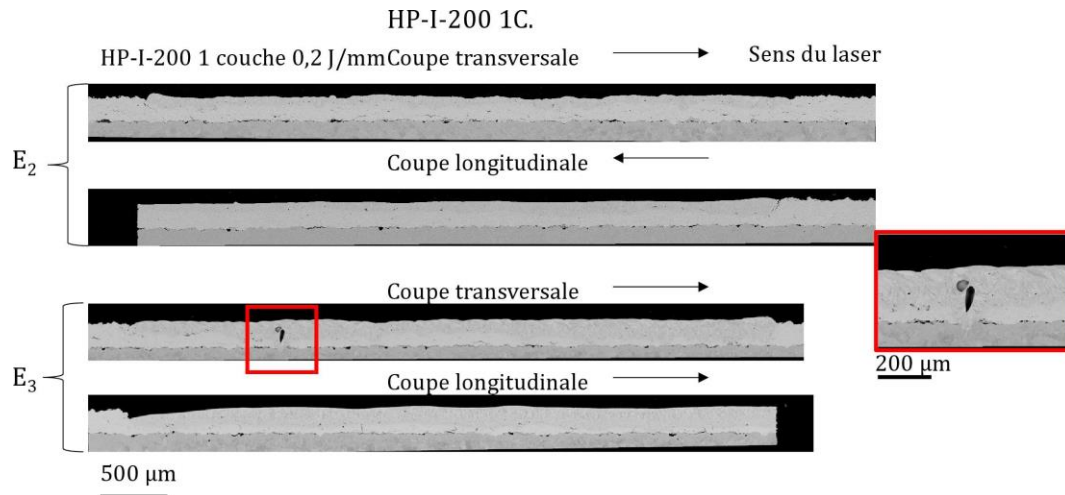


Figure V-10. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche à E₂ et E₃, dépôt HP-I-200

En l'absence d'attaque chimique sur les draps, on ne peut pas mesurer précisément la profondeur de la zone fondue. Cependant, on constate que la zone fondue occupe une grande partie des dépôts et peut même conduire à une refusion de l'interface substrat dépôt dans le cas des draps en conditions E₃. Cette fusion de l'interface intervient ponctuellement dans le cas du drap à 0,4 J/mm et on retrouve un tel phénomène sur les deux coupes transverses mais pas sur les coupes longitudinales. Il est associé à la formation d'un pore dans le drap. Ce type de défaut doit être favorisé soit par la qualité initiale du dépôt, avec la présence éventuelle d'une porosité avant lasage, soit par une variation de l'épaisseur du dépôt ou de la stabilité des conditions laser. Il y a uniquement une fissure en bordure du drap 1 couche en conditions E₂. Les vues MEB en coupe des draps E₂ et E₃ sur le dépôt HP-I-300 sont similaires aux draps sur dépôt HP-I-200 avec la présence de fissures en bordures de draps, cependant, il n'y a pas de refusion de l'interface substrat/dépôt. La Figure V-11 rassemble les vues MEB en coupe des draps 10 couches en conditions E₂ et E₃ sur le dépôt HP-I-200.

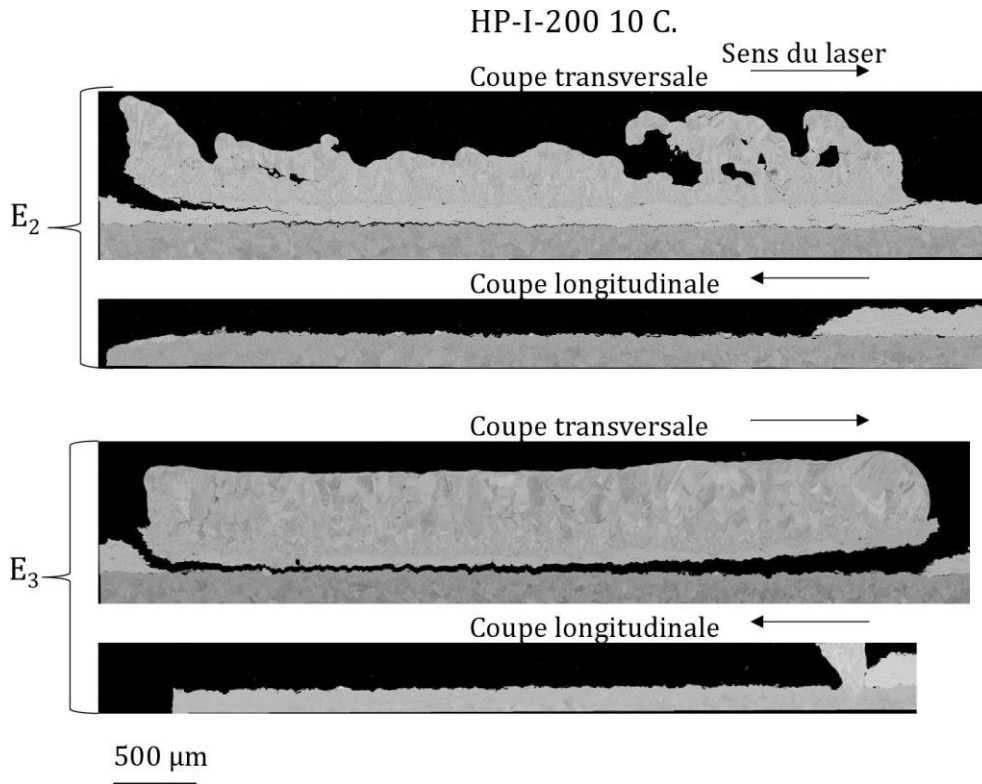


Figure V-11. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E_2 et E_3 , dépôt HP-I-200

La fabrication de draps 10 couches conduit à une rupture au niveau de l'interface en conditions E_2 dans le cas de la coupe longitudinale et E_3 pour les deux coupes. L'apport d'énergie plus important en conditions E_3 conduit à des sollicitations plus importantes au niveau de l'interface, ce qui doit favoriser la formation et la propagation des fissures. La Figure V-12 rassemble les vues MEB en coupe des draps 10 couches en conditions E_2 et E_3 sur le dépôt HP-I-300.

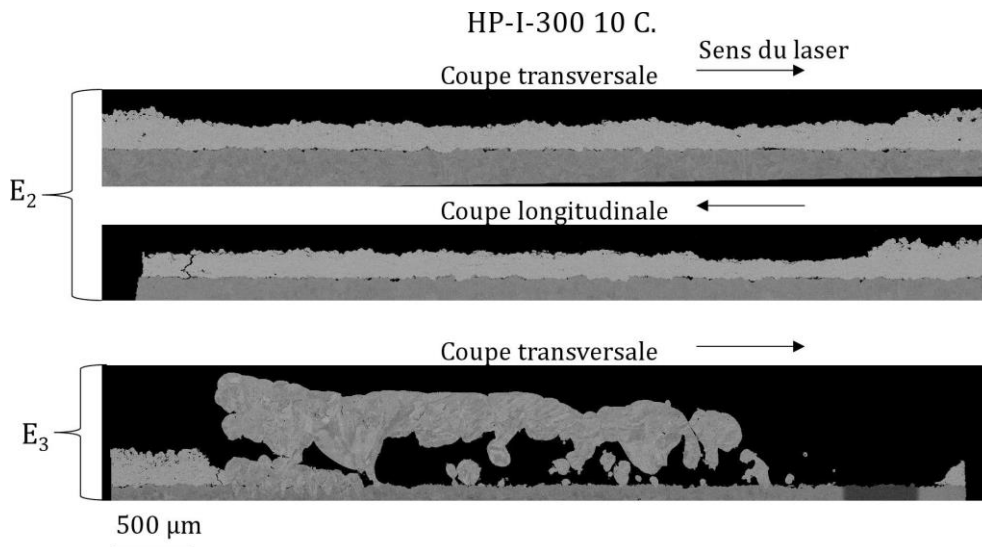


Figure V-12. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E_2 et E_3 , dépôt HP-I-300

On a un détachement complet du drap en conditions E_2 , tandis qu'il semble toujours présent pour la coupe transversale E_3 . La présence de trous au sein du drap correspond à un mauvais choix de ΔZ_{piston} . Trop élevée, on peut observer un défaut de refusion dans certaines zones des draps. Ce n'est cependant pas ce choix-là qui conduit à la rupture. On constate un détachement partiel du

drap 10 couches en conditions E_3 qui se situe au niveau de l'interface. Ainsi, le choix de paramètres laser plus important conduit à une zone fondue plus profonde et à une sollicitation potentielle de l'interface.

Ainsi, l'implémentation de draps 1 et 10 couches E_3 conduit à une augmentation de la profondeur de la zone fondue et des zones sollicitées en contraintes, ce qui peut conduire à une rupture au niveau de l'interface même pour un dépôt de 300 μm . Aucune étude avec une augmentation progressive du nombre de couches n'a été conduite pour ce niveau d'énergie, cela pourrait permettre de voir si la fissuration intervient et se propage plus tôt que pour les draps en conditions E_2 .

V.1.2.3 Influence de la nature du substrat

Pour les draps sans apport de matière, le choix de dépôts sur des substrats de natures différentes conduisait à des variations de profondeur de pénétration en raison des écarts de diffusivité thermique entre le 2017A et l'AISI304, surtout pour les épaisseurs de dépôts de 100, 200 et 300 μm . Il s'agit ici de statuer dans le cas de draps avec apport de matière s'il y a une influence de la nature du substrat, mais uniquement ici dans le cas des dépôts HP-I-700 et HP-A-700. La Figure V-13 rassemble les vues MEB en coupe des draps 1 couche en conditions E_2 sur les dépôts HP-I-700 et HP-A-700.

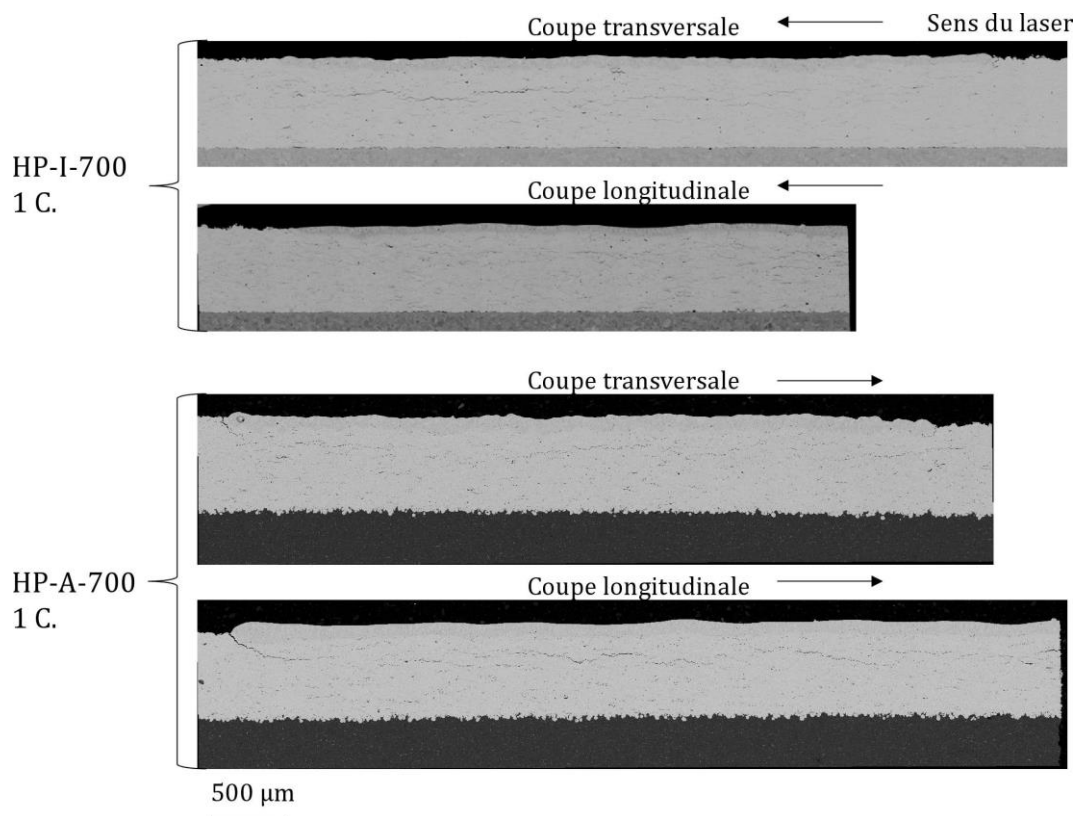


Figure V-13. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche E_2 , dépôt HP-I-700 et HP-A-700

Les draps sur le dépôt HP-A-700 présentent des fissures en bordures de la zone fondue et des fissures horizontales sous la zone fondue. Les fissures horizontales sont également présentes dans le cas du dépôt HP-I-700, mais pas en bords de draps. Il est cependant difficile d'évaluer si ces différences proviennent de gradients thermiques et de sollicitations mécaniques différentes au refroidissement de l'ensemble, ou si cela provient uniquement de la variabilité inhérente aux

dépôts CS. La Figure V-14 rassemble les vues MEB en coupe des draps 10 couches en conditions E_2 sur les dépôts HP-I-700 et HP-A-700.

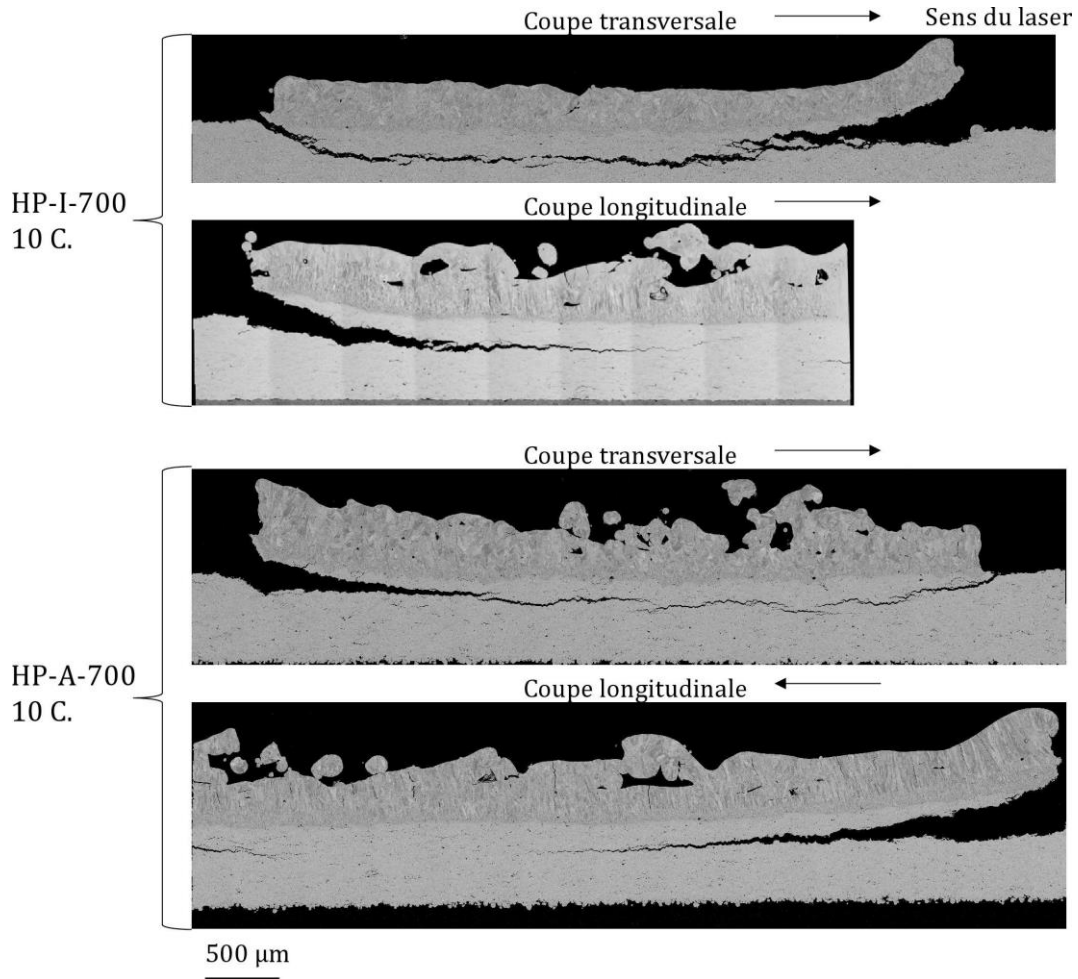


Figure V-14. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E_2 , dépôts HP-I-700 et HP-A-700

Dans l'ensemble des cas on constate la propagation de fissures à partir des bords de la zone fondue jusqu'horizontalement sous la zone fondue. Ces fissures se rejoignent dans les coupes transversales et pourraient conduire au détachement des draps. Le comportement ne diffère pas en fonction de la nature du substrat dans le cas de ces dépôts épais (gamme 700).

V.1.2.4 Cas du nickel

Sur les dépôts de Ni pur MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500 sont produits des draps de 1 et 10 couches en conditions E_2 . La Figure V-15 rassemble les vues MEB en vue de dessus des draps 1 et 10 couches en conditions E_2 sur les dépôts CS de nickel MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500.

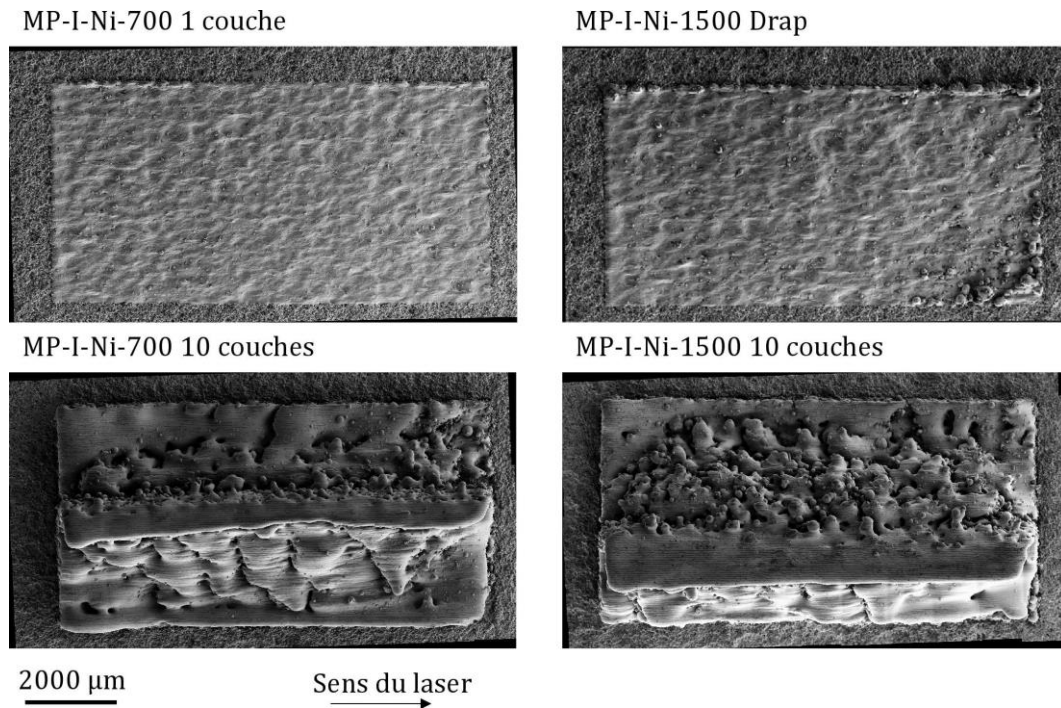


Figure V-15. Vues MEB (SE) en vue de dessus des draps 1 et 10 couches E₂ des dépôts MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500

Les dépôts de Ni sont fortement rugueux. L'application de la première couche ne suffit pas à obtenir une surface régulière et plane, et on observe des défauts de refusion sous la forme de particules éjectées du bain et de manque de refusion avec le substrat dans le cas du dépôt MP-I-Ni-1500 sur les bords à droite du drap 1 couche avec des cordons irréguliers et grossiers. La fabrication d'un drap 10 couches sur les draps de Ni présente une structure particulière qui provient d'un détachement précoce des draps sur lesquelles de nouvelles couches se sont formées alors que la surface n'était plus plane. La Figure V-16 rassemble les vues MEB en coupe des draps en conditions E₂ sur les dépôts MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500.

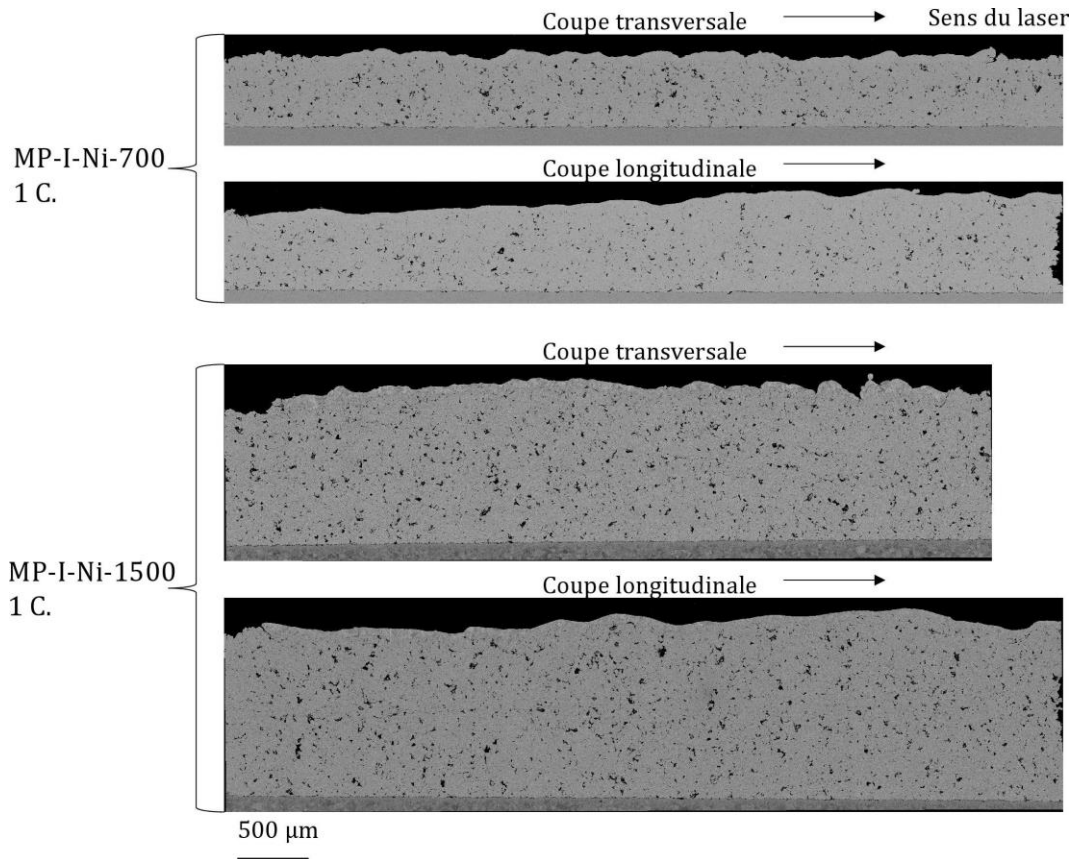


Figure V-16. Vues MEB (BSE) en coupe des draps 1 couche E₂ de la fusion de dépôts de Ni, dépôt MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500

La profondeur des draps 1 couche est très faible par rapport à l'épaisseur des dépôts. Cette zone dense se distingue des dépôts plus fortement poreux. L'importante rugosité initiale est maintenue en partie avec le passage du laser qui ne suffit pas en un passage à obtenir une surface plane. Des fissures en bordure du drap sur le dépôt MP-I-Ni-1500 sont visibles, c'est le seul cas où on constate leur présence. La profondeur de drap 1 couche est mesurée sur les échantillons MP-I-Ni-700 et HP-I-700 et s'élèvent respectivement à $56 \pm 5 \mu\text{m}$ et $62 \pm 10 \mu\text{m}$. Ces valeurs ne sont pas très différentes et on peut donc conclure que la profondeur des draps sur les dépôts de Ni s'approche de celle des draps sur dépôt d'IN738LC. Dans le cas présent le lit de poudre diminue l'influence de la rugosité des dépôts sur la formation du bain de matière, c'est donc cette rugosité qui est considérée comme responsable des profondeurs faibles de zone fondue pour les draps sans apport de matière. La Figure V-17 rassemble les vues MEB en coupe des draps 10 couches en conditions E₂ sur les dépôts MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500.

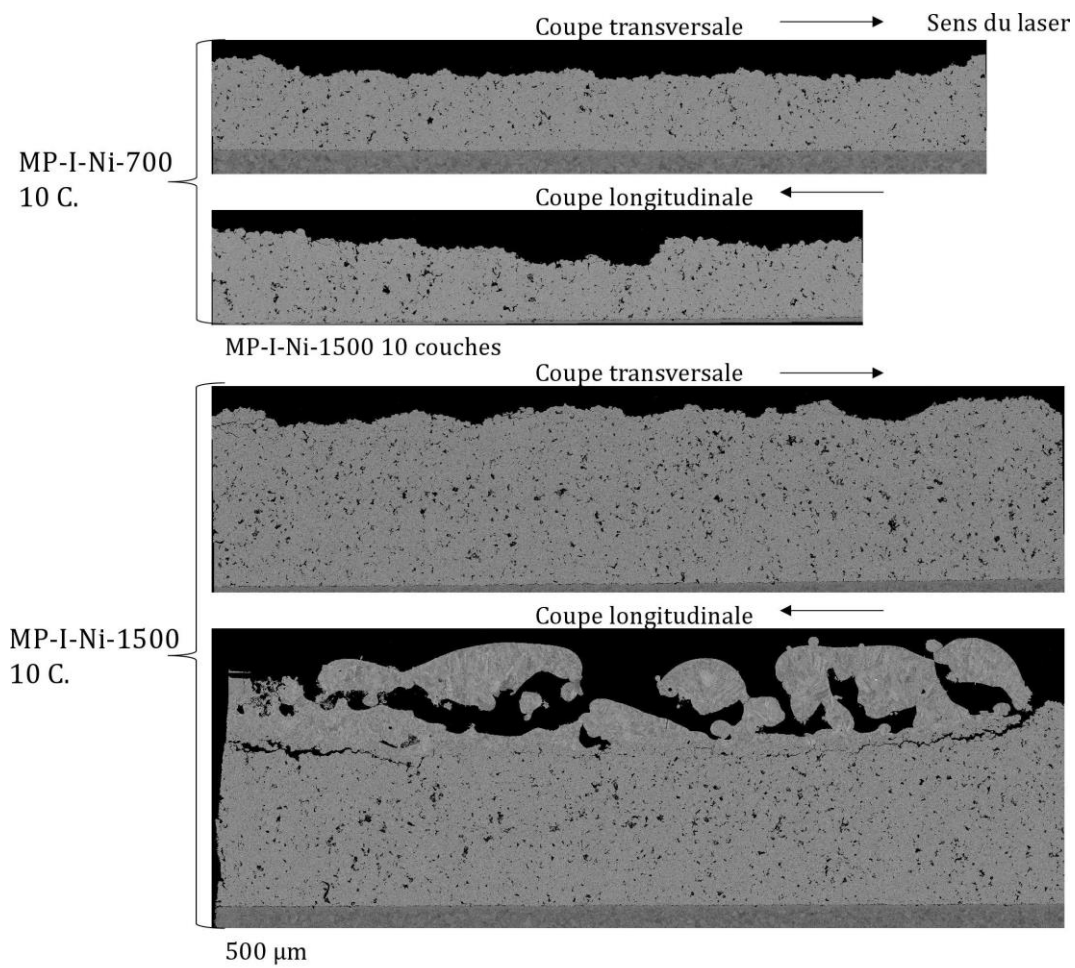


Figure V-17. Vues MEB (BSE) en coupe des 10 couches E₂, dépôt MP-I-Ni-700 et MP-I-Ni-1500

L'apport thermique du procédé L-PBF lors de l'ajout de 10 couches de matière conduit à la fissuration et au détachement complet du drap sur le dépôt MP-I-Ni-700 et au détachement partiel du drap sur le dépôt MP-I-Ni-1500. Cette fissuration intervient dans le dépôt CS, par propagation de fissures horizontales sous la zone fondue, comme pour les dépôts d'IN738LC. L'utilisation de Ni ne permet pas d'accommoder les efforts et d'éviter la rupture.

V.1.2.5 Evolution de la rugosité des draps

Les rugosités ont été évaluées sur les différents draps avec apport de matière étudiés dans ce chapitre. Il est important de noter que le niveau de rugosité est étudié pour les 5 premières couches car au-delà les valeurs sont faussées par les effets de curling. Avec le passage du laser avec apport de matière, on retrouve les mêmes effets que pour les draps de fusion sans apport de matière, c'est-à-dire une diminution forte de la rugosité qui est divisée par deux au passage du laser, avec pour les dépôts d'IN738LC un R_a qui évolue de 8-15 µm pour les dépôts à 3-7 µm pour les draps en conditions E₂. Cette diminution est encore plus importante pour les conditions E₃. Pour les draps sur les dépôts HP-I-200 et HP-I-300, on constate un niveau de rugosité constant avec l'ajout des différentes couches. Le cas du nickel est particulier en ce que la rugosité diminue assez peu avec une rugosité R_a des dépôts de 17-19 µm puis de 10-14 µm après passage du laser. Cela correspond aux observations en vue de dessus qui constataient la présence de défauts de refus pour ces draps 1 couche.

V.2 Synthèse et optimisation des dépôts CS

La concrétisation du chaînage CS/L-PBF est permise dans ce chapitre avec la fabrication de draps multi-couches avec apport de matière. Tout d'abord, la mise en place de la fabrication de draps entre 1 et 10 couches sur des plateaux de tailles réelles (HP-I-200 et HP-I-300) est enrichissante car on peut détecter dès 3 couches de dépôts la formation des fissures en bordure des draps à 0,2 J/mm (énergie la moins élevée et peu apte à la construction de dépôt). En l'état, le chaînage CS-L-PBF est difficilement envisageable car l'endommagement intervient très vite et peut même obliger l'interruption des expériences si l'effet de curling observé et qui traduit la fissuration au sein du dépôt CS est très prononcé. Comme pour les draps de fusion sans apport de matière, on constate que la position des fissures dépend de l'épaisseur des dépôts, de la cohésion entre particules et de l'énergie laser. La fissure principale se propage alors dans le dépôt parallèle à l'interface, plus ou moins près de la zone de dilution ou bien même au niveau de l'interface avec le substrat. Ainsi, cette fissure progresse au fur et à mesure des couches successives et rejoint une fissure verticale qui s'est amorcée dès la première couche en périphérie du drap. La jonction de ces fissures est à l'origine du soulèvement qui provient de la relaxation des contraintes résiduelles de traction présentes dans le drap L-PBF (effet curling).

Pour des conditions les moins énergétiques E_2 , la rupture a lieu à l'interface substrat/dépôt lorsque le dépôt est fin (HP-I-200) et dans le dépôt sous la zone fondue pour un dépôt plus épais (HP-I-300 et HP-I-700) malgré la tenue mécanique d'interface du dépôt jugée faible. Cela montre que c'est la cohésion du dépôt qui est le plus important à maîtriser dans l'éventualité d'un chaînage qui éliminerait ou limiterait les fissurations sous-jacente et périphérique. Pour une énergie plus élevée et plus représentative de conditions de fabrication réelles L-PBF de l'alliage IN738LC comme E_3 (0,4 J/mm), les draps se détachent au niveau de l'interface substrat/dépôt pour les deux seuls cas testés sur plateaux acier revêtus avec des épaisseurs relativement fines (HP-I-200 et HP-I-300). Le nombre limité d'expérimentation avec des draps entre 1 et 10 couches limite les conclusions pour le cas d'énergie E_3 mais les effets thermiques seront probablement amplifiés et la traction provoquée par le drap fondu dans le dépôt non fondu également. Dans le cas de ces apports d'énergies de 0,4 J/mm, on a vu qu'une épaisseur de 200 μm pouvait parfois être trop juste lorsque des hétérogénéités de fusion apparaissent. On observe alors une fusion ponctuelle de l'interface. Ces hétérogénéités sont peut-être elles-mêmes provoquées par des hétérogénéités (porosité) très locales dans le dépôt. Cette hypothèse incite à envisager des dépôts CS les plus denses possibles, mais aussi une épaisseur de dépôt d'au moins 300 μm . L'effet de la nature du substrat acier ou base aluminium a été abordé pour les dépôts HP-I-700 et HP-A-700. Il s'avère que dans le cas de ces dépôts très épais, le changement de nature du substrat n'a pas de conséquences observables sur le comportement en fissuration des dépôts. Il pourrait être utile de compléter ces analyses par des essais sur des dépôts plus fins sur substrat 2017A notamment, dont on a montré que l'interface pouvait résister mieux mécaniquement. Enfin, l'application du laser sur des dépôts de Ni ne conduit plus à des zones fondues plus petites que pour les dépôts d'IN738LC, il semblerait donc que ces plus faibles profondeurs provenaient bien de leur rugosité importante.

Pour rendre possible le chaînage CS/L-PBF, il conviendrait tout d'abord d'optimiser les dépôts CS pour qu'ils résistent au passage du laser L-PBF. Le cas des dépôts de Ni est particulier avec une rugosité importante des draps 1 couche qui incite à considérer que cette rugosité peut favoriser l'apparition du phénomène de curling. Ainsi, pour ces dépôts qui présentent un R_a entre 17 et 19 μm , il pourrait être utile de procéder à une préparation de la surface par usinage ou par une

première couche de laser sans fusion. Pour vérifier l'importance de cette rugosité dans la formation des fissures, on pourrait alors comparer des dépôts pré-lasés ou usinés et bruts de projection dans des expériences couche par couche en repérant l'apparition ou non du phénomène de curling par observation externe.

Dans le cas des dépôts d'IN738LC, le principal défi est d'améliorer les dépôts CS pour qu'ils résistent mieux aux contraintes de traction du procédé L-PBF. Le premier axe d'amélioration des dépôts est l'application de traitements thermiques. Dans le chapitre III, des traitements thermiques à 500°C et 600°C sont implémentés sur les dépôts pour tenter de relaxer les contraintes résiduelles. Dans le cadre de la fusion L-PBF, il s'agirait de mettre en œuvre ces dépôts traités dans des expériences multi-couches pour repérer l'apparition ou non du curling. Dans un deuxième temps, des dépôts d'IN738LC sur substrat hétérogène (AISI304) ou homogène (IN738LC) pourraient être traités thermiquement à plus haute température, par exemple à 1120°C, température de remise en solution de l'IN738LC. Ce type de traitement favoriserait la cohésion des dépôts et l'obtention d'une microstructure initiale moins écrouie afin d'accommoder mieux les déformations dues au procédé L-PBF. Enfin, l'application de traitements thermiques par CIC (compaction isostatique à chaud) pourrait adjoindre une densification des dépôts en plus du traitement thermique.

Un second axe d'amélioration passe par l'interface substrat/dépôt qui semble assez peu résistante dans le cas des substrats acier étudiés dans cette thèse. La préparation du substrat par sablage qui laisse la présence de particules d'abrasifs potentiellement néfastes peut être remplacée par une texturation laser (Kromer *et al.*, 2021) ou par un simple polissage (Kalfhaus, 2019). Des essais d'adhérence ou de fissuration permettraient alors de déterminer la meilleure méthode de préparation.

Enfin, un troisième et dernier axe d'optimisation passe par une action sur les stratégies de fabrication L-PBF. Tout d'abord, il s'agirait d'élargir les stratégies de fabrication laser par des rotations entre les couches ou une stratégie en échiquier qui réduirait les contraintes induites par le procédé et favoriserait ainsi l'intégrité des dépôts. Par ailleurs, comme le plateau de fabrication L-PBF est particulièrement sollicité pour les premières couches, l'utilisation d'un système de préchauffage du substrat pourrait diminuer les gradients de températures et ainsi amoindrir les contraintes générées à la fabrication. Enfin, avant la fabrication, on pourrait évaluer l'intérêt d'un pré-traitement laser de fusion en conditions L-PBF sans apport de matière de la surface complète d'un plateau. Un tel pré-traitement pourrait renforcer l'intégralité du dépôt en surface ou en profondeur selon la profondeur traitée et l'épaisseur de dépôt choisie. Ce traitement serait d'autant plus pertinent s'il permet de limiter l'amorçage des fissures en bords de draps qui sont en partie responsables du phénomène de curling. Il pourrait être adjoint d'un lasage de contour avec des conditions laser plus puissantes et un bain de fusion qui pénètre l'interface dans une zone éloignée de la pièce fabriquée. L'objectif de ce contour serait d'accroître la tenue de l'interface tout en évitant de modifier la composition de la pièce.

Chapitre VI. Conclusion et perspectives

Projection de dépôts CS base nickel

Au cours de cette étude, des dépôts de Ni épais (700 à 1500 μm) ont été obtenus en conditions MP-Ni avec des taux de croissance autour de 700 $\mu\text{m}/\text{passe}$. La reproductibilité des projections d'IN738LC a été compromise par le phénomène de bouchage de buse en condition MP et MP-He, mais la projection en condition HP a notamment permis de dépasser ces difficultés et d'obtenir des dépôts denses, cohésifs, de manière reproductible sur des plateaux de fabrication L-PBF de taille réelle. Les dépôts d'IN738LC sont répartis dans des gammes entre 100 et 700 μm et des taux de croissance entre 10 et 70 $\mu\text{m}/\text{passe}$. Pour limiter les phénomènes de bouchage de buse en conditions MP et MP-He, il faudrait installer un système de refroidissement autour de la buse. Il serait aussi possible de retirer les poudres aux granulométries les plus fines qui sont les plus susceptibles d'amorcer le phénomène de collage. Le problème d'usure et de colmatage de buse est un problème actuel important du CS même pour les buses refroidies de dernière génération en SiC. Ce problème est aussi exacerbé par la nature du matériau étudié dans la thèse (affinité chimique du nickel avec le cobalt).

Les dépôts d'IN738LC et de Ni brut de projection ont été caractérisés par l'observation de leur microstructure, avec un focus particulier sur l'interface substrat/dépôt et la présence de fissures et de pores dans le dépôt. Ainsi, les conditions MP et MP-He conduisent à une plus grande proportion de pores de forme arrondie et de fissures inter-particulaires car les vitesses atteintes ne permettent pas une déformation suffisante des particules et renforcent les phénomènes de grenailage par rebonds. En revanche, les dépôts HP présentent seulement quelques fissures inter-particulaires plutôt orientées parallèlement à l'interface. L'interface des dépôts dépend peu de la nature des particules projetées. Les particules de Ni et d'IN738LC pénètrent plus facilement dans le substrat 2017A, ce qui favorise la formation d'une interface dentelée plus résistante que celle avec le substrat AISI304. On retrouve ainsi dès l'état brut de projection quelques fissures entre les dépôts et le substrat. Pour améliorer ces interfaces, on pourrait faire une étude comparative avec des méthodes de préparation alternatives des substrats allant d'un simple polissage à de la texturation laser, afin de limiter la dureté superficielle du substrat et d'éviter l'incrustation de particules d'alumine et pour renforcer un ancrage mécanique dans le cas de la texturation.

Les propriétés mécaniques des dépôts sont abordées à travers la question de la dureté mesurée des dépôts et de leur écrouissage par la mesure des largeurs de pics en DRX. A l'échelle macroscopique, on traite l'évaluation des contraintes résiduelles dans les dépôts. Les dépôts Ni et IN738LC sont bien plus durs que les poudres initiales car leur microstructure est fortement écrouie, avec un doublement de la largeur de pics. Les revêtements les plus sujets à ce durcissement et à cet écrouissage sont les dépôts fins d'IN738LC. Les mesures de dureté effectuées à faible charge caractérisent un durcissement plutôt à l'échelle des particules au sein des dépôts poreux. Des mesures à plus fortes charges (ex. 500 g), possibles pour les dépôts épais de cette étude, permettraient de caractériser en complément la cohésion dans les dépôts. De plus, pour la caractérisation de l'écrouissage par les largeurs de raies DRX, on a seulement des informations en surface des échantillons. Ces données pourraient là aussi être complétées par des mesures dans la profondeur des dépôts, comme ce qui a été fait pour les contraintes résiduelles. Ces valeurs pourraient par exemple permettre d'évaluer l'effet du substrat sur l'écrouissage des

premières particules du dépôt. L'ensemble des dépôts CS présentent des contraintes résiduelles en compression, qui peuvent atteindre en surface -343 et -594 MPa pour les dépôts MP-I-100 et MP-A-100. Des mesures en profondeur des dépôts montrent un gradient de contraintes qui se stabilise pour l'échantillon MP-I-100 autour de -620 MPa tandis que pour l'échantillon MP-A-100 ce gradient continu dépasse -1100 MPa. Ces contraintes sont dues à la fois à la déformation plastique lors des projections et aux effets de dilatation thermique. Elles sont plus faibles en surface des échantillons plus épais qui subissent moins les effets de rebonds et en conditions HP (entre -180 MPa et -303 MPa). Ces contraintes sont plus élevées pour les dépôts fins et pour les dépôts sur substrat base aluminium. Elles sont faibles dans les dépôts de Ni, autour de -60 MPa pour MP-I-Ni-700 et de -100 MPa pour MP-A-Ni-700.

Post-traitements thermiques des poudres et des dépôts

On a évalué la capacité à augmenter la ductilité de la poudre d'IN738LC en procédant à des traitements thermiques de détensionnement entre 500 et 600°C pour des durées entre 8 h et 72 h, ainsi qu'en procédant à des analyses DSC. Seulement, ces traitements entraînent une augmentation significative de la dureté des poudres qui ne peut être expliquée que par une précipitation γ' qui devrait être démontrée par des observations MET. Pour améliorer la ductilité des poudres d'IN738LC et la capacité de projection, il serait ainsi plus pertinent d'envisager un système de préchauffage des poudres en cours de projection pour les conditions MP afin d'augmenter leur température à l'impact (comme en conditions HP) et diminuer ainsi la vitesse critique.

Les dépôts d'IN738LC et de Ni en présence de leur substrat sont également soumis à des traitements thermiques du même type. Pour le Ni pur, un traitement thermique à 500°C permet effectivement une restauration de la microstructure et un adoucissement, de 233 à 145 Hv pour MP-I-Ni-700 tandis que les contraintes résiduelles, déjà faibles, ne changent pas et sont principalement dues aux effets de dilatation thermique au refroidissement. Pour les dépôts d'IN738LC, on constate en revanche une augmentation de la dureté avec le traitement thermique, jusqu'à 820 Hv, ce qui est beaucoup plus élevé que les niveaux de dureté atteint par l'IN738LC issu de fonderie et avec une proportion maximale de 45 % de phase γ' , pour qui le niveau de dureté est de 490 Hv. On explique là encore ce durcissement par de la précipitation γ' , mais aussi par la structure particulière écrouie à froid initiale des dépôts. Les contraintes résiduelles sont en partie relaxées par l'application de ces traitements thermiques en surface comme en profondeur avec des contraintes de -200/-300 MPa dans la profondeur du dépôt MP-I-100 et une diminution moins homogène pour le dépôt MP-A-100 avec toujours un gradient dans la hauteur de dépôt. En surface, on a généralement des contraintes résiduelles divisées par deux pour les dépôts d'IN738LC plus épais et un traitement thermique à 600°C/24 h (substrat 2017A). La microstructure est aussi en partie restaurée. Des analyses MET permettraient d'analyser la structure fine de dislocations ou de nano-grains et son évolution avec les traitements thermiques, ainsi que d'attester de la présence de tels précipités pour permettre de mieux comprendre ces niveaux très élevés de dureté. En complément de ces traitements thermiques à basse température, des traitements à plus haute température, par exemple 1120°C pourraient permettre de procéder à une remise en solution des dépôts sur substrat AISI304, voire éventuellement sur substrat IN738LC dans le cadre d'une étude à part. Avec ces hauts niveaux de températures on pourrait augmenter la cohésion entre les particules, la densité des dépôts et leur résistance mécanique. Il serait ensuite intéressant de procéder à des essais mécaniques de traction à différents niveaux de températures sur les dépôts CS brut et/ou traités pour analyser l'évolution de leur cohésion ainsi que leurs propriétés mécaniques. Ces essais pourraient permettre de définir un modèle matériau fiable du

comportement des dépôts CS base Ni. Plus simplement, dans le cadre d'une recherche de dépôts CS améliorés et aptes au chaînage avec le L-PBF, on pourrait utiliser une expérience de fabrication de draps multi-couches à nombre de couches croissant pour suivre et analyser la tenue au soulèvement (curling) des draps lasés.

Fusion laser sans apport de matière

La fusion laser sans apport de matière a été conduite sur des dépôts d'IN738LC et de Ni avec la fusion de cordons 1D afin d'analyser l'influence des paramètres de fabrication laser sur la morphologie des cordons (H_{ZR} , e_{app}). A partir de ces expériences, on a sélectionné trois conditions laser : E_1 : 0,1 J/mm, 600 mm/s, 60 W, E_2 : 0,2 J/mm, 600 mm/s, 120 W, E_3 : 0,4 J/mm, 800 mm/s, 320 W, qui sont appliquées pour les draps (2D). Différents cas permettent de décrire la fusion des draps par rapport aux épaisseurs de dépôt. Le cas 1 d'une fusion superficielle du dépôt. Le cas 2 d'une fusion autour de $\frac{1}{2}$ de l'épaisseur du dépôt et le cas 3 d'une fusion qui approche ou qui dépasse la hauteur du dépôt. Au cours de la fusion laser on observe principalement l'apparition d'endommagements (fissures) aux bords des draps, sous la zone fondue ou à l'interface avec les dépôts CS. Pour expliquer ces phénomènes, une modélisation thermo-mécanique de la fusion sans apport de matière est mise en œuvre qui représente notamment le profil de contrainte au cours du temps et à l'état final (contraintes résiduelles) pour expliciter les phénomènes de fissuration.

Dans le cas 1 d'une zone fondue superficielle, le calcul indique une zone de traction superficielle dans cette zone fondue, suivie d'une transition traction/compression sous la zone fondue dans le dépôt puis un profil en compression. Expérimentalement, les fissures sont parallèles à l'interface sous la zone fondue. Ainsi, cette zone en traction favorise la propagation de telles fissures. Les dépôts HP, plus cohésifs, résistent mieux à cette fissuration, tandis que les pores et décohésions inter-particulaires augmentent ce phénomène pour les dépôts MP et MP-He.

Dans le cas 2 d'une zone fondue intermédiaire, les calculs une zone fondue avec des contraintes résiduelles en traction compression, et toujours une transition traction/compression sous cette zone. Au niveau de l'interface, on observe cependant pour un substrat AISI304 le retour d'une zone en traction qui peut favoriser une rupture. Le calcul n'est pas fait pour un substrat 2017A, mais ces propriétés mécaniques devraient encore amplifier ces phénomènes. Expérimentalement, on retrouve les résultats du calcul avec une fissuration dans le dépôt, ou à l'interface substrat-dépôt en fonction de la profondeur de la zone fondue et de la tenue de l'interface. Cependant, dans le cas du substrat 2017A, aucune fissure n'est observée à l'interface substrat/dépôt car les particules sont plus ancrées dans le substrat et l'adhérence est ainsi renforcée.

Dans le cas 3 d'une zone fondue très proche ou supérieure à l'épaisseur de dépôt, le calcul indique la présence de contraintes en traction au niveau de l'interface qui devraient favoriser grandement le délaminage du dépôt. Cependant, il s'avère qu'expérimentalement la refusion de cette interface sur toute la surface des draps ou ponctuellement renforce la tenue du dépôt. En revanche on doit avoir une modification de la composition chimique de la zone fondue qui peut être néfaste pour la pièce fabriquée et favoriser la formation de fissure à la solidification dans la zone fondue. Ce cas est de préférence à éviter.

Réalisation du chaînage CS-L-PBF dans le cas de dépôts base nickel

La fabrication en conditions L-PBF des draps multi-couches est effectuée sur des plateaux de taille réelle revêtus d'une couche CS produite en conditions HP, mais aussi sur des échantillons de taille réduite pour les cas de dépôts épais HP-700 et de dépôts de Ni. On retrouve les mêmes types de

résultats que pour la fusion sans apport de matière. Ainsi une fissuration principale se forme horizontalement dans les dépôts non fondus sous la zone de dilution lorsque celle-ci est peu profonde ou lorsque le dépôt est épais. Cette fissure principale se trouve à l'interface substrat/dépôt pour les zones fondues profondes ou les dépôts fins. Au fur et à mesure de l'ajout de couches de matière, cette fissure principale rejoint des fissures verticales générées aux bords des draps de fusion et cela entraîne le soulèvement du drap par la relaxation de ces contraintes résiduelles (curling). Pour prévenir l'apparition de ce phénomène, il paraît à présent nécessaire d'optimiser les propriétés de ces dépôts. On propose alors trois axes à explorer dans la synthèse du chapitre V : une amélioration des propriétés mécaniques des dépôts CS par traitement thermique, une amélioration de l'interface substrat/dépôt et une exploration de traitements superficiels par laser. Ces derniers consistent en un traitement par laser sans apport de matière avec fusion de la surface complète (typiquement à 0,2 J/mm) afin de densifier par refusion l'intégralité d'une zone plus importante que celle d'un drap. Cela pourrait éviter ou retarder l'initiation et la jonction entre les fissures verticales en bords de draps laser et les fissures horizontales en dessous de la zone fondue. Tel qu'observé, ce type de fusion conduirait par ailleurs au scellement de la couche initialement poreuse ce qui pourrait avoir un intérêt pour d'autres applications que celles visées dans la thèse. Un traitement laser de chauffage du dépôt sans fusion (paramètre à étudier) pourrait également avoir un intérêt pour améliorer la cohésion du dépôt en surface et en profondeur selon la maîtrise possible de ce traitement. Cependant, compte tenu des températures à atteindre, ce type de traitement pourrait générer de nouvelles contraintes thermiques qu'il faudrait maîtriser afin d'éviter la délamination. Par ailleurs, cela se traduirait probablement aussi par un durcissement structural du dépôt par précipitation de phase γ' ce qui peut là aussi avoir un certain avantage pour des applications comme revêtements post-traités.

Application du chaînage CS-L-PBF pour des matériaux base aluminium

Ce travail de thèse porte uniquement sur le cas du chaînage CS-L-PBF pour des dépôts base nickel. Il serait cependant enrichissant d'envisager la problématique du chaînage pour la fabrication de pièces sur des cas d'autre nature. La fabrication de dépôts à base d'aluminium sur différents substrats (sensibles à la fusion avec de l'aluminium) est par exemple bien plus aisée pour le procédé CS, et il est alors facile d'obtenir des dépôts épais et denses. Il s'agit de cas où le CS et le L-PBF sont a priori moins problématiques qui pourraient permettre de voir si le concept de chaînage est possible. Ces cas n'ont pas été évalués ici car ils étaient moins intéressants économiquement dans le cas de démonstration industrielle envisagée pour des plateaux sacrificiels homogènes par CS pour le L-PBF d'IN738LC mais qui pourraient avoir un intérêt dans d'autres cas de fabrication avec la mise en place d'un chaînage non sacrificiel. On pourrait alors envisager des applications comme l'ajout de fonction sur des pièces déjà revêtues par CS. Pour des pièces sensibles à la fusion, on peut aussi considérer la projection CS comme une étape de préparation protectrice de la surface initiale avant un ajout de fonction par L-PBF.

Bibliographie

- A Adegoke, Olutayo, Joel Andersson, Hakan Brodin et Robert Pederson. 2020. *Review of Laser Powder Bed Fusion of Gamma-Prime-Strengthened Nickel-Based Superalloys*. METALS. <<https://doi.org/10.3390/met10080996>>.
- AFNOR. 1998. *NF EN ISO 4287 - Etat de surface : Méthode du profil*.
- AFNOR. 2009. *Essais non destructifs Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X*.
- AFNOR. 2014. *Aciers inoxydables —Partie 1 : Liste des aciers inoxydables*.
- AFNOR. 2018. *NF EN ISO 6507-1 Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 1 : Méthode d'essai*.
- AFNOR. 2019. *Aluminium et alliages d'aluminium - Composition chimique et forme des produits corroyés - Partie 3 : composition chimique et forme des produits*.
- AFNOR. 2020. *Projection thermique - Essai de traction - NF EN 17393*.
- AFNOR. 2021. *NF EN ISO/ASTM 52900 - Fabrication additive - Principes généraux - Fondamentaux et vocabulaire*.
- Aghasibeig, Maniya, Hossein Monajatizadeh, Philippe Bocher, Ali Dolatabadi, Rolf Wuthrich et Christian Moreau. 2016. « Cold spray as a novel method for development of nickel electrode coatings for hydrogen production ». *INTERNATIONAL JOURNAL OF HYDROGEN ENERGY*, vol. 41, n° 1, p. 227-238. <<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.09.123>>.
- Aina, J. O., O. A. Ojo et M. C. Chaturvedi. 2019. « Enhanced laser weldability of an aerospace superalloy by thermal treatment ». *SCIENCE AND TECHNOLOGY OF WELDING AND JOINING*, vol. 24, n° 3, p. 225-234. <<https://doi.org/10.1080/13621718.2018.1518767>>.
- Alidokht, S. A., P. Manimunda, P. Vo, S. Yue et R. R. Chromik. 2016. « Cold spray deposition of a Ni-WC composite coating and its dry sliding wear behavior ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 308, p. 424-434. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.089>>.
- Amelia H. 2021. « Siemens Energy repairs and improve turbine blades with metal 3D printing ». *3D natives - your source for 3D printing*. <<https://www.3dnatives.com/en/siemens-energy-turbine-blades-metal-3d-printing-030220215/#!>>. Consulté le 29 septembre 2021.
- Andersson, Joel. 2011. « Weldability of Precipitation Hardening Superalloys@_ Influence of Microstructure ». (2011).
- Assadi, H., H. Kreye, F. Gärtner et T. Klassen. 2016. « Cold spraying – A materials perspective ». *Acta Materialia*, vol. 116, p. 382-407. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.06.034>>. Consulté le 28 octobre 2016.
- Assadi, H., T. Schmidt, H. Richter, J. -O. Kliemann, K. Binder, F. Gaertner, T. Klassen et H. Kreye. 2011. « On Parameter Selection in Cold Spraying ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 20, n° 6, p. 1161-1176. <<https://doi.org/10.1007/s11666-011-9662-9>>.

Assadi, Hamid, Frank Gärtner, Thorsten Stoltenhoff et Heinrich Kreye. 2003. « Bonding mechanism in cold gas spraying ». *Acta Materialia*, vol. 51, n° 15, p. 4379-4394. <[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00274-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00274-X)>. Consulté le 19 décembre 2018.

Azarmi, F. et I. Sevostianov. 2020. « Comparative micromechanical analysis of alloy 625 coatings deposited by air plasma spraying, wire arc spraying, and cold spraying technologies ». *Mechanics of Materials*, vol. 144. <<https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103345>>.

B Bae, Gyuyeol, Kicheol Kang, Hyuntaek Na, Jay-Jung Kim et Changhee Lee. 2010. « Effect of particle size on the microstructure and properties of kinetic sprayed nickel coatings ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 204, n° 20, p. 3326-3335. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.03.046>>.

Bagherifard, Sara, Stefano Monti, Maria Vittoria Zuccoli, Martina Riccio, Jan Kondas et Mario Guagliano. 2018. « Cold spray deposition for additive manufacturing of freeform structural components compared to selective laser melting ». *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*, vol. 721, p. 339-350. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.02.094>>.

Bagherifard, Sara, Gianluca Roscioli, Maria Vittoria Zuccoli, Mehdi Hadi, Gaetano D'Elia, Ali Gokan Demir, Barbara Previtali, Jan Kondas et Mario Guagliano. 2017. « Cold spray deposition of freestanding inconel samples and comparative analysis with selective laser melting ». *Advanced Materials & Processes*, vol. 175, n° 8, p. 40-40.

Bala, Niraj, Harpreet Singh et Satya Prakash. 2009. « High Temperature Corrosion Behavior of Cold Spray Ni-20Cr Coating on Boiler Steel in Molten Salt Environment at 900°C ». *Journal of Ther*, vol. 19, n° 1-2, p. 110.

Balbaa, M., S. Mekhiel, M. Elbestawi et J. McIsaac. 2020. « On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses ». *Materials and Design*, vol. 193. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108818>>.

Beddoes, JC et W Wallace. 1980. *Heat-treatment of Hot Isostatically Processed IN-738 investment castings. METALLOGRAPHY*. <[https://doi.org/10.1016/0026-0800\(80\)90015-4](https://doi.org/10.1016/0026-0800(80)90015-4)>.

Bellet, Michel. 2018. *La simulation numérique des procédés de fabrication additive par fusion de lit de poudre*.

Biagi, R., E. Verna, M. Kazasidis, E. Bemporad, M. Galetto, S. Yin et R. Lupoi. 2021. « Cold spraying of in 718-Ni composite coatings: Microstructure characterization and tribological performance ». *Materials Science Forum*, vol. 1016 MSF, p. 840-845. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.1016.840>>.

Bian, Peiying, Jing Shi, Yang Liu et Yanxiang Xie. 2020. *Influence of laser power and scanning strategy on residual stress distribution in additively manufactured 316L steel. OPTICS AND LASER TECHNOLOGY*. <<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2020.106477>>.

Bonadei, A. et T. Marrocco. 2014. « Cold sprayed MCrAlY+X coating for gas turbine blades and vanes ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 242, p. 200-206. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.08.019>>.

Boruah, D., X. Zhang et M. Doré. 2019. « Theoretical prediction of residual stresses induced by cold spray with experimental validation ». *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures*, vol. 15, n° 3, p. 599-616. <<https://doi.org/10.1108/MMMS-08-2018-0150>>.

Boruah, Dibakor, Bilal Ahmad, Tung Lik Lee, Saurabh Kabra, Abdul Khadar Syed, Philip McNutt, Matthew Doré et Xiang Zhang. 2019. « Evaluation of residual stresses induced by cold spraying of Ti-6Al-4V on Ti-6Al-4V substrates ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 374, p. 591-602. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.06.028>>.

Brassart, Laury-Hann. 2022. « Évolutions microstructurales de dépôts épais d'acier inoxydable austénitique 316L obtenus par projection dynamique par gaz froid ("cold spray") sous l'effet d'un traitement thermique ; conséquences sur les propriétés d'usage ». Université Paris sciences et lettres.

Brassart, Laury-Hann, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, Jacques Besson, Francesco Delloro, David Haboussa et Gilles Rolland. 2021. « Metallurgical Approach for the Development of Heat Treatment Applied to 316L Stainless Steel Cold Spray Coatings ». In *ITSC2021*. (Virtual, 15 juin 2021), p. 177-188. <<https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0177>>. Consulté le 1 juillet 2021.

Bruna-Rosso, Claire, Julia Mergheim et Barbara Previtali. 2020. *Finite element modeling of residual stress and geometrical error formations in selective laser melting of metals. PROCEEDINGS OF THE INSTITUTION OF MECHANICAL ENGINEERS PART C-JOURNAL OF MECHANICAL ENGINEERING SCIENCE*. <<https://doi.org/10.1177/0954406220943225>>.

Bunel, Margaux. 2020. « Influence du traitement thermique des poudres sur le dépôt sur projection dynamique par gaz froid (" cold spray ") d'alliage d'aluminium 2024 pour la fabrication additive ». Thèse, Université Paris sciences et lettres. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03153254>>.

C Cavaliere, P., A. Silvello, N. Cinca, H. Canales, S. Dosta, I. Garcia Cano et J. M. Guilemany. 2017. « Microstructural and fatigue behavior of cold sprayed Ni-based superalloys coatings ». *Surface & Coatings Technology*, vol. 324, p. 390-402. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.06.006>>.

Cavaliere, P.D., A. Rizzo, D. Valerini et L. Capodici. 2021. « Wear and fretting behavior of cold sprayed in625 superalloy ». *Metals*, vol. 11, n° 1, p. 1-13. <<https://doi.org/10.3390/met11010049>>.

Champagne, V. K., P.K. Koh, T. J. Eden, D. E. Wolfe, J. Villafuerte et D. Helfritsch. 2015. « Applications ». In *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications*, sous la dir. de Villafuerte, Julio, p. 341-376. Cham : Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-16772-5_10>.

Chen, C., Z. Xiao, Y. Wang, X. Yang et H. Zhu. 2021. « Prediction study on in-situ reduction of thermal stress using combined laser beams in laser powder bed fusion ». *Additive Manufacturing*, vol. 47. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102221>>.

Chen, Chaoyue, Yingchun Xie, Xinliang Xie, Xingchen Yan, Renzhong Huang, Jiang Wang, Zhongming Ren, Sihao Deng et Hanlin Liao. 2019. « Effects of substrate heat accumulation on the cold sprayed Ni coating quality: Microstructure evolution and tribological performance ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 371, n° SI, p. 185-193. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.090>>.

Chen, Qiang, Gildas Guillemot, Charles-André Gandin et Michel Bellet. 2017. « Three-dimensional finite element thermomechanical modeling of additive manufacturing by selective laser melting for ceramic materials ». *Additive Manufacturing*, vol. 16, p. 124-137. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.02.005>>.

Chen, W. R., E. Irissou, X. Wu, J.-G. Legoux et B. R. Marple. 2011. « The Oxidation Behavior of TBC with Cold Spray CoNiCrAlY Bond Coat ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 20, n° 1, p. 132-138. <<https://doi.org/10.1007/s11666-010-9601-1>>.

Christoulis, D. K., S. Guetta, E. Irissou, V. Guipont, M. H. Berger, M. Jeandin, J.-G. Legoux, C. Moreau, S. Costil, M. Boustie, Y. Ichikawa et K. Ogawa. 2010. « Cold-Spraying Coupled to Nano-Pulsed Nd-YaG Laser Surface Pre-treatment ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19, n° 5, p. 1062-1073. <<https://doi.org/10.1007/s11666-010-9500-5>>.

Cloots, Michael, Peter J. Uggowitzer et Konrad Wegener. 2016. « Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles ». *Materials & Design*, vol. 89, p. 770-784. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.027>>.

Clyne, TW et SC Gill. 1996. « Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: A review of recent work ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 5, n° 4, p. 401-418. <<https://doi.org/10.1007/BF02645271>>.

Coddet, Pierre, Christophe Verdy, Christian Coddet, Francois Debray et Florence Lecouturier. 2015. « Mechanical properties of thick 304L stainless steel deposits processed by He cold spray ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 277, p. 74-80. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.07.001>>.

Colin, Christophe et Sylvain Dépinoy. 2022. « Chapitre I : Les procédés de fabrication additive métallique, partie I.2 Le procédé L-PBF ». In *La fabrication additive des alliages métalliques 1 - procédés, matière première et simulation numérique*, ISTE editions. vol. 1. ISTE editions.

Cote, Danielle. 2021. *Model-guided Characterization of Feedstock Powder*.

Danis, Yann. 2008. « Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'inconel 738 ». Université Bordeaux 1.

Danis, Yann, Corinne Arvieu, Eric Lacoste, Thibaut Larrouy et Jean-Michel Quenisset. 2010. « An investigation on thermal, metallurgical and mechanical states in weld cracking of Inconel 738LC superalloy ». *Materials & Design*, vol. 31, n° 1, p. 402-416. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.05.041>>.

Decker, M. K., H. D. Tran et Y.-L. Shen. 2000. *Mechanical properties of cold gas-dynamic spray nickel*. Report SAND2000-2679. Sandia National Laboratories, Albuquerque : Sandia National Laboratories.

Dykhuizen, RC et MF Smith. 1998. « Gas dynamic principles of cold spray ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 7, n° 2, p. 205-212. <<https://doi.org/10.1361/105996398770350945>>.

Egbewande, A. T., H. R. Zhang, R. K. Sidhu et O. A. Ojo. 2009. « Improvement in Laser Weldability of INCONEL 738 Superalloy through Microstructural Modification ». *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A-PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE*, vol. 40A, n° 11, p. 2694-2704. <<https://doi.org/10.1007/s11661-009-9962-6>>.

El-Bagoury, N. et Q. Mohsen. 2011. *Gamma prime and TCP phases and mechanical properties of thermally exposed nickel-base superalloy*. *PHASE TRANSITIONS*. <<https://doi.org/10.1080/01411594.2011.582379>>.

El-Bagoury, N., M. Waly et A. Nofal. 2008. *Effect of various heat treatment conditions on microstructure of cast polycrystalline IN738LC alloy*. *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.10.004>>.

Engeli, Roman, Thomas Etter, Simone Hövel et Konrad Wegener. 2016. « Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 229, p. 484-491. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.09.046>>.

Euralliage. 2019. « 2017A ». <<https://www.euralliage.com/2017A.htm>>. Consulté le 16 décembre 2019.

FFang, Z.-C., Z.-L. Wu, C.-G. Huang et C.-W. Wu. 2020. « Review on residual stress in selective laser melting additive manufacturing of alloy parts ». *Optics and Laser Technology*, vol. 129. <<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2020.106283>>.

Fardan, A., C.C. Berndt et R. Ahmed. 2021. « Numerical modelling of particle impact and residual stresses in cold sprayed coatings: A review ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 409. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126835>>.

Fauchais, Pierre L., Joachim V. R. Heberlein et Maher I. Boulos. 2014. *Thermal Spray Fundamentals From Powder to Part*, Springer US.

Fiebig, J., E. Bakan, T. Kalfhaus, G. Mauer, O. Guillon et R. Vaßen. 2020. « Thermal Spray Processes for the Repair of Gas Turbine Components ». *Advanced Engineering Materials*. <<https://doi.org/10.1002/adem.201901237>>.

Foelsche, Alden. 2020. « Nozzle Clogging Prevention and Analysis in Cold Spray ». <<https://doi.org/10.7275/18977831>>. Consulté le 3 décembre 2021.

François, Dominique. 2005. « Essais mécaniques des métaux Essais de dureté ». *Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages*, vol. base documentaire: TIB531DU0., n° ref. article: m4160. <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/essais-mecaniques-sur-les-metaux-et-alliages-42531210/essais-mecaniques-des-metaux-m4160/>>.

GGeiger, Fabian, Karsten Kunze et Thomas Etter. 2016. « Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 661, p. 240-246. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.036>>.

Ghelichi, R., S. Bagherifard, M. Guagliano et M. Verani. 2011. « Numerical simulation of cold spray coating ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 23, p. 5294-5301. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.05.038>>.

Grange, D., J.D. Bartout, B. Macquaire et C. Colin. 2020. « Processing a non-weldable nickel-base superalloy by Selective Laser Melting: role of the shape and size of the melt pools on solidification cracking ». *Materialia*, vol. 12. <<https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100686>>.

Grange, D., A. Queva, G. Guillemot, M. Bellet, J.-D. Bartout et C. Colin. 2021. « Effect of processing parameters during the laser beam melting of Inconel 738: Comparison between simulated and experimental melt pool shape ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 289. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116897>>.

- Gravereau, Pierre. 2011. *Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres*. Université Bordeaux 1, 209 p.
- Grosdidier, T., A. Hazotte et A. Simon. 1998. « Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 256, n° 1, p. 183-196. <[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00795-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00795-3)>.
- Grujicic, M., C. L. Zhao, W. S. DeRosset et D. Helfrich. 2004. « Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process ». *Materials & Design*, vol. 25, n° 8, p. 681-688. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2004.03.008>>.
- Guinard, C., G. Montay, V. Guipont, M. Jeandin, J. Girardot et M. Schneider. 2015. « Residual Stress Analysis of Laser-Drilled Thermal Barrier Coatings Involving Various Bond Coats ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 24, n° 1, p. 252-262. <<https://doi.org/10.1007/s11666-014-0185-z>>.
- Guinard, Caroline. 2016. « Influence des propriétés morphologiques et mécaniques des barrières thermiques sur la fissuration interfaciale induite par perçage laser impulsif ». Theses, PSL Research University. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01708237>>.
- Guipont, Vincent. 2022. « Chapitre I : Les procédés de fabrication additive métallique, partie I.5.3 Le Cold Spray ». In *La fabrication additive des alliages métalliques 1 - procédés, matière première et simulation numérique*, ISTE editions. vol. 1. ISTE editions.
- Guo, C., S. Li, S. Shi, X. Li, X. Hu, Q. Zhu et R.M. Ward. 2020. « Effect of processing parameters on surface roughness, porosity and cracking of as-built IN738LC parts fabricated by laser powder bed fusion ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 285. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116788>>.
- Guo, C., Z. Xu, Y. Zhou, S. Shi, G. Li, H. Lu, Q. Zhu et R.M. Ward. 2021. « Single-track investigation of IN738LC superalloy fabricated by laser powder bed fusion: Track morphology, bead characteristics and part quality ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 290. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.117000>>.
- Guo, C., Y. Zhou, X. Li, X. Hu, Z. Xu, E. Dong, Q. Zhu et R. Mark Ward. 2021. « A comparing study of defect generation in IN738LC superalloy fabricated by laser powder bed fusion: Continuous-wave mode versus pulsed-wave mode ». *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 90, p. 45-57. <<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.006>>.
- Guraya, T., S. Singamneni et Z. W. Chen. 2019. « Microstructure formed during selective laser melting of IN738LC in keyhole mode ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 792, p. 151-160. <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.419>>.
- Gusarov, A.V. et I. Smurov. 2010. « Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting ». In *Physics Procedia*. (2010), p. 381-394. Elsevier B.V. <<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2010.08.065>>.
- H** Hassani-Gangaraj, Mostafa, David Veysset, Victor K. Champagne, Keith A. Nelson et Christopher A. Schuh. 2018. « Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray ». *ACTA MATERIALIA*, vol. 158, p. 430-439. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.065>>.
- Henderson, Charles B. 1976. « Drag Coefficients of Spheres in Continuum and Rarefied Flows ». *AIAA Journal*, vol. 14, n° 6, p. 707-708. <<https://doi.org/10.2514/3.61409>>.

- Hu, Y., X.-K. Yang, W.-J. Kang, Y.-T. Ding, J.-Y. Xu et H.-Y. Zhang. 2021. « Effect of Zr content on crack formation and mechanical properties of IN738LC processed by selective laser melting ». *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 31, n° 5, p. 1350-1362. <[https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65582-6](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65582-6)>.
- Huang, CJ, XC Yan, CY Chen, YC Xie, M Liu, M Kuang et HL Liao. 2018. « Additive manufacturing hybrid Ni/Ti-6Al-4V structural component via selective laser melting and cold spraying ». *VACUUM*, vol. 151, p. 275-282. <<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.02.040>>.
- Humphreys F., John, Gregory Rohrer et Anthony Rollett. 2017. *Recrystallization and related annealing phenomena*, Third edition.. Amsterdam, Netherlands : Elsevier.
- Hussain, T., S. Yue et C.-J. Li. 2015. « Characteristics of Feedstock Materials ». In *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications*, sous la dir. de Villafuerte, Julio, p. 73-105. Cham : Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-16772-5_3>.
- Hussein, Ahmed, Liang Hao, Chunze Yan et Richard Everson. 2013. « Finite element simulation of the temperature and stress fields in single layers built without-support in selective laser melting ». *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 52, p. 638-647. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.070>>.
- Hutchings, Ian et Philip Shipway. 2017. *Tribology : Friction and Wear of Engineering Materials*. Oxford, UNITED KINGDOM : Elsevier Science & Technology. <<http://ebookcentral.proquest.com/lib/univpsl-ebooks/detail.action?docID=4841643>>.
- I** Ichikawa, Y., K. Sakaguchi, K. Ogawa, T. Shoji, S. Barradas, M. Jeandin et M. Boustie. 2007. « Deposition Mechanisms of Cold Gas Dynamic Sprayed MCrAlY Coatings ». In *Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions*. (Materials Park, Ohio, USA, 2007). ASM International.
- Ichikawa, Yuji et Kazuhiro Ogawa. 2017. « Critical Deposition Condition of CoNiCrAlY Cold Spray Based on Particle Deformation Behavior ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 26, n° 3, p. 340-349. <<https://doi.org/10.1007/s11666-016-0477-6>>.
- ImageJ wiki. 2022. « Grid/Collection stitching plugin ». In *ImageJ wiki*. <<https://imagej.net/plugins/grid-collection-stitching>>.
- J** Jeandin, Michel et Maurice Ducos. 2020. *Projection dynamique par gaz froid (ou cold spray). Techniques de l'ingénieur Traitements des métaux*. <<https://doi.org/10.51257/a-v1-m1648>>.
- Ji, Vincent. 2003. *Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes*. Lille : Université des Sciences et Technologies de Lille.
- Jia, H., H. Sun, H. Wang, Y. Wu et H. Wang. 2021. « Scanning strategy in selective laser melting (SLM): a review ». *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. <<https://doi.org/10.1007/s00170-021-06810-3>>.
- Jonaet, A.M., H.S. Park et L.C. Myung. 2021. « Prediction of residual stress and deformation based on the temperature distribution in 3D-printed parts ». *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 113, n° 7-8, p. 2227-2242. <<https://doi.org/10.1007/s00170-021-06711-5>>.
- Jonsson, S. et S. Krappedal. 2018. *Evaluation of residual stresses and distortions in additively manufactured components*. KTH Royal Institute of Technology.

- K** Kalfhaus, Tobias. 2019. « Entwicklung von Reparaturmethoden für Nickel-Superlegierungen mittels thermischer Spritzverfahren ». PhD Thesis, Bochum, Ruhr Universität Bochum, 126 p.
- Kazasidis, Marios, Shuo Yin, Jonathan Cassidy, Tatjana Volkov-Husović, Milica Vlahović, Sanja Martinović, Elena Kyriakopoulou et Rocco Lupoi. 2020. « Microstructure and cavitation erosion performance of nickel-Inconel 718 composite coatings produced with cold spray ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 382, p. 125195. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.125195>>.
- Kempen, K., B. Vrancken, S. Buls, J. Van Humbeeck et J.-P. Kruth. 2013. « Producing crack-free, high density parts by selective laser melting: Pre-heating the baseplate ». In *Proc. 24th Int. Solid Free. Fabr. Symp.* (août 2013), p. 131-139.
- Khairallah, Saad A., Andrew T. Anderson, Alexander Rubenchik et Wayne E. King. 2016. « Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones ». *Acta Materialia*, vol. 108, p. 36-45. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.014>>.
- Kim, H. C., Y. H. Kim, Y. G. Jung, J. H. Lee, C. Y. Jo et U. Paik. 2006. *Microstructure evolution with solidification rates in IN 738LC superalloy. ECO-MATERIALS PROCESSING & DESIGN VII*. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.510-511.450>>.
- Kim, KeeHyun, Makoto Watanabe, Jin Kawakita et Seiji Kuroda. 2008. « Grain refinement in a single titanium powder particle impacted at high velocity ». *Scripta Materialia*, vol. 59, n° 7, p. 768-771. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.06.020>>.
- Kim, S.Y., V. Luzin, M.L. Sesso, J. Thornton et S. Gulizia. 2020. « The Effect of Low Temperature Range Heat Treatment on the Residual Stress of Cold Gas Dynamic Sprayed Inconel 718 Coatings via Neutron Diffraction ». *Journal of Thermal Spray Technology*. <<https://doi.org/10.1007/s11666-020-01080-z>>.
- King, P., M. Yandouzi et B. Jodoin. 2015. « The Physics of Cold Spray ». In *Modern Cold Spray: Materials, Process, and Applications*, sous la dir. de Villafuerte, Julio, p. 31-72. Cham : Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-16772-5_2>.
- Klinkov, S. V., V. F. Kosarev et M. Rein. 2005. « Cold spray deposition: Significance of particle impact phenomena ». *Aerospace Science and Technology*, vol. 9, n° 7, p. 582-591. <<https://doi.org/10.1016/j.ast.2005.03.005>>.
- Koivuluoto, Heli et Petri Vuoristo. 2010. « Structural Analysis of Cold-Sprayed Nickel-Based Metallic and Metallic-Ceramic Coatings ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 19, n° 5, p. 975-989. <<https://doi.org/10.1007/s11666-010-9481-4>>.
- Kolagar, A. M., N. Tabrizi, M. Cheraghzadeh et M. S. Shahriari. 2017. « Failure analysis of gas turbine first stage blade made of nickel-based superalloy ». *Case Studies in Engineering Failure Analysis*, vol. 8, p. 61-68. <<https://doi.org/10.1016/j.csefa.2017.04.002>>.
- Kontikame, Nattapol, Sureerat Polsilapa et Panyawat Wangyao. 2017. « Effect of Precipitation Aging Temperatures on Reheat Treated Microstructures and its Phase Stability after Long-Term Exposure in Cast Nickel Base Superalloy, Grade Inconel 738 ». In *Metallography XVI*. (2017), p. 433-437. Trans Tech Publications. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.891.433>>.

Koul, A. K. et R. Thamburaj. 1985. « Serrated grain boundary formation potential of Ni-based superalloys and its implications ». *Metallurgical Transactions A*, vol. 16, n° 1, p. 17-26. <<https://doi.org/10.1007/BF02656707>>. Consulté le 3 avril 2022.

Krajnakova, Petra, Larissa Gouvea, Jan Cupera, Vit Jan, Ivo Dlouhy et Zdenek Spotz. 2018. « INFLUENCE OF MULTIPLE ELECTRON-BEAM REMELTINGS ON THE CHARACTERISTICS OF HVOF AND CGDS SPRAYED CoNiCrAlY COATINGS ». *MATERIALI IN TEHNOLOGIJE*, vol. 52, n° 3, p. 289-293. <<https://doi.org/10.17222/mit.2017.092>>.

Kromer, R., S. Costil, C. Verdy, S. Gojon et H. Liao. 2018. « Laser surface texturing to enhance adhesion bond strength of spray coatings – Cold spraying, wire-arc spraying, and atmospheric plasma spraying ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 352, p. 642-653. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.05.007>>.

Kromer, R., R.N. Raelison, Y. Danlos, C. Verdy, S. Costil et H. Liao. 2021. « Adhesion Strength Improvement by Laser Surface Texturing of Metallic Repair Coatings Deposited by Cold Spraying ». In *ITSC2021*. (Virtual, 15 juin 2021), p. 241-246. <<https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0241>>. Consulté le 1 juillet 2021.

Kruth, JP, X Wang, T Laoui et L Froyen. 2003. *Lasers and materials in selective laser sintering. ASSEMBLY AUTOMATION*. <<https://doi.org/10.1108/01445150310698652>>.

Kunze, Karsten, Thomas Etter, Juergen Graesslin et Valery Shklover. 2015. « Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM) ». *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*, vol. 620, p. 213-222. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.003>>.

L Lacoste, L., A. Sakly, S. Dépinoy, S. Lebel, B. Vayre et C. Colin. 2022. « Microstructure control of Additively manufactured IN718 By L-PBF process ». *Powder Metallurgy*, vol. 0, n° 0, p. 1-8. <<https://doi.org/10.1080/00325899.2022.2069540>>.

Ladani, Leila et Maryam Sadeghilaridjani. 2021. *Review of Powder Bed Fusion Additive Manufacturing for Metals. METALS*. <<https://doi.org/10.3390/met11091391>>.

Lee, K. I. et K. Ogawa. 2014. « Improved deposition efficiency of cold-sprayed CoNiCrAlY with pure Ni coatings and its high-temperature oxidation behavior after pre-treatment in low oxygen partial pressure ». *Materials Transactions*, vol. 55, n° 9, p. 1434-1439. <<https://doi.org/10.2320/matertrans.T-M2014829>>.

Lee, K.-H. et G.J. Yun. 2021. « Prediction of melt pool dimension and residual stress evolution with thermodynamically-consistent phase field and consolidation models during re-melting process of SLM ». *Computers, Materials and Continua*, vol. 66, n° 1, p. 87-112. <<https://doi.org/10.32604/cmc.2020.012688>>.

Léger, Pierre-Emmanuel. 2018. « Thèse : Rôle de la microstructure sur les mécanismes de corrosion marine d'un dépôt à base d'aluminium élaboré par projection dynamique par gaz froid ("cold spray") ». MINES ParisTech.

Levasseur, D., S. Yue et M. Brochu. 2012. « Pressureless sintering of cold sprayed Inconel 718 deposit ». *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*, vol. 556, p. 343-350. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.097>>.

- Li, L., L. Yan, Y. Chen, T. Pan, X. Zhang, W. Cui, A. Flood et F. Liou. 2019. « Predictive model for thermal and stress field in selective laser melting process-Part II ». In *Procedia Manufacturing*. (2019), p. 547-555. Elsevier B.V. <<https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.01.416>>.
- Li, L., L. Yan, W. Cui, Y. Chen, T. Pan, X. Zhang, A. Flood et F. Liou. 2019. « Predictive model for thermal and stress field in selective laser melting process-Part I ». In *Procedia Manufacturing*. (2019), p. 539-546. Elsevier B.V. <<https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.01.414>>.
- Li, W. Y., M. Yu, F. F. Wang, S. Yin et H. L. Liao. 2014. « A Generalized Critical Velocity Window Based on Material Property for Cold Spraying by Eulerian Method ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 23, n° 3, p. 557-566. <<https://doi.org/10.1007/s11666-013-0023-8>>.
- Lide, David R., W.M. « Mickey » Haynes, 194410, Lide, David R, 1928-, 340, 317308, Haynes et W.M. « Mickey ». 2009. *CRC Handbook of chemistry and physics*, 90th ed. Boca Raton : CRC Press.
- Liu, Binqi, Gang Fang et Liping Lei. 2021. *An analytical model for rapid predicting molten pool geometry of selective laser melting (SLM)*. *APPLIED MATHEMATICAL MODELLING*. <<https://doi.org/10.1016/j.apm.2020.11.027>>.
- Liu, Yang, Yongqiang Yang et Di Wang. 2016. « A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder ». *INTERNATIONAL JOURNAL OF ADVANCED MANUFACTURING TECHNOLOGY*, vol. 87, n° 1-4, p. 647-656. <<https://doi.org/10.1007/s00170-016-8466-y>>.
- Luo, Xiao-Tao, Meng-Lin Yao, Ninshu Ma, Makoto Takahashi et Chang-Jiu Li. 2018. « Deposition behavior, microstructure and mechanical properties of an in-situ micro-forging assisted cold spray enabled additively manufactured Inconel 718 alloy ». *MATERIALS & DESIGN*, vol. 155, p. 384-395. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.06.024>>.
- Luzin, V., K. Spencer et M.-X. Zhang. 2011. « Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings ». *Acta Materialia*, vol. 59, n° 3, p. 1259-1270. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.058>>.
- M** Machirori, T., F. Q. Liu, Q. Y. Yin et H. L. Wei. 2021. *Spatiotemporal variations of residual stresses during multi-track and multi-layer deposition for laser powder bed fusion of Ti-6Al-4V*. *COMPUTATIONAL MATERIALS SCIENCE*. <<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2021.110462>>.
- Magana-Carranza, R., C. J. Sutcliffe et E. A. Patterson. 2021. *The effect of processing parameters and material properties on residual forces induced in Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)*. *ADDITIVE MANUFACTURING*. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102192>>.
- Mallikarjuna, H. T., W. F. Caley et N. L. Richards. 2022. « DSC investigation of size-dependent γ' dissolution and re-precipitation kinetics in Ni-based superalloy IN738LC ». *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 0, n° 0, p. 1-14. <<https://doi.org/10.1080/00084433.2021.2016349>>.
- Marion, Guillaume. 2016. « Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautiques et spatiales en Ti-6Al-4V par dépôt et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique ». Theses, Université Paris sciences et lettres. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03510208>>.

- Marrocco, T., D. G. McCartney, P. H. Shipway et A. J. Sturgeon. 2006a. « Comparison of the Microstructure of Cold Sprayed and Thermally Sprayed IN718 Coatings ». In *International Thermal Spray Conference*. (Seattle, Washington, USA, 15 mai 2006). ASM International.
- Marrocco, T., D. G. McCartney, P. H. Shipway et A. J. Sturgeon. 2006b. « Production of titanium deposits by cold-gas dynamic spray: Numerical modeling and experimental characterization ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 15, n° 2, p. 263-272. <<https://doi.org/10.1361/105996306X108219>>.
- MatWeb. 2021a. « 304 Stainless Steel ». In *MatWeb*. <<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=abc4415b0f8b490387e3c922237098da&ckck=1>>.
- MatWeb. 2021b. « Aluminium 2017-T4 ; 2017-T451 ». In *MatWeb*. <<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=53d0e31ee66f4cf9b28abb87c08e4d39>>. Consulté le 2 décembre 2021.
- MatWeb. 2022. « Nickel, Ni ». <<https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=e6eb83327e534850a062dbca3bc758dc&ckck=1>>.
- Mauer, G., R. Singh, K. -H. Rauwald, S. Schrufer, S. Wilson et R. Vassen. 2017. « Diagnostics of Cold-Sprayed Particle Velocities Approaching Critical Deposition Conditions ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 26, n° 7, p. 1423-1433. <<https://doi.org/10.1007/s11666-017-0596-8>>.
- Mauer, Georg, Karl-Heinz Rauwald, Yoo Jung Sohn et Thomas E. Weirich. 2021. *Cold Gas Spraying of Nickel-Titanium Coatings for Protection Against Cavitation*. *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*. <<https://doi.org/10.1007/s11666-020-01139-x>>.
- Mercelis, Peter et Jean-Pierre Kruth. 2006. « Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting ». *RAPID PROTOTYPING JOURNAL*, vol. 12, n° 5, p. 254-265. <<https://doi.org/10.1108/13552540610707013>>.
- Mitchell, R.J., H.Y. Li et Z.W. Huang. 2009. « On the formation of serrated grain boundaries and fan type structures in an advanced polycrystalline nickel-base superalloy ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, n° 2, p. 1011-1017. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.03.008>>. Consulté le 3 avril 2022.
- Moniz da Silva Sancho, Liliana. 2020. « Etude de l'interaction laser-matière pour la fabrication de pièces à haute valeur ajoutée en céramiques oxydes semi-transparentes par fusion laser sélective sur lit de poudre ». Theses, Université Paris sciences et lettres. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03170259>>.
- Mons, Claude. 1996. « Traitements thermiques des superalliages ». *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des aciers, des alliages et des fontes*, vol. base documentaire : TIB364DUO, n° ref. article : m1165. <<https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-thermiques-des-aciers-des-alliages-et-des-fontes-42364210/traitements-thermiques-des-superalliages-m1165/>>.
- Moshtaghin, R. S. et S. Asgari. 2003. « Growth kinetics of γ' precipitates in superalloy IN-738LC during long term aging ». *Materials & Design*, vol. 24, n° 5, p. 325-330. <[https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(03\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(03)00061-X)>.

NNeo, Rong Gen, Kaiqiang Wu, Sung Chyn Tan et Wei Zhou. 2022. « Effect of Spray Distance and Powder Feed Rate on Particle Velocity in Cold Spray Processes ». *Metals*, vol. 12, n° 1. <<https://doi.org/10.3390/met12010075>>.

Nickel Institute. 2020. *Alloy IN-738 Technical data: A practical guide to the use of nickel-containing alloys, n°497*. New York, NY.

OOgawa, K., K. Ito, K. Ichimura, Y. Ichikawa, S. Ohno et N. Onda. 2008. « Characterization of Low-Pressure Cold-Sprayed Aluminum Coatings ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, n° 5, p. 728-735. <<https://doi.org/10.1007/s11666-008-9254-5>>.

Ogawa, Kazuhiro et Dowon Seo. 2011. « Repair of Turbine Blades Using Cold Spray Technique ». In *Advances in Gas Turbine Technology*, sous la dir. de Benini, Ernesto. InTech. <<https://doi.org/10.5772/23623>>. Consulté le 29 octobre 2018.

Ojo, O. A., N. L. Richards et M. C. Chaturvedi. 2004. « Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy ». *Scripta Materialia*, vol. 50, n° 5, p. 641-646. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.11.025>>.

Ola, O. T., O. A. Ojo et M. C. Chaturvedi. 2013. « Effect of deformation mode on hot ductility of a gamma' precipitation strengthened nickel-base superalloy ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 585, p. 319-325. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.088>>. Consulté le 28 janvier 2019.

Oliveira, J.P., A.D. LaLonde et J. Ma. 2020. « Processing parameters in laser powder bed fusion metal additive manufacturing ». *Materials and Design*, vol. 193. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108762>>.

Olleak, Alaa et Zhimin Xi. 2021. « A study of modeling assumptions and adaptive remeshing for thermomechanical finite element modeling of the LPBF process ». *INTERNATIONAL JOURNAL OF ADVANCED MANUFACTURING TECHNOLOGY*, vol. 115, n° 11-12, p. 3599-3615. <<https://doi.org/10.1007/s00170-021-07362-2>>.

Orecchia, D. 2008. *Approche de procédés innovants de fabrication rapide par laser de pièces en Ta6V, IN718 et en composites à matrice métallique du type Ta6V/TiB et Ta6V/TiC, pour l'industrie aéronautique*. Mastère Comadis de Mines Paris Tech.

Oyinbo, Sunday Temitope et Tien-Chien Jen. 2019. « A comparative review on cold gas dynamic spraying processes and technologies ». *MANUFACTURING REVIEW*, vol. 6. <<https://doi.org/10.1051/mfreview/2019023>>.

PPadmini, B. V., Digvijay G. Bhosale et H. B. Niranjana. 2021. *A study of T11 boiler steel protection by cold sprayed Inconel 738 coating against high temperature erosion*. *SURFACES AND INTERFACES*. <<https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101002>>.

Pant, P., S. Proper, V. Luzin, S. Sjöström, K. Simonsson, J. Moverare, S. Hosseini, V. Pacheco et R.L. Peng. 2020. « Mapping of residual stresses in as-built Inconel 718 fabricated by laser powder bed fusion: A neutron diffraction study of build orientation influence on residual stresses ». *Additive Manufacturing*, vol. 36. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101501>>.

Pant, P., S. Sjöström, K. Simonsson, J. Moverare, S. Proper, S. Hosseini, V. Luzin et R. Peng. 2021. « A simplified layer-by-layer model for prediction of residual stress distribution in additively manufactured parts ». *Metals*, vol. 11, n° 6. <<https://doi.org/10.3390/met11060861>>.

- Papayrin, Anatolii, Vladimir Kosarev, Sergey Klinkov, Anatolii Alkhimov et Vasily M. Fomin. 2006. *Cold spray technology*. Elsevier. <<https://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=XjZMWNVvgLAC&oi=fnd&pg=PP1&dq=%22conducted+the+first+research+in+the+United+States+on+cold+spray.+The%22+%22the+Pennsylvania+State+University%3B+ASB+Industries+Inc.,+Ford+Motor%22+%22The+cold+spray+process+propagates+around+the+world+so+fast+that+it+is%22+&ots=TN5ZPyAWHb&sig=lnLUvckm9c7OYGCwrFC1GicUDeA>>. Consulté le 20 février 2017.
- Pattison, J., S. Celotto, R. Morgan, M. Bray et W. O'Neill. 2007. *Cold gas dynamic manufacturing: A non-thermal approach to freeform fabrication*. *INTERNATIONAL JOURNAL OF MACHINE TOOLS & MANUFACTURE*. <<https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2006.05.001>>.
- Peng, Jun. 2006. « Determination of residual stresses in coating by pseudo-grazing incidence X-Ray diffraction method ». PhD Thesis, Paris, Arts et Métiers ParisTech, 155 p.
- Perevoshchikova, Nataliya, Jordan Rigaud, Yu Sha, Martin Heilmaier, Barrie Finnin, Elena Labelle et Xinhua Wu. 2017. « Optimisation of selective laser melting parameters for the Ni-based superalloy IN-738 LC using Doehlert's design ». *RAPID PROTOTYPING JOURNAL*, vol. 23, n° 5, p. 881-892. <<https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2016-0063>>.
- Perez, Lorena, Jake Colburn, Luke N. Brewer, Michael Renfro et Tim McKechnie. 2021. « Cold Spray Deposition of Heat-Treated Inconel 718 Powders ». In *ITSC2021*. (Virtual, 15 juin 2021), p. 171-176. <<https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0171>>. Consulté le 1 juillet 2021.
- Peyre, Patrice et Eric Charkaluk. 2022. *La fabrication additive des alliages métalliques 1 - procédés, matière première et simulation numérique*, ISTE editions. ISTE editions, 284 p.
- PIPAME. 2017. *Rapport PIPAME. Prospective. Futur de la fabrication additive*. <https://www.entreprises.gouv.fr/files/files/directions_services/etudes-et-statistiques/prospective/Industrie/2017-Fabrication-additive.pdf>.
- Polsilapa, Sureerat, Aimamorn Promboopha et Panyawat Wangyao. 2017. « Long-Term Gamma Prime Phase Stability after Various Heat Treatment Conditions with Temperature Dropping during Solution Treatment in Cast Nickel Base Superalloy, Grade Inconel-738 ». In *Metallography XVI*. (2017), p. 420-425. Trans Tech Publications. <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.891.420>>.
- Poza, P., C. J. Múnez, M. A. Garrido-Maneiro, S. Vezzù, S. Rech et A. Trentin. 2014. « Mechanical properties of Inconel 625 cold-sprayed coatings after laser remelting. Depth sensing indentation analysis ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 243, p. 51-57. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.03.018>>.
- Prost, Melanie. 2021. « Anisotropie de propagation de fissure de fatigue dans le superalliage INCONEL 718 élaboré par fabrication additive ». Theses, Université Paris sciences et lettres. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03621286>>.

Q Quested, P. N., R. F. Brooks, L. Chapman, R. Morrell, Y. Youssef et K. C. Mills. 2009. « Measurement and estimation of thermophysical properties of nickel based superalloys ». *Materials Science and Technology*, vol. 25, n° 2, p. 154-162. <<https://doi.org/10.1179/174328408X361454>>. Consulté le 3 avril 2020.

R Rabinowicz, Ernest. 1965. *Friction and wear of materials*. Coll. « Wiley series on the science and technology of materials ». New York : Wiley.

- Raletz, François. 2005. « Contribution au développement d'un procédé de projection dynamique à froid (P. D. F.) pour la réalisation de dépôts de nickel ». PhD Thesis, Limoges, Université de Limoges, 1 vol. (275 p.) p. <<http://www.theses.fr/2005LIM00024/document>>.
- Raletz, François, Michel Vardelle et Guillaume Ezo'o. 2006. « Critical particle velocity under cold spray conditions ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, n° 5, p. 1942-1947. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.04.061>>. Consulté le 20 février 2017.
- Ravichander, B.B., S. Thakare, A. Ganesh-Ram, B. Farhang, M. Hanumantha, Y. Yang, N.S. Moghaddam et A. Amerinatanzi. 2021. « Cost-aware design and fabrication of new support structures in laser powder bed fusion: Microstructure and metallurgical properties ». *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 11, n° 21. <<https://doi.org/10.3390/app112110127>>.
- Reed, R.C. 2006. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press.
- Richer, P., M. Yandouzi, L. Beauvais et B. Jodoin. 2010. « Oxidation behaviour of CoNiCrAlY bond coats produced by plasma, HVOF and cold gas dynamic spraying ». *Surface & Coatings Technology*, vol. 204, n° 24, p. 3962-3974. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.03.043>>.
- Richer, P., A. Zuniga, M. Yandouzi et B. Jodoin. 2008. « CoNiCrAlY microstructural changes induced during Cold Gas Dynamic Spraying ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 203, n° 3-4, p. 364-371. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.09.014>>.
- Rickenbacher, L., T. Etter, S. Hoevel et K. Wegener. 2013. « High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology ». *RAPID PROTOTYPING JOURNAL*, vol. 19, n° 4, p. 282-290. <<https://doi.org/10.1108/13552541311323281>>.
- Risse, Jeroen. 2019. « Additive Manufacturing of Nickel-Base Superalloy IN738LC by Laser Powder Bed Fusion ». Aix-la-Chapelle, RWTH Aachen University.
- Royer, Frédéric. 2014. « Idiosyncrasy and operating of the selective laser melting process : Application on two nickel-based superalloy and energetic account ». PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01142368>>.
- S** Sabard, A., H. L. de Villiers Lovelock et T. Hussain. 2018. « Microstructural Evolution in Solution Heat Treatment of Gas-Atomized Al Alloy (7075) Powder for Cold Spray ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 27, n° 1, p. 145-158. <<https://doi.org/10.1007/s11666-017-0662-2>>. Consulté le 22 janvier 2019.
- Safran group. 2021. « Safran et SLM Solutions testent la technologie de fabrication additive SLM® pour la réalisation de caisson d'atterrisseur avant d'avion d'affaires. » <<https://www.safran-group.com/fr/espace-presse/safran-slm-solutions-testent-technologie-fabrication-additive-slmr-realisation-caisson-datterrisseur-2021-03-29>>. Consulté le 28 septembre 2021.
- Sanchez, S., P. Smith, Z. Xu, G. Gaspard, C.J. Hyde, W.W. Wits, I.A. Ashcroft, H. Chen et A.T. Clare. 2021. « Powder Bed Fusion of nickel-based superalloys: A review ». *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 165. <<https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2021.103729>>.
- Schmeiser, Felix, Erwin Krohmer, Norbert Schell, Eckart Uhlmann et Walter Reimers. 2020. *Experimental observation of stress formation during selective laser melting using in situ X-*

- Schmeiser, Felix, Erwin Krohmer, Norbert Schell, Eckart Uhlmann et Walter Reimers. 2021. *Internal Stress Evolution and Subsurface Phase Transformation in Titanium Parts Manufactured by Laser Powder Bed Fusion-An In Situ X-Ray Diffraction Study*. *ADVANCED ENGINEERING MATERIALS*. <<https://doi.org/10.1002/adem.202001502>>.
- Schmidt, Tobias, Hamid Assadi, Frank Gärtner, Horst Richter, Thorsten Stoltenhoff, Heinrich Kreye et Thomas Klassen. 2009. « From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 18, n° 5, p. 794. <<https://doi.org/10.1007/s11666-009-9357-7>>. Consulté le 19 décembre 2018.
- Schmidt, Tobias, Frank Gärtner, Hamid Assadi et Heinrich Kreye. 2006. « Development of a generalized parameter window for cold spray deposition ». *Acta Materialia*, vol. 54, n° 3, p. 729-742. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.10.005>>. Consulté le 19 décembre 2018.
- Seiner, Hanus, Jan Cizek, Petr Sedlak, Renzhong Huang, Jan Cupera, Ivo Dlouhy et Michal Landa. 2016. « Elastic moduli and elastic anisotropy of cold sprayed metallic coatings ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 291, p. 342-347. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.02.057>>.
- Serrano-Munoz, Itziar, Tatiana Mishurova, Tobias Thiede, Maximilian Sprengel, Arne Kromm, Naresh Nadammal, Gert Nolze, Romeo Saliwan-Neumann, Alexander Evans et Giovanni Bruno. 2020. *The residual stress in as-built Laser Powder Bed Fusion IN718 alloy as a consequence of the scanning strategy induced microstructure*. *SCIENTIFIC REPORTS*. <<https://doi.org/10.1038/s41598-020-71112-9>>.
- Shajari, Y., Z. S. Seyedraoufi, A. Alizadeh, S. H. Razavi, M. Porhonor et K. Mirzavand. 2019. *Effect of solution temperature of rejuvenation heat treatment on the stability of ?? precipitates in Ni-base superalloy IN738LC during long-term heating*. *MATERIALS RESEARCH EXPRESS*. <<https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab54ef>>.
- Shrestha, Deepika, Fardad Azarmi et X.W. Tangpong. 2021. « Effect of Heat Treatment on Residual Stress of Cold Sprayed Nickel-Base Superalloys ». In *ITSC2021*. (Virtual, 15 juin 2021), p. 197-202. <<https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0197>>. Consulté le 1 juillet 2021.
- Siemens Energy. 2021. « Additive Manufacturing Enables Advanced Blade Tip Repair and Upgrade ». *Siemens Energy*. <<https://press.siemens-energy.com/global/en/news/additive-manufacturing-enables-advanced-blade-tip-repair-and-upgrade>>. Consulté le 29 septembre 2021.
- Singh, R., K. H. Rauwald, E. Wessel, G. Mauer, S. Schrufer, A. Barth, S. Wilson et R. Vassen. 2017. « Effects of substrate roughness and spray-angle on deposition behavior of cold-sprayed Inconel 718 ». *Surface & Coatings Technology*, vol. 319, p. 249-259. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.03.072>>.
- Singh, R., S. Schrufer, S. Wilson, J. Gibmeier et R. Vassen. 2018. « Influence of coating thickness on residual stress and adhesion-strength of cold-sprayed Inconel 718 coatings ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 350, p. 64-73. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.06.080>>.
- Siopis, Matt. 2017. *Study of Nozzle Clogging During Cold Spray*.

- Smith, William L., John D. Roehling, Maria Strantz, Rishi K. Ganeriwala, Ava S. Ashby, Bey Vrancken, Bjorn Clausen, Gabriel M. Guss, Donald W. Brown, Joseph T. McKeown, Michael R. Hill et Manyalibo J. Matthews. 2021. *Residual stress analysis of in situ surface layer heating effects on laser powder bed fusion of 316L stainless steel*. *ADDITIVE MANUFACTURING*. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102252>>.
- Song, Xu, Joris Everaerts, Wei Zhai, Han Zheng, Adrian Wei Yee Tan, Wen Sun, Feng Li, Iulian Marinescu, Erjia Liu et Alexander M. Korsunsky. 2018. « Residual stresses in single particle splat of metal cold spray process – Numerical simulation and direct measurement ». *Materials Letters*, vol. 230, p. 152-156. <<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.117>>.
- Sotov, A. V., A. V. Agapovichev, V. G. Smelov, V. V. Kokareva, M. O. Dmitrieva, A. A. Melnikov, S. P. Golanov et Yu M. Anurov. 2020. *Investigation of the IN-738 superalloy microstructure and mechanical properties for the manufacturing of gas turbine engine nozzle guide vane by selective laser melting*. *INTERNATIONAL JOURNAL OF ADVANCED MANUFACTURING TECHNOLOGY*. <<https://doi.org/10.1007/s00170-020-05197-x>>.
- Special Metals Corporation. 2007. *Inconel alloy 718*. SMC-045. USA.
- Special Metals Corporation. 2013. *Inconel alloy 625*. USA.
- Srinivasan, Dheepa, Vighnesh Chandrasekhar, Ramar Amuthan, Y. C. Lau et Eklavya Calla. 2016. « Characterization of Cold-Sprayed IN625 and NiCr Coatings ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, n° 4, p. 725-744. <<https://doi.org/10.1007/s11666-016-0382-z>>.
- Stevens, R. A. et P. E. J. Flewitt. 1979. « The effects of γ' precipitate coarsening during isothermal aging and creep of the nickel-base superalloy IN-738 ». *Materials Science and Engineering*, vol. 37, n° 3, p. 237-247. <[https://doi.org/10.1016/0025-5416\(79\)90157-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(79)90157-5)>.
- Stoltenhoff, T., H. Kreye et H.J. Richter. 2002. « An analysis of the cold spray process and its coatings ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 11, n° 4, p. 542-550. <<https://doi.org/10.1361/105996302770348682>>.
- Structural Integrity Associates, Inc. 2009. *Material Properties for Davis-Besse Unit 1. RCP Suction, RCP Discharge, Cold Leg Drain and Core Flood Nozzles Preemptive Weld Overlay Repairs*.
- Stutzman, A.M., A.K. Rai, B. Alexandreanu, P.E. Albert, E.J. Sun, M.L. Schwartz, E.W. Reutzel, J.F. Tressler, T.P. Medill et D.E. Wolfe. 2020. « Laser glazing of cold sprayed coatings for the mitigation of stress corrosion cracking in light water reactor (LWR) applications ». *Surface and Coatings Technology*, vol. 386. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125429>>.
- Suhonen, T., T. Varis, S. Dosta, M. Torrell et J. M. Guilemany. 2013. « Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings ». *ACTA MATERIALIA*, vol. 61, n° 17, p. 6329-6337. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.033>>.
- Sun, Tan, Wu, Yin, Yang, Marinescu, et Liu. 2020. « Post-Process Treatments on Supersonic Cold Sprayed Coatings: A Review ». *Coatings*, vol. 10, n° 2, p. 123. <<https://doi.org/10.3390/coatings10020123>>. Consulté le 8 février 2020.
- Sun, Wen, Ayan Bhowmik, Adrian Wei Yee Tan, Ruitao Li, Fei Xue, Iulian Marinescu et Erjia Liu. 2019a. « Improving microstructural and mechanical characteristics of cold-sprayed Inconel 718 deposits via local induction heat treatment ». *JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS*, vol. 797, p. 1268-1279. <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.099>>.

Sun, Wen, Ayan Bhowmik, Adrian Wei Yee Tan, Fei Xue, Iulian Marinescu, Feng Li et Erjia Liu. 2019b. « Strategy of incorporating Ni-based braze alloy in cold sprayed Inconel 718 coating ». *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY*, vol. 358, p. 1006-1012. <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.050>>.

Sun, Wen, Adrian Wei Yee Tan, Ayan Bhowmik, Iulian Marinescu, Xu Song, Wei Zhai, Feng Li et Erjia Liu. 2018. « Deposition characteristics of cold sprayed Inconel 718 particles on Inconel 718 substrates with different surface conditions ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 720, p. 75-84. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.02.059>>.

TThakur, Anurag. 1997. « Microstructural responses of a Nickel-base cast IN-738 superalloy to a variety of pre-weld heat-treatments ». Master of Science, Winnipeg, Manitoba, The University of Manitoba, 135 p.

The international nickel company. [s d]. *In738 : fiche de données*.

Thomas, Marc, Cécile Davoine et Stefan Drawin. 2019. *Fabrication additive en aéronautique et en spatial. Techniques de l'ingénieur Travail des matériaux - Assemblage*. <<https://doi.org/10.51257/a-v1-bm7940>>.

Thomas, Marc, Stefan Drawin et O. Bonnefoy. 2022. « Chapitre 2 : La matière première : les poudres et les fils métalliques ». In *La fabrication additive des alliages métalliques 1 - procédés, matière première et simulation numérique*, ISTE editions. vol. 1. ISTE editions.

Tolochko, Nikolay K., Tahar Laoui, Yurii V. Khlopkov, Sergei E. Mozzharov, Victor I. Titov et Michail B. Ignatiev. 2000. *Absorptance of powder materials suitable for laser sintering*. *RAPID PROTOTYPING JOURNAL*. <<https://doi.org/10.1108/13552540010337029>>.

Tran, Hai T., Qian Chen, Jonathan Mohan et Albert C. To. 2020. *A new method for predicting cracking at the interface between solid and lattice support during laser powder bed fusion additive manufacturing*. *ADDITIVE MANUFACTURING*. <<https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101050>>.

Tsui, Y.C. et T.W. Clyne. 1997. « An analytical model for predicting residual stresses in progressively deposited coatings Part 1: Planar geometry ». *Thin Solid Films*, vol. 306, n° 1, p. 23-33. <[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(97\)00199-5](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00199-5)>. Consulté le 20 décembre 2018.

VVaßen, R., J. Fiebig, T. Kalfhaus, J. Gibmeier, A. Kostka et S. Schrüfer. 2020. « Correlation of Microstructure and Properties of Cold Gas Sprayed INCONEL 718 Coatings ». *Journal of Thermal Spray Technology*. <<https://doi.org/10.1007/s11666-020-00988-w>>.

Vilanova, M., M.C. Taboada, A. Martinez-Amesti, A. Niklas, M.S. Sebastian et T. Guraya. 2021. « Influence of minor alloying element additions on the crack susceptibility of a nickel based superalloy manufactured by lpbfd ». *Materials*, vol. 14, n° 19. <<https://doi.org/10.3390/ma14195702>>.

Vilaro, Thomas. 2011. « Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique ». Paris, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 301 p.

Vinson, Pierre. 2015. « Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique ». Theses,

Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. <<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03117437>>.

Vock, Silvia, Burghardt Klöden, Alexander Kirchner, Thomas Weißgärber et Bernd Kieback. 2019. « Powders for powder bed fusion: a review ». *Progress in Additive Manufacturing*, vol. 4, n° 4, p. 383-397. <<https://doi.org/10.1007/s40964-019-00078-6>>.

W Wang, H., X. Zhang, G. B. Wang, J. Shen, G. Q. Zhang, Y. P. Li et M. Yan. 2019. « Selective laser melting of the hard-to-weld IN738LC superalloy: Efforts to mitigate defects and the resultant microstructural and mechanical properties ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 807, p. 151662. <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.151662>>.

Wang, Xiqian, Luke N. Carter, Bo Pang, Moataz M. Attallah et Michael H. Loretto. 2017. « Microstructure and yield strength of SLM-fabricated CM247LC Ni-Superalloy ». *Acta Materialia*, vol. 128, p. 87-95. <<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.007>>.

Wang, Xudong, Bo Zhang, Jinsheng Lv et Shuo Yin. 2015. « Investigation on the Clogging Behavior and Additional Wall Cooling for the Axial-Injection Cold Spray Nozzle ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 24, n° 4, p. 696-701. <<https://doi.org/10.1007/s11666-015-0227-1>>.

Waqar, S., K. Guo et J. Sun. 2021. « FEM analysis of thermal and residual stress profile in selective laser melting of 316L stainless steel ». *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 66, p. 81-100. <<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.03.040>>.

Wong, W., E. Irissou, P. Vo, M. Sone, F. Bernier, J. -G. Legoux, H. Fukunuma et S. Yue. 2013. « Cold Spray Forming of Inconel 718 ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 22, n° 2-3, p. 413-421. <<https://doi.org/10.1007/s11666-012-9827-1>>.

X Xie, Yingchun, Chaoyue Chen, Marie-Pierre Planche, Sihao Deng, Renzhong Huang, Zhongming Ren et Hanlin Liao. 2019. « Strengthened Peening Effect on Metallurgical Bonding Formation in Cold Spray Additive Manufacturing ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 28, p. 769-779.

Xie, Yingchun, Shuo Yin, Chaoyue Chen, Marie-Pierre Planche, Hanlin Liao et Rocco Lupoi. 2016. « New insights into the coating/substrate interfacial bonding mechanism in cold spray ». *SCRIPTA MATERIALIA*, vol. 125, p. 1-4. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.07.024>>.

Xiong, Yuming, Gyuyeol Bae, Xiang Xiong et Changhee Lee. 2010. « The Effects of Successive Impacts and Cold Welds on the Deposition Onset of Cold Spray Coatings ». *JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY*, vol. 19, n° 3, p. 575-585. <<https://doi.org/10.1007/s11666-009-9455-6>>.

Xu, J., H. Gruber, R. Boyd, S. Jiang, R.L. Peng et J.J. Moverare. 2020. « On the strengthening and embrittlement mechanisms of an additively manufactured Nickel-base superalloy ». *Materialia*, vol. 10. <<https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100657>>.

Xu, Jiayu, Yutian Ding, Yubi Gao, Hao Wang, Yong Hu et Dong Zhang. 2021. *Grain refinement and crack inhibition of hard-to-weld Inconel 738 alloy by altering the scanning strategy during selective laser melting. MATERIALS & DESIGN.* <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109940>>.

Yin, Shuo, Xinkun Suo, Yingchun Xie, Wenya Li, Rocco Lupoi et Hanlin Liao. 2015. « Effect of substrate temperature on interfacial bonding for cold spray of Ni onto Cu ». *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, vol. 50, n° 22, p. 7448-7457. <<https://doi.org/10.1007/s10853-015-9304-6>>.

Yin, Shuo, Xingchen Yan, Chaoyue Chen, Richard Jenkins, Min Liu et Rocco Lupoi. 2018. « Hybrid additive manufacturing of Al-Ti6Al4V functionally graded materials with selective laser melting and cold spraying ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 255, p. 650-655. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.01.015>>.

Yin, Shuo, Xingchen Yan, Richard Jenkins, Chaoyue Chen, Marios Kazasidis, Min Liu, Min Kuang et Rocco Lupoi. 2019. « Hybrid additive manufacture of 316L stainless steel with cold spray and selective laser melting: Microstructure and mechanical properties ». *JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY*, vol. 273. <<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.05.029>>.

Yu, Zhengrong, Chuan Guo, Shuang Han, Xiaogang Hu, Lijie Cao, Zhen Xu, Hui Ding et Qiang Zhu. 2021. *The effect of Hf on solidification cracking inhibition of IN738LC processed by Selective Laser Melting. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140733>>.

Zerbst, U., G. Bruno, J.-Y. Buffière, T. Wegener, T. Niendorf, T. Wu, X. Zhang, N. Kashaev, G. Meneghetti, N. Hrabe, M. Madia, T. Werner, K. Hilgenberg, M. Koukolíková, R. Procházka, J. Džugan, B. Möller, S. Beretta, A. Evans, R. Wagener et K. Schnabel. 2021. « Damage tolerant design of additively manufactured metallic components subjected to cyclic loading: State of the art and challenges ». *Progress in Materials Science*. <<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100786>>.

Zhang, L., Y. Li, S. Zhang et Q. Zhang. 2021. « Selective laser melting of IN738 superalloy with a low Mn+Si content: Effect of energy input on characteristics of molten pool, metallurgical defects, microstructures and mechanical properties ». *Materials Science and Engineering A*, vol. 826. <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141985>>.

Zhang, Xiaoqiang, Huabin Chen, Luming Xu, Jijin Xu, Xukai Ren et Xiaoqi Chen. 2019. « Cracking mechanism and susceptibility of laser melting deposited Inconel 738 superalloy ». *MATERIALS & DESIGN*, vol. 183. <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108105>>.

Zhang, Yancheng, Gildas Guillemot, Marc Bernacki et Michel Bellet. 2018. « Macroscopic thermal finite element modeling of additive metal manufacturing by selective laser melting process ». *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 331, p. 514-535. <<https://doi.org/10.1016/j.cma.2017.12.003>>.

Zlá, Simona, Jana Dobrovska, Bedřich Smetana, Monika Žaludová, Vlastimil Vodárek et Kateřina Konečná. 2010. « Differential thermal analysis and phase analysis of nickel based superalloy in 738LC ».

Zou, Yu, Dina Goldbaum, Jerzy A. Szpunar et Stephen Yue. 2010. « Microstructure and nanohardness of cold-sprayed coatings: Electron backscattered diffraction and nanoindentation studies ». *SCRIPTA MATERIALIA*, vol. 62, n° 6, p. 395-398. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.11.034>>.

Zou, Yu, Wen Qin, Eric Irissou, Jean-Gabriel Legoux, Stephen Yue et Jerzy A. Szpunar. 2009. « Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial region of cold-sprayed

Bibliographie

nickel coating: Electron backscatter diffraction characterization ». *Scripta Materialia*, vol. 61, n° 9, p. 899-902. <<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.07.020>>. Consulté le 20 février 2017.

Annexes

Annexe A. Paramètres de projections CS des alliages base nickel et propriétés des matériaux IN738LC et Ni pur massif

Tableau VI-1. Conditions de projections usuelles des alliages MCrAlY

<i>Gaz porteur</i>	<i>Température (°C)¹⁰</i>	<i>Pression (MPa)¹⁰</i>	<i>Alliage (%mas.)</i>	<i>Granulométrie (μm)</i>	<i>Réf.</i>
<i>Azote</i>	520	3	Co-32Ni-21Cr-8Al-0,5Y	<25	(Ichikawa et al., 2007)
	600	3	Ni-21Cr-9Mo-4Nb-3,5Fe		(Ichikawa et Ogawa, 2017)
	600	4	Co-32Ni-21Cr-8Al-0,5Y	5 – 37	(Lee et Ogawa, 2014)
	800	4	Ni-25Co-17Cr-10Al-1Re-0,3Y	28 44	(Bonadei et Marrocco, 2014)
	700	4	Co-32Ni-21Cr-8Al-0,5Y		(Chen et al., 2011)
<i>Hélium</i>	500	3	Amdry TM 9951	5,5 – 38	(Guinard et al., 2015)
	550	1 - 2	38Co-32Ni-21Cr-8Al-0,5Y	5 – 37	(Richer et al., 2008 ; Richer et al., 2010)

Tableau VI-2. Conditions de projections usuelles de l'alliage IN625

<i>Gaz porteur</i>	<i>Température (°C)¹⁰</i>	<i>Pression (MPa)¹⁰</i>	<i>Granulométrie (μm)</i>	<i>Réf.</i>
<i>Azote</i>	800	4	20 – 25	(Cavaliere et al., 2021)
	1000	7	45 – 90	(Azarmi et Sevostianov, 2020 ; Shrestha, Azarmi et Tangpong, 2021)
<i>Hélium</i>	600	3,8	-	(Srinivasan et al., 2016)
<i>Hélium</i>	Ambiant	2-3	5-22	(Marrocco et al., 2006a)

Tableau VI-3. Propriétés des matériaux IN738LC et Ni pur massif

<i>Matériau</i>	<i>IN738LC</i>	<i>Ni</i>
<i>Module d'Young</i>	200,6 GPa ¹¹	207 GPa ¹²
<i>Limite d'élasticité</i>	0,90 GPa	59 MPa
<i>Résistance à la traction</i>	1,03 GPa	317 MPa
<i>Allongement à la rupture</i>	0,07	0,30

¹⁰ Du gaz en entrée de buse

¹¹ (The international nickel company, [s d])

¹² (Decker, Tran et Shen, 2000)

Annexe B. Rugosité et ondulation

Sur dépôts de Nickel

<i>Dépôt</i>		<i>Rugosité</i>		<i>Ondulations</i>		
		<i>R_a (T)/R_a(L)</i>	<i>R_z (T)/R_z (L)</i>	<i>W_a (T)/W_a(L)</i>	<i>W_z (T)/W_z (L)</i>	<i>W_t (T)/W_t (L)</i>
<i>MP-I-Ni-700</i>	E ₂	5,9/3,9	36/19,3	11,8/20	21/25,6	55/85
<i>MP-A-Ni-700</i>	E ₂	6,4/4,7	42/30	11,3/49	23/37	60/230
<i>MP-I-Ni-1500</i>	E ₁	18,6/18,3	146/148	27/48,8	45/47	117/259
	E ₂	13,4/13,3	117/115	29/68	45/50	132/275
	E ₃	7,4/5,7	44/31	42/64	46/43	156/284
<i>MP-A-Ni-1500</i>	E ₁	16,8/16,3	126/128	27/45	43/41	132/241
	E ₂	12,7/12,4	112/108	25/137	42/55	103/438
	E ₃	7,8/6,2	51/39	39/49	42/43	171/205

Sur dépôts d'IN738LC

<i>Dépôt</i>		<i>Rugosité</i>		<i>Ondulations</i>		
		<i>R_a (T)/R_a(L)</i>	<i>R_z (T)/R_z (L)</i>	<i>W_a (T)/W_a(L)</i>	<i>W_z (T)/W_z (L)</i>	<i>W_t (T)/W_t (L)</i>
<i>MP-I-100</i>	E ₁	3,8/3,5	33/27	4,5/4,5	9,5/9,7	20/22,3
	E ₂	2,4/1,9	15,0/11,4	7,2/8,5	9,2/10	28/43
<i>MP-A-100</i>	E ₁	3,05/2,82	26/22	5,2/10,5	7,8/8,1	23/41
	E ₂	3,7/3,2	32/27	9,7/4,7	11,9/8,8	47/25
<i>MP-I-He-300</i>	E ₁	8,7/7,9	64/51	13,4/11	23/23,9	64/57
	E ₂	5,3/3,7	30/20,5	10/17,6	18,2/19,8	46/79
<i>MP-A-He-300</i>	E ₁	9,6/8,6	73/60	10,5/11,4	24/26	49/63
	E ₂	5,6/4,22	35/22	8,4/13,7	19,8/20,9	41/68
<i>MP-I-700</i>	E ₁	18,2/17,1	133/126	21/33	47/48	99/168
	E ₂	8,8/6,6	56/34	21/31,6	43/40	99/166
	E ₃	5,2/9,0	28/18	21/36	33/31	97/175
<i>HP-I-700</i>	E ₁	6,2/5,8	51/44	9,6/11,4	16,2/17,8	47,6/60
	E ₂	4,1/3,20	20,8/15,3	17,9/17,1	21,1/17,9	78,8/87
	E ₃	3,0/2,03	19/11,1	23,4/10,3	21,3/13	111/49
<i>HP-A-700</i>	E ₁	6,7/6,0	55/45	20/17,0	24,9/19,9	93/82
	E ₂	3,9/3,04	20,9/15,5	20,2/8,6	21,7/17,1	95/43
	E ₃	2,7/2,01	15,8/10,6	8,0/38,4	12,8/19,6	34/186

Annexe C. Données matériaux du modèle numérique

Modèle thermique

Tableau VI-4. Données thermiques (Quested *et al.*, 2009 ; Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019)

<i>Matériau</i>	<i>IN738LC</i>			<i>AISI304</i>		
<i>Température (K)</i>	λ (W. m ⁻¹ .K ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	λ (W. m ⁻¹ .K ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)
270	9,36	8814	402	14,52	8023	480
370	10,92	8156	462	15,75	8001	500
470	12,52	8124	500	17,65	7951	530
570	14,12	8091	519	18,75	7904	540
670	15,79	8057	538	20,64	7856	560
770	17,49	8022	557	22,15	7805	
870	19,89	7984	575	23,46	7752	595
970	22,59	7945	602	24,61	7699	
1070	23,92	7901	641	25,76	7646	620
1170	24,67	7854	681	27,13	7592	
1270	25,44	7791	711	28,64	7538	
1370	26,22	7722	711	30,16	7484	
1420	26,61	7683	715			
1440	26,77	7665	718			
1460	26,93	7647	722			
1470				31,56	7432	675
1480	27,08	7629	733			
1500	27,24	7610	744			
1520	27,40	7580				
1570	27,40	7462		32,77	7382	695

Modèle Mécanique

Tableau VI-5. Données mécaniques (Quested *et al.*, 2009 ; Danis *et al.*, 2010 ; Li, Yan, Cui, *et al.*, 2019 ; Structural Integrity Associates, Inc., 2009)

Matériau	IN738LC			AISI304		
Température (K)	E (GPa)	ν	α (10^{-6})	E (GPa)	ν	α (10^{-6})
200	230	0,3	11,8		0,3	15
293						
298				200		
373				193		
400			11,8			
473				185		
573				175		
600			13,1			
673				165		
800			13,8			
873				160		
1000			14,6			
1073	175			150		
1200			15,9			
1273	155					
1373	105					
1380						22,7
1400			18,7			
1473	22,5			60		
1573				20		
1600			22,4			24,2
1673				10		
1800	22,5		22,4			

Tableau VI-6. Données du modèle de plasticité (Structural Integrity Associates, Inc., 2009 ; Danis *et al.*, 2010)

	IN738LC	AISI304		
	R0	R0	Q	b
200	740	240	345	6,0
295		240	345	
480		160	337	
590		135	335	
700		115	327	
810		100	289	
925		90	215	
1035		75	124	
1073				
1145		20	90	
1273	420			
1373	105			
1473	30			
1800	30	20	10	

RÉSUMÉ

Les procédés de fabrication additive par fusion sur lit de poudre ou projection de poudres permettent la fabrication de pièces proches des dimensions finales. L'état interne de la matière sera fortement impacté par le choix du procédé, « à chaud » par une étape de fusion-solidification pour la fabrication L PBF (Laser Powder Bed Fusion) ou « à froid » par de la déformation plastique sévère dans le cas du procédé Cold Spray (CS). L'objectif de cette thèse est d'explorer le chaînage de ces deux procédés à travers le développement d'un plateau de fabrication additive par CS. Le plateau support en L-PBF est généralement de la même matière que la poudre pour éviter les diffusions d'éléments et les phénomènes de fissuration. Dans le cas de matériaux innovants tels que l'IN738LC, alliage de fonderie pour l'aéronautique, les plateaux de fabrication L-PBF massifs coûteux pourraient être avantageusement substitués par un plateau conventionnel revêtu par CS d'une couche épaisse, dense et de composition homogène (IN738LC) ou compatible (Ni). La thèse est articulée en trois parties : i) projection CS d'IN738LC et de Ni, ii) fusion de dépôt CS en conditions laser L-PBF sans apport de matière, iii) concrétisation du chaînage CS et L-PBF par l'étude de la fabrication de pavés L-PBF sur des dépôts CS.

Les dépôts CS d'IN738LC et de Ni sont réalisés avec deux installations CS moyenne et haute pression. Ils sont ensuite analysés à l'état brut de projection et après post-traitement thermique par comparaison de leurs microstructures (porosités) et de leurs propriétés mécaniques (dureté, écrouissage et contraintes résiduelles). Des premiers essais de fusion L-PBF sans apport de matière sont élaborés sur les différents dépôts. Cette étude caractérise les évolutions morphologiques et microstructurales (fissuration notamment) des dépôts CS, au sein et à proximité des zones fondues et de l'interface substrat/dépôt en fonction des différents types de dépôts et des paramètres laser. Un modèle numérique 3D complète et explicite ces résultats expérimentaux afin d'étudier la position des zones les plus fortement contraintes. La concrétisation du chaînage est finalement abordée avec la fabrication de pavés L-PBF, notamment sur des plateaux revêtus d'IN738LC de taille réelle. Une optimisation des revêtements CS et de la stratégie L-PBF pourrait améliorer les potentialités du chaînage afin de répondre non seulement à la problématique des plateaux de fabrication, mais aussi d'apporter des possibilités nouvelles d'ajout de fonctions sur des pièces revêtues par CS.

MOTS CLÉS

Cold spray, Superalloys base nickel, Fabrication additive
Fusion laser sélective sur lit de poudre (L-PBF), IN738LC, Revêtement

ABSTRACT

Different additive manufacturing (AM) processes involving the incremental deposition of powders by melting or spraying can be envisaged for the direct fabrication of shaped parts. The internal state of the material will be highly affected by the process choice, L PBF (Laser-powder bed fusion) is driven by a local melting solidification of a powder bed while cold spraying (CS) is a solid-state deposition process of a supersonic jet of powders undergoing severe plastic deformation at the impact. The aim of this thesis is to explore the combination of both processes through the development of a CS coated L PBF build platform. The L PBF build platform is generally made of the same material as the powder to prevent element diffusion and cracking. For innovative materials such as IN738LC, expensive bulk L PBF build platforms could be replaced by a standard platform coated by CS with a thick, dense and homogeneous (IN738LC) or compatible (Ni) layer. The thesis is divided into three parts: i) CS of IN738LC and Ni, ii) investigation of the melting of CS deposits under L-PBF laser conditions without additional powder, iii) application of CS combined to L-PBF by the study of manufacturing L-PBF pieces on CS deposits.

CS IN738LC and Ni deposits were prepared using two spraying facilities, medium and high pressure. As sprayed and post-treated samples were analyzed in terms of microstructures and mechanical properties evolution (hardness, work hardening and residual stresses measured by XRD). First L-PBF trials without additional powder were implemented on the different deposits. The study mainly characterizes the morphological and microstructural evolutions (cracking in particular) of CS deposits, within and in the vicinity of the molten zones and of the substrate/deposit interface as a function of the different types of deposits and the laser parameters. A 3D numerical model is developed to complete and explain the experimental results to approach the position of the most critical zones. The application of CS and then L-PBF is finally addressed, in particular on full size coated L-PBF platforms. An optimization of the CS coatings and of the L-PBF strategy could improve the chaining potentials to answer not only the issue of the build platforms, but also to bring new possibilities such as adding functions to the CS coated parts.

KEYWORDS

Cold spray, Nickel based superalloys, Additive manufacturing
Laser-Powder Bed Fusion (L-PBF), IN738LC, Coating