



HAL
open science

Fusion laser sélective de pièces en Inconel 738 et René 77 : vers une maîtrise de la fissuration au cours du procédé pour les superalliages à haute fraction de précipités γ'

David Grange

► To cite this version:

David Grange. Fusion laser sélective de pièces en Inconel 738 et René 77 : vers une maîtrise de la fissuration au cours du procédé pour les superalliages à haute fraction de précipités γ' . Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2020. Français. <NNT : 2020UPSLM029>. <tel-05580358>

HAL Id: tel-05580358

<https://pastel.hal.science/tel-05580358v1>

Submitted on 4 Apr 2026

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.



HAL Authorization



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Fusion laser sélective de pièces en INCONEL 738 et RENÉ 77
Vers une maîtrise de la fissuration au cours du procédé pour les superalliages à haute fraction de précipités γ'

Soutenue par

David GRANGE

Le 3 novembre 2020

École doctorale n°621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Energétique**

Spécialité

**Sciences et Génie
des Matériaux**

Confidentielle jusqu'au 3/11/2025

Composition du jury :

| | |
|---|------------------------------|
| Jérôme CREPIN Directeur de Recherche, Mines ParisTech | <i>Président du jury</i> |
| Jean-Jacques BLANDIN Directeur de Recherche, CNRS (SIMaP) | <i>Rapporteur</i> |
| Mathieu BROCHU Associate professor, Université McGill | <i>Rapporteur</i> |
| Anne DENQUIN Directrice de Recherche, ONERA | <i>Examinatrice</i> |
| Jean-Marie DREZET Maître d'Enseignement et de Recherche, EPFL | <i>Examineur</i> |
| Franck TANCRET Professeur des universités, Université de Nantes | <i>Examineur</i> |
| Vincent GUIPONT Chargé de Recherche, Mines ParisTech | <i>Directeur de thèse</i> |
| Christophe COLIN Chargé de Recherche, Mines ParisTech | <i>Co-directeur de thèse</i> |
| Bruno MACQUAIRE Ingénieur, groupe Safran | <i>Invité</i> |
| Michel BELLET Professeur, Mines ParisTech | <i>Invité</i> |

« Il faut que l'imagination prenne trop pour que la pensée ait assez. »

Gaston Bachelard, *L'Air et les Songes*.

*« La perfection est atteinte, non pas lorsqu'il n'y a plus rien à ajouter,
mais lorsqu'il n'y a plus rien à retirer. »*

Antoine de Saint-Exupéry, *Terre des Hommes*.

Remerciements

Alors qu'un doctorat est parfois considéré comme un cheminement individuel, il est en réalité le fruit d'un travail d'équipe, d'échanges et de collaborations. Je voudrais remercier toutes les personnes avec qui j'ai eu la chance de travailler, ou qui m'ont entouré au cours de ces trois années.

Je tiens d'abord à exprimer ma gratitude à mes encadrants de thèse, pour m'avoir guidé et soutenu dans cette aventure palpitante. Merci à Christophe Colin pour son partage généreux de sa passion pour les sciences et pour sa disponibilité tout au long de cette thèse. Merci à Jean-Dominique Bartout de m'avoir fait découvrir la recherche expérimentale, dans ce qu'elle a de plus dynamique et créative. Merci à Bruno Macquaire pour son investissement continu, son pragmatisme et son intuition, qui ont apporté au projet de recherche des impulsions décisives. Je voudrais également remercier tous les membres du jury pour leur évaluation de mes travaux et pour les échanges riches que nous avons eus lors de la soutenance.

Toute ma reconnaissance va ensuite aux personnes du Centre des Matériaux avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Merci à Lyliat Ferhat pour les nombreuses heures passées ensemble à développer un nouveau protocole expérimental. Merci à Maria Simoes pour les séances d'observation au microscope, toujours avec le sourire. Merci à Lauriane Lancelot pour son aide dans le cadre de son stage au centre. Je tiens également à remercier Gérard Brabant, ainsi que Fabrice Gaslain, Antoine Debray, Kévin Barrière et René Cluzet. Je remercie les enseignants-chercheurs du centre qui m'ont apporté un éclairage complémentaire de celui de mes encadrants, en particulier Marie-Hélène Berger et Loïc Nazé. Enfin, je voudrais remercier l'équipe du Centre de Mise en Forme des Matériaux de Mines ParisTech, Alexis Queva, Gildas Guillemot et Michel Bellet, pour notre collaboration fructueuse.

Merci à l'équipe plateforme de *Safran Additive Manufacturing*, en particulier Rémi G., Daniel C., Aurèle G. et Cédric C., pour les nombreuses discussions sur le procédé de fusion laser et sur les superalliages base nickel, sources d'une inspiration continue pour ces travaux. Merci également Damien C., Sébastien R., Karine N., Charlotte M., Edern M. et les autres collègues des pôles *Safran Additive Manufacturing* et Matériaux et Procédé. Je tiens également à remercier mes collègues de *Safran Helicopter Engines* et *Safran Aircraft Engines* pour leurs conseils, en particulier Yann D. et Baptiste L.

Mes remerciements vont ensuite aux collègues doctorants du Centre des Matériaux, pour les moments de convivialité au cours de cette thèse. J'ai une pensée particulière pour Bastien, avec qui j'ai partagé mon espace de travail pendant ces trois années. Nous avons eu de longues discussions sur la fabrication additive, mais également sur des

passions communes, comme la photographie, la montagne ou l'escalade. Merci à Liliana, Nicolas, Laurane, Alexandre, Sébastien, Luc, Hugo, Chiraz et aux trois promotions de doctorants que j'ai croisées au centre.

Sur une note plus personnelle, je tiens à remercier ma famille et mes proches. Merci à mes parents Anne et Florent pour leur soutien depuis toujours. J'ai une pensée pour ma sœur Marion, également en thèse, de littérature, et pour mon frère Thomas, qui débute son internat de médecine. Je remercie mes grands-parents, Michèle ainsi que Brigitte et Bruno, pour leur présence. Merci à mes beaux-parents Yoma et Robin, à ma belle-sœur Nikki et son ami Jean-Baptiste, pour leur soutien et leur aide. Merci à mes amis pour leur compagnie pendant cette thèse, en particulier Thomas et Lise pour la semaine de randonnée itinérante cet été. Merci à Adrien pour son aide de relecture. Enfin, je remercie Sarah, mon épouse, pour son soutien infaillible et pour tout ce qu'elle m'apporte chaque jour. Malgré cette dernière année intense, je suis heureux des respirations que nous avons eues, comme cette ascension du mont Blanc au mois de juillet. Je remercie Sarah d'avoir accepté de partager avec moi les multiples aventures que la vie nous réserve.

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Introduction | 1 |
| 1 Revue de littérature | 5 |
| 1.1 Matériaux d'étude | 5 |
| 1.1.1 Superalliages base nickel | 5 |
| 1.1.2 Phases à l'équilibre de l'Inconel 738 et du René 77 | 9 |
| 1.1.3 Solidification en fonderie | 10 |
| 1.1.4 Traitements thermiques | 14 |
| 1.1.5 Spécificités de la solidification rapide | 17 |
| 1.2 Fusion laser sélective sur lit de poudres | 19 |
| 1.2.1 Utilité et principe du procédé de fusion laser (LBM) | 19 |
| 1.2.2 Paramètres d'entrée et propriétés de sortie | 20 |
| 1.2.3 Bain de fusion | 21 |
| 1.2.4 Du cordon à la pièce de structure | 26 |
| 1.2.5 Structure de grains | 30 |
| 1.3 Fissuration au cours du procédé de fabrication | 32 |
| 1.3.1 Contraintes résiduelles et typologies de fissures en soudage | 32 |
| 1.3.2 Essais de <i>soudabilité</i> et prévention de la fissuration | 38 |
| 1.3.3 Du soudage au procédé LBM : similitudes et spécificités | 41 |
| 1.3.4 Mise en forme de superalliages non-soudables par LBM | 43 |
| 1.4 Orientation des recherches | 46 |
| 2 Fissuration lors de la solidification | 49 |
| 2.1 Démarche expérimentale | 50 |
| 2.1.1 Étude du bain de fusion pour expliquer la microstructure | 50 |
| 2.1.2 Réalisation de cordons et de cubes | 50 |
| 2.1.3 Protocole d'observation des fissures | 54 |
| 2.2 Influence des paramètres de fabrication sur la forme du bain de fusion | 56 |
| 2.2.1 Forme du bain lors de la réalisation de cordons | 56 |
| 2.2.2 Simulation numérique à l'échelle du bain | 63 |
| 2.2.3 Forme du bain lors de la réalisation de cubes | 66 |
| 2.3 Caractérisation de la fissuration | 70 |
| 2.3.1 Nature des fissures | 70 |
| 2.3.2 Mécanisme de propagation, taille et orientation | 72 |
| 2.3.3 Absence de liquation | 72 |
| 2.4 Lien entre la forme du bain de fusion et l'occurrence des défauts | 74 |
| 2.4.1 Observations qualitatives | 74 |
| 2.4.2 Densité de fissures | 77 |
| 2.4.3 Porosité | 80 |
| 2.4.4 Obtention d'une <i>santé matière</i> optimale | 81 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 2.5 | Mécanismes explicatifs de la densité de fissures | 82 |
| 2.5.1 | Taille de la zone pâteuse | 82 |
| 2.5.2 | Contraintes mécaniques | 83 |
| 2.5.3 | Structure de grains | 84 |
| 2.5.4 | Taux de recouvrement et réparation | 87 |
| 2.6 | Comparaison de l'Inconel 738 et du René 77 | 89 |
| 2.6.1 | Densité de fissures | 89 |
| 2.6.2 | Faciès de rupture | 90 |
| 2.7 | Conclusion | 91 |
| 3 | Fissuration lors du traitement thermique | 93 |
| 3.1 | Contexte de l'étude | 93 |
| 3.1.1 | Retour d'expérience industriel | 93 |
| 3.1.2 | Bibliographie : fissuration et évolution de la microstructure lors du traitement thermique après LBM | 94 |
| 3.1.3 | Objectifs de l'étude | 99 |
| 3.2 | Fissuration macroscopique lors du traitement thermique | 100 |
| 3.2.1 | Choix d'une géométrie d'éprouvette | 100 |
| 3.2.2 | État de l'éprouvette avant le traitement thermique | 102 |
| 3.2.3 | Première observation de la fissuration | 103 |
| 3.3 | Fissuration lors du chauffage | 105 |
| 3.3.1 | Traitements thermiques interrompus | 105 |
| 3.3.2 | Propagation de fissures au cours du chauffage | 107 |
| 3.3.3 | Tentative de relaxation des contraintes résiduelles | 113 |
| 3.4 | Caractérisation du retour à l'équilibre du matériau | 114 |
| 3.4.1 | Mesures indirectes : ATD, dureté et dilatométrie | 114 |
| 3.4.2 | Évolution de la microstructure | 118 |
| 3.5 | Discussion : scénario de rupture | 123 |
| 3.5.1 | État de contrainte et précipitation γ' | 123 |
| 3.5.2 | Résistance des joints de grains | 125 |
| 3.6 | Conclusion | 125 |
| 4 | Influence de la composition chimique sur l'aptitude à la mise en forme | 127 |
| 4.1 | Sensibilité à la fissuration lors de la solidification | 128 |
| 4.1.1 | Études existantes : aptitude à la mise en forme par fonderie et par fabrication additive | 128 |
| 4.1.2 | Méthodes expérimentales et numériques | 132 |
| 4.1.3 | Comparaison des alliages par ATD et par calculs thermodynamiques sans les éléments traces | 134 |
| 4.1.4 | Influence des éléments traces sur la fin de solidification | 144 |
| 4.1.5 | Discussion : explication de la différence entre l'Inconel 738 et le René 77 | 146 |
| 4.2 | Sensibilité à la fissuration lors du traitement thermique | 148 |
| 4.2.1 | Réponse des alliages au traitement thermique | 148 |
| 4.2.2 | Estimation du désaccord paramétrique | 149 |
| 4.2.3 | Scénario de rupture lors du traitement thermique | 152 |
| 4.3 | Conclusion | 154 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 5 | Utilisation d'une double source laser | 157 |
| 5.1 | Bibliographie : méthodes de réduction <i>in situ</i> de la fissuration et des contraintes | 158 |
| 5.1.1 | Double source laser en soudage | 158 |
| 5.1.2 | Adaptations du procédé LBM | 159 |
| 5.2 | Voie 1 - Préchauffage local avec une source coaxiale : démarche expérimentale | 162 |
| 5.2.1 | Choix d'une configuration de travail | 162 |
| 5.2.2 | Instrumentation thermique | 163 |
| 5.2.3 | Synchronisation des faisceaux laser | 167 |
| 5.2.4 | Recherche de paramètres de fabrication | 168 |
| 5.3 | Réalisation de cordons avec un préchauffage local | 171 |
| 5.3.1 | Chauffage du lit de poudre | 171 |
| 5.3.2 | Modification de la stabilité du bain de fusion | 172 |
| 5.3.3 | Modification du champ thermique au voisinage du bain de fusion | 174 |
| 5.3.4 | Modification de la géométrie du bain de fusion | 178 |
| 5.4 | Réalisation de draps avec un préchauffage local | 183 |
| 5.4.1 | Modification du champ thermique au voisinage du bain | 183 |
| 5.4.2 | Densité de fissures | 184 |
| 5.5 | Voie 2 - Chauffage global et traitement de relaxation <i>in situ</i> | 185 |
| 5.5.1 | Pertinence et possibilité d'un chauffage uniforme | 185 |
| 5.5.2 | Stratégie de balayage pour un chauffage uniforme | 186 |
| 5.5.3 | Modalité du chauffage | 188 |
| 5.5.4 | Démonstration de principe d'un détensionnement <i>in situ</i> | 190 |
| 5.6 | Conclusion | 194 |
| | Conclusions et perspectives | 197 |
| | Annexes | 202 |
| A.1 | Caractéristiques de la machine Concept Laser M2 | 203 |
| A.2 | Paramètres de fabrication et propriétés des cordons et cubes | 204 |
| A.3 | Observations complémentaires de microfissures à la solidification | 206 |
| A.4 | Calibration de l'ATD | 208 |
| A.5 | Compositions chimiques des alliages | 209 |
| A.6 | Points de transformation de l'Inconel 738 et du René 77 | 210 |
| A.7 | Modèles de microporosité et fissuration à la solidification | 211 |
| A.8 | Phénomènes physiques impliqués dans la fissuration à la solidification | 215 |
| A.9 | Synthèse des effets des éléments | 216 |

Table des figures

| | | |
|------|---|----|
| 1 | <i>Soudabilité</i> des superalliages base nickel | 3 |
| 1.1 | Exemples de produits en superalliages base nickel | 6 |
| 1.2 | Température de fonctionnement tolérée par les différentes générations de superalliages | 6 |
| 1.3 | Structures cristallographiques des phases γ' et γ' | 7 |
| 1.4 | Éléments chimiques des superalliages base nickel | 7 |
| 1.5 | Phases à l'équilibre de l'Inconel 738 et du René 77 | 9 |
| 1.6 | Phénomènes à l'origine de la microségrégation chimique lors de la solidification | 11 |
| 1.7 | Diagrammes des microstructures de solidification | 12 |
| 1.8 | Microstructure de l'Inconel 738 brut de fonderie | 13 |
| 1.9 | Influence de la température de remise en solution et de la température de revenu sur la distribution de taille des précipités γ' | 15 |
| 1.10 | Traitement de revenu et dureté de l'Inconel 738 | 16 |
| 1.11 | Dureté de l'Inconel 713 LC après une trempe rapide | 18 |
| 1.12 | Procédé de fusion laser sur lit de poudre (LBM) | 19 |
| 1.13 | Paramètres d'entrée et propriétés de sortie du procédé LBM | 20 |
| 1.14 | Radiographies X de bains de fusion lors de la réalisation de cordons en alliage AlSi10Mg | 21 |
| 1.15 | Représentation schématique d'une section transversale du bain | 22 |
| 1.16 | Évolution de la morphologie de sections transversales de bains en fonction de l'énergie linéique | 23 |
| 1.17 | Influence de l'écart vecteur e_V sur la densité de la construction | 26 |
| 1.18 | Influence de la zone du substrat dénudée de poudre | 27 |
| 1.19 | Influence de la contiguïté des cordons sur le refroidissement du bain | 28 |
| 1.20 | Exemples de motifs de balayage | 29 |
| 1.21 | Histoire thermique au cours de la fabrication | 29 |
| 1.22 | Lien entre le balayage du faisceau laser et la structure de grains | 31 |
| 1.23 | Directions de retrait et directions de fissures | 32 |
| 1.24 | Illustration du mécanisme à l'origine des contraintes | 33 |
| 1.25 | Fissuration à la solidification | 34 |
| 1.26 | Liquation de l'Inconel 738 en soudage | 36 |
| 1.27 | Fragilisation des alliages de nickel aux températures intermédiaires | 36 |
| 1.28 | Fissuration au détensionnement post-soudage | 37 |
| 1.29 | Cinétique de précipitation et influence de la composition sur la <i>soudabilité</i> | 38 |
| 1.30 | Essais de fissuration à la solidification <i>auto-contraints</i> | 39 |
| 1.31 | Essais de soudage <i>simulés</i> | 40 |
| 1.32 | Fenêtre de paramètres opératoires pour le soudage TIG de l'IN718 | 41 |
| 1.33 | Contraintes résiduelles en LBM | 42 |

| | | |
|------|--|----|
| 1.34 | Fissuration à la solidification de l'Inconel 738 mis en forme par LBM | 44 |
| 1.35 | Fissuration par liquation de superalliages mis en forme par EBM et LMDp | 45 |
| 1.36 | Influence de la vitesse de balayage sur la densité de microfissures . . . | 46 |
| 1.37 | Plan visuel de la thèse | 47 |
| 2.1 | Réalisation de cordons et de cubes en Inconel 738 | 53 |
| 2.2 | Illustration du résultat de la classification des défauts de différents échantillons | 55 |
| 2.3 | Formes du bain de fusion en fonction des paramètres de fabrication . | 56 |
| 2.4 | Dimensions des bains de fusion en fonction de v_L et P_L | 58 |
| 2.5 | Évolution de la hauteur de la zone refondue et de la largeur de bain . | 59 |
| 2.6 | Sections transverses expérimentales de bain de fusion | 60 |
| 2.7 | Profils de la hauteur du matériau autour du cordon $v_L 960 P_L 230$ avant et après dépoudrage du substrat | 61 |
| 2.8 | Représentation schématique des transferts de masse | 62 |
| 2.9 | Comparaison des formes de cordons expérimentales et numériques . . | 64 |
| 2.10 | Évolution de la forme du bain et du coefficient d'absorption en fonction des paramètres de fabrication | 65 |
| 2.11 | Sélection des cubes à analyser suite à l'inspection visuelle après la fabrication | 67 |
| 2.12 | Comparaison des sections transverses de bains de fusion pour des cordons et pour des cubes | 68 |
| 2.13 | Évolution de la largeur de bain et la hauteur de zone refondue en fonction de l'énergie linéique | 69 |
| 2.14 | Comparaison des caractéristiques géométriques des bains entre les cordons et les cubes | 69 |
| 2.15 | Observation des microfissures dans un cube et un cordon | 70 |
| 2.16 | Faciès de rupture révélé par flexion d'une lame du cube | 71 |
| 2.17 | Amorçage et propagation d'une fissure, puis distribution de taille et d'orientation des fissures | 73 |
| 2.18 | Microstructure au voisinage de la frontière d'un bain de fusion | 73 |
| 2.19 | Coupes médianes de cubes observées au microscope optique Keyence (1/2) | 75 |
| 2.20 | Coupes médianes de cubes observées au microscope optique Keyence (2/2) | 76 |
| 2.21 | Corrélations entre la densité de fissures et différentes variables explicatives | 78 |
| 2.22 | Influence des paramètres de fabrication sur la densité de fissures. . . . | 79 |
| 2.23 | Pore associé au régime de <i>keyhole</i> et pore par manque de fusion, puis Relation entre le taux de recouvrement et la fraction de pores | 80 |
| 2.24 | Corrélation entre la profondeur maximale de la zone pâteuse et la densité de fissures | 83 |
| 2.25 | Simulation du champ thermique et du champ de contraintes lors du soudage d'une plaque fine en Inconel 718 | 84 |
| 2.26 | Structure de grains des cubes avec différents paramètres de fabrication | 85 |
| 2.27 | Taille de grains et densité de joints de grains au sein des cubes | 86 |
| 2.28 | Distribution de la largeur apparente des fissures du cube $v_L 960 P_L 230 e_V 105$ | 87 |
| 2.29 | Influence du taux de recouvrement sur la réparation des fissures . . . | 88 |

| | | |
|------|--|-----|
| 2.30 | Comparaison de la densité de fissures de l'Inconel 738 et du René 77 . | 89 |
| 2.31 | Faciès de rupture de lames prélevées dans les cubes $v_L960P_L230e_V105$ en Inconel 738 et René 77 et pliées jusqu'à rupture | 90 |
| 3.1 | Illustration de la fissuration lors du traitement thermique | 94 |
| 3.2 | Mise en évidence de la précipitation lors du chauffage de l'Inconel 738 brut de LBM, par mesures indirectes | 95 |
| 3.3 | Microfissuration du CM247 LC lors du traitement thermique post-LBM | 96 |
| 3.4 | Microstructures avant et après traitement thermique issues d'articles . | 98 |
| 3.5 | Présentation de l'éprouvette d'étude de la fissuration lors du traitement thermique | 101 |
| 3.6 | Contraintes résiduelles mesurées par DRX sur l'éprouvette en Inconel 738 brute de LBM | 103 |
| 3.7 | Fissure sur une éprouvette <i>pince à linge</i> en Inconel 738 suite à un traitement de remise en solution de 2h à 1120 °C sous argon | 104 |
| 3.8 | Faciès de rupture du ligament de l'éprouvette <i>pince à linge</i> en Inconel 738 observé au MEB | 104 |
| 3.9 | Caractère intergranulaire de la fissuration | 105 |
| 3.10 | Protocole de traitement et d'analyse des éprouvettes <i>pinces à linge</i> . | 106 |
| 3.11 | Faciès de rupture des éprouvettes en Inconel 738 sorties du four à différentes températures | 107 |
| 3.12 | Fraction fissurée du ligament en fonction de la température des éprouvettes à la sortie du four | 108 |
| 3.13 | Observation en coupe des éprouvettes avec $T_{stop}^{éprouvette} = 740\text{ °C}$ | 111 |
| 3.14 | Faciès de rupture du ligament des éprouvettes en Inconel 738 et René 77 avec $T_{stop}^{éprouvette} = 740\text{ °C}$ | 112 |
| 3.15 | Comparaison de l'état de fissuration des éprouvettes en Inconel 738 après les rampes de chauffage à 10 °C/ min et après des paliers de 24h à différentes températures. | 113 |
| 3.16 | Profil de contraintes au point B avant et après le traitement de 24h à 555 °C. | 114 |
| 3.17 | Signaux ATD lors d'un premier et d'un second chauffage des matériaux bruts de LBM | 115 |
| 3.18 | Dilatation lors du chauffage de retour à l'équilibre et lors d'un second chauffage | 116 |
| 3.19 | Évolution de la dureté lors du traitement thermique | 117 |
| 3.20 | Observations au MEB de l'apparition de la phase γ' au sein de l'Inconel 738 | 119 |
| 3.21 | Observation de structures eutectiques γ/γ' au niveau des joints de grains de l'Inconel 738 | 119 |
| 3.22 | Joints de grains de l'Inconel 738 et du René 77 | 120 |
| 3.23 | Structure hyperfine de précipités γ' dans les matériaux Inconel 738 et René 77 | 121 |
| 3.24 | Carbures secondaires de chrome $M_{23}C_6$ observés dans l'éprouvette en Inconel 738 après un palier de 24h à 975 °C | 122 |
| 3.25 | Effet de la précipitation γ' sur la relaxation des contraintes résiduelles de soudage du René 41 | 124 |

| | | |
|------|---|-----|
| 4.1 | Effet des éléments d'alliage sur l'intervalle de solidification, sur la tortuosité de la zone pâteuse et sur la dérivée temporelle de la fraction solide en fin de solidification | 129 |
| 4.2 | Ségrégation du Zr dans l'Inconel 738 mis en forme par LBM | 131 |
| 4.3 | Évènements de solidification de l'Inconel 738 et du René 77 observés par ATD et par calcul | 134 |
| 4.4 | Microstructure d'une pastille ATD en Inconel 738 solidifiée à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ | 135 |
| 4.5 | Estimation des températures de transformation à l'équilibre (liquidus, solidus, solvus) de l'Inconel 738 | 136 |
| 4.6 | Suivi par ATD de la solidification de l'Inconel 738 | 137 |
| 4.7 | Suivi par ATD de la solidification du René 77 | 137 |
| 4.8 | Températures des évènements de solidification en fonction du taux de refroidissement | 138 |
| 4.9 | Intégration des pics du signal ATD pour le calcul des énergie de transformation à $-10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ | 139 |
| 4.10 | Évolution de la fraction solide estimée à partir des mesures ATD | 140 |
| 4.11 | Fractions de phases, fraction solide et composition du liquide prédites par le modèle de Scheil-Gulliver | 141 |
| 4.12 | Ségrégation des éléments traces dans le liquide | 144 |
| 4.13 | (a) Pic endothermique entre 1050°C et 1100°C (\blacktriangle) et début de fusion (\blacktriangledown) observés lors du premier réchauffage des échantillons bruts de LBM à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ sous argon ; (b) mise en évidence d'un eutectique riche en Zr et Hf dans un alliage Marm247 + Hf, par ATD et analyse microstructurale (Sponseller, 1996). | 145 |
| 4.14 | <i>Misfit</i> de l'Inconel 738 en fonction de la température | 149 |
| 4.15 | Représentation schématique des contraintes de cohérence attendues dans un superalliage | 153 |
| 4.16 | Proposition de diagramme d'aptitude à la mise en forme par LBM | 154 |
| 4.17 | Illustration de l'influence des éléments majeurs et des éléments mineurs sur l'aptitude à la mise en forme par LBM | 155 |
| 5.1 | Suppression de la fissuration à chaud lors du soudage de l'aluminium AA6016 par un dispositif de double source laser | 159 |
| 5.2 | Configurations de balayage avec un double faisceau laser pour la diminution des contraintes résiduelles | 161 |
| 5.3 | Illustration d'un préchauffage et d'un post-chauffage avec un diamètre de laser chauffage supérieur au diamètre du laser de fusion | 162 |
| 5.4 | Double source laser à balayage synchrone : différentes configurations de travail possibles | 163 |
| 5.5 | Instrumentation thermique coaxiale du bain de fusion | 164 |
| 5.6 | Calibration de l'instrumentation thermique | 166 |
| 5.7 | Vérification de la calibration | 167 |
| 5.8 | Illustration de la difficulté de synchronisation des deux sources | 168 |
| 5.9 | Représentation schématique des trajectoires des faisceaux laser sur le substrat en forme de disque. | 170 |
| 5.10 | Protocole d'observation des draps | 171 |
| 5.11 | Chauffage du lit de poudre par la source auxiliaire | 172 |
| 5.12 | Diminution de la stabilité des cordons en présence d'une source auxiliaire | 173 |

| | | |
|------|--|-----|
| 5.13 | Influence de la puissance de la source primaire et auxiliaire sur le champ thermique au voisinage du bain de fusion | 174 |
| 5.14 | Influence de la source auxiliaire sur le champ thermique au voisinage du bain à puissance de la source primaire constante | 176 |
| 5.15 | Influence de la source auxiliaire sur le champ thermique au voisinage du bain à puissance totale constante | 177 |
| 5.16 | Sections transverses représentatives des cordons fabriqués avec les deux sources concentriques | 178 |
| 5.17 | Géométrie des cordons fabriqués avec les deux sources concentriques . | 179 |
| 5.18 | Profils transverses de cordons avec les deux sources concentriques, avant et après dépoufrage | 180 |
| 5.19 | Évolution des dimensions et des aires caractéristique du bain de fusion en fonction de la puissance de fusion et de la puissance de chauffage . | 181 |
| 5.20 | Interprétation de l'influence des deux sources laser. | 182 |
| 5.21 | Champ thermique lors de la réalisation de draps | 183 |
| 5.22 | Influence de la puissance de fusion P_L et de la puissance de chauffage \bar{P}_L sur la densité de fissures dans des draps | 184 |
| 5.23 | Balayage de fusion et de chauffage | 187 |
| 5.24 | Différentes modalités d'un chauffage uniforme pour la relaxation <i>in situ</i> des contraintes résiduelles | 188 |
| 5.25 | Cycle de chauffage et de refroidissement d'une éprouvette <i>pince à linge</i> grâce à un balayage de chauffage. | 189 |
| 5.26 | Chauffage à 800 W (400 W effectif) pendant 60s | 190 |
| 5.27 | Effet d'un traitement de relaxation <i>in situ</i> sur le taux de fissuration d'une éprouvette <i>pince à linge</i> en Inconel 738 | 191 |
| 5.28 | Profils de contraintes résiduelles (DRX) de l'éprouvette <i>pince à linge</i> après les traitements de relaxation <i>in situ</i> | 192 |
| 5.29 | Profils de microdureté $H_{V,2}$ d'éprouvettes <i>pincés à linge</i> après les traitements de relaxation <i>in situ</i> 1 (400 W effectifs pendant 30s) et 2 (400 W effectifs pendant 60s) | 192 |
| A.1 | Faciès de rupture révélé par pliage jusqu'à rupture d'une fine lame de matière prélevée dans le cube $v_L960P_L230e_V105$ (1/2) | 206 |
| A.2 | Faciès de rupture révélé par pliage jusqu'à rupture d'une fine lame de matière prélevée dans le cube $v_L960P_L230e_V105$ (2/2) | 206 |
| A.3 | Microfissure au sein du cube $v_L1000P_L370e_V120$ | 207 |
| A.4 | Microfissure au sein du cube $v_L1000P_L370e_V135$ | 207 |
| A.5 | Signal ATD au chauffage d'un échantillon en nickel pur, utilisé pour la calibration en température. | 208 |
| A.6 | Schéma expliquant la chute de pression dans le métal liquide à son passage dans l'espace interdendritique. | 211 |

Liste des tableaux

| | | |
|-----|--|-----|
| 1.1 | Compositions massiques de l’Inconel 738 (IN738 LC) et du René 77 | 8 |
| 1.2 | Traitements thermiques standards des deux matériaux d’étude | 15 |
| 1.3 | Régime transitoire initial de l’épaisseur de couche consolidée | 29 |
| 2.1 | Composition massique mesurée des lots d’Inconel 738 et de René 77. | 51 |
| 2.2 | Régression linéaire entre la densité de fissures et différentes variables explicatives | 77 |
| 3.1 | Températures d’interruption du chauffage des éprouvettes | 106 |
| 3.2 | Températures de palier utilisées pour la tentative de détensionnement de l’Inconel 738 sous argon. | 113 |
| 3.3 | Composition atomique du carbure $M_{23}C_6$ de la figure 3.24(c) | 122 |
| 4.1 | Enthalpies spécifiques de formation des phases à la solidification mesurées par ATD à $10\text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ | 140 |
| 4.2 | Fractions massiques et compositions des phases de l’Inconel 738 à l’issue de la solidification, calculées par Thermocalc avec le modèle de Scheil-Gulliver | 142 |
| 4.3 | Fractions massiques et compositions des phases du René 77 à l’issue de la solidification, calculées par Thermocalc avec le modèle de Scheil-Gulliver | 142 |
| 4.4 | Coefficients de Vegard d’après Caron (2000) et Kablov et Petrushin (2008). | 150 |
| 4.5 | Coefficients de partage $k_{\gamma',i}$ entre la phase γ et la matrice γ' | 151 |
| 4.6 | Paramètres de maille à l’équilibre et <i>misfit</i> prédits avec les coefficients de Vegard. | 151 |
| 5.1 | Paramètres procédés utilisés par Zimmermann et al. (2016) | 161 |
| 5.2 | Paramètres utilisés pour les essais de chauffage du lit de poudre et les essais de chauffage et fusion | 169 |
| 5.3 | Paramètres d’un balayage de fusion et d’un balayage de chauffage | 187 |
| A.1 | Caractéristiques de la machine Concept Laser M2 Cusing (Gen3). | 203 |
| A.2 | Paramètres de fabrication et propriétés des cordons et cubes (1/2) | 204 |
| A.3 | Paramètres de fabrication et propriétés des cordons et cubes (2/2). | 205 |
| A.4 | Compositions massiques de superalliages base nickel polycristallins. | 209 |
| A.5 | Compositions atomiques de superalliages base nickel polycristallins. | 209 |
| A.6 | Températures de transformation de l’Inconel 738 et du René 77 | 210 |
| A.7 | Résumé des mécanismes liés à la fissuration à la solidification | 215 |
| A.8 | Synthèse des effets des éléments chimiques influant sur la fissuration lors du procédé. | 216 |

Liste des symboles, sigles et acronymes

Symboles

| Symbole | Dénomination | Unité |
|---------------------------|---|---------------------------|
| $a_{\gamma}, a_{\gamma'}$ | Paramètres de maille des phases γ et γ' | m |
| a_{abs} | Coefficient d'absorption de Beer-Lambert | m^{-1} |
| A | Absorptivité du bain de fusion | - |
| α | Diffusivité thermique | $m^2 \cdot s^{-1}$ |
| b | Vecteur de Burgers des dislocations | m |
| β_{th} | Coefficient de retrait à la solidification | - |
| c_P | Chaleur spécifique | $J \cdot kg \cdot K^{-1}$ |
| C_i | Composition massique de l'alliage en élément i | - |
| $C_{\phi,i}$ | Composition massique de la phase ϕ en élément i | - |
| $C_{l,i}^*$ | Composition massique en élément i à l'interface solide liquide, côté liquide | - |
| $C_{s,i}^*$ | Composition massique en élément i à l'interface solide liquide, côté solide | - |
| d | Distance entre les précipités γ' | m |
| Δp_l | Perte de charge du métal liquide dans l'espace interdendritique | Pa |
| δ | Désaccord paramétrique entre la matrice γ et la phase γ' | - |
| ΔT | Surfusion lors de la solidification | $^{\circ}C$ |
| ΔT_0 | Intervalle de solidification de l'alliage | $^{\circ}C$ |
| δ_i | Épaisseur de l'interface solide / liquide | m |
| $D_{\phi,i}$ | Coefficient de diffusion de l'élément i dans la phase ϕ | $m^2 \cdot s^{-1}$ |
| D_{fiss} | Densité surfacique de fissures | mm/mm^2 |
| Δh_{ϕ} | Enthalpie spécifique de formation de la phase ϕ | $J \cdot kg^{-1}$ |
| ΔZ | Épaisseur d'une couche de fabrication (abaissement programmé du piston de fabrication à chaque couche) | m |
| ΔZ_{poudre} | Hauteur du lit de poudre étalée | m |
| E | Module d'Young | Pa |
| E_l | Énergie linéique incidente du faisceau laser | $J \cdot m^{-1}$ |
| $E_{vol,abs}$ | Énergie volumique absorbée par le bain | $J \cdot m^{-3}$ |
| E_{vol} | Énergie par unité de volume de poudre | $J \cdot m^{-3}$ |
| e_{app} | Largeur du cordon | m |
| e_V | Écart vecteur | m |
| ϵ | Déformation | - |

| | | |
|-----------------------------|--|--------------------------------|
| $\epsilon_{th}, \epsilon_p$ | Déformation d'origine thermique, déformation plastique | - |
| $\dot{\epsilon}$ | Taux de déformation | s^{-1} |
| ϵ_λ | Émissivité à la longueur d'onde λ | - |
| f_s, f_l, f_ϕ | Fraction massique de solide, de liquide, de la phase ϕ | - |
| f_ϕ^v | Fraction volumique de la phase ϕ | - |
| f_ϕ^{eq} | Fraction massique de la phase ϕ à l'équilibre | - |
| G | Gradient thermique à la solidification | $K \cdot m^{-1}$ |
| G_{cis} | Module de cisaillement | Pa |
| γ_{ϕ_i, ϕ_j} | Tension de surface à l'interface $\phi_i \phi_j$ | Pa |
| h | Enthalpie spécifique | $J \cdot kg^{-1}$ |
| h_P | Constante de Planck | $m^2 \cdot kg \cdot s^{-1}$ |
| H_{app} | Hauteur de cordon | m |
| H_{bain} | Hauteur de bain | m |
| $H_{V,x}$ | Dureté ou microdureté de Vickers sous une masse de x kg | - |
| H_{ZR} | Hauteur de la zone refondue | m |
| I | Densité de puissance du faisceau laser | $W \cdot m^{-2}$ |
| k | Conductivité thermique | $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ |
| k_i | Coefficient de partage de l'élément i entre la phase solide et liquide | - |
| $k_{\gamma',i}$ | Coefficient de partage de l'élément i entre la phase γ' et la matrice γ | - |
| k_B | Constante de Boltzmann | $J \cdot K^{-1}$ |
| K | Perméabilité de la zone pâteuse | m^2 |
| L | Profondeur de la zone pâteuse | m |
| $L_{\Omega,\lambda}^0$ | Luminance énergétique spectrale | $W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1}$ |
| L_f, L_s | Enthalpie spécifique de fusion et de solidification | $J \cdot kg^{-1}$ |
| λ | Longueur d'onde | m |
| λ_1, λ_2 | Espacement interdendritique primaire, secondaire | m |
| μ_l | Viscosité du métal liquide | Pa \cdot s |
| n | Densité surfacique de dendrites | m^{-2} |
| ν | Coefficient de Poisson | - |
| N_{CR} | Nombre de couches refondues | - |
| Ω | Sursaturation de la matrice γ | - |
| p | Porosité du lit de poudre | - |
| p_l | Pression du métal liquide | Pa |
| $P_L (\bar{P}_L)$ | Puissance du faisceau laser primaire (secondaire) | W |
| P_r | Pression de recul | Pa |
| $\phi_L (\bar{\phi}_L)$ | Diamètre $1/e^2$ du faisceau laser gaussien primaire (secondaire) | m |
| r | Rayon des précipités γ' | m |
| ρ | Masse volumique | $kg \cdot m^{-3}$ |
| σ_0 | Limite élastique | Pa |
| $\sigma_{\gamma\gamma'}$ | Tension de surface à l'interface γ/γ' | $J \cdot m^{-2}$ |
| S_{app} | Section transversale de cordon | m^2 |
| S_{bain} | Section transversale de bain | m^2 |
| S_{lib} | Volume de lit de poudre laissé libre après l'interaction avec le faisceau laser, par unité de longueur du cordon | m^2 |
| $S_{spatter}$ | Volume de matière éjecté sous forme de <i>spatter</i> (éclaboussures), par unité de longueur de cordon | m^2 |
| S_{ZR} | Section transversale de la zone refondue | m^2 |

| | | |
|--------------------------|---|------------------------------------|
| T^* | Température de l'interface solide / liquide | °C |
| \dot{T} | Vitesse de chauffage ou de refroidissement | °C · s ⁻¹ |
| t_e | Temps d'exposition lors de l'acquisition d'une image | s |
| $T_{b,intra}$ | Température de cohérence interdendritique | °C |
| $T_{b,intra}$ | Température de cohérence intergranulaire | °C |
| T_0 | Température ambiante | °C |
| T_{bain} | Température moyenne du bain de métal liquide | °C |
| $T_f, T_{éb}$ | Température de fusion, d'ébullition | °C |
| T_{liq}, T_{sol} | Température de liquidus, solidus | °C |
| $T_{eut,\gamma/\gamma'}$ | Température de formation de l'eutectique γ/γ' | °C |
| T_ϕ | Température de solvus de la phase ϕ | °C |
| T_{stop} | Température d'interruption du traitement thermique | °C |
| θ | Angle de contact du cordon | ° |
| τ | Tortuosité du réseau interdendritique | - |
| τ_{app} | Fraction de matière utile lors de la formation d'un cordon | - |
| τ_R | Taux de recouvrement entre les bains | - |
| τ_{pore} | Taux de porosité | - |
| v_D | Vitesse de diffusion à l'interface solide / liquide | m · s ⁻¹ |
| $v_L (\bar{v}_L)$ | Vitesse de balayage du faisceau laser primaire (secondaire) | m · s ⁻¹ |
| v_S | Vitesse de solidification | m · s ⁻¹ |
| V_ϕ^m | Volume molaire de la phase ϕ | m ³ · mol ⁻¹ |
| V_i, V_i' | Coefficients de Vegard des phases γ et γ' | m |
| X_i | Composition atomique de l'alliage en élément i | - |
| $X_{\phi,i}$ | Composition atomique de la phase ϕ en élément i | - |

Liste des sigles et acronymes

| Sigle ou acronyme | Signification |
|--------------------------|--|
| ATD | Analyse Thermique Différentielle |
| BTR | <i>Brittle Temperature Range</i> (intervalle de temp. fragile) |
| Calphad | <i>Calculation of Phase Diagrams</i> |
| CDM | Centre Des Matériaux (de Mines ParisTech) |
| Cemef | Centre de Mise en Forme des Matériaux (de Mines ParisTech) |
| CET | <i>Columnar to Equiaxed Transition</i> |
| CFC | Cubique à Faces Centrées |
| CIC | Compression Isostatique à Chaud |
| DDC | <i>Ductility Dip Cracking</i> |
| DRX | Diffraction aux Rayons X |
| DSC | <i>Differential Scanning Calorimetry</i> |
| CAFE | <i>Cellular automaton - Finite elements (modeling)</i> |
| CHRT | <i>Constant Heating Rate Testing</i> |
| EBM | <i>Electron Beam Melting</i> |
| EBSD | <i>Electron Back Scattered Diffraction</i> |
| EDX | <i>Energy-dispersive X-ray spectroscopy</i> |
| FA | Fabrication Additive |
| ICP | <i>Inductively Coupled Plasma (spectroscopy)</i> |

| | |
|--------|---|
| LBM | <i>Laser Beam Melting</i> |
| LMD | <i>Laser Metal Deposition</i> |
| MEB | Microscope Électronique à Balayage |
| MET | Microscope Électronique à Transmission |
| MIM | <i>Metal Injection Moulding</i> |
| Nd-YAG | <i>Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet (laser)</i> |
| TCP | (Phase) Topologiquement Compacte |
| TTH | Traitement Thermique |
| SE | <i>Secondary Electron</i> |
| SAC | <i>Strain Age Cracking</i> |
| SWIR | <i>Short Wave InfraRed</i> |
| TIG | <i>Tungstène Inert Gas (welding)</i> (soudage à l'arc) |
| TSD | Trempe en cours de Solidification Dirigée |
| TTT | (Diagramme) Temps-Température-Transformation |
| WAAM | <i>Wire Arc Additive Manufacturing</i> |
| ZAT | Zone Affectée Thermiquement |
| ZF | Zone Fondue |

Note

Dans ce document, le terme *Inconel 738* désigne la version à faible teneur en carbone de cet alliage, également appelée **Inconel 738 LC (*Low Carbon*)** ou IN738 LC, par opposition à l'IN738 C, dont la teneur en carbone est plus élevée. L'Inconel 738 LC étant la version la plus couramment utilisée, la mention LC ne sera plus précisée.

Introduction

Ce manuscrit traite fabrication additive de superalliages à base de nickel conçus pour des équipements aéronautiques à haute température de fonctionnement. Avant d'aborder nos travaux, nous justifions brièvement l'intérêt du procédé de fusion laser sélective pour ce secteur industriel, puis nous exposons la problématique de la mise en forme des superalliages à durcissement structural. Ces éléments de contexte nous permettront de justifier et cadrer le sujet de recherche.

Intérêt de la fabrication additive par fusion laser pour la fabrication d'équipements aéronautiques

Les contraintes d'économie de carburant dans le transport aérien ont encouragé depuis plusieurs décennies une optimisation continue des équipements aéronautiques. Un programme de développement d'un moteur d'avion ou d'hélicoptère cherche à optimiser sa performance et sa sûreté. La consommation doit être minimale et le moteur doit être facilement opérable, avec un coût de maintenance maîtrisé. Lors du développement d'un nouveau moteur, les délais de conception et de fabrication constituent un facteur limitant pour l'optimisation de la performance. Le moteur est un assemblage de milliers de pièces, qui doivent fonctionner ensemble avec un bon niveau de performance et de sûreté. Compte tenu de la complexité du système, le temps disponible pour développer chaque pièce est nécessairement restreint. La restriction du temps de développement de chaque pièce limite le nombre d'itérations possibles lors de la conception, et par conséquent la performance et la robustesse de l'ensemble.

Les procédés de fabrication additive offrent précisément l'avantage de permettre la réalisation des pièces avec un gain de temps très significatif par rapport aux procédés conventionnels tels que la fonderie, la forge ou l'usinage. Ils permettent ainsi des itérations plus nombreuses entre la conception et la fabrication, entre la réalisation du premier prototype et celle de la pièce finale. Un court délai de fabrication est donc un atout certain pour optimiser les différents constituants du système et ainsi améliorer la performance de l'ensemble. À cet avantage s'ajoute la possibilité de mettre en forme des pièces de géométrie complexe, moins facilement fabricables, voire non fabricables avec les procédés conventionnels. Une maîtrise de la qualité du matériau fabriqué additivement est cependant nécessaire, afin de garantir un niveau de performance au moins identique à celui du même matériau mis en forme par voie conventionnelle.

La fusion laser sélective sur lit de poudres métalliques est l'un des procédés de fabrication additive les plus mûrs. Également appelée fusion laser ou LBM (pour *Laser Beam Melting*), elle a récemment permis la fabrication et la certification de pièces aéronautiques et spatiales. En 2019, un groupe de lubrification du moteur Leap a été certifié par Safran Aero Boosters avec un carter en aluminium fabriqué par LBM. En

juin 2020, ArianeGroup a annoncé avoir conduit avec succès un essai sur une chambre de combustion de fusée réalisée entièrement en fabrication additive, également par fusion laser.

Une des caractéristiques du procédé de fusion laser est de solidifier très rapidement la matière. La solidification rapide donne lieu à un matériau de métallurgie profondément différente de celle du même matériau produit par fonderie. Cette métallurgie spécifique présente des avantages et des inconvénients qu'il convient d'exploiter et de maîtriser pour être en mesure de fabriquer des pièces performantes et sûres.

Fabrication par fusion laser de pièces en superalliages réfractaires à base de nickel

La performance d'un moteur d'avion est liée à la température maximale du cycle thermodynamique. Il est attendu des matériaux utilisés dans les parties chaudes du moteur un bon compromis entre la légèreté et la résistance à haute température, de manière à diminuer la consommation de carburant tout en assurant une durée de vie suffisante des pièces. Pour les pièces les plus chaudes, le choix des superalliages à base de nickel (ou superalliages base nickel) s'est généralisé. Ces matériaux sont dotés d'une résistance élevée aux différents modes d'endommagement comme le fluage, l'oxydation ou la corrosion, à des températures élevées, de l'ordre de 0,7 à 0,8 fois leur température de fusion.

L'Inconel 738 et le René 77 sont des superalliages base nickel à durcissement structural : les précipités γ' — dont la fraction volumique atteint 45% — confèrent au matériau des propriétés mécaniques intéressantes à haute température. L'Inconel 738 a été conçu pour être structurellement stable en alliant la résistance mécanique de l'Inconel 718 et la résistance à l'oxydation et à la corrosion de l'Udimet-500. Sa tenue élevée en fluage permet une utilisation au-dessus de 900 °C (Reed, 2006). L'Inconel 738 et le René 77 sont traditionnellement mis en forme par fonderie à cire perdue.

Pour les prochaines générations de moteurs d'avions et d'hélicoptères, il est envisagé de produire certaines pièces avec ces matériaux en fabrication additive, notamment par fusion laser. En raison de leur fraction volumique élevée en précipités γ' , l'Inconel 738 et le René 77 sont cependant sensibles à une fissuration au cours du procédé de fabrication. Cette sensibilité à la fissuration a historiquement été décrite dans le domaine du soudage. La figure 1 décrit la *soudabilité* de superalliages en fonction de leur teneur en titane et en aluminium, deux éléments chimiques constitutifs de la phase γ' . D'après ce diagramme, les deux matériaux d'étude font partie des superalliages *difficilement soudables*. En soudage, le matériau est soumis à des gradients thermiques importants lors du passage de la source de chaleur. Il peut alors fissurer lors de la fusion ou lors d'un traitement thermique ultérieur. Or, une mise en forme par fusion laser présente une similitude forte avec le soudage. Il n'est donc pas étonnant que les matériaux *difficilement soudables* soient également sensibles à une fissuration au cours d'une mise en forme par LBM. Pour cette raison, bons nombres de matériaux conçus pour un fonctionnement à très haute température demeurent aujourd'hui inéligibles à une fabrication par fusion laser.

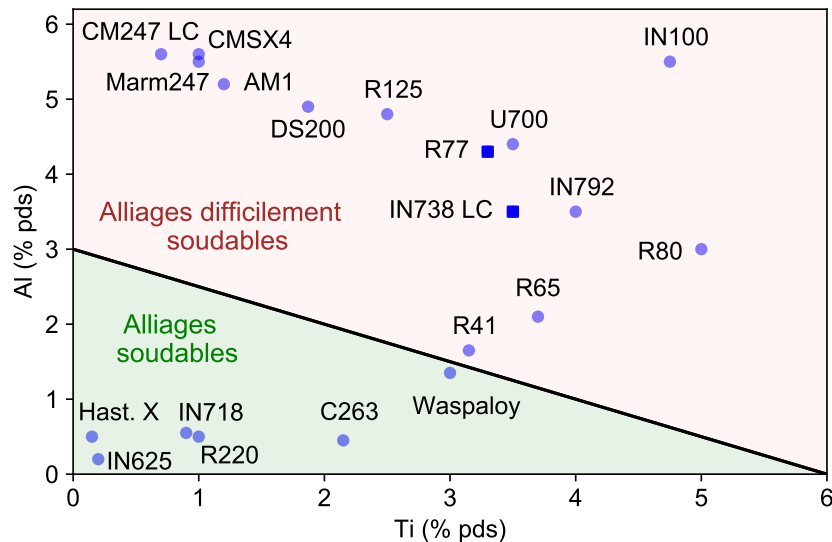


Figure 1 – Soudabilité des superalliages base nickel utilisés par le groupe Safran, d’après le critère proposé par Donachie et Donachie (2002).

Définition du sujet de recherche

L’objectif de cette thèse est de mieux comprendre les mécanismes de fissuration de l’Inconel 738 et du René 77 lors d’une mise en forme par fusion laser, afin de proposer une méthode de fabrication adaptée à ces matériaux sensibles à la fissuration. Avant le début de nos travaux, une étude a été réalisée au sein du groupe Safran, avec trois conclusions principales :

1. la fissuration peut intervenir lors de la fusion laser, mais aussi lors d’un traitement thermique ultérieur. Sur des distributeurs de gaz en apparence intègres après la fusion laser, des fissures macroscopiques ont été constatées à la suite du traitement thermique ;
2. la complexité morphologique des pièces semble être un facteur déterminant sur l’occurrence ou non de la fissuration au sein de l’Inconel 738, lors du traitement thermique. Des éprouvettes de géométrie simple ont pu être produites sans constater de fissures macroscopiques. Sur des éprouvettes technologiques présentant une concentration de contraintes, la fissuration lors du traitement thermique n’a cependant pas pu être évitée, malgré des tentatives diverses selon des conditions de fabrication variées (Germain, 2015) ;
3. la fissuration semble beaucoup plus marquée pour l’Inconel 738 que pour le René 77, malgré un positionnement voisin dans le diagramme de soudabilité présenté en figure 1. Pour le René 77, aucune fissure macroscopique n’a été constaté sur les pièces industrielles après le traitement thermique. Le retour d’expérience industriel fait cependant état de microfissures au sein de cet alliage après la fusion laser.

Dans ce contexte, les travaux de thèse doivent permettre de caractériser les mécanismes de fissuration et d’en déterminer les causes. Un examen minutieux des conditions de fissuration et des facteurs d’influence doit nous permettre de statuer factuellement sur la fabrication par LBM de pièces en Inconel 738 sans fissure.

Nous souhaitons en outre nous appuyer sur une comparaison du René 77 et de l’Inconel 738 pour étudier l’influence de la composition chimique sur l’aptitude à la mise

en forme par LBM. Si la différence de sensibilité à la fissuration est confirmée, comment peut-elle être expliquée, au regard de la composition des alliages ? Cette question paraît intéressante pour adapter à la fusion laser la composition d'alliages initialement conçus pour une mise en forme par fonderie. Nous précisons que l'optimisation de la composition ne fait pas partie du périmètre de l'étude.

Enfin, ces travaux sont l'occasion d'expérimenter un nouveau système de contrôle du gradient thermique par l'emploi d'une double source laser. Suite à un brevet (Colin, Fromentin, et Gérard, 2014) dont Armines et le groupe Safran sont co-inventeurs, Mines ParisTech a développé avec la société Concept Laser une machine permettant d'utiliser conjointement deux faisceaux laser. En plus de la fusion habituelle de la matière avec un faisceau laser, le voisinage du bain de fusion peut être chauffé par le deuxième faisceau. En soudage, des méthodes similaires ont déjà fait leurs preuves pour supprimer la fissuration (laser suiveur). Cependant, la mise en œuvre en fabrication additive n'a encore jamais été réalisée. Nous souhaitons étudier l'efficacité et les modalités d'une telle solution.

Avant d'entamer ce travail, nous passons en revue la littérature autour de trois thèmes perçus comme essentiels pour traiter le sujet :

- les matériaux : quelles sont leurs propriétés ? Quelles sont les implications d'un refroidissement rapide ($\sim 10^6 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$) alors qu'ils ont été conçus initialement pour la fonderie ($\sim 1 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$) ?
- le procédé LBM : quels sont les paramètres du procédé et les phénomènes mis en jeu, déterminant les propriétés des pièces ?
- les contraintes mécaniques engendrées au cours de la fabrication et la fissuration associée : quelle est la typologie des fissures rencontrées avec les superalliages *difficilement soudables* ? Quels sont les moyens d'étude et de prévention ? Quelles sont les similitudes et les différences entre le procédé LBM et les procédés de soudage ? Nous recensons les acteurs qui tentent de mettre en forme des superalliages *difficilement soudables* par LBM ainsi que les approches utilisées.

La synthèse bibliographique proposée au chapitre 1 permettra de structurer une démarche de recherche.

Chapitre 1

Revue de littérature

Sommaire

| | | |
|------------|--|-----------|
| 1.1 | Matériaux d'étude | 5 |
| 1.1.1 | Superalliages base nickel | 5 |
| 1.1.2 | Phases à l'équilibre de l'Inconel 738 et du René 77 | 9 |
| 1.1.3 | Solidification en fonderie | 10 |
| 1.1.4 | Traitements thermiques | 14 |
| 1.1.5 | Spécificités de la solidification rapide | 17 |
| 1.2 | Fusion laser sélective sur lit de poudres | 19 |
| 1.2.1 | Utilité et principe du procédé de fusion laser (LBM) | 19 |
| 1.2.2 | Paramètres d'entrée et propriétés de sortie | 20 |
| 1.2.3 | Bain de fusion | 21 |
| 1.2.4 | Du cordon à la pièce de structure | 26 |
| 1.2.5 | Structure de grains | 30 |
| 1.3 | Fissuration au cours du procédé de fabrication | 32 |
| 1.3.1 | Contraintes résiduelles et typologies de fissures en soudage | 32 |
| 1.3.2 | Essais de <i>soudabilité</i> et prévention de la fissuration | 38 |
| 1.3.3 | Du soudage au procédé LBM : similitudes et spécificités | 41 |
| 1.3.4 | Mise en forme de superalliages non-soudables par LBM | 43 |
| 1.4 | Orientation des recherches | 46 |

1.1 Matériaux d'étude

1.1.1 Superalliages base nickel

Produits

Les superalliages base nickel sont une famille de matériaux mis au point initialement pour la fabrication de pièces des parties chaudes de moteurs d'avions. Ils ont en commun d'être composés d'une phase désordonnée (solution solide) cubique à faces centrées (CFC) dite γ , dont la composition est riche en nickel ($> 50\%$ en masse) et en chrome ainsi que d'une phase intermétallique ordonnée γ' riche en nickel et en aluminium. Ils ont l'intérêt de présenter une excellente tenue mécanique à haute température et une bonne résistance aux différents modes d'endommagement (fluage, fatigue, oxydation et corrosion). Ils représentent 40% de la masse des moteurs actuels (Pollock et Tin, 2006). Nous présentons en figure 1.1 quatre exemples de produits réalisés en superalliages base nickel : un disque de turbine forgé en N18, une aube de turbine monocristalline en

CMSX4 SLS produite par fonderie de précision, un distributeur en Inconel 738 produit par fonderie — pour un moteur d'hélicoptère — et une aube de turbine basse pression en René 77.

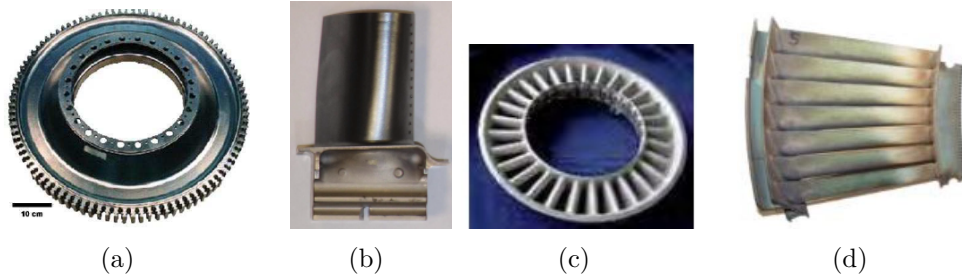


Figure 1.1 – Exemples de produits en superalliages base nickel : disque de turbine haute pression en alliage N18 (a), aube de turbine haute pression monocristalline en CMSX4 SLS (b), distributeur de gaz de turbine haute pression en Inconel 738 (c) et aube de turbine basse pression en René 77 (d).

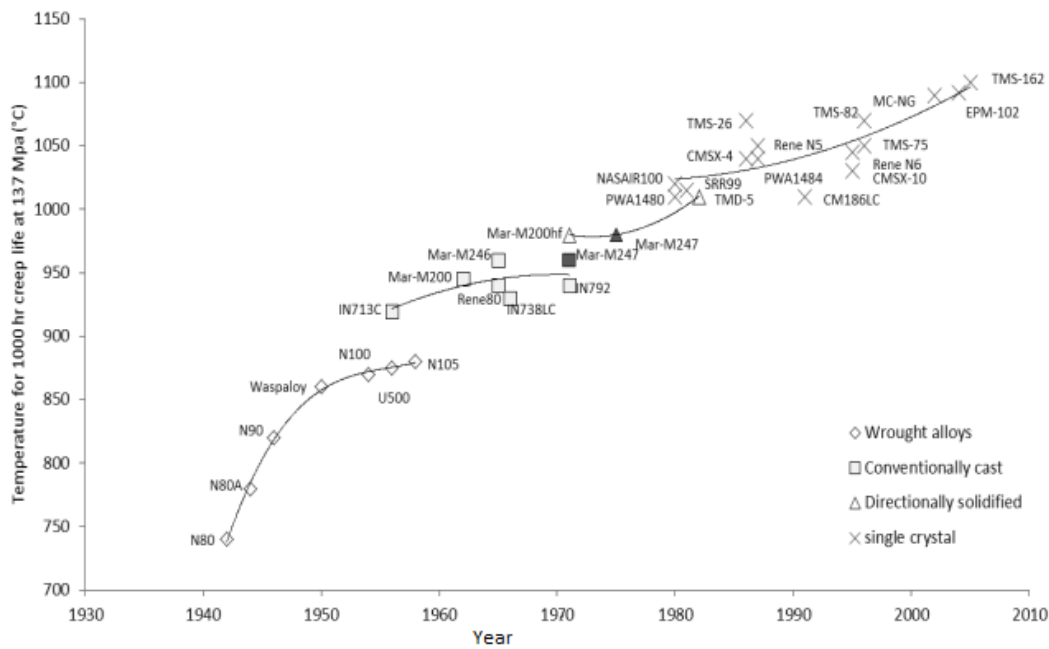


Figure 1.2 – Évolution de la température de fonctionnement tolérée par les différentes générations de superalliages (Reed, 2006).

Développement

La figure 1.2 montre l'évolution de la température de fonctionnement tolérée par les différentes générations de superalliages. Leur développement résulte d'une longue innovation incrémentale étroitement liée avec l'histoire de l'aéronautique.

Au début du XXe siècle, des alliages polycristallins austénitiques Fe-Ni-Cr durcis avec du tungstène et du carbone sont utilisés pour des soupapes d'échappement et des compresseurs (Durand-Charre, 1998). La découverte de problèmes de corrosion liés

aux carbures de chrome conduit à la recherche d'un autre moyen de durcissement. Il est constaté empiriquement que l'ajout d'aluminium ou de titane a un effet durcissant (1929). Il faudra attendre 1957 pour mettre en évidence, grâce aux techniques de diffraction des rayons X, que le durcissement est dû à une phase intermétallique γ' de composition $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ et de structure CFC, prenant la forme de précipités cohérents avec la matrice γ (figure 1.3). Le développement d'alliages dans les années suivantes conduit à une augmentation des quantités d'aluminium et de titane pour accroître la fraction volumique de phase durcissante γ' .

Historiquement mis en forme par forgeage, les pièces en superalliages base nickel ont été ensuite également fabriquées par fonderie ou métallurgie des poudres. La fabrication additive est un procédé émergent.

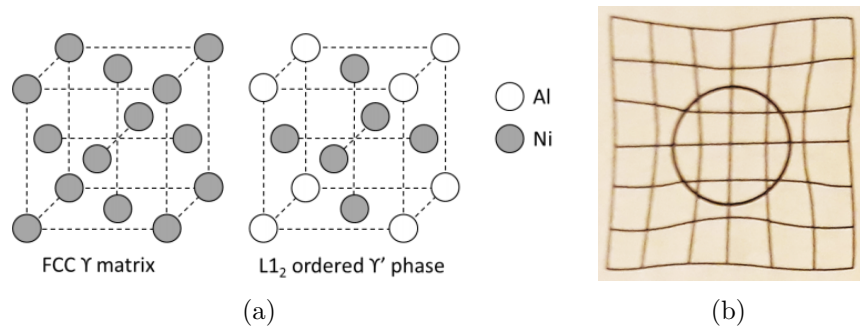


Figure 1.3 – Structure cristallographique : (a) mailles de la matrice γ et de la phase durcissante γ' ; (b) illustration de la cohérence (Porter, Easterling, Sherif, Easterling, et Sherif, 2009).

Éléments d'alliages

Dans ce travail, nous étudierons les superalliages Inconel 738 et René 77. Le tableau 1.1 présente leur composition massique ainsi que la composition de quelques autres alliages de composition proche ou couramment utilisés en fabrication additive. Les éléments chimiques d'alliages se répartissent en trois catégories (figure 1.4) : les constituants de la matrice γ , les constituants des précipités γ' et les éléments dont le rôle est de renforcer les joints de grains. Nous décrivons succinctement le rôle des éléments qui composent les alliages d'étude.

| | IIA | IIIA | IVB | Element | | | | | | |
|--|-----|-------------|-------------|--------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--|
| | | B 0.097 | C 0.077 | | | | | | | |
| | | Al 0.143 | | Atomic Radius (nm) | | | | | | |
| | | | IVA | VA | VIA | VIIA | VIIIA | VIIIA | VIIIA | |
| | | | Ti 0.147 | V 0.132 | Cr 0.125 | | Fe 0.124 | Co 0.125 | Ni 0.125 | |
| | | Y 0.181 | Zr 0.158 | Nb 0.143 | Mo 0.136 | | Ru 0.134 | | | |
| | | | Hf 0.159 | Ta 0.147 | W 0.137 | Re 0.138 | | | | |

γ' former
 Minor alloying additions
 γ former

Figure 1.4 – Éléments d'alliages des superalliages base nickel (Pollock et Tin, 2006).

| % m | C | Cr | Ni | Co | Mo | W | Nb | Ta | Ti | Al | B | Zr | Fe | Hf |
|----------|------|------|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|------|-----|
| IN625 | 0.06 | 21.5 | Bal | | 9 | | 3.6 | | 0.2 | 0.2 | | | 2.5 | |
| IN718 | 0.04 | 19 | Bal | | 3 | | 5.1 | | 0.9 | 0.5 | 0.02 | | 18.5 | |
| U-500 | 0.07 | 18 | Bal | 18.5 | 4 | | | | 3 | 3 | 0.01 | 0.09 | | |
| IN738 LC | 0.09 | 16 | Bal | 8.5 | 1.7 | 2.5 | 0.8 | 1.7 | 3.5 | 3.5 | 0.01 | 0.05 | | |
| IN738 C | 0.17 | 16 | Bal | 8.5 | 1.7 | 2.5 | 0.8 | 1.7 | 3.5 | 3.5 | 0.01 | 0.1 | | |
| René 95 | 0.15 | 14 | Bal | 8 | 3.5 | 3.5 | 3.5 | | 2.5 | 3.5 | 0.01 | 0.05 | | |
| René 77 | 0.07 | 14.6 | Bal | 15 | 4.2 | | | | 3.3 | 4.3 | 0.02 | 0.04 | | |
| IN713 LC | 0.06 | 12 | Bal | | 4.3 | | 2 | | 0.7 | 5.8 | 0.01 | 0.06 | | |
| CM247 LC | 0.07 | 8 | Bal | 9 | 0.5 | 10 | | 3.2 | 0.7 | 5.6 | 0.02 | 0.01 | | 1.4 |
| René 125 | 0.11 | 9 | Bal | 10 | 2 | 7 | | 3.8 | 2.5 | 4.8 | 0.02 | 0.05 | | 1.5 |

Tableau 1.1 – Compositions massiques de l’Inconel 738, du René 77 et de quelques alliages proches en composition ou couramment utilisés en fabrication additive (source : site de l’élaborateur d’alliages *Cannon Muskegon*). Des compositions atomiques sont indiquées en annexe A.5.

Solution solide Les éléments Co, Cr, Mo et W participent à la formation de la phase γ . Ces éléments ont un rayon atomique proche de celui du nickel ($\pm 10\%$), qui leur confère une bonne solubilité dans la matrice γ . Néanmoins, les différences de rayon atomique créent des contraintes locales dans le réseau cristallin. Ces contraintes restreignent le mouvement des dislocations cristallines et augmentent ainsi la dureté du matériau (durcissement de la matrice par effet de mise en solution solide).

- **Le chrome** protège l’alliage contre l’oxydation et la corrosion. Jusqu’à 900°C , il forme une barrière d’un oxyde protecteur Cr_2O_3 (Augustins-Lecallier, 2011). Une quantité excessive de chrome peut provoquer l’apparition d’une phase topologiquement compacte (TCP) fragile de type σ .
- **Le molybdène et le tungstène** sont les deux éléments durcissants les plus efficaces de la matrice γ , du fait de leur rayon atomique élevé. Le faible coefficient de diffusion de ces deux éléments lourds permet de maintenir le durcissement à des températures élevées (Augustins-Lecallier, 2011).
- **Le cobalt** diminue la solubilité des éléments Al et Ti dans la matrice γ .

Durcissement structural Les éléments Al, Ti, Ta et Nb ont une différence de rayon atomique avec le nickel comprise entre $+10\%$ et $+20\%$. Peu solubles dans la matrice γ en raison de cette différence de rayon, ils se situent essentiellement dans les précipités γ' .

- **L’aluminium** est le premier élément à avoir été utilisé pour la formation de précipités γ' .
- **Le titane** est l’élément historique de substitution à l’aluminium. Économique, il participe au durcissement de la phase γ' : une augmentation du rapport Ti/Al est associée à une augmentation de la limite d’élasticité et de la tenue en fluage. Cependant, un excès de titane peut donner lieu à la formation de la phase η (Ni_3Ti). Cette phase, dotée d’une morphologie aiguillée ou lamellaire, est de structure hexagonale et n’est donc pas cohérente avec la matrice austénitique γ . Elle est ainsi néfaste aux propriétés mécaniques.
- **Le tantale et le niobium** sont moins solubles dans la matrice que le titane et participent ainsi à une augmentation de la fraction volumique de précipités γ' et à son durcissement (Paintendre et al., 1986).

Renforcement des joints de grains Les éléments Hf, Zr, C, B ont un écart de rayon atomique de plus de $\pm 20\%$ avec le nickel. Un tel écart de rayon engendre une ségrégation de ces éléments lors de la solidification. Dans les alliages polycristallins, ces éléments ont un rôle de renforcement des joints de grains. Le C forme au niveau des joints de grains des carbures, qui solidarissent les grains entre eux, lorsque leur morphologie est bien contrôlée. Le B est connu pour améliorer la tenue en fluage et à la propagation de fissures à haute température (Sims et al., 1987).

1.1.2 Phases à l'équilibre de l'Inconel 738 et du René 77

Des bases de données thermodynamiques ont capitalisé de nombreuses données expérimentales au fil du temps et permettent aujourd'hui de prédire les phases en présence à l'état d'équilibre, pour une composition d'alliage donnée (calcul thermodynamique par la méthode Calphad). Nous avons ici utilisé l'outil JMatPro pour calculer les phases en présence à l'équilibre pour les alliages Inconel 738 et René 77 (figure 1.5). Les phases solides stables sont décrites dans les paragraphes suivants.

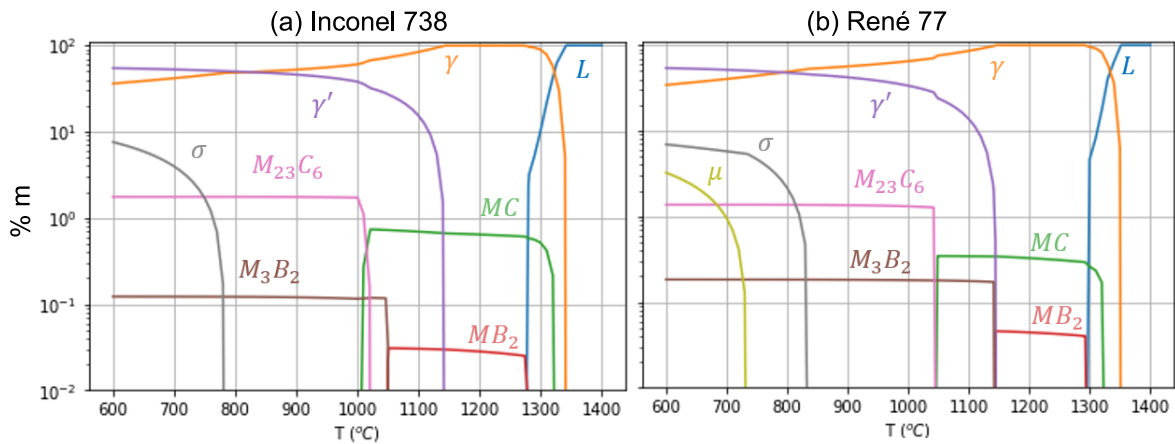


Figure 1.5 – Fraction massique des différentes phases à l'équilibre pour les compositions nominales de l'Inconel 738 (a) et du René 77 (b), d'après le logiciel JmatPro.

Phase γ

C'est une solution solide riche en nickel de structure cristalline cubique faces centrées (CFC). La phase γ et la phase liquide coexistent entre la température de liquidus T_{liq} et la température de solidus T_{sol} . D'après l'outil de calcul thermodynamique, la température de liquidus est de 1341 °C pour l'Inconel 738 et de 1351 °C pour le René 77. Les température de solidus sont respectivement 1274 °C et 1293 °C.

Phase γ'

C'est une phase intermétallique ordonnée de structure CFC. Elle est cohérente avec la matrice aux interfaces γ/γ' suivant les plans [001], comme illustré en figure 1.3(b). Cette cohérence est caractérisée par un *désaccord paramétrique* δ (ou *misfit*) avec la matrice, terme qui désigne l'écart relatif des paramètres de maille $a_{\gamma'}$ et a_{γ} :

$$\delta = 2 \times \left(\frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \right). \quad (1.1)$$

Le *misfit* dépend de la composition locale de l'alliage et de l'histoire thermomécanique (Durand-Charre, 1998). Il a une influence sur la cinétique de précipitation et la forme des précipités γ' . La phase γ' est présente dans les alliages Inconel 738 et René 77 en dessous de la température de solvus $T_{\gamma'}$. La température de solvus prédite pour les deux alliages est quasi-identique, soit 1143 °C pour l'Inconel 738 et 1146 °C pour le René 77. La fraction massique de précipités γ' prédite est très similaire, respectivement de 45% et 48% à 850 °C.

Carbures et borures

Les carbures primaires MC, où M = Ta, Nb, Ti, Hf, Zr et Mo, W en substitution, ont une structure cristalline CFC. Ils apparaissent avant la fin de solidification au niveau des joints de grains ; leur désorientation cristalline la matrice est souvent conséquente. De ce fait, le renforcement des joints de grains par les carbures primaires est limité. En dessous de 1000 °C, les carbures primaires MC sont instables au profit de carbures secondaires $M_{23}C_6$, où M= Cr, Mo et W. Riches en chrome, les carbures secondaires apparaissent principalement lors des traitements thermiques de revenu. Ils ont une structure cubique complexe avec un paramètre de maille voisin du triple de la matrice et croissent en épitaxie avec l'un des joints de grains, ou les deux, assurant un ancrage efficace (Augustins-Lecallier, 2011). Ils empêchent ainsi le glissement des joints de grains, participant ainsi à la résistance au fluage (rôle positif). D'un autre côté, ils peuvent constituer des sites préférentiels d'amorçage de la rupture (rôle délétère). Pour limiter ce second rôle, les carbures secondaires doivent être fins et dispersés (non continus). La présence de B aux joints de grains est associée à la présence de borures MB_2 et M_3B_2 .

Phases topologiquement compactes σ et μ

Les phases topologiquement compactes (TCP) sont fragiles et donc délétères pour les propriétés mécaniques. Bien qu'elles soient stables thermodynamiquement à la température de fonctionnement, leur apparition est en pratique limitée par une cinétique de formation très lente. À titre d'exemple, Hoffelner, Kny, Stickler, et McCall (1979) ont observé l'apparition de la phase σ dans l'Inconel 738 après un vieillissement de 20 000 h à 788 °C.

Les fractions massiques des différentes phases à l'équilibre (figure 1.5) correspondent à un cas de diffusion parfaite des éléments chimiques, jamais atteint en pratique, même après un traitement de revenu. Aussi, les fractions de la phase γ' , des carbures et des borures vont dépendre des conditions de solidification du matériau et de l'histoire thermique ultérieure.

1.1.3 Solidification en fonderie

L'Inconel 738 et le René 77 sont des alliages équiaxes de fonderie, habituellement coulés sous vide dans un moule préchauffé autour de 900 °C. Nous présentons les phénomènes à l'œuvre lors d'une solidification en fonderie et les propriétés résultantes du matériau.

Écart à l'équilibre

Lors de la solidification, l'équilibre thermodynamique à l'interface solide/liquide se traduit, pour chaque élément i , par un écart entre la concentration massique de la phase solide $C_{s,i}$ et de la phase liquide $C_{l,i}$ (Dantzig et Rappaz, 2009). On appelle coefficient de partage le ratio $k_i = C_{s,i}/C_{l,i}$.

Lors de la croissance des microstructures, la cause principale de l'écart à l'équilibre provient de la diffusion imparfaite des éléments d'alliage, si bien qu'il subsiste des gradients de concentration chimique. La température au niveau du front de solidification, que l'on note T^* , est alors inférieure à la température de liquidus : on appelle surfusion l'écart $\Delta T = T_{liq} - T^*$ (figure 1.6(a)). La température T^* dépend de manière couplée de l'équilibre thermodynamique, de la diffusion de la chaleur et de la diffusion du soluté qui ont lieu pendant la solidification. Pour des vitesses de solidification rencontrées en fonderie ou soudage, la surfusion est une fonction croissante de la vitesse de solidification v_S : $\Delta T = f \nearrow (v_S)$.

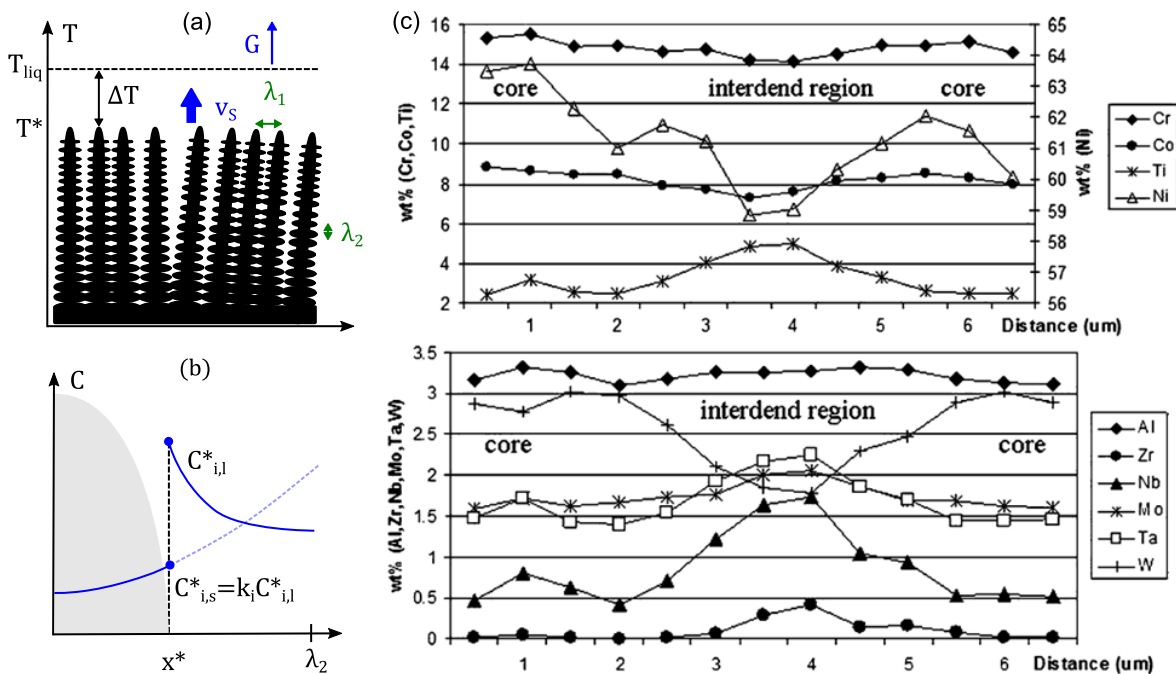


Figure 1.6 – Phénomènes à l'origine de la microségrégation chimique lors de la solidification : (a) croissance colonnaire de dendrites avec une surfusion par rapport à l'isotherme de liquidus, d'après Dantzig et Rappaz (2009) ; (b) profil de concentration au cours de la solidification pour un élément i avec $k_i < 1$, à l'échelle d'un bras de dendrite secondaire, avec x^* la position de l'interface à un instant de la solidification ; (c) ségrégation chimique entre le cœur de dendrite et la zone interdendritique dans la zone fondue d'une soudure en Inconel 738, mesurée par Sidhu, Ojo, et Chaturvedi (2007) par EDS.

La microségrégation chimique intervient à l'échelle des bras de dendrites secondaires. Nous prenons l'exemple d'un élément avec un coefficient de partage $k_i < 1$, comme le Ti. Comme illustré en figure 1.6(b), l'élément d'alliage est rejeté dans le liquide lors de la progression de l'interface solide/liquide, tandis que la diffusion tend à homogénéiser le gradient de concentration chimique créé dans la phase solide et la phase liquide. Le coefficient de diffusion du soluté i est en général beaucoup plus faible dans le solide ($\sim 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) que dans le liquide ($\sim 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). Aux vitesses de solidification rencontrées en fonderie ou en soudage, une approximation courante est donc de considérer que la diffusion chimique est parfaite dans le liquide et nulle dans le

solide, à l'échelle des bras de dendrites secondaires (approximation de Scheil-Gulliver). Ce mécanisme détermine le profil de concentration en éléments d'alliages dans la phase solide. La figure 1.6(c) présente la ségrégation chimique entre le cœur de dendrite et la zone interdendritique dans la zone fondue d'une soudure en Inconel 738 (Sidhu et al., 2007). Le Ni et le W ont une ségrégation négative notable ($k_i > 1$), tandis que les éléments Ti, Ta, Nb et Zr présentent une forte ségrégation positive ($k_i < 1$).

La microségrégation chimique influe sur l'évolution de la fraction massique de solide $f_s(T)$ en fonction de la température. En particulier, les éléments ségrégeant positivement tendent à diminuer la température de fin de solidification, qui peut être significativement inférieure à la température de solidus T_{sol} . Des modèles analytiques ou numériques plus évolués que celui de Scheil-Gulliver permettent, par un calcul couplé de l'équilibre thermodynamique et de la diffusion, d'estimer l'évolution de la fraction solide avec la température et le chemin de solidification. Nous pouvons citer l'outil Dictra ou les travaux de Ben Hamouda (2012).

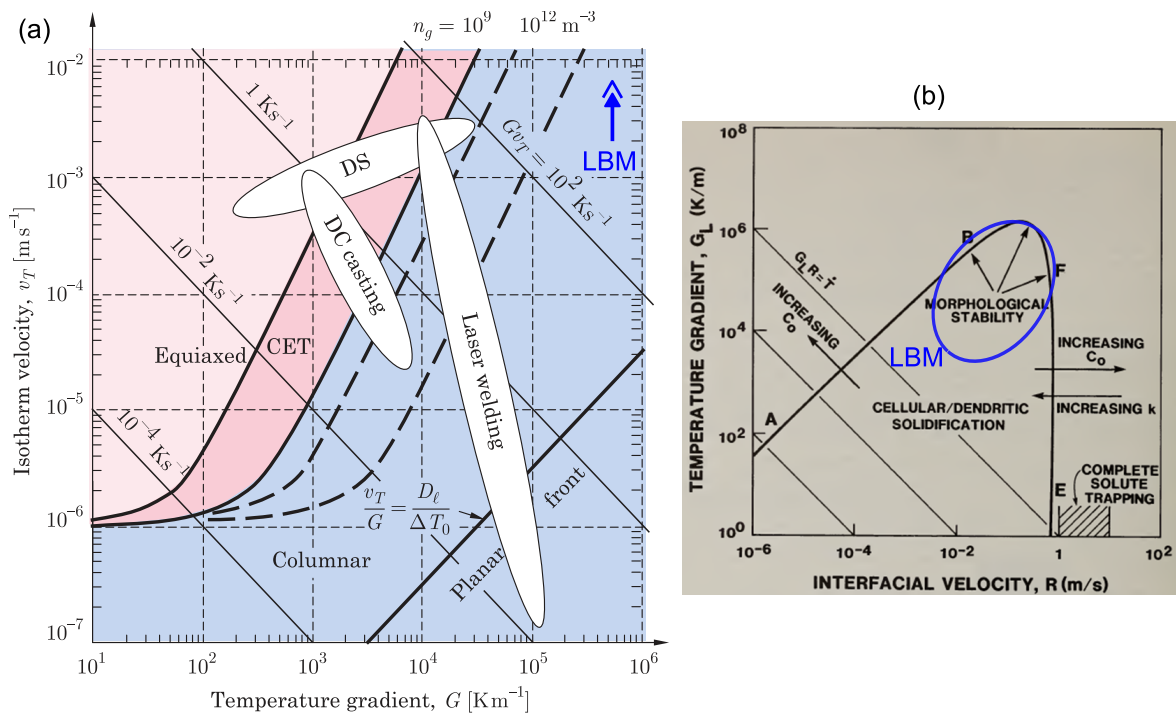


Figure 1.7 – Diagrammes des microstructures de solidification : (a) microstructures générées en fonction de G et de v_S pour un alliage modèle (Dantzig et Rappaz, 2009) ; (b) stabilité du front plan, étendue à la solidification rapide, pour un alliage d'aluminium (Mehravian, 1982).

Diagramme de microstructures

En raison des mécanismes décrits ci-dessus, la nature des microstructures formées est dictée par le gradient thermique G (en $\text{K} \cdot \text{m}^{-1}$) au niveau du front de solidification et par la vitesse v_S d'avancée de ce front (en $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$). Pour un matériau donné, les microstructures peuvent être cartographiées dans un repère (G, v_S) . Un tel diagramme est présenté à la figure 1.7 pour un alliage modèle. Nous pouvons y repérer la limite de stabilité du front plan ainsi que la transition colonnaire - équiaxe (*Columnar to Equiaxed Transition* ou CET). La vitesse de refroidissement $\dot{T} = G \cdot v_S$ (en $\text{K} \cdot \text{s}^{-1}$) détermine la

finesse de la microstructure. Plus \dot{T} est élevée, plus la microstructure est fine, avec des espacements interdendritiques primaire λ_1 et secondaire λ_2 faibles et des précipités de petite taille. La figure 1.7 représente un diagramme de microstructures en solidification rapide pour un alliage d'aluminium. Sur les deux diagrammes, les conditions typiques du procédé LBM ($G \sim 10^6 \text{ K} \cdot \text{m}^{-1}$ et $v_S \sim 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) sont indiquées. Les conditions de solidification en LBM se trouvent généralement dans le domaine de la solidification dendritique à croissance colonnaire, comme nous le verrons en section 1.2.5.

Brut de fonderie

L'Inconel 738 à l'état brut de fonderie — avant le traitement thermique — a été étudié précédemment au Centre des Matériaux par Royer (2008). L'alliage présente des grains de taille millimétrique ; la microstructure est dendritique avec un espacement dendritique primaire $\lambda_1 \sim 100 \mu\text{m}$. La phase γ' est présente au cœur des dendrites et dans les espaces interdendritiques et intergranulaires. Au cœur des dendrites, les précipités sont cubiques avec une taille de l'ordre de 300 nm. Dans les zones interdendritiques et intergranulaires, plus chargées en éléments γ' -gènes, ils ont une taille supérieure et une forme étoilée. Cette forme n'est pas favorable à la cohérence et sera modifiée lors des traitements thermiques.

La fraction volumique de la phase γ' dépend du taux de refroidissement : Steven et Flewitt (1978) ont mesuré une fraction de 20%, alors qu'elle atteint 40% sur les lingots analysés par Ojo, Richards, et Chaturvedi (2006) (figure 1.8(a)). Les inventeurs de l'alliage, Bieber et Mihalisin (1970), ont mesuré la composition des précipités γ' :

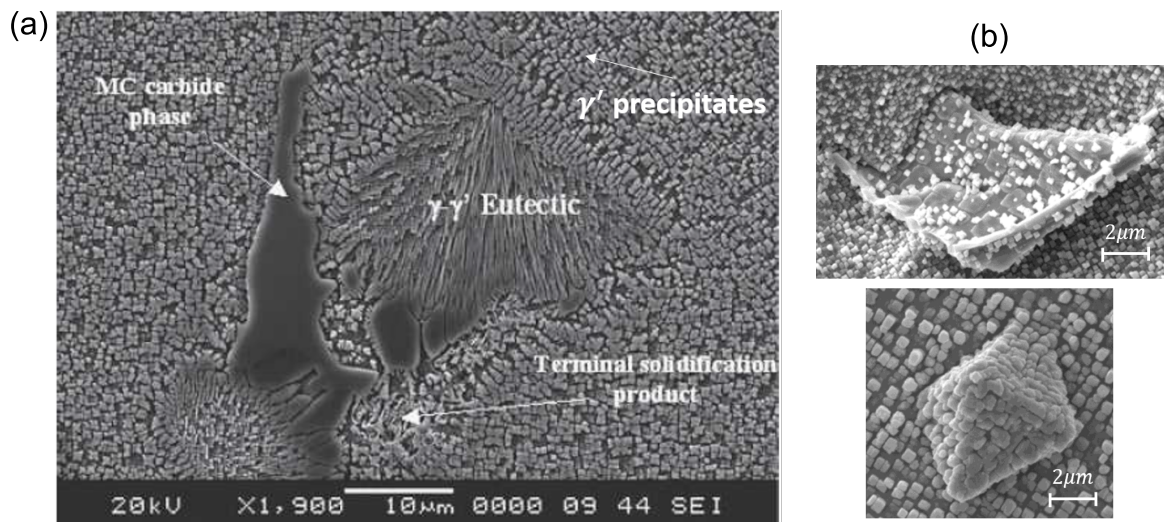
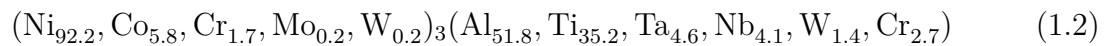
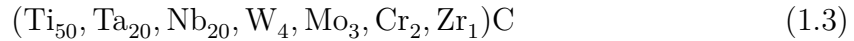


Figure 1.8 – Microstructure de l'Inconel 738 brut de fonderie : (a) précipités γ' , carbure primaire MC et eutectique γ/γ' observés au MEB en électrons rétrodiffusés (Ojo et al., 2006) ; (b) carbures primaires MC en forme de pétale et de bloc observés en électrons secondaires après une attaque électrolytique (1 g CuSO_4 + 50 mL H_2O + 6 mL NH_3 + 1 g acide citrique – 10 V – 300 s) par Royer (2008). Les carbures sont recouverts de précipités γ' .

Les carbures et les borures, essentiellement primaires, bordent les joints de grains et les zones interdendritiques. Rosenthal et West (1999) ont montré grâce à une expérience

de trempe en cours de solidification dirigée (TSD) de l'alliage que la formation des carbures démarrait à proximité des pointes de dendrites, c'est-à-dire peu après le début de la solidification, conformément aux calculs thermodynamiques à l'équilibre (figure 1.5). La figure 1.8(b) montre des carbures primaires de formes irrégulières observés par Royer (2008) : ils ont parfois l'apparence de blocs, parfois l'apparence de pétales. La composition des carbures primaires mesurée par Bieber et Mihalisin (1970) vaut :



Nous pouvons parler de carbures de Ti, même si les éléments Ta et Nb sont significativement présents. La figure 1.8(a) montre que la phase γ' est aussi présente dans l'Inconel 738 brut de fonderie sous la forme d'un eutectique γ/γ' . Des constituants eutectiques ternaires $\text{MC} + \gamma + \gamma'$ sont également observés par Ojo et al. (2006).

1.1.4 Traitements thermiques

Croissance des précipités

Après la solidification et le refroidissement, la fraction de précipités γ' est inférieure à celle à l'équilibre thermodynamique. Dans le cas simplifié d'un alliage binaire Ni-Al, la composition massique en Al dans la matrice $C_{\gamma, \text{Al}}$ est alors supérieure à la valeur d'équilibre $C_{\gamma, \text{Al}}^{\text{eq}}$ (matrice *sursaturée*). La sursaturation Ω permet alors de quantifier l'écart à l'équilibre :

$$\Omega = \frac{C_{\gamma, \text{Al}} - C_{\gamma, \text{Al}}^{\text{eq}}}{C_{\gamma', \text{Al}}^{\text{eq}} - C_{\gamma, \text{Al}}^{\text{eq}}} \quad (1.4)$$

La précipitation de la phase γ' est amorcée par des événements de germination. Lors de la croissance des germes, la taille des précipités augmente en consommant le soluté excédentaire dans la matrice sursaturée. La croissance entraîne une augmentation de la fraction volumique de précipités. La vitesse de croissance est liée, d'une part à la sursaturation Ω de la matrice qui agit comme force motrice, d'autre part au coefficient de diffusion $D_{\gamma, \text{Al}}$ qui permet le transport de l'aluminium dans la matrice γ . Dans le cas de précipités sphériques, une solution analytique établie par Aaron, Fainstein, et Kotler (1970) permet de décrire l'évolution du rayon r des particules :

$$f\left(\frac{r}{2\sqrt{D_{\gamma, \text{Al}}t}}\right) = \frac{\Omega}{2} \quad (1.5)$$

avec t le temps, $f(x) = x^2 e^{x^2} (e^{-x^2} - x\sqrt{\pi} \cdot \text{erf}(x))$ et $\text{erfc}(x) = 2/\sqrt{\pi} \cdot \int_x^\infty e^{-t^2} dt$.

Mûrissement

Quand la fraction volumique de précipités approche sa valeur d'équilibre, l'évolution de la taille et de la forme des précipités est principalement contrôlée par la diminution de l'énergie de l'interface γ/γ' : on parle alors de mûrissement d'Ostwald. La diminution de l'aire de l'interface γ/γ' s'opère par la dissolution des plus petits précipités au profit des plus gros, ce qui conduit à une diminution du nombre de précipités et une augmentation de leur taille moyenne. L'évolution de la taille des précipités peut être estimée, par exemple par la théorie établie par Lifshitz et Slyozov (1961) ou bien par simulation numérique (Rougier, 2013).

Traitements thermiques standards

Le traitement thermique standard des deux alliages d'étude est donné au tableau 1.2. Le traitement de remise en solution est réalisé au-dessus de la température de solvus $T_{\gamma'}$ pour le René 77 (remise en solution totale) et sous la température de solvus pour l'Inconel 738 (remise en solution partielle).

| | Remise en solution | Revenu |
|-------------|-------------------------------|------------------------------|
| Inconel 738 | 1120 °C/2h/TA | 845 °C/24h/TA |
| René 77 | 1230 °C/2h/TA + 1160 °C/4h/TA | 925 °C/24h/TA + 760 °C/4h/TA |

Tableau 1.2 – Traitements thermiques standards des deux matériaux d'étude. TA désigne une trempe à l'air. Les traitements sont réalisés sous vide ou sous atmosphère protectrice d'argon. Les températures de transformation sont données en annexe A.6.

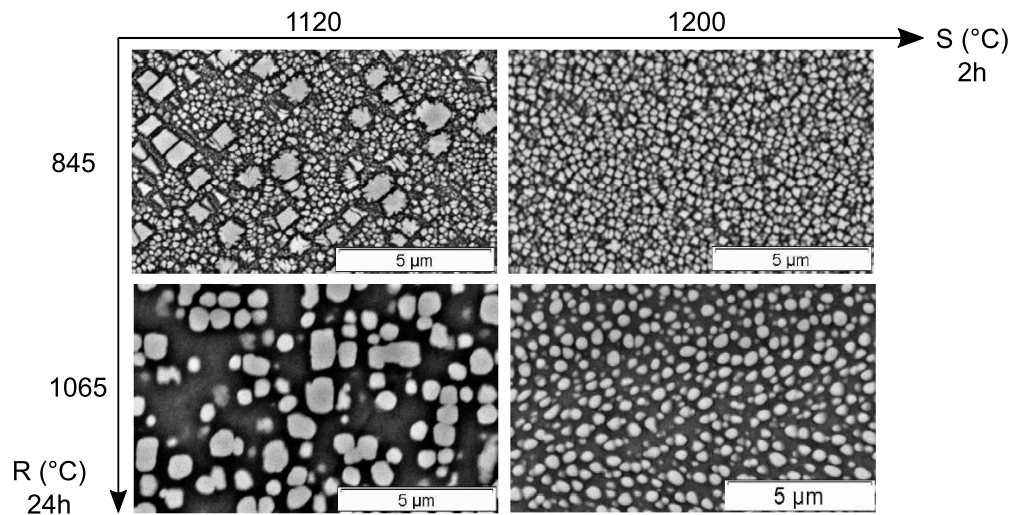


Figure 1.9 – Influence de la température de remise en solution S et de la température de revenu R sur la distribution de taille des précipités γ' dans l'Inconel 738 (Danis, 2008).

Dans le cas de l'Inconel 738, les calculs à l'équilibre présentés en figure 1.5 indiquent une fraction volumique de précipités γ' résiduelle de 9% lors de la remise en solution. Lors de la trempe, des petits précipités γ' — dits secondaires — apparaissent tandis que les précipités primaires continuent de croître après la remise en solution. La distribution de taille de précipités γ' résultante est donc bimodale : les précipités primaires sont des cuboïdes de taille 300-500nm et les précipités secondaires sont sphériques de rayon 20-90nm (Danis, 2008). À ce stade, la fraction volumique de précipités est de l'ordre de 20% et la matrice est donc sursaturée. Lors du palier de revenu de 24 h à 845 °C, les précipités primaires et secondaires croissent jusqu'à ce que la fraction volumique de γ' atteigne la fraction d'équilibre de 45%, avec une répartition à peu près équitable entre précipités primaires et secondaires (en haut à gauche de la figure 1.9).

Danis (2008) a mis en évidence l'effet d'une variation de la température de remise en solution et de la température de revenu (figure 1.9). Une remise en solution à 1200 °C, au-dessus de la température de solvus $T_{\gamma'}$, donne une distribution monomodale de précipités, tandis qu'un traitement de revenu à 1065 °C au lieu de 845 °C provoque un

mûrissement plus important, avec un nombre plus faible de précipités et un diamètre moyen plus élevé.

Durcissement du matériau

Le développement des précipités pendant les traitements thermiques se traduit par un durcissement important du matériau. Steven et Flewitt (1978) ont étudié l'effet de la température de revenu sur la dureté de l'Inconel 738 (figure 1.10). Ils ont soumis des échantillons à un traitement de remise en solution, puis un traitement de revenu à différentes températures.

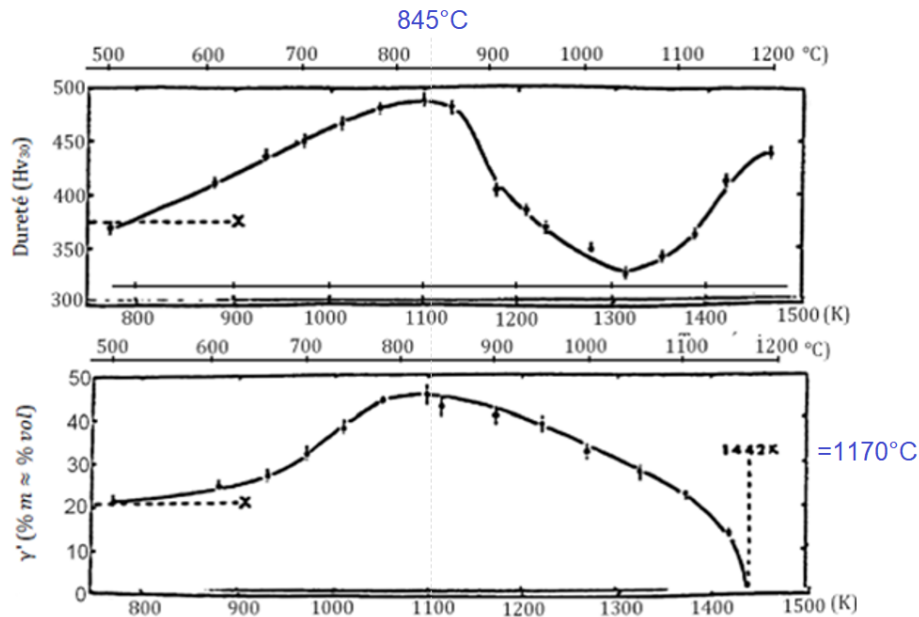


Figure 1.10 – Traitement de revenu et dureté de l'Inconel 738 : évolution de la dureté en fonction de la température de revenu (Steven et Flewitt, 1978). La remise en solution à 1120 °C est suivie d'une trempe dans l'eau glacée. Le revenu est effectué à différentes températures pendant une durée de 16h.

À des températures de revenu inférieures à 845 °C, la sursaturation de la matrice γ est positive car la croissance des précipités est limitée par la diffusion. Au-dessus de 845 °C, la diffusion est suffisante pour que la fraction volumique de précipités γ' atteigne sa valeur d'équilibre. Dans ce domaine, la fraction volumique de précipités γ' diminue avec une augmentation de la température.

La fraction volumique de γ' est la plus élevée pour un revenu à 845 °C, ce qui confère au matériau une dureté maximale ($H_{V,30} = 485$). Avec un revenu à une température supérieure à 845 °C, le rayon des précipités secondaires augmente et leur fraction volumique diminue (mûrissement d'Ostwald), ce qui conduit à une baisse de dureté.

Steven et Flewitt interprètent le rôle important des précipités secondaires de petite taille dans la dureté grâce à un modèle qui relie la limite élastique σ_0 (proportionnelle à la dureté) avec la distance d entre les précipités :

$$\sigma_0 = \frac{G_{cis} \cdot b}{2\pi d} \phi \ln \frac{d}{2b} \quad (1.6)$$

où G_{cis} est le module de cisaillement (en Pa), b est le vecteur de Burgers des dislocations (0,253 nm) et $\phi = 0.5[1 + (1 - \nu)^{-1}]$ avec ν le coefficient de Poisson (~ 0.3). Pour des particules sphériques de diamètre r et de fraction volumique $f_{\gamma'}^v$, la distance d entre les particules est donnée par :

$$d = 0.82r \left[\left(\frac{\pi}{f_{\gamma'}^v} \right)^{1/2} - 2 \right] \quad (1.7)$$

Ainsi, à fraction volumique constante, la dureté est plus élevée quand les précipités γ' sont de petite taille, car la distance d les séparant est alors plus faible. Ce point sera important pour la suite de notre étude.

1.1.5 Spécificités de la solidification rapide

Dans les procédés de fonderie ou de soudage, le taux de refroidissement est généralement compris dans la plage $\dot{T} \sim 10^{-2} - 10^2 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$. Dans le procédé LBM, celui-ci est bien plus élevé, de l'ordre de $10^6 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$. Les conditions de solidification s'en trouvent modifiées.

Diffusion dans la phase liquide et *solute trapping*

Aux vitesses de solidification lentes rencontrées en fonderie, la diffusion des éléments chimiques est souvent complète dans la phase liquide, comme décrit par le modèle de Scheil-Gulliver. Ce n'est pas nécessairement le cas à haute vitesse, si bien que le chemin de solidification peut être différent.

Aux très hautes vitesses de solidification, un écart à l'équilibre supplémentaire peut intervenir au niveau de l'interface solide/liquide. Nous rappelons qu'aux vitesses de refroidissement considérées en fonderie ou soudage, l'interface solide/liquide est toujours à l'équilibre thermodynamique, caractérisé pour chaque élément i par un coefficient de partage k_i . À partir d'une certaine vitesse de solidification appelée vitesse de diffusion v_D , les éléments chimiques ne parviennent plus à diffuser à travers l'interface solide/liquide (phénomène de *solute trapping*). En conséquence, le coefficient de partage k_i tend vers 1 au fur et à mesure que la vitesse de solidification v_S augmente (Dantzig et Rappaz, 2009) :

$$k_i = \frac{v_S/v_D + k_i(v_S = 0)}{v_S/v_D + 1} \quad (1.8)$$

où v_D est la vitesse de diffusion. Tian, Muniz-Lerma, et Brochu (2017) ont calculé la vitesse de diffusion du Nb dans le Ni en se fondant sur la théorie de la solidification rapide. Ils ont obtenu la valeur $v_D = 9 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui suggère que le coefficient de partage reste quasiment inchangé par rapport à sa valeur à l'équilibre pour une vitesse de solidification inférieure à $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$: $k_i \sim k_i(v_S = 0)$.

État trempé et retour à l'équilibre

Pour un alliage solidifié et refroidi rapidement (trempé), la proportion de précipités γ' est généralement faible, de sorte que des éléments γ' -gènes (Al, Ti, Ta et Nb) d'ordinaire peu solubles dans la matrice γ se retrouvent en solution. Ils participent ainsi à un durcissement par solution solide, cependant bien inférieur au durcissement structural.

Bowman et Antolovich (1986) ont ainsi observé la microstructure de l'Inconel 713 LC solidifié rapidement par *melt spinning* : les précipités sont trop fins pour être visibles au microscope électronique à transmission en champ clair, mais leur présence peut être observée sur la figure de diffraction.

En dépit de la très faible fraction de précipités γ' dans le brut de solidification, Bowman et Antolovich ont mesuré une dureté plus élevée qu'après une solidification conventionnelle. Ce durcissement peut notamment être expliqué par la solution solide ainsi que l'écroutissage très important du matériau.

La figure 1.11 montre la dureté de l'Inconel 713 LC trempé rapidement, après un traitement de revenu à différentes températures. La dureté maximale est de 750 Hv contre 550 Hv pour l'alliage ayant subi une trempe à vitesse lente. Après une trempe rapide, le réchauffage de la solution solide sursaturée a provoqué l'apparition d'une population dense de précipités γ' nanométriques, appelée *structure hyperfine*. Dans une telle structure, la distance entre les précipités est très faible. D'après le modèle décrit en équation 1.6, il est donc normal que la dureté soit particulièrement élevée.

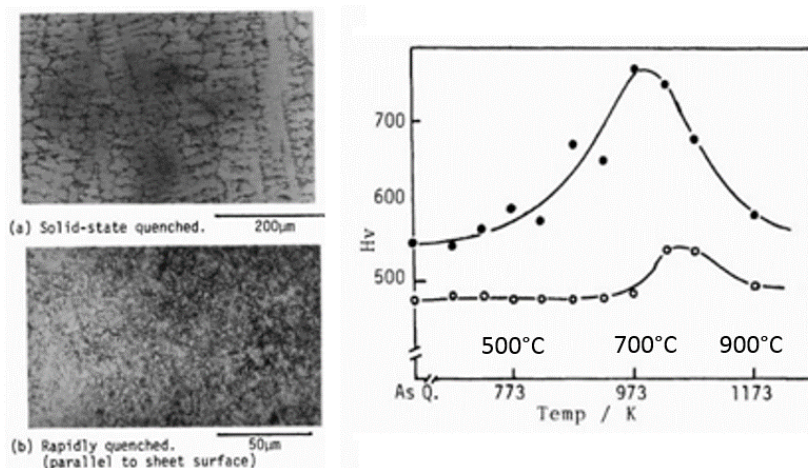


Figure 1.11 – Dureté de l'IN713C trempé à vitesse standard (o) et rapide (●), après un traitement de revenu de 3h à différentes températures. La trempe à vitesse standard est réalisée à partir de l'état solide ; la trempe rapide est réalisée à partir de l'état liquide (Bowman et Antolovich, 1986).

À l'instar de l'Inconel 713 LC, les alliages à durcissement structural trempés rapidement subissent lors du réchauffage un durcissement important, bien supérieur au durcissement après une solidification à vitesse conventionnelle. Durand-Charre (1998) souligne que ce durcissement peut être problématique, car il empêche la relaxation des contraintes résiduelles et provoque une chute de ductilité du matériau.

Après la présentation des matériaux et de leurs propriétés lors d'une mise en forme conventionnelle par fonderie, nous présentons les caractéristiques d'une mise en forme par fusion laser sélective sur lit de poudre.

1.2 Fusion laser sélective sur lit de poudres

1.2.1 Utilité et principe du procédé de fusion laser (LBM)

Le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudres a vu le jour en 1995 au *Fraunhofer Institute for Laser Technology* (Fraunhofer ILT), situé à Aix-La-Chapelle. Il est également appelé procédé LBM, pour *Laser Beam Melting*. Il fait partie des procédés de fabrication additive métallique impliquant une fusion de la matière, tout comme le procédé de fusion par faisceau d'électron (EBM, pour *Electron Beam Melting*) et les procédés de dépôt de matière sous faisceau d'énergie (LMD, pour *Laser Metal Deposition Powder*). Destiné au départ au prototypage (pièces de forme), le procédé LBM tend à devenir une alternative aux procédés traditionnels de fabrication pour des pièces de structures, notamment dans les secteurs aéronautique, médical, voire automobile. Il est particulièrement adapté pour les pièces de géométrie complexe et de taille modérée, produites en petites quantités. La figure 1.12(a) présente le domaine de pertinence des procédés de fabrication additive (FA) par rapport aux autres procédés de mise en forme de pièces métalliques.

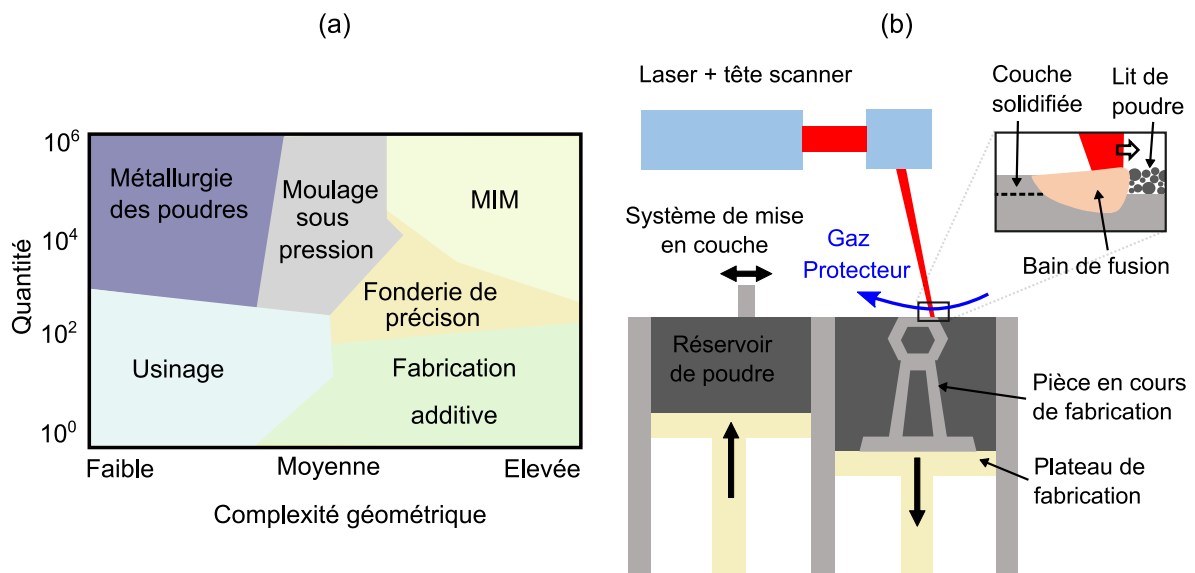


Figure 1.12 – Procédé de fusion laser sur lit de poudre (LBM) : (a) positionnement des procédés FA par rapport aux autres procédés de mise en forme des matériaux métalliques, d'après Schmidt et al. (2017) ; (b) représentation schématique du procédé et de ses briques principales (adapté, d'après un schéma du Fraunhofer ILT).

Le principe du procédé LBM est de construire un objet couche par couche par balayage d'un faisceau laser sur un lit de poudre de faible épaisseur ($\sim 50 \mu\text{m}$). Après la solidification d'une couche, le plateau de construction descend d'un incrément et une nouvelle couche de poudre est déposée. Ce processus est réitéré jusqu'à l'obtention de la pièce finale. Cette dernière est ensuite traitée thermiquement et détachée du plateau de fabrication.

La figure 1.12(b) rappelle les différentes briques importantes du procédé : laser et système optique, réservoir de poudre, piston et plateau de fabrication, système de mise en couche, gaz protecteur et d'évacuation des fumées.

1.2.2 Paramètres d'entrée et propriétés de sortie

Dans ces travaux, nous utiliserons une machine Concept Laser M2 acquise en 2017 par le Centre des Matériaux de Mines ParisTech. Elle dispose de deux sources laser Nd-YAG ($\lambda = 1070nm$) de puissance $P_L = 400 W$ et de deux têtes de scanner indépendantes permettant un balayage des faisceaux jusqu'à une vitesse $v_L = 7000 mm \cdot s^{-1}$. Un système de lentilles permet de faire varier le diamètre ϕ_L des faisceaux entre 50 et 500 μm . Les caractéristiques de la machine sont détaillées en annexe A.1.

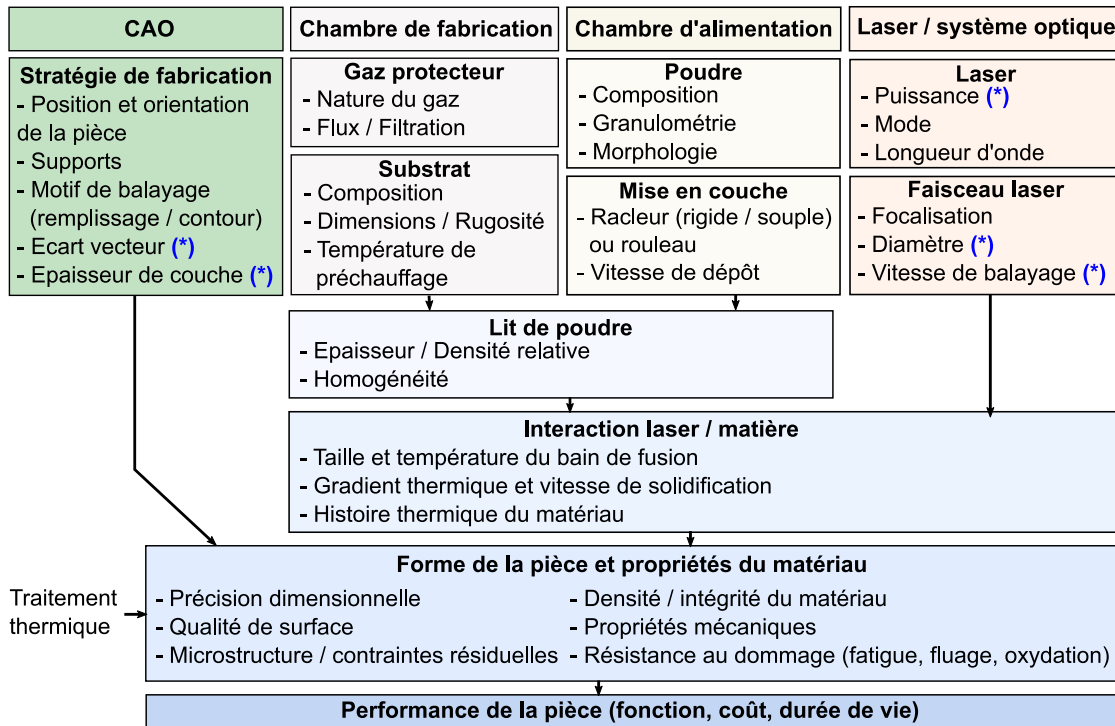


Figure 1.13 – Paramètres d'entrée et propriétés de sortie du procédé LBM, adapté d'après Vilaro et al. (2011). Les paramètres dits *d'ordre 1* sont indiqués par une étoile (*).

Les propriétés de la pièce brute de fabrication, puis de celle après traitement thermique, dépendent du matériau et des paramètres indiqués en figure 1.13. Lors du développement d'un couple matériau / procédé en vue d'obtenir une pièce de structure performante, les principales propriétés recherchées sont les suivantes :

- **Précision dimensionnelle et état de surface** : capacité du procédé à produire une pièce proche du plan (*near net shape*). Les écarts au plan numérique peuvent être compensés s'ils sont répétables. Un bon état de surface permet de limiter les étapes de finition.
- **Intégrité de la matière** : l'obtention d'une matière dense et exempte d'inhomogénéités (pores, fissures) est importante pour la résistance à la fatigue.
- **Contrôle de la microstructure** : elle conditionne les propriétés mécaniques. Les phases fragiles doivent être évitées et la taille de grains doit être mise en relation avec la limite élastique et la résistance au fluage recherchées.
- **Maîtrise des contraintes résiduelles** : celles-ci induisent une baisse de la ductilité et un abattement des propriétés en fatigue. Elles doivent être limitées.

Les pièces sont susceptibles de comporter différents défauts : porosité par manque de matière, manque de fusion ou gaz occlus, fissures microscopiques ou macroscopiques,

billes éjectées, oxydes. Pour un matériau donné, le développement du procédé consiste, d'une part, à identifier une fenêtre de paramètres de fabrication pour éviter ces défauts, d'autre part à contrôler, si possible, la microstructure et à limiter les contraintes résiduelles. Dans les sections suivantes, nous présentons les phénomènes reliant les paramètres de fabrication et les propriétés des pièces. Nous décrivons d'abord les propriétés du bain de fusion, à l'origine de la formation des microstructures, puis les propriétés des couches de fabrication et enfin celles des pièces tridimensionnelles.

1.2.3 Bain de fusion

Phénomènes physiques en jeu

L'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre donne naissance à un bain de métal fondu appelé *bain de fusion*. Lors d'un parcours rectiligne du faisceau laser, le déplacement du bain de fusion forme un volume de matière solidifiée appelé *cordon*, par analogie aux cordons de soudure. La figure 1.14 présente une radiographie-X d'un bain de fusion en alliage d'aluminium, prise grâce à un banc expérimental placé sous un rayonnement synchrotron de haute énergie (Guo et al., 2018). Elle montre un bon nombre des phénomènes en jeu lors de la formation d'un cordon. En régime permanent, le faisceau laser irradie principalement le bain de fusion. Une partie de l'énergie incidente du faisceau est réfléchie, tandis que l'autre est absorbée par le bain, contribuant à fondre la matière. Les particules de poudre tombent dans le bain de fusion et alimentent ainsi le cordon de matière.

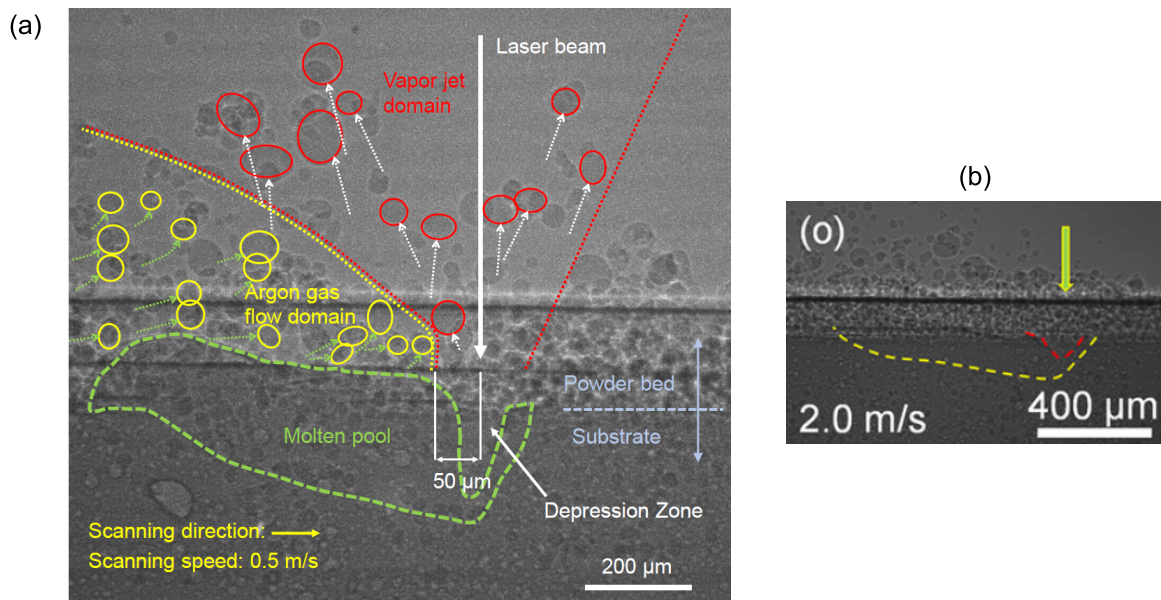


Figure 1.14 – Radiographies X de bains de fusion lors de la réalisation de cordons en alliage AlSi10Mg (Guo et al., 2018) : (a) avec un diamètre de faisceau laser $\phi_L = 100 \mu\text{m}$, une puissance $P_L = 415 \text{ W}$ et une vitesse de balayage $v_L = 500 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$; (b) $\phi_L = 100 \mu\text{m}$, $P_L = 520 \text{ W}$, $v_L = 2000 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

Un creusement du bain est visible sous le faisceau laser. En raison du chauffage élevé, une partie du métal est vaporisé. La pression de vapeur métallique est appelée pression de recul P_r , car elle engendre un creusement de l'interface liquide/gaz. La pression de recul dépend de la température, selon l'expression $P_r = P_0 \exp^{\lambda/k_B(1/T_{eb}-1/T)}$, où P_0 est

la pression atmosphérique, λ l'énergie de vaporisation par atome, k_B la constante de Boltzmann et T_{eb} la température d'ébullition. Sur la figure 1.14(a), le creusement est particulièrement important, en raison de paramètres de fabrication fortement énergétiques. Une pression de recul élevée peut provoquer des éjections de matière indésirables (éclaboussures ou *spatters* en anglais). Pour des paramètres plus adaptés à une fabrication sans défaut, le creusement peut être moins important, comme sur la figure 1.14(b). La vaporisation engendre également un jet de métal gazeux dirigé vers le haut, aussi appelé panache de vapeur (*vapor plume* en anglais). Bidare, Bitharas, Ward, Attallah, et Moore (2018) ont montré que le panache de vapeur ainsi que le flux d'argon engendrent des mouvements complexes des particules de poudre. Certaines particules sont éjectées ; d'autres sont attirées vers le bain de fusion et contribuent à son alimentation.

Le bain de fusion est soumis à des gradients de température élevés, qui provoquent par effet Marangoni une circulation importante de métal liquide. À l'arrière du bain, la matière est refroidie, principalement par conduction de chaleur vers le substrat. Les autres modes de transfert thermiques contribuent également au refroidissement, de manière minoritaire : radiation du bain et refroidissement par convection du gaz protecteur (Vilaro, 2011). La solidification du bain de fusion donne naissance à un cordon. La forme de la partie apparente du cordon est conditionnée par la quantité de matière consolidée ainsi que par la tension surface entre le métal liquide et le gaz.

Géométrie du bain de fusion

La figure 1.15 présente un schéma d'une coupe transversale d'un bain de fusion après solidification. Les notations seront utilisées dans la suite du manuscrit.

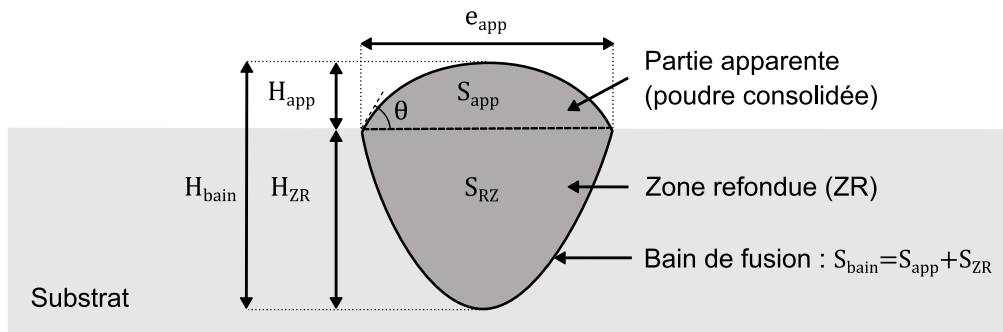


Figure 1.15 – Représentation schématique d'une section transversale du bain.

Le cordon est composé d'une partie apparente et d'une zone refondue. Nous notons respectivement e_{app} et H_{app} la largeur et la hauteur de la partie apparente du cordon. La section S_{app} représente le volume de matière consolidée à partir du lit de poudre, par unité de longueur du cordon. La zone refondue a une profondeur H_{ZR} . Lors d'une fabrication tridimensionnelle, le rapport $N_{CR} = H_{ZR}/H_{app}$ correspond au nombre de couches refondues. La forme de la partie apparente est liée à l'angle de contact θ , résultat de l'équilibre des tensions de surface des interfaces liquide/solide/gaz. Yadroitsev et Smurov (2010) rapportent que des bains plus *chauds* sont plus mouillants et conduisent donc à un angle θ plus faible.

La section totale de bain $S_{bain} = S_{app} + S_{ZR}$ correspond au volume de matière fondue par unité de longueur du cordon. Cette section est donc représentative de l'énergie absorbée par le bain, par unité de longueur du cordon.

Effet des paramètres du procédé

La géométrie des cordons dépend :

- des paramètres du faisceau laser (puissance P_L , vitesse de balayage v_L , diamètre du faisceau ϕ_L dans le cas d'un faisceau gaussien, longueur d'onde) ;
- des caractéristiques du lit de poudre (hauteur ΔZ_{poudre} , compacité, morpho-granulométrie).

Pour un faisceau laser gaussien de rayon $r_L = \phi_L/2$, la densité surfacique de puissance incidente $I(r)$ (en $W \cdot m^{-2}$) s'écrit :

$$I(r) = \frac{2P_L}{\pi r_L^2} \exp\left(-2\frac{r^2}{r_L^2}\right) \quad (1.9)$$

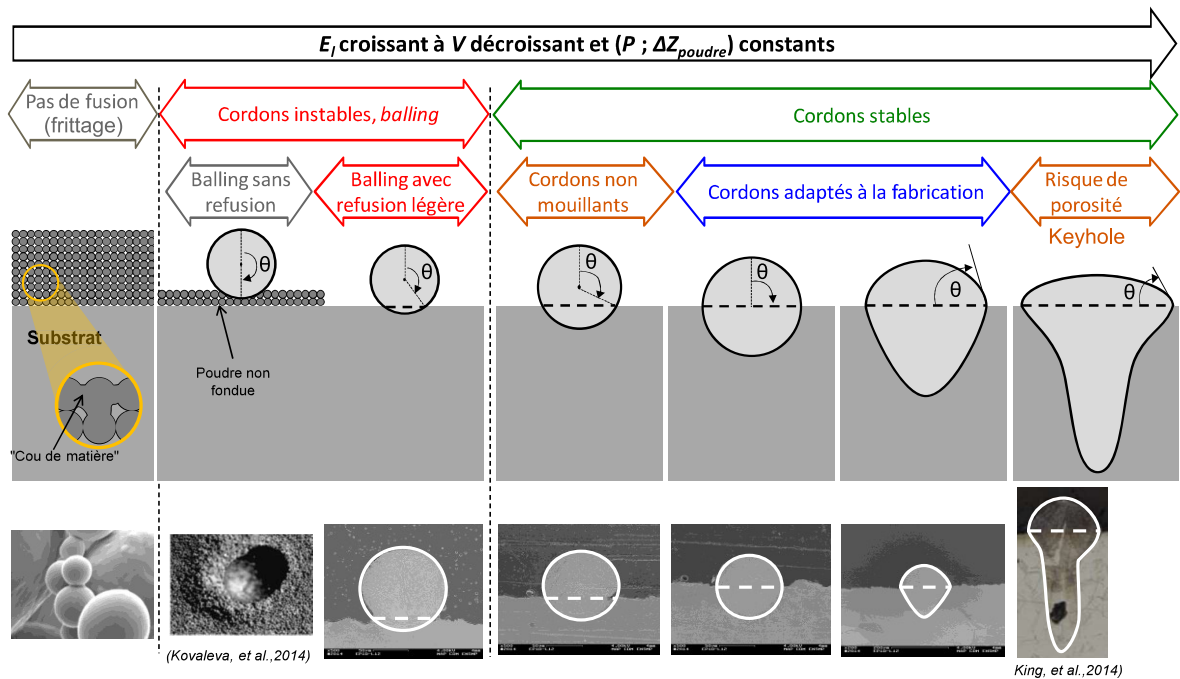


Figure 1.16 – Évolution de la morphologie de sections transversales de bains en fonction de l'énergie linéique, avec du C263 et une épaisseur de poudre de 80 μm (Vinson, 2015). L'énergie minimale d'obtention de cordons stables augmente avec l'épaisseur de poudre.

Énergie linéique incidente Lors de la fabrication de cordons avec un diamètre faisceau ϕ_L fixé, la forme des bains peut être en première approche décrite en fonction de l'énergie linéique E_l (en $J \cdot mm^{-1}$) :

$$E_l = \frac{P_L}{v_L} \quad (1.10)$$

L'énergie linéique représente la quantité d'énergie incidente sur le bain par unité de longueur du cordon. Nous verrons par la suite que cette quantité doit bien être distinguée de l'énergie absorbée. Vinson (2015) a observé l'évolution de la forme du bain en fonction de l'énergie linéique pour le superalliage C263 (figure 1.16). Globalement, la section S_{bain} augmente en fonction de l'énergie linéique. Pour de faibles énergies linéiques, l'adhésion de la poudre fondue au substrat est faible et le cordon est peu mouillant. Dans ce régime, la tension capillaire entre le métal liquide et l'environnement gazeux provoque l'apparition d'instabilités (*balling*). Les instabilités capillaires

sont d'autant plus importantes que la partie apparente du cordon est volumineuse (grande quantité de poudre agglomérée). Par conséquent, le régime de *balling* est plus large pour une épaisseur de lit de poudre élevée. Pour une énergie linéique intermédiaire, le cordon est mouillant et donc stable : ce régime est approprié pour la fabrication. Pour des énergies linéiques élevées, la vaporisation est importante et le bain adopte une forme de trou de serrure (*keyhole*). Il s'ensuit des effets indésirables : des porosités peuvent apparaître au fond du bain de fusion et les éjections de matières sont plus importantes. À haute vitesse de balayage, des instabilités peuvent également apparaître, par oscillation de la zone fondue ou *humping* en anglais (Gunenthiram, 2018).

Absorptivité Si la forme de bain est déterminée en première approche par l'énergie linéique E_l , elle peut cependant varier lors d'un changement de paramètres (P_L , v_L) à énergie linéique constante. En effet, l'énergie absorbée *in fine* peut s'écrire $A.P_L/v_L$, où A est l'absorptivité du bain de fusion. L'absorptivité A peut varier significativement en fonction des paramètres.

L'absorptivité dépend notamment du creusement du bain sous le faisceau laser, visible en figure 1.14. Plus ce creusement est prononcé, plus les rayons du faisceau laser font l'objet de multiples réflexions dans le capillaire, avec pour conséquence une augmentation de l'absorptivité. Trapp, Rubenchik, Guss, et Matthews (2017) ont montré par des mesures *in situ* avec un acier 316L que l'absorptivité augmentait de 0,3 pour des bains peu creusés, jusqu'à 0,8 pour des bains dans le régime de vaporisation (*keyhole*). Schématiquement, le creusement du bain intervient quand la pression de recul surpasse la tension capillaire de la surface du bain, ce qui arrive quand la température maximale dépasse significativement la température de vaporisation (King et al., 2014). Selon ce raisonnement, l'absorptivité A est donc liée à la température maximale du bain.

Profondeur de la zone refondue H_{ZR} La convection et la pression de recul ont un rôle de premier ordre sur la profondeur de la zone refondue. King et al. (2014) reprennent un modèle utilisé initialement en soudage par Hann, Iammi, et Folkes (2011) pour décrire l'évolution de la hauteur de zone fondue H_{ZR} et la transition vers le régime de *keyhole*. Selon Bäuerle (2011), pour un faisceau gaussien de diamètre ϕ_L chauffant une surface métallique plane par une vitesse de balayage v_L , la température T_{max} au centre du faisceau vaut :

$$T_{max} = \frac{\sqrt{2}AP_L\phi_L}{\lambda\sqrt{\pi}} \tan^{-1} \frac{\sqrt{2\alpha}}{v_L\phi_L} \quad (1.11)$$

où λ est la conductivité et α la diffusivité thermique. King et al. (2014) relie la température maximale à la quantité d'énergie absorbée :

$$\frac{T_{max}}{T_{sol}} = \frac{1}{\pi} \frac{e_{abs}}{h_s}, \text{ avec } e_{abs} = \frac{AP_L}{\pi\rho\sqrt{\alpha v_L}(\phi_L/2)^3} \quad (1.12)$$

où T_{sol} est la température de fusion (assimilée au solidus) et h_s est l'enthalpie du matériau à la température de fusion. La quantité e_{abs} correspond à l'énergie absorbée divisée par la masse du volume de diffusion caractéristique¹. Les auteurs montrent que la profondeur du bain de fusion pour différents matériaux et paramètres de fabrication

1. Les auteurs utilisent la notation ΔH au lieu de e_{abs} et notent le rapport $\Delta H/h_s$ enthalpie normalisée. Néanmoins, la notation e_{abs} nous semble mieux refléter le sens physique de cette grandeur.

est une fonction de $e_{abs}/h_s : H_{ZR} = f(e_{abs}/h_s)$. Cette grandeur est aussi utilisée avec succès pour décrire la transition vers le régime de *keyhole*. Elle montre que la profondeur de la zone refondue est fortement influencée par la température maximale, en raison de la pression de recul.

Largeur de bain e_{app} La largeur de bain est fortement dépendante de la densité de puissance du faisceau laser (équation 1.9). En modélisation du soudage, Clyne et Davies (1981) ont adapté le modèle de Rosenthal (1946) à une source gaussienne. Ce modèle considère un transfert thermique exclusivement par conduction et néglige la fusion de la matière. Dans le cas d'un faisceau gaussien, Moniz et al. (2019) ont développé une modélisation volumétrique de la source de chaleur dans la matière, avec une loi de type Beer-Lambert. L'apport de chaleur volumique \dot{q}_L (en $W \cdot m^{-3}$) prend la forme :

$$\dot{q}_L = \frac{2AP_L}{\pi r_L^2} \exp\left(-2\frac{r^2}{r_L^2}\right) a_{abs} \exp\left(-\int_0^z a_{abs} dl\right) \quad (1.13)$$

où a_{abs} est le coefficient d'absorption local (en m^{-1}) et z la distance à la surface. Une telle source peut alimenter d'une part des solutions analytiques simplifiées, d'autre part des calculs multiphysiques haute-fidélité. Dans une approche simplifiée, il est considéré que la frontière du bain de fusion $r = e_{app}/2$ est la position où l'énergie absorbée lors du passage du faisceau atteint l'enthalpie de fusion h_s . Cette condition donne une évolution de la largeur en fonction des paramètres :

$$e_{app}^2 = 2r_{int}^2 \ln\left(\frac{E_l}{E_{l,min}}\right), \text{ avec } E_{l,min} = \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{h_s r_{int}}{a_{abs} A} \quad (1.14)$$

où $r_{int} > r_L$ est le rayon caractéristique d'absorption de l'énergie. Les modèles analytiques sont utiles pour apprécier les phénomènes mis en jeu et dresser des tendances avec un temps de calcul rapide. Pour une prédiction quantitative de la forme du bain de fusion, les calculs multiphysiques (Chen et al., 2017; Moniz et al., 2019; Khairallah et al., 2016) permettent de prendre en compte l'ensemble des phénomènes en jeu, au prix d'un temps de calcul plus élevé. Dans le chapitre 2, nous utiliserons un modèle développé par Queva, Guillemot, Moriconi, Metton, et Bellet (2020).

1.2.4 Du cordon à la pièce de structure

Lors de la construction d'une pièce, une couche de fabrication est consolidée par la réalisation d'un ensemble de cordons adjacents, également appelé *drap* de cordons. Les couches de fabrication sont superposées pour fabriquer une structure tridimensionnelle. Nous détaillons certains des phénomènes en jeu lors de ces étapes.

Couche de fabrication ou *drap*

Écart vecteur Une couche de fabrication (ou *drap*) est formée de cordons juxtaposés latéralement, équidistants avec un écartement entre le centre de chaque cordon appelé *écart vecteur*. L'écart vecteur e_V est la distance entre deux trajectoires rectilignes du faisceau laser. Pour former une couche dense, l'écart vecteur e_V doit être choisi en fonction de la largeur e_{app} des cordons. Autrement dit, deux cordons adjacents doivent avoir un recouvrement suffisant pour permettre une continuité de la matière. Le taux de recouvrement τ_R s'exprime :

$$\tau_R = 1 - \frac{e_V}{e_{app}(P_L, v_L)} \quad (1.15)$$

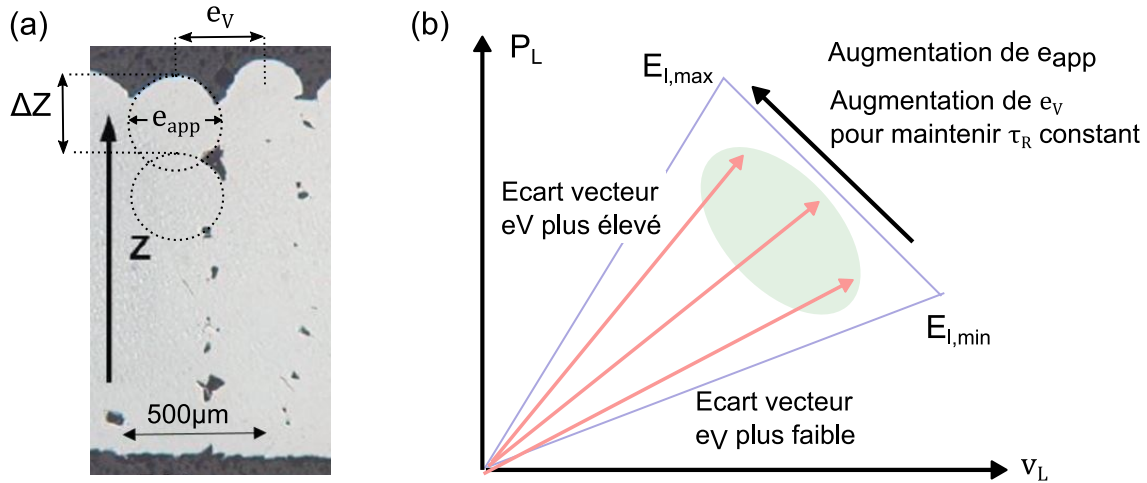


Figure 1.17 – Influence de l'écart vecteur e_V sur la densité de la construction : (a) pores par manque de fusion dus à un recouvrement insuffisant des cordons (Vinson, 2015); (b) adaptation de l'écart vecteur e_V en fonction de l'énergie linéique $E_l = P_L/v_L$, d'après Saunders (2017).

Kruth et al. (2010) observent une hausse de la porosité de constructions tridimensionnelles en augmentant la vitesse de balayage à puissance constante. Cette porosité est liée à la diminution de la largeur de bain e_{app} avec l'augmentation de v_L , entraînant une baisse du recouvrement τ_R . La figure 1.17(a) montre des pores dans une construction tridimensionnelle réalisée par Vinson (2015), apparus en conséquence d'un recouvrement insuffisant entre les cordons. On parle de pores par *manque de fusion*. Pour supprimer une porosité par manque de fusion, le taux de recouvrement peut être accru, soit en élargissant les cordons, par une augmentation de P_L ou diminution de v_L , soit en diminuant l'écart vecteur, comme illustré en figure 1.17(b). Une possibilité est d'accroître la densité d'énergie par unité de volume de matière consolidée E_{vol}^2 , définie comme :

2. D'autres énergies volumiques peuvent être définies, comme par exemple $E_{vol1} = P_L/(v_L \cdot e_V \cdot \Delta Z_{poudre})$ ou $E_{vol2} = P_L/(v_L \cdot \phi_L \cdot \Delta Z_{piston})$ ou $VED = P_L/\pi v_L r_L^2$.

$$E_{vol} = \frac{P_L}{v_L e_V \Delta Z} \quad (1.16)$$

Cette approche pratique est simple d'utilisation mais ne prend pas en compte l'évolution réelle de e_{app} en fonction de P_L et v_L . Une autre approche consiste à mesurer les tailles de bords $e_{app}(P_L, v_L)$ et à adapter l'écart vecteur pour garantir un recouvrement suffisant.

Zone dénudée de poudre Lors de la formation du premier cordon d'un drap, il apparaît au sein du lit de poudre une zone dénudée de part et d'autre du cordon. L'apparition de la zone dénudée est illustrée en figure 1.18(a) : elle provient des mouvements de particules de poudre, attirées vers le bain de fusion ou éjectées sous l'effet du panache de vapeur métallique et du flux de gaz protecteur (Mayi et al., 2020; Bidare et al., 2018). En raison de la zone dénudée, la quantité de poudre mise en jeu lors de la consolidation des cordons suivants est plus faible que pour le premier cordon (figure 1.18(b)). Yadroitsev et Smurov (2010) observent ainsi une diminution de la hauteur H_{app} des cordons suivants, par rapport au premier cordon.

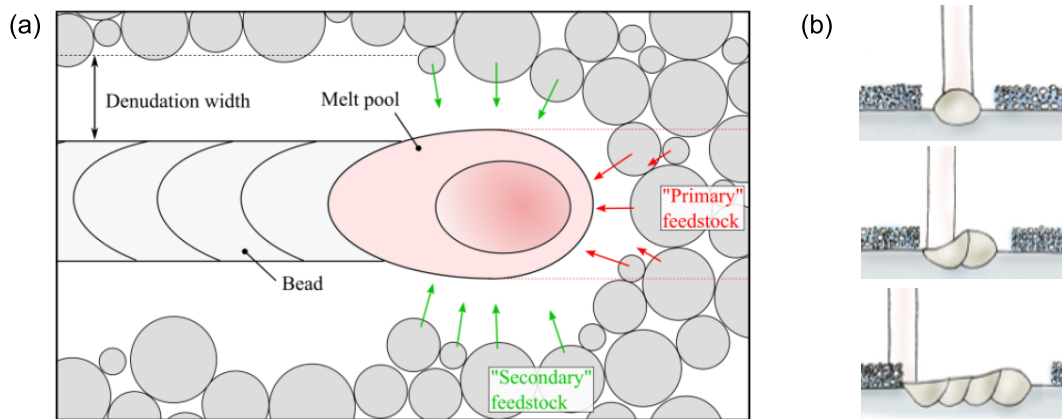


Figure 1.18 – Influence de la zone du substrat dénudée de poudre de part et d'autre du cordon : (a) formation de la zone dénudée (Mayi et al., 2020), (b) diminution de la quantité de poudre irradiée pour les cordons suivants (Yadroitsev et Smurov, 2010).

Modification du refroidissement du bain de fusion Lors de la formation d'un drap, la contiguïté des bords de fusion modifie les conditions de leur refroidissement. Vinson (2015) remarque que la forme du bain liquide, obtenue par thermographie infrarouge, est modifiée pour le septième cordon d'un drap en C263 par rapport au premier cordon (figure 1.19 (a)). Le refroidissement du bain du cordon n est accéléré, en raison du pompage thermique du cordon $n - 1$, dont la conductivité est supérieure à celle de la poudre. Si le cordon $n - 1$ n'a pas encore complètement refroidi, le bain du cordon n peut également être élargi. La figure 1.19 (b) montre un tel élargissement, constaté en simulation numérique par Lee (2015).

Effets tridimensionnels

Lors de la fabrication d'une pièce tridimensionnelle, des couches de fabrication sont superposées les unes au-dessus des autres. Cette superposition implique des phénomènes supplémentaires, qui influent sur la construction.

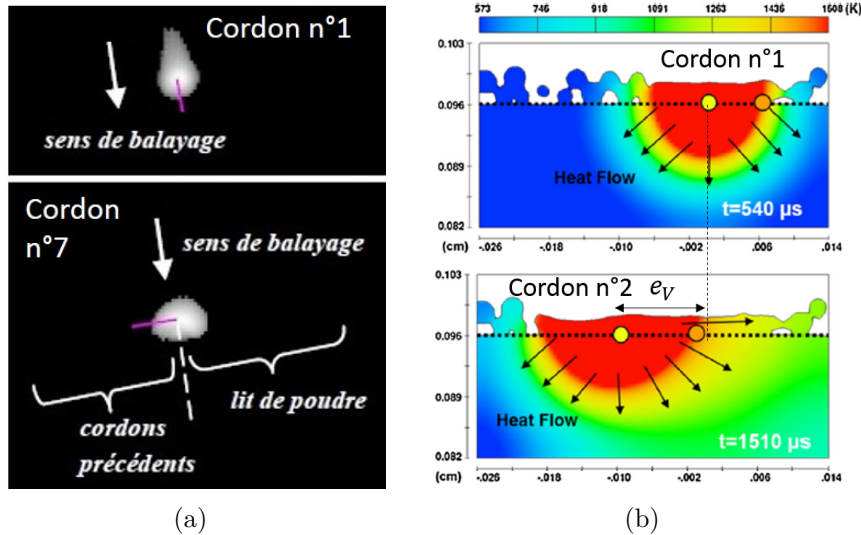


Figure 1.19 – Influence de la contiguïté des cordons sur le refroidissement du bain : (a) visualisation coaxiale du bain de fusion par caméra infrarouge SWIR (Short Wave InfraRed) pour le 1^{er} et le 7^e cordon d'un drap montrant une modification de la forme du bain (Vinson, 2015) ; (b) simulation du champ thermique lors de la réalisation de deux cordons adjacents montrant un élargissement du bain (Lee, 2015).

Épaisseur de la couche de matière consolidée : régime transitoire Au début de la construction d'une pièce tridimensionnelle, l'épaisseur H_{app} de la couche consolidée suit un régime transitoire initial : celle-ci est variable en fonction du numéro de couche n et ne se stabilise qu'après une vingtaine de couches (Vinson, 2015). Lors de la consolidation de la première couche ($n = 1$), l'épaisseur de poudre ΔZ_{poudre} est égale à l'incrément de déplacement du piston ΔZ_{piston} (tableau 1.3), tandis que l'épaisseur de la couche consolidée H_{app} est inférieure d'un facteur proche de 2, en raison de la porosité p du lit de poudre. A l'état stabilisé ($n > 20$), l'épaisseur de couche H_{app} est égale au déplacement du piston ΔZ_{piston} , tandis que l'épaisseur du lit de poudre est supérieure d'un facteur proche de 2. Ce régime transitoire influe peu sur les propriétés des pièces fabriquées, car il a normalement lieu au niveau des supports des pièces, découpés à la suite de la fabrication. Ce régime transitoire doit en revanche être pris en compte si l'on compare la géométrie des bains de fusion de monocordons ($n = 1$) à celle des bains de fusion au sein de pièces tridimensionnelles ($n > 20$).

Orientation de la pièce et motif de balayage du faisceau laser Le choix de l'orientation de la pièce sur le plateau de fabrication est un compromis entre le temps de fabrication, l'encombrement du plateau et la minimisation des surfaces en dévers qui nécessitent un supportage et pour lesquelles les états de surface sont généralement moins bons. L'orientation influe également sur l'état de contraintes résiduelles. Le motif de balayage du faisceau laser influence fortement les propriétés de la pièce. La figure 1.20 présente quelques motifs de balayage. La rotation de la direction de balayage permet de réduire la porosité de type manque de fusion et d'obtenir une isotropie transverse du matériau. Le remplissage des pièces s'effectue souvent avec un balayage par bandes, pour répartir la chaleur de manière plus homogène sur la pièce. Des paramètres de balayage spécifiques sont utilisés en périphérie de la pièce, pour améliorer l'état de surface. Enfin, le motif de balayage a un rôle important sur l'histoire thermique, dont découlent la structure de grains ainsi que les contraintes résiduelles.

| | $n = 1$ | Régime stabilisé ($n > 20$) |
|---|--------------|-------------------------------|
| Épaisseur de poudre ΔZ_{poudre} | ΔZ | $\Delta Z \times C$ |
| Épaisseur de matière consolidée H_{app} | $\Delta Z/C$ | ΔZ |

Tableau 1.3 – Régime transitoire initial de l'épaisseur de couche consolidée : épaisseur de poudre et de matière consolidée lors de la première couche ($n = 1$) et en régime stabilisé ($n > 20$), avec $C = (1 - p)^{-1} \sim 2$ (Vinson, 2015). ΔZ est l'incrément d'abaissement du piston à chaque couche de fabrication.

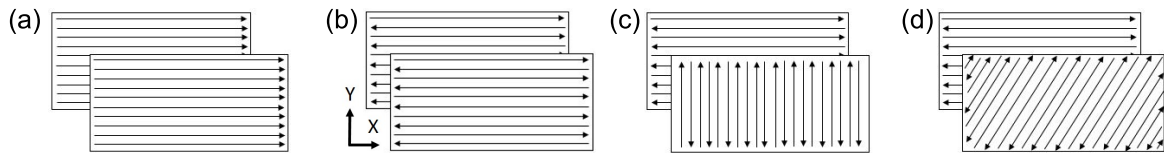


Figure 1.20 – Exemples de motifs de balayage (a) balayage unidirectionnel, (b) balayage bidirectionnel, (c) balayage bidirectionnel avec une rotation de 90° de la direction de balayage entre deux couches successives, (d) rotation de 67° .

Histoire thermique Contrairement aux procédés de mise en forme traditionnels, les procédés de fabrication additive par couches imposent à la matière une histoire thermique particulière, avec un grand nombre de cycles de chauffage et refroidissement. Ces cycles conduisent à plusieurs fusions et solidifications successives de la matière et à de nombreux recuits. Dans le cas du procédé LMDp (*Laser Metal Deposition with powder*), Maisonneuve, Colin, Bienvenu, et Aubry (2006) ont mesuré par pyrométrie l'évolution de la température en un point d'un mur en Ta6V, au cours de sa fabrication (figure 1.21(a)). Dans le cas du procédé LBM, les mesures sont plus difficiles à cause des vitesses de chauffage et de refroidissement très élevées ($\dot{T} \sim 10^6 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$). Il est possible d'observer le champ thermique global de la pièce par thermographie infrarouge, ou de placer des thermocouples dans le plateau de fabrication pour valider une simulation de l'histoire thermique d'une pièce (Marion, 2016; Metton et al., 2016).

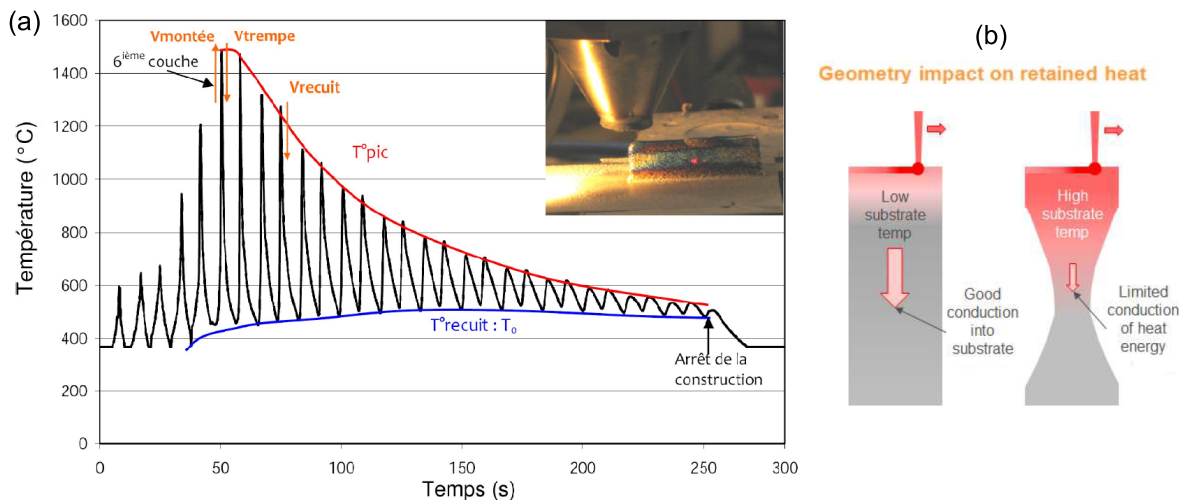


Figure 1.21 – Histoire thermique : (a) mesure pyrométrique de l'histoire thermique en un point d'un mur Ta6V au cours de sa fabrication par LMDp (Maisonneuve et al., 2006) ; (b) influence de la géométrie de la pièce sur la température du substrat (Saunders, 2017).

Dans le procédé LBM, l'histoire thermique en un point est déterminée par les paramètres primaires de fabrication, le motif de balayage, le flux de gaz protecteur et par l'intensité du flux de chaleur de la pièce vers le plateau de fabrication (pompage thermique). À un instant donné, la température locale du substrat sur lequel la poudre est fondue dépend de la chaleur apportée par la fusion des couches précédentes et de son évacuation vers le plateau de fabrication. En fonction de la hauteur de la pièce et de sa géométrie (présence de zones fines), un échauffement du substrat peut survenir (figure 1.21(b)). Aussi, les paramètres de fabrication optimaux ne sont pas les mêmes que sur un substrat froid. Aujourd'hui, les paramètres de fabrication restent cependant constants au sein d'une même pièce : ils ne sont pas adaptés à la température locale.

1.2.5 Structure de grains

Lors de la solidification, la croissance des dendrites et des grains s'effectue dans la direction du gradient thermique G (cf. figure 1.6). La direction du gradient thermique est par définition perpendiculaire aux surfaces isothermes, et donc localement perpendiculaire à la frontière du bain de fusion. La forme du bain de fusion et la stratégie de balayage ont par conséquent une forte influence sur la structure de grains. La figure 1.22(a) (Shifeng et al., 2014) montre qu'en moyenne, le gradient thermique à la solidification est vertical, mais que les variations locales de direction dépendent de la forme du bain de fusion et de la position relative des différents cordons entre eux.

Dans certains cas, la taille des grains peut dépasser la taille du bain de fusion. Cloots, Uggowitzer, et Wegener (2016b) ont constaté que, dans le cas de l'Inconel 738, un même grain peut s'étendre à travers plusieurs bains de fusion grâce à une croissance épitaxiale (régime colonnaire), comme présenté en figure 1.22(b). À la frontière d'un bain de fusion, les dendrites poursuivent leur croissance, dans une direction identique ou une direction perpendiculaire, en fonction de la direction locale du gradient. Quelle que soit la direction de croissance des dendrites, identique ou perpendiculaire, l'orientation cristalline du grain est dans les deux cas conservée.

Dans d'autres cas, l'héritage de la structure de grains d'une couche à l'autre est plus faible. La figure 1.22(c) présente la structure de grains d'un alliage d'aluminium mis en forme par LBM. Au fond de chaque bain de fusion, de nouveaux grains germent et suivent ensuite une croissance colonnaire orientée dans la direction du gradient thermique local. Par conséquent, la taille des grains est donc inférieure à la taille des bains de fusion.

Dans tous les cas, l'orientation moyenne du gradient thermique est alignée avec la direction de fabrication. Les structures ont donc une orientation privilégiée selon cette même direction, conduisant à une anisotropie des propriétés du matériau.

Dans cette thèse, nous nous intéressons à la mise en forme de matériaux sensibles à la fissuration au cours du procédé LBM. Il est judicieux de s'inspirer des travaux sur les contraintes résiduelles et la fissuration au cours du procédé de soudage, qui présente de nombreuses similitudes avec le procédé LBM.

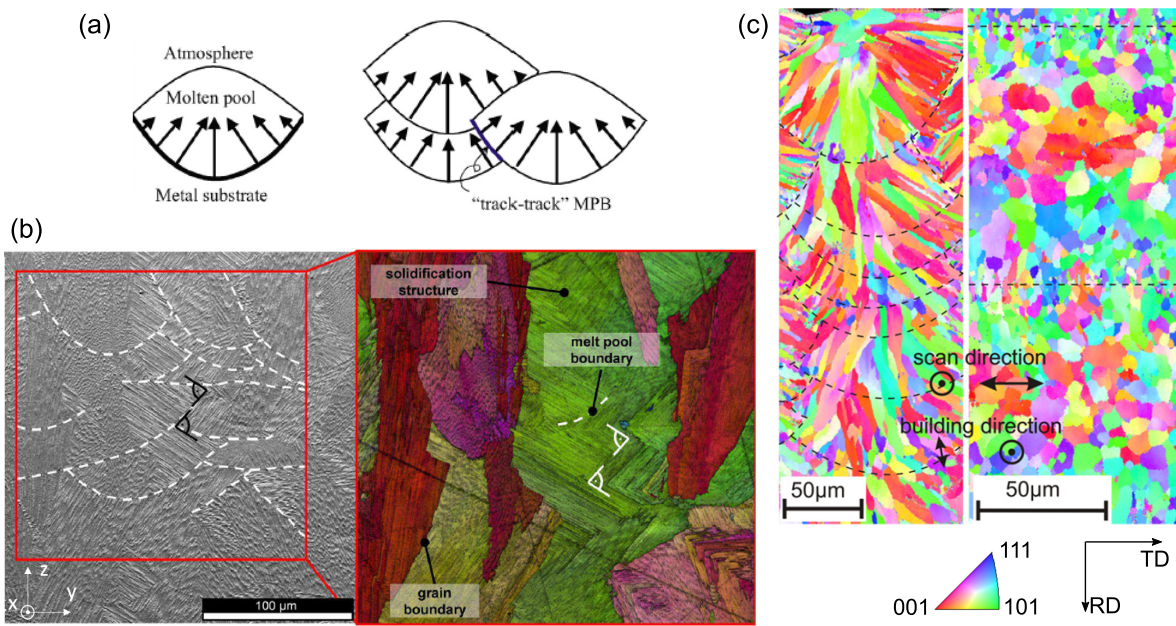


Figure 1.22 – Lien entre le balayage du laser et la structure de grains : (a) direction du gradient thermique sur une coupe transversale de bain de fusion et lors de la juxtaposition de bains adjacents (Shifeng et al., 2014); (b) image MEB d’une section transversale d’un cube en Inconel 738 attaqué chimiquement, montrant les frontières entre bains de fusion (Cloots et al., 2016b). Les angles droits marqués en noir indiquent une croissance dendritique dans le bain supérieur perpendiculaire à celle dans le bain inférieur. La même section est observée par EBSD pour révéler la structure de grains. On peut voir que les grains s’étendent sur plusieurs hauteurs de bains; (c) cartographie EBSD d’une éprouvette en alliage d’aluminium fabriquée par LBM, où la taille des grains est, au contraire, inférieure à la taille du bain (Thijs, Kempen, Kruth, et Van Humbeeck, 2013).

1.3 Fissuration au cours du procédé de fabrication

Lors du soudage d'une pièce, une source de chaleur fond la matière sur son passage et génère en même temps des gradients thermiques élevés. Ces gradients thermiques peuvent induire des contraintes mécaniques importantes, voire une fissuration du matériau. Cette problématique est l'objet d'une recherche active depuis plusieurs décennies. Nous avons relevé dans l'abondante littérature des éléments utiles pour le sujet étudié.

1.3.1 Contraintes résiduelles et typologies de fissures en soudage

Lors de la solidification et du refroidissement d'un cordon de soudure rectiligne, la matière subit un retrait dans les directions transversale, longitudinale et dans l'épaisseur (figure 1.23). Ces retraits occasionnent des contraintes mécaniques qui peuvent être la source d'une fissuration. Une fissuration transversale est liée au retrait longitudinal et une fissuration longitudinale est liée au retrait transversal.

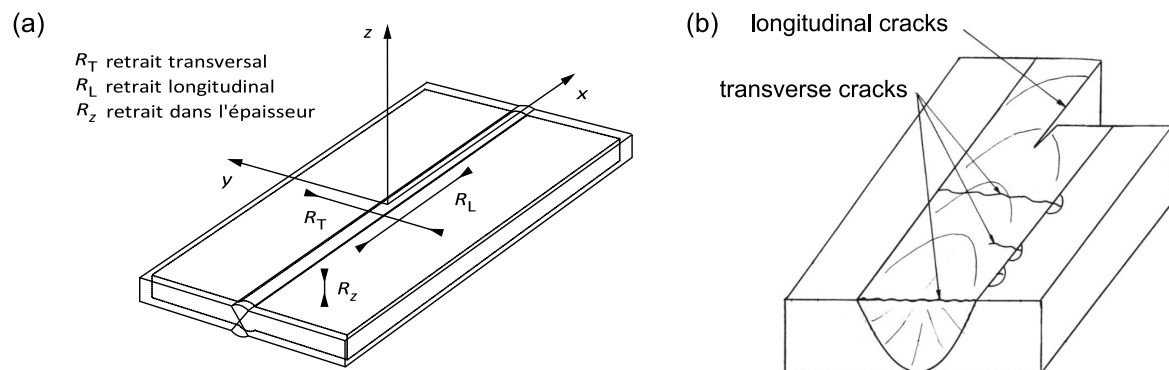


Figure 1.23 – Directions de retrait et directions de fissures (Michel, 2007; Böllinghaus, Herold, Cross, et Lippold, 2008).

Gradients thermiques et contraintes mécaniques

Nous analysons la formation des contraintes mécaniques transversales. Lors du passage d'un faisceau laser conduisant à une fusion de la matière, les contraintes mécaniques locales dépendent du gradient thermique ainsi que des conditions de bridage du substrat. Dans le cas d'un substrat non bridé, le chauffage engendre une dilatation locale de la partie supérieure du substrat, occasionnant une courbure concave du substrat (figure 1.24). Du fait de cette courbure, la face supérieure du substrat est soumise à une contrainte de traction (Merzelis et Kruth, 2006). En fin de chauffage, la contrainte s'annihile dans la zone fondue par le faisceau. Au refroidissement, l'effet inverse se produit. La zone refondue et la zone affectée thermiquement se contractent en refroidissant et provoquent une flexion convexe du substrat. Après refroidissement, la zone fondue est soumise à une contrainte de traction σ_{tens} . La zone affectée thermiquement — autour de la zone fondue — est au contraire soumise à une contrainte de compression σ_{comp} . La figure 1.24 (b) montre le profil de contrainte pour un matériau élasto-plastique.

Dans le cas d'un substrat bridé, l'étendue de la zone en traction et de celle en compression dépend des conditions de bridage de la pièce. Ces contraintes peuvent être source d'une fissuration.

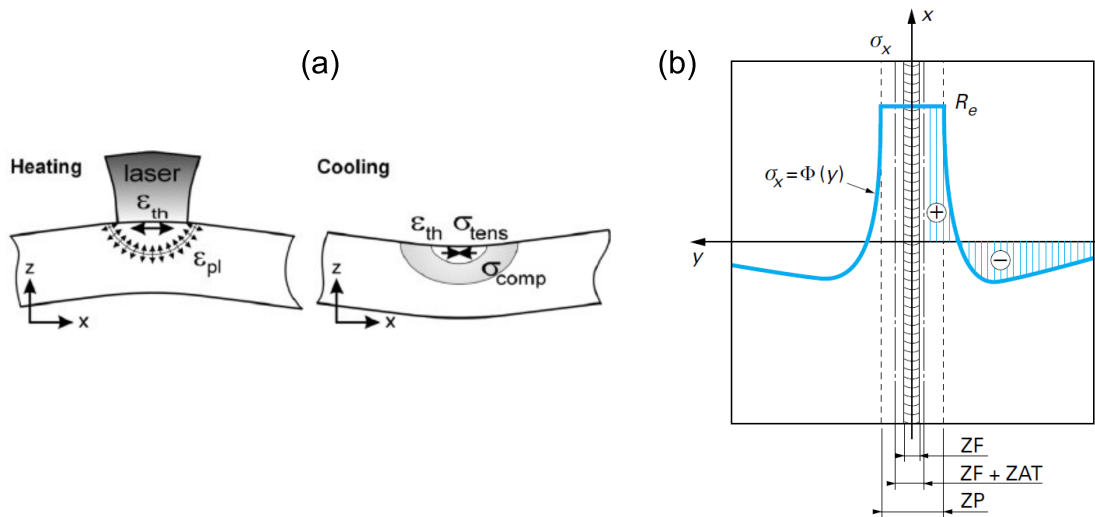


Figure 1.24 – Illustration du mécanisme à l'origine des contraintes : déformations et contraintes au chauffage et au refroidissement (Mercelis et Kruth, 2006), avec ϵ_{th} la déformation thermique, ϵ_{pl} la déformation plastique ; (b) profil de contrainte longitudinale dans le cas d'un matériau élasto-plastique, avec ZF la zone refondue, ZAT la zone affectée thermiquement et R_e la limite élastique (Michel, 2007).

Crique à la solidification

La fissuration à la solidification est une rupture du film liquide résiduel présent dans l'espace interdendritique à la fin de la solidification. Cette rupture peut intervenir lors d'une mauvaise alimentation en liquide d'une région pâteuse soumise par ailleurs à des contraintes mécaniques de traction (Dantzig et Rappaz, 2009). Elle se reconnaît par un faciès de rupture laissant apparaître la structure dendritique en contact avec le film liquide avant la rupture, comme présenté en figure 1.25(a). Elle ne peut intervenir que lors de la deuxième des trois étapes décrites ci-dessous et illustrées en figure 1.25(b) :

1. $T > T_{b,intra}$: au début de la solidification, les dendrites croissent sans être en contact les unes avec les autres. Leur croissance implique un retrait de matière lié à l'écart de densité entre le liquide et le solide. Pour compenser ce retrait, un écoulement de liquide (flèches noires) alimente la zone pâteuse. Au fur et à mesure que le liquide s'enfonce dans la zone pâteuse, la pression p_l du liquide diminue à cause des pertes de charge, qui dépendent de la perméabilité du réseau dendritique. À ce stade, le réseau solide n'est pas cohérent si bien que les contraintes mécaniques sont nulles.
2. $T_{b,intra} > T > T_{b,inter}$: le réseau dendritique devient ensuite cohérent et permet ainsi de transmettre des efforts mécaniques. Cependant, les grains ne sont pas encore solidaires entre eux. Aussi, un effort de traction dans cet intervalle de température aura pour effet de séparer deux grains. En fonction de la pression p_l du liquide disponible, cette séparation pourra ou non être comblée par du liquide. Un écartement granulaire non comblé provoque alors une rupture du film liquide et par conséquent l'apparition d'une fissure.
3. $T_{b,inter} < T$: à la toute fin de la solidification, le film liquide intergranulaire est solidifié, apportant une cohésion entre les grains.

L'alliage est donc sensible à la fissuration à la solidification dans un intervalle de température bien spécifique, appelé *intervalle de température fragile* (BTR pour *Brittle*

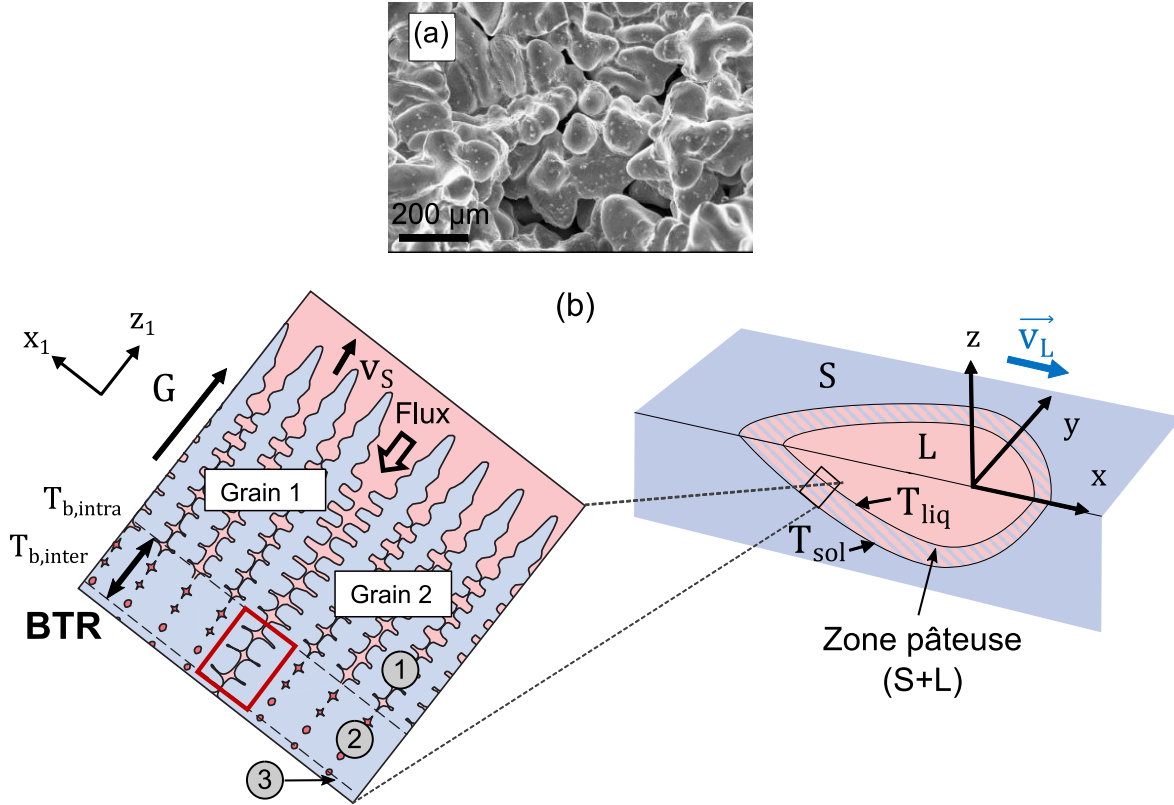


Figure 1.25 – Fissuration à la solidification : (a) faciès de rupture typique (Bouffier, 2013) et (b) schéma explicatif, d’après Dantzig et Rappaz (2009). $T_{b,intra}$ est la température de cohérence intragranulaire, en dessous de laquelle les dendrites d’un même grain sont cohérents. $T_{b,inter}$ est la température de cohérence intergranulaire, en dessous de laquelle les grains sont cohérents. L’étape 2 est l’étape de sensibilité à la fissuration à la solidification.

Temperature Range). L’intervalle de température fragile correspond typiquement aux derniers 10% de la solidification (Dantzig et Rappaz, 2009).

Rappaz, Drezet, et Gremaud (1999) ont développé un critère de fissuration à la solidification en intégrant les pertes de charges liées d’une part au retrait de solidification, d’autre part à la déformation du réseau dendritique, sous l’effet des contraintes. Ces pertes de charge s’écrivent alors³ :

$$\Delta p_l = \Delta p_l^{\epsilon_s} + \Delta p_l^{\beta_{th}} = (1 + \beta_{th}) \int_0^L \frac{\dot{E}(z_1)}{K(z_1)} dz_1 + v_s \beta_{th} \mu_l \int_0^L \frac{f_l^v(z_1)}{K(z_1)} dz_1 \quad (1.17)$$

où β_{th} est le coefficient de retrait du matériau à la solidification, L la profondeur de la zone pâteuse, K la perméabilité de la fonde pâteuse (en m^2), μ_l la viscosité du liquide (en $Pa \cdot s$), f_l^v la fraction volumique de phase liquide. Le taux de déformation solide moyen $\dot{E}(z_1)$ est défini comme $\dot{E}(z_1) = \int_0^{z_1} f_s^v \dot{\epsilon}_{s,yy} dz_1$ et $\dot{\epsilon}_{s,yy}$, avec le taux de déformation de la phase solide dans la direction y_1 (en s^{-1}) et $f_s^v = 1 - f_l^v$ la fraction volumique de phase solide. Les pertes de charges ont alors deux contributions : la déformation du réseau solide (terme $\Delta p_l^{\epsilon_s}$) et le flux de métal liquide dans l’espace interdendritique (terme Δp_l^{β}). Selon le modèle, une fissure apparaît si la pression du liquide passe en dessous de la pression de cavitation. En raison de l’addition des deux

3. Le lecteur intéressé pourra trouver le développement complet en annexe A.7

contributions $\Delta p_i^{\epsilon_s}$ et $\Delta p_i^{\beta_{th}}$, une mauvaise perméabilité de la zone pâteuse — terme Δp_i^{β} — aura pour conséquence une faible ductilité de l’alliage dans la zone pâteuse — terme $\Delta p_i^{\epsilon_s}$. Il en résulte que les alliages sensibles au défaut de microporosité sont aussi souvent sensibles à la fissuration à la solidification. C’est le cas pour les alliages avec un grand intervalle de solidification ΔT_0 (Bouffier, 2013; Böllinghaus et al., 2008), pour lesquels la profondeur L de la zone pâteuse est élevée.

Cependant, le critère ne permet pas de calculer les contraintes mécaniques s’exerçant sur la zone pâteuse. Une autre approche consiste à modéliser l’histoire thermo-mécanique de la zone pâteuse et de son environnement (Bouffier, 2013). Nous citons notamment un critère de ductilité maximale du matériau dans la BRT, qui stipule que la fissuration a lieu quand la déformation cumulée dans cet intervalle de température ϵ^{BRT} dépasse une valeur critique :

$$\epsilon^{BRT} > \epsilon_{critique}^{BRT} \quad (1.18)$$

D’autres mécanismes en jeu dans la fissuration à la solidification sont résumés en annexe A.8. Il est notamment connu que la rupture apparaît de manière privilégiée au joints de grains de forte désorientation cristallographique, car leur température de cohérence $T_{b,inter}$ est plus basse que celle des joints de grains faiblement désorientés (Wang et al., 2004; Böllinghaus et al., 2008).

Liquation

La liquation désigne une fusion localisée et partielle de certaines phases d’un matériau lors d’un chauffage rapide. Ce phénomène se produit typiquement dans la zone affectée thermiquement (ZAT) autour d’une soudure. En raison de la ségrégation chimique au sein du matériau, le point de fusion peut être localement inférieur au solidus T_{sol} . Un chauffage rapide peut alors provoquer une fusion localisée, même en dessous de la température de solidus. Les phases à bas point de fusion comme les eutectiques ou les borures sont particulièrement sensibles à la liquation. Le chauffage rapide d’une matrice γ comprenant des précipités γ' peut également atteindre la température de transformation eutectique $T_{eut,\gamma/\gamma'}$ avant la dissolution des précipités γ' dans la matrice γ . Une fusion se produit alors selon la réaction $\gamma + \gamma' \rightarrow L$: on parle de liquation constitutionnelle (Tancret, 2007). La présence de liquide constitue une fragilité du matériau : il est alors plus sensible à la fissuration si les contraintes sont excessives.

La liquation est une cause fréquente de fissuration lors du soudage de superalliages base nickel de fonderie. La figure 1.26(a) montre la liquation constitutionnelle de précipités γ' d’un échantillon d’Inconel 738 n’ayant pas conduit à une fissure (Ojo, Richards, et Chaturvedi, 2004a). La figure 1.26(b) présente la liquation de phases eutectique, borure et carbure ayant conduit à la fissuration d’une zone affectée thermiquement sur ce même matériau (Sidhu et al., 2007).

Ductility-dip cracking

Le terme *ductility-dip cracking* (littéralement *fissuration par chute de ductilité*) désigne une fissuration à l’état solide, intervenant au sein de la zone affectée thermiquement ou au sein de la zone fondue, juste après le soudage (Böllinghaus et al., 2008).

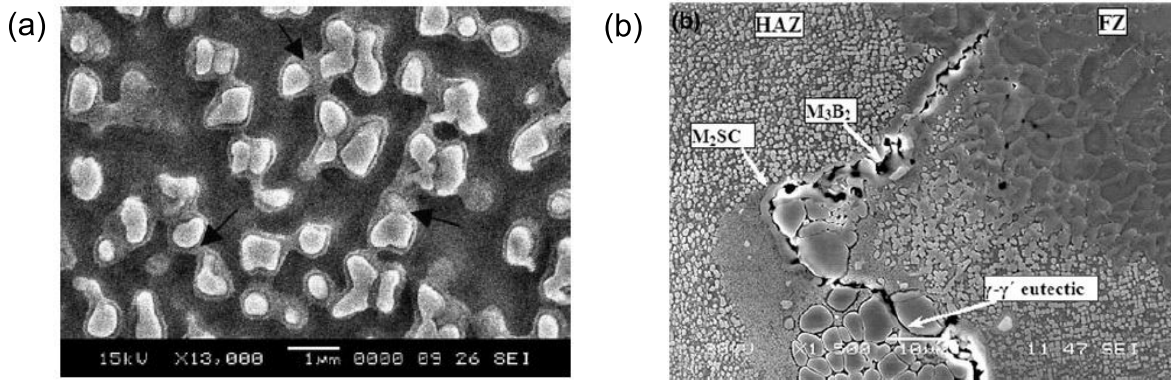


Figure 1.26 – Liquation de l’Inconel 738 en soudage : (a) liquation constitutionnelle de précipités γ' lors d’un essai *Gleeble* à 1180 °C avec une trempe à l’eau (Ojo et al., 2004a); (b) liquation de carbures, borures et d’un eutectique γ/γ' dans une ZAT de soudure ayant conduit à une fissuration (Sidhu et al., 2007).

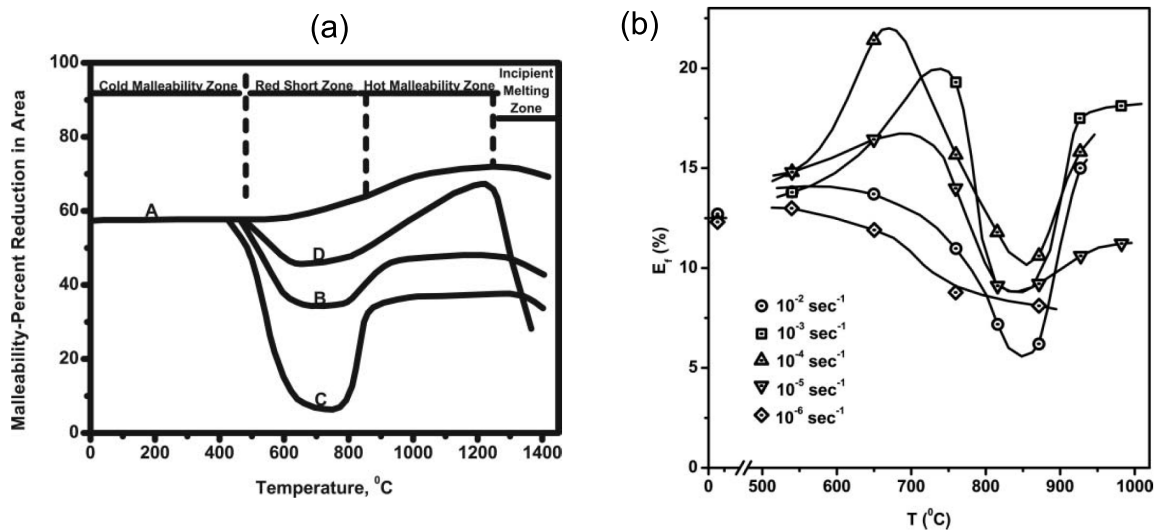


Figure 1.27 – Fragilisation des alliages de nickel aux températures intermédiaires : (a) Malléabilité (réduction de l’aire en %) d’éprouvettes de nickel de haute pureté (A), de nickel commercial (B), de nickel avec un ajout d’éléments *nocifs* non précisés (C) et des matériaux (B) ou (C) avec l’ajout d’un *élément bénéfique* pour la ductilité (D), d’après Bieber et Decker (1961); (b) Ductilité (élongation à rupture) de l’Udimet 115 en fonction de la température et de la vitesse de déformation (Jensen et Tien, 1985).

Ce phénomène est associé à une fragilité des alliages de nickel aux températures intermédiaires. Selon la revue de littérature proposée par Zheng, Schmitz, Meng, Chellali, et Schlesiger (2012), les alliages de nickel sont plus sensibles à une fissuration intergranulaire entre $0,4.T_f$ (500 °C) et $0,7.T_f$ (900 °C), en raison d’une chute de la ductilité des joints de grains. Cette chute de ductilité n’est pas observée sur le nickel de pureté élevée, mais apparaît sur un nickel comprenant des impuretés (figure 1.27(a)). La figure 1.27(b) présente la chute de ductilité d’un superalliage à durcissement structural (Udimet 115). La chute de ductilité concerne également les superalliage à durcissement par solution solide.

Zheng et al. (2012) recensent les différentes interprétations de la chute de ductilité. Une interprétation commune à tous les alliages pourrait être une localisation de la déformation au niveau des joints de grains, plus élevée aux températures intermédiaires. En fonction des alliages, les auteurs évoquent d’autres causes aggravant la chute de

ductilité : une accumulation d'impuretés et d'éléments chimiques au niveau des joints de grains par ségrégation chimique, ou l'apparition de précipités aux joints de grains aux températures intermédiaires.

Ramirez et Lippold (2004) soulignent que la précipitation de carbures secondaires $M_{23}C_6$ réduit la résistance à la rupture aux températures intermédiaires. La pénétration de l'oxygène dans les joints de grains est un autre phénomène contributeur évoqué.

Crrique de détensionnement au traitement thermique

La fissuration au détensionnement est une rupture intergranulaire du matériau lors du traitement thermique postérieur au soudage. Elle apparaît dans les alliages à durcissement structural quand les contraintes résiduelles induites par le soudage et les contraintes résultant de la croissance des précipités sont excessives (Donachie et Donachie, 2002).

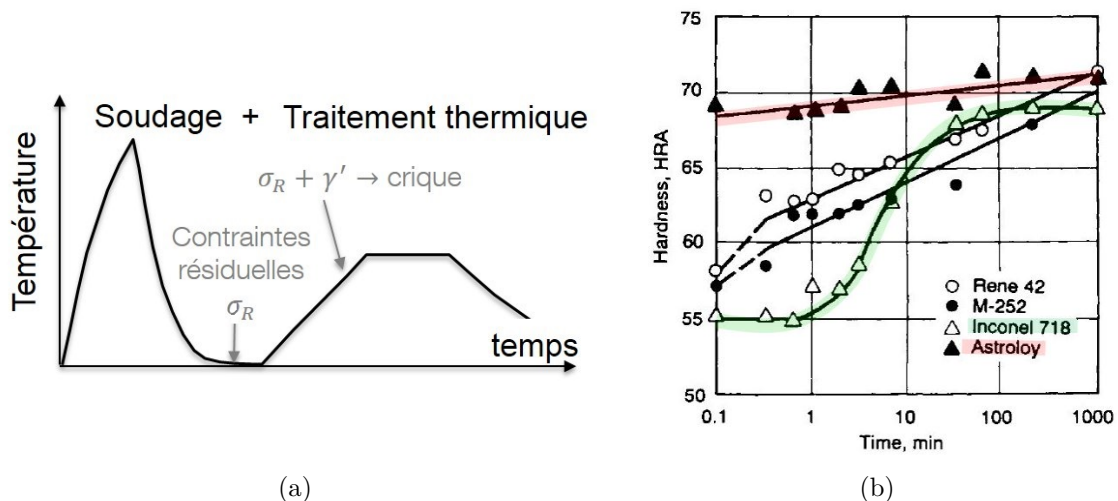


Figure 1.28 – Fissuration au détensionnement post-soudage : (a) séquence schématique des évènements menant à la fissuration ; (b) courbes montrant l'évolution de la dureté lors du traitement thermique de différents superalliages (Donachie et Donachie, 2002).

Après le soudage, le matériau est à l'état trempé, avec un niveau élevé de contraintes résiduelles et une faible fraction de précipités. Lors du réchauffage, la précipitation durcit le matériau (figure 1.28(a)) : elle empêche ainsi la relaxation des contraintes résiduelles et diminue la ductilité. D'autre part, la croissance des précipités peut occasionner des contraintes additionnelles. Franklin et Savage (1974) ont mis en évidence avec le René 41 que les contraintes mécaniques dans la ZAT pouvaient augmenter lors du traitement thermique, en raison de la contraction du matériau sous l'effet de la précipitation de la phase γ' . Le durcissement structural du matériau soumis à des contraintes résiduelles élevées est donc préjudiciable.

La figure 1.28(b) présente l'évolution de la dureté au cours d'un traitement de revenu de plusieurs superalliages. La rapidité du durcissement est liée à la cinétique de précipitation : notons le durcissement lent de l'Inconel 718 (superalliage de forge) et le durcissement très rapide de l'Astroloy (Al=4% m, Ti=3,5% m). Pour les superalliages

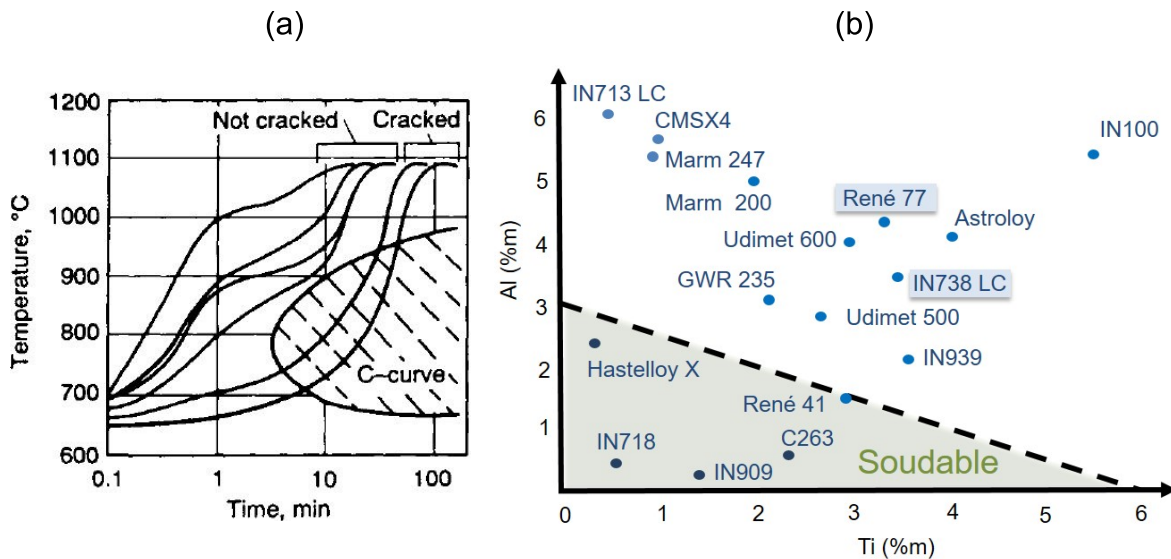


Figure 1.29 – Cinétique de précipitation et influence de la composition sur la *soudabilité* : (a) influence de la vitesse de chauffage sur la fissuration du René 41 pendant un traitement post-soudage, après une remise en solution pré-soudage (Donachie et Donachie, 2002) ; (b) influence de la teneur en Al et Ti sur la *soudabilité* de superalliages base nickel (Henderson et al., 2013).

chargés en précipités γ' , une méthode de prévention des fissures consiste à chauffer rapidement la pièce dans le domaine de température dans lequel les précipités apparaissent. Si la température de solvus est atteinte avant une croissance significative des précipités, le matériau peut alors être détensionné à haute température sans avoir subi de durcissement. La figure 1.29(a) montre dans le cas du René 41 la superposition de courbes de chauffage et d'un diagramme temps-température-transformation (TTT) d'apparition de la phase γ' . Seul un chauffage entre 700 °C et 900 °C en moins de dix minutes (soit une vitesse de chauffage de 20 °C/min) permet d'éviter les criques. De manière pratique, la vitesse de chauffage est limitée par l'inertie du four de traitement thermique.

Des diagrammes permettent d'évaluer la difficulté à souder un matériau en fonction de la composition, comme en figure 1.29(b). La cinétique de croissance des précipités γ' étant une fonction croissante de la quantité d'éléments γ' -gènes, les alliages riches en Al et Ti sont plus difficilement soudables. Si ces diagrammes se concentrent sur le rôle des précipités γ' , l'influence des autres éléments ne doit pas être négligée. Les phases en présence aux joints de grains peuvent affecter leur résistance à la fissuration. La teneur en éléments traces (Fe, Mn, S, Si...) peut également affecter la résistance des joints de grains et faire varier significativement la sensibilité à la fissuration pour une même spécification d'alliage (Donachie et Donachie, 2002; Thamburaj et al., 1979).

1.3.2 Essais de *soudabilité* et prévention de la fissuration

Des protocoles ont été développés pour étudier la *soudabilité* des alliages et établir des fenêtres de paramètres permettant l'obtention de soudures saines. Il existent deux types d'essais : les essais *auto-contraints* et les essais *simulés*.

Essais *auto-contraints*

Dans le cas des essais *auto-contraints*, une soudure est effectuée sur une structure judicieusement choisie. Les contraintes mécaniques sont alors produites par le cycle thermique du soudage ainsi que le bridage naturel de la structure soudée. Un exemple est donné en figure 1.30 : une soudure est réalisée sur une plaque bridée sur un socle comportant un trou circulaire. La soudure est ensuite examinée pour relever la présence ou non d'une fissure à la solidification. L'éprouvette peut également être traitée thermiquement pour étudier la fissuration au détensionnement.

Un tel protocole permet de classer simplement différents alliages ou paramètres opératoires. Néanmoins, des auteurs relèvent certains inconvénients des essais *auto-contraints* : une mauvaise reproductibilité entre différents essais (Anderson, 2014) ou une difficulté à comparer des alliages de propriétés thermiques différentes. Il a été observé que le classement de *soudabilité* d'alliages pouvait être inversé selon que la comparaison était faite à puissance P_L constante ou à pénétration de la soudure constante. Ces inconvénients viennent du fait que la contrainte mécanique n'est pas contrôlée pendant la soudure, ce qui limite la compréhension des mécanismes de la fissuration (Böllinghaus et al., 2008).

Ces inconvénients peuvent être contournés en mesurant la déformation subie pendant le soudage (par corrélation d'image ou utilisation d'extensomètres) ou la contrainte résiduelle sur le cordon refroidi (par méthode de la *compliance*, diffraction des rayons X, diffraction de neutrons). Ces mesures peuvent être ensuite reliées à l'occurrence ou non de la fissure, parfois avec l'aide d'un outil de simulation numérique (Danis, Lacoste, et Arvieu, 2010).

Essais *simulés*

Dans les essais *simulés*, une partie du chargement thermomécanique subie par le matériau est contrôlée, souvent grâce à un essai mécanique.

Pour la fissuration à la solidification, l'essai du *Varestraint* (pour *variable retrained*) est le plus connu : un cordon de soudure est réalisé sur une plaque, en appliquant de manière simultanée une déformation contrôlée par flexion (figure 1.31 (a)). Il peut être

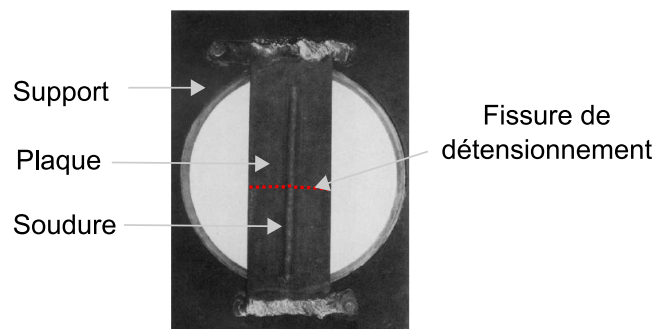


Figure 1.30 – Essai de soudage *auto-contraint* pour l'alliage U700 (Donachie et Donachie, 2002) : une crique apparaît au détensionnement lorsque le soudage est précédé d'un traitement de remise en solution. Elle n'apparaît pas quand le soudage est précédé d'un traitement de revenu.

utilisé pour étudier l'influence de la composition sur la sensibilité à la fissuration (Vito, 2000), pour relier la fissuration à chaud à une déformation critique ou à un taux de déformation critique pour un alliage donné (Böllinghaus et al., 2008), ou encore pour déterminer l'intervalle de température fragile (Lippold, Kiser, et DuPont, 2011).

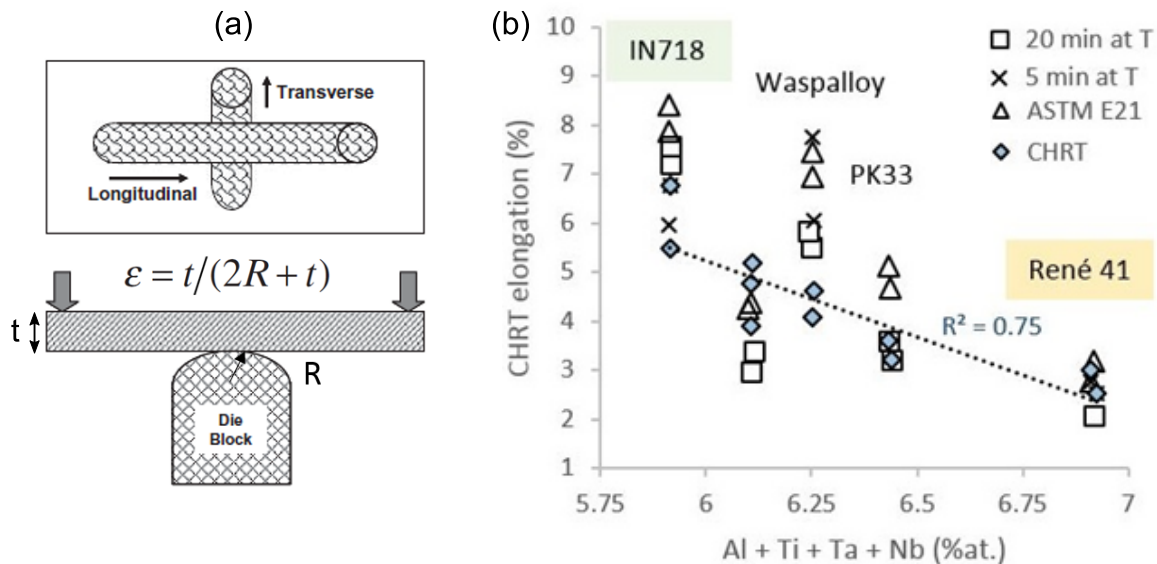


Figure 1.31 – Essais simulés : (a) Essai du *Varestraint* avec différentes variantes (soudure transversale ou longitudinale) (Lippold et al., 2011) ; (b) Corrélation négative entre la ductilité à 816 °C mesurée par CHRT et la somme des compositions Al+Ti+Ta+Nb (Rowe, 2006).

Pour la fissuration lors du traitement thermique, Rowe (2006) et Metzler (2008) ont utilisé un essai appelé *Constant Heating Rate Testing* (CHRT). Lors de cet essai, des éprouvettes de traction subissent un chauffage et un refroidissement rapide avec une machine *Gleeble* pour obtenir un matériau trempé représentatif de la ZAT. Après un second chauffage avec une vitesse représentative du chauffage du traitement thermique, les éprouvettes subissent des essais de traction jusqu'à rupture à différentes températures. La ductilité de l'alliage est ensuite relevée en fonction de la température⁴. Par cette méthode, Fawley (1970) a relevé un minimum de ductilité de l'alliage René 41 en fonction de la température. Rowe (2006) remarque une corrélation négative forte entre la ductilité à 816 °C de 5 superalliages et la teneur atomique en éléments γ' -gènes Al+Ti+Ta+Nb (figure 1.31(b)).

Effet des paramètres du procédé

L'occurrence de la fissuration varie avec les paramètres de soudage. Nematzadeh, Akbarpour, Parvizi, Kokabi, et Sadrnezhaad (2012) ont observé lors du soudage à l'arc (TIG) de l'Udimet 520 une augmentation de la fissuration à la solidification en augmentant l'apport de chaleur, correspondant à l'énergie linéique $E_l = P_L/v_L$. Gordine (1971) et Richards et al. (1994) ont constaté une baisse de la fissuration par liquation en augmentant l'énergie linéique E_l , avec les alliages IN718 et Incoloy 903. Ils attribuent cette tendance à un gradient plus progressif permettant un réchauffage plus lent

4. La grandeur pertinente pour comparer des alliages est bien la ductilité et non la contrainte maximale avant rupture. En effet, les superalliages à durcissement structural résistent à des charges plus importantes que les superalliages à durcissement par solution solide, alors qu'ils sont plus sensibles à la fissuration au revenu (Hanning et Andersson, 2016).

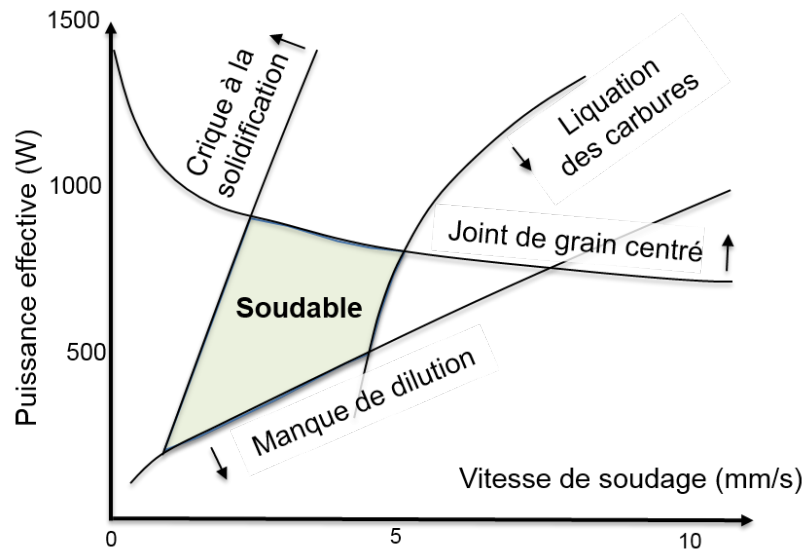


Figure 1.32 – Fenêtre de paramètres opératoires pour le soudage à l'arc (TIG) de l'IN718, d'après Henderson et al. (2013).

et ainsi une remise en solution de phases ségréguées. Ces tendances sont en accord avec le domaine de *soudabilité* de l'IN718 présenté en figure 1.32.

1.3.3 Du soudage au procédé LBM : similitudes et spécificités

Le procédé LBM peut être rapproché d'un soudage multi-passes, avec une juxtaposition de bains de fusion. Pour comprendre les contraintes résiduelles dans des pièces fabriquées par fusion laser, il est également nécessaire de prendre en compte l'influence de la superposition des couches, ainsi que l'accommodation de la structure au cours de la fabrication.

Accumulation des contraintes dans la hauteur

La fabrication d'une pièce par LBM consiste à superposer verticalement plusieurs centaines ou milliers de couches. À chaque ajout d'une couche de fabrication, une fine épaisseur de matière est refroidie de l'état liquide jusqu'à une température proche de la température ambiante. La figure 1.33(a) montre schématiquement le phénomène à l'origine du gradient vertical de contraintes (Fransen, 2016) :

- Une couche est déposée sur le substrat et son refroidissement conduit au retrait de la matière ϵ_{th} . Au sein de la couche, la matière est soumise après refroidissement à une contrainte de traction $\sigma_1 > 0$.
- La couche suivante est déposée. Après refroidissement, le retrait ϵ_{th} de la dernière couche diminue l'effort de traction dans la couche précédente :

$$\sigma'_1 = \sigma_1 + \sigma_{comp} < \sigma_1.$$

Les effets des couches successives s'additionnent et donnent lieu à un profil de contraintes : avant la découpe du plateau de fabrication, le haut de la pièce est souvent en traction alors que le bas est en compression (Merçelis et Kruth, 2006). Après la découpe de la pièce, un ré-équilibre des contraintes conduit à une zone en traction en haut et en bas de la pièce et en compression aux hauteurs intermédiaires. Les figures

1.33 (a) et (b) montrent des mesures du profil de contraintes dans la hauteur pour des murs en 316L (DRX) et sur la coupe transversale d'un cube en Ta6V (méthode du contour).

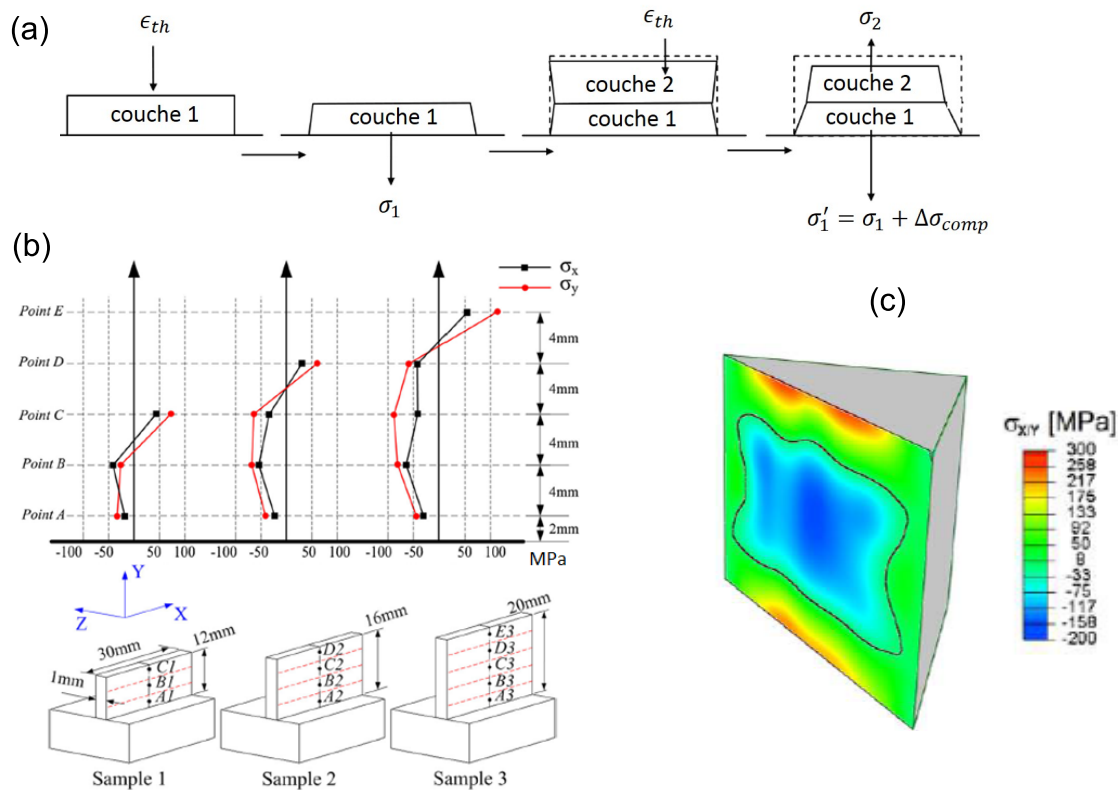


Figure 1.33 – Contraintes résiduelles en LBM : (a) phénomènes à l'origine du profil de contraintes vertical dans les pièces en LBM, avec la compression d'une couche par le retrait thermique ϵ_{th} de la couche suivante, d'après Fransen (2016) ; (b) contraintes mesurées par DRX sur des murs de section 1mm x 30mm et de hauteurs variables en acier 316L après découpe du plateau (Liu, Yang, et Wang, 2016) ; (c) champ de contraintes *horizontale*, définie comme la contrainte normale au plan d'une coupe verticale, mesuré sur une section diagonale d'un cube en Ta6V par la méthode du contour (Vrancken, 2016), après découpe du plateau de fabrication.

Motif de balayage et accommodation de la structure

Le mécanisme décrit dans le paragraphe précédent est une simplification de la réalité. En effet, une couche ne refroidit pas de manière uniforme mais suivant le motif de balayage choisi. Parry, Ashcroft, et Wildman (2016) montrent par simulation thermomécanique que les contraintes lors de la formation d'un drap sont plus élevées dans la direction longitudinale des cordons. Ce constat a été aussi réalisé expérimentalement, par exemple par Mercelis et Kruth (2006). Par conséquent, le niveau maximal de contraintes résiduelles est souvent diminué quand la direction de balayage varie d'une couche à l'autre (Bagg, Sochalski-Kolbus, et Bunn, 2016; Kruth, Froyen, Van Vaerenbergh, Mercelis, Rombouts, et Lauwers, 2004; Mercelis et Kruth, 2006; Kruth, Badrossamay, Yasa, Deckers, Thijs, et Van Humbeeck, 2010; Fransen, 2016).

À l'échelle de la structure, la pièce soumise à des contraintes s'accommode au cours de la fabrication, puis lors de la découpe du plateau. Cette accommodation peut

modifier de manière importante les contraintes résiduelles de la pièce après fabrication (Bagg et al., 2016).

1.3.4 Mise en forme de superalliages non-soudables par LBM

Ces dernières années, différentes équipes ont tenté de mettre en forme par LBM des superalliages base nickel sensibles à la fissuration au cours du procédé. Des fissures à la solidification ont été observées sur des pièces produites par LBM avec différents matériaux : Inconel 738 LC (Engeli, Etter, Hövel, et Wegener, 2016; Cloots, Uggowitzzer, et Wegener, 2016b), CM247 LC (Carter, Martin, Withers, et Attallah, 2014) et Hastelloy X (Tomus, Rometsch, Heilmaier, et Wu, 2017; Harrison, Todd, et Mumtaz, 2015). Dans la section ci-dessous, nous recensons les observations sur l'influence des paramètres du procédé LBM sur la fissuration à la solidification, qui fera l'objet du chapitre 2. Nous reportons également des études sur la mise en forme par les procédés EBM (Chauvet et al., 2018; Kontis et al., 2019) et LMDp (Xu et al., 2018). Certaines de ces études seront reprises aux chapitres 3 et 4 dans des revues bibliographiques complémentaires, portant sur la fissuration lors du traitement thermique et sur l'influence de la composition chimique.

Fissuration à la solidification

Cloots et al. (2016b) ont réalisé des éprouvettes cubiques en Inconel 738 par le procédé LBM. Ils ont constaté la présence de microfissures au sein du matériau brut de LBM. Ces microfissures ont été identifiées comme de la fissuration à la solidification, grâce à l'observation du faciès de rupture. La figure 1.34 révèle les caractéristiques des fissures à travers différents clichés : micrographie optique, cartographie EBSD, images MEB en électrons secondaires du dessus de l'échantillon et image MEB du faciès de rupture. Ces clichés montrent que les fissures sont verticales, avec une surface de fissure transverse par rapport à la direction de balayage. Elles sont localisées au niveau des joints de grains. Leur taille est comparable à la taille d'un bain ($\sim 100 \mu\text{m}$) et elles sont uniformément réparties au sein du matériau.

Les auteurs mettent en évidence deux types fissures. Certaines s'amorcent dans un bain de fusion sans propagation dans les couches de fabrication supérieures. D'autres se propagent dans les couches supérieures de fabrication, toujours par fissuration à la solidification : elles peuvent donc avoir une longueur supérieure à la taille d'un bain de fusion. Ces observations sont cohérentes avec celles des autres études.

Les fissures à la solidification sont problématiques pour la fabrication de pièces : seules les fissures localisées au cœur des pièces peuvent être cicatrisées par un traitement de compression isostatique à chaud (CIC), tandis que les fissures en surface restent ouvertes lors d'un tel traitement. Kunze et al. (2015) ont déclaré qu'ils étaient en mesure de produire des éprouvettes en Inconel 738 sans fissure, grâce à un traitement de CIC. Cela fut possible car les éprouvettes ont été usinées après le traitement de CIC, afin de supprimer les fissures résiduelles en surface. Cependant, une production industrielle avec cette méthode ne paraît pas envisageable.

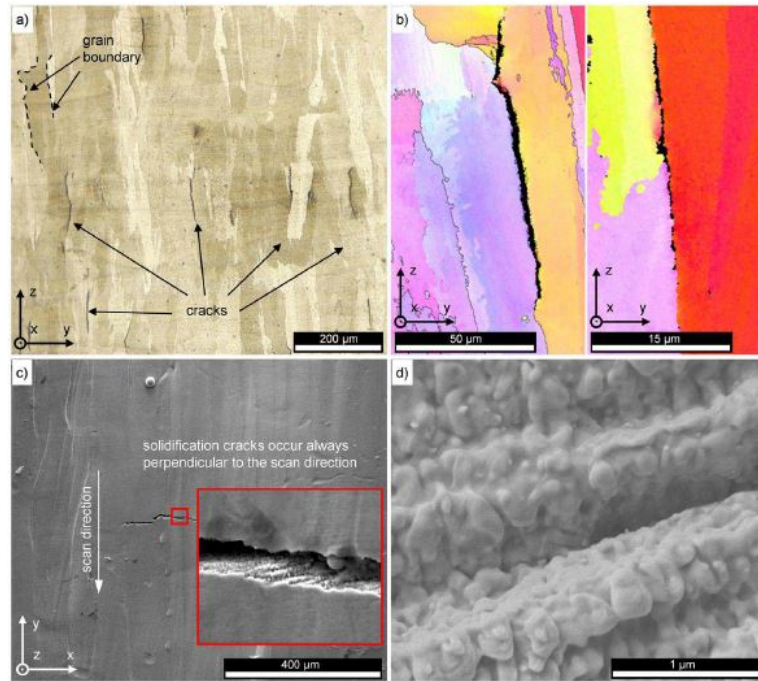


Figure 1.34 – Fissuration à la solidification de l'Inconel 738 mis en forme par LBM (Clouts et al., 2016b) : (a) microscopie optique sur une coupe verticale de l'échantillon, (b) cartographie EBSD montrant la localisation au niveau des joints de grains, (c) vue du dessus de l'échantillon montrant l'orientation transverse des fissures par rapport au balayage et (d) faciès de rupture typique de la fissuration à la solidification.

Fissuration par liquation

La fissuration par liquation n'a pas été observée dans des pièces fabriquées par LBM. Ce type de fissuration est plus courant lors d'une mise en forme par LMDp ou par EBM.

Lors de la fabrication par LMDp de murs fins (1,5 mm d'épaisseur) en Inconel 738, Xu et al. (2018) ont observé une fissuration mixte, à la solidification et par liquation. (figure 1.35(a)). Alors que la fissuration à la solidification intervient dans la zone fondue, la liquation intervient dans la ZAT sous-jacente, chauffée rapidement sans atteindre la température de solidus. Le chauffage rapide a provoqué une liquation de certaines phases. Le fait que la liquation a été observée seulement dans cette étude pourrait s'expliquer par une accumulation de chaleur dans les structures fines, alors que des structures plus massives évacuent la chaleur au cours de la fabrication, par conduction vers le substrat.

La situation est très différente pour le procédé EBM, dans lequel la pièce est préchauffée tout au long de la fabrication jusqu'à la température de frittage de la poudre. Kontis et al. (2019) ont observé des fissures de grande taille par liquation (figure 1.35 (b)) dans un superalliage non soudable ($Ti+Al=8.6\%pds$)⁵. Ils n'ont relevé aucune fissure dans la dernière couche de fabrication, mais seulement des fissures dans les couches sous-jacentes. Cela indique que les fissures ne se forment pas lors de la solidification, mais lors du réchauffage du matériau, au moment de l'ajout d'une couche de fabrication. Grâce à une caractérisation fine au MEB et à la sonde atomique, les

5. Le terme *hot crack* est utilisé sur la figure. Ce terme regroupe les fissures à la solidification, par liquation et par chute de ductilité (Böllinghaus et al., 2008). Dans l'article, les auteurs précisent bien qu'il s'agit de fissuration par liquation.

auteurs ont pu attribuer la fissuration à une refusion d'un film intergranulaire riche en bore.

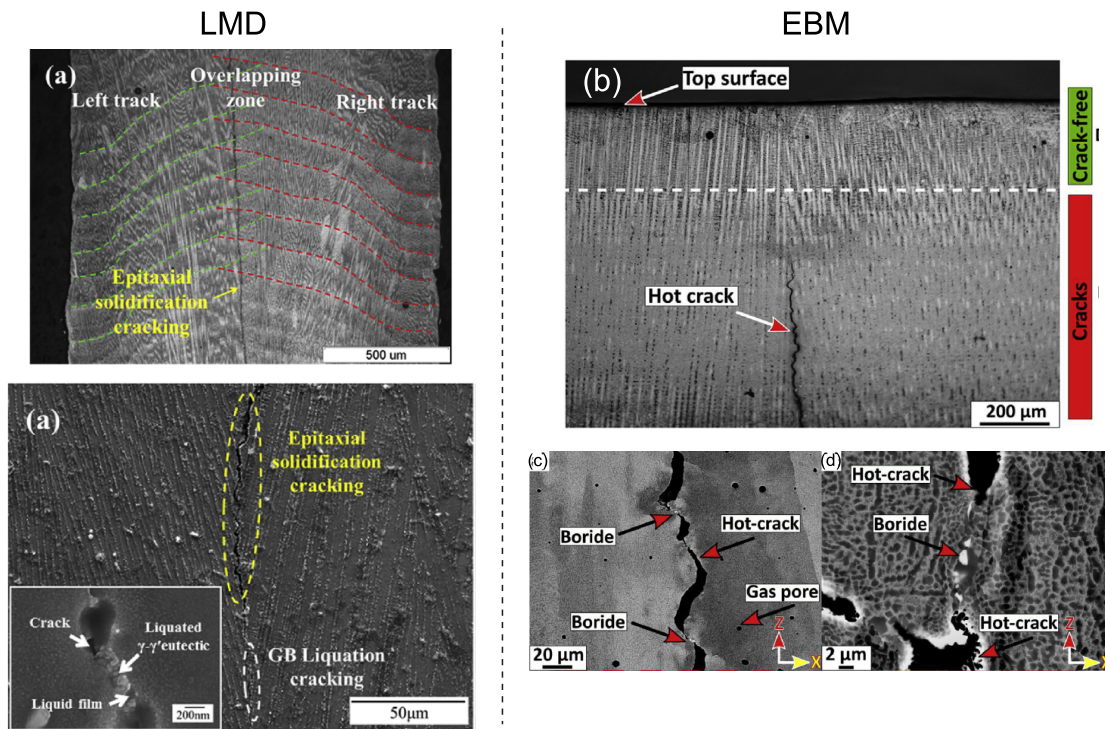


Figure 1.35 – Fissuration par liquation de superalliages mis en forme par EBM et LMDp : (a) Fissuration à la solidification et par liquation dans un mur d'une épaisseur de 1,5 mm fabriqué en Inconel 738 LC par LMDp (Xu et al., 2018) ; (b-c-d) Fissures par liquation dans un superalliage non-soudable mis en forme par EBM (Kontis et al., 2019).

Influence des paramètres de fabrication

Plusieurs études ont proposé de diminuer la fissuration à la solidification par une optimisation des paramètres de fabrication. Carter et al. (2014) ont noté une diminution de la densité de fissures dans des échantillons en CM247 LC lors d'une augmentation de la vitesse de balayage v_L . Ils ont aussi noté un rôle ambigu de l'écart vecteur e_V . En fonction des autres paramètres de fabrication, ils ont relevé soit une diminution, soit une augmentation de la fissuration lors d'une augmentation de l'écart vecteur.

Cloots et al. (2016b) ont observé l'influence d'une variation de la vitesse de balayage v_L entre 600 et $1200 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ sur la fissuration, avec une puissance laser constante $P_L = 200 \text{ W}$ et avec une adaptation de l'écart vecteur. La fissuration est minimale pour une vitesse de balayage $v_L = 1050 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, vitesse pour laquelle la matière devient cependant poreuse (figure 1.36). Les auteurs concluent qu'il y a une corrélation négative entre la fissuration à chaud et la section transversale de bain. Cette interprétation est cohérente avec la littérature du soudage. Ils ont conclu également qu'un compromis serait nécessaire entre la suppression de la microfissuration et l'obtention d'un matériau dense.

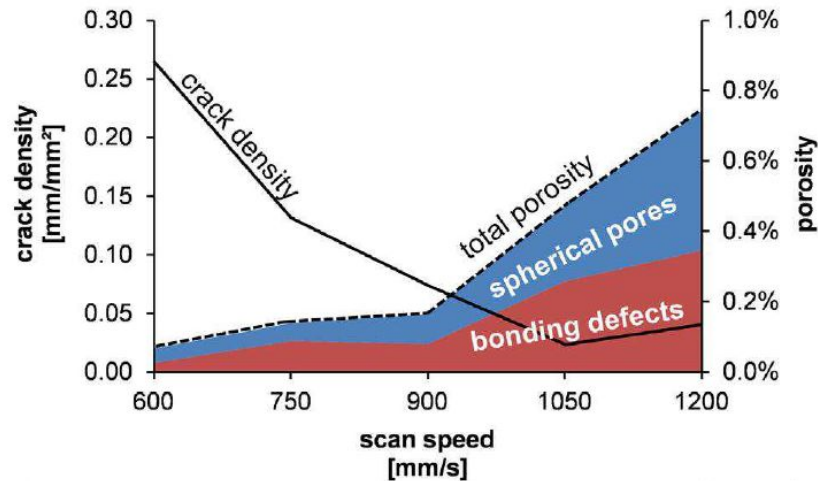


Figure 1.36 – Influence de la vitesse de balayage v_L sur la densité de microfissures et sur les autres défauts, dans des échantillons d’Inconel 738 fabriqués par LBM avec une machine Concept Laser M2 (Clouts et al., 2016b). Une puissance $P_L = 200$ W a été utilisée.

1.4 Orientation des recherches

La synthèse bibliographique a permis de préciser le contexte de notre travail de recherche. La présentation des matériaux en section 1 a considéré tout d’abord leur état traditionnel, à la suite d’une mise en forme par fonderie, puis leurs attributs spécifiques à une solidification rapide.

La section 2 a introduit le procédé LBM, des paramètres de fabrication jusqu’aux propriétés des pièces. Une attention particulière a été accordée au lien entre les paramètres et la géométrie du bain de fusion, dont l’influence sur la fissuration ne fait aucun doute.

Dans la section 3, nous nous sommes intéressés à l’état de l’art dans le domaine du soudage. Nous avons exposé les divers moyens d’examen et de prévention des fissures. Cette section a confirmé l’intérêt d’exploiter les similitudes avec le procédé LBM. Ces similitudes doivent faciliter le développement de protocoles d’étude de la fissuration au cours du procédé LBM, notamment pour comprendre l’effet de la composition chimique et des paramètres de fabrication. Un recensement des tentatives récentes de mise en forme de superalliages base nickel réfractaires par LBM constituera une source d’informations avantageuse pour la suite des travaux.

Nous sommes à présent en mesure de dégager des orientations de recherche. La figure 1.37 représente visuellement le plan du travail de thèse.

Il faudra tout d’abord caractériser les microfissures qui apparaissent lors de la fusion laser (**chapitre 2**). Nous souhaitons comparer les deux matériaux d’étude, l’Inconel 738 et le René 77, ainsi qu’établir un lien avec les paramètres du procédé, en utilisant la théorie de la solidification. Par une compréhension fine, nous espérons être en mesure de produire des éprouvettes avec une bonne santé de la matière.

Pour l’étude de la fissuration lors du traitement thermique (**chapitre 3**), un protocole d’étude devra être établi. Nous souhaitons nous inspirer des éprouvettes *auto-contraintes* utilisées en soudage. Le protocole devra tenir compte de l’importance du facteur géométrique sur la fissuration. Il devra également permettre de comparer les

deux matériaux et de recourir à différents cycles thermiques pour éviter les fissures macroscopiques de détensionnement.

Le **chapitre 4** sera consacré à l'influence de la composition chimique du matériau sur son aptitude à la mise en forme. Nous reviendrons sur les résultats obtenus aux chapitres 2 et 3 et tenterons de les expliquer au regard de la composition chimique des deux alliages.

Enfin, le **chapitre 5** portera sur l'emploi d'une double source laser. L'utilisation d'une source laser auxiliaire de chauffage aura pour objectif de mieux contrôler l'histoire thermique de la matière lors de la fabrication. Nous étudierons l'apport d'un tel système pour produire des pièces exemptes de défaut.

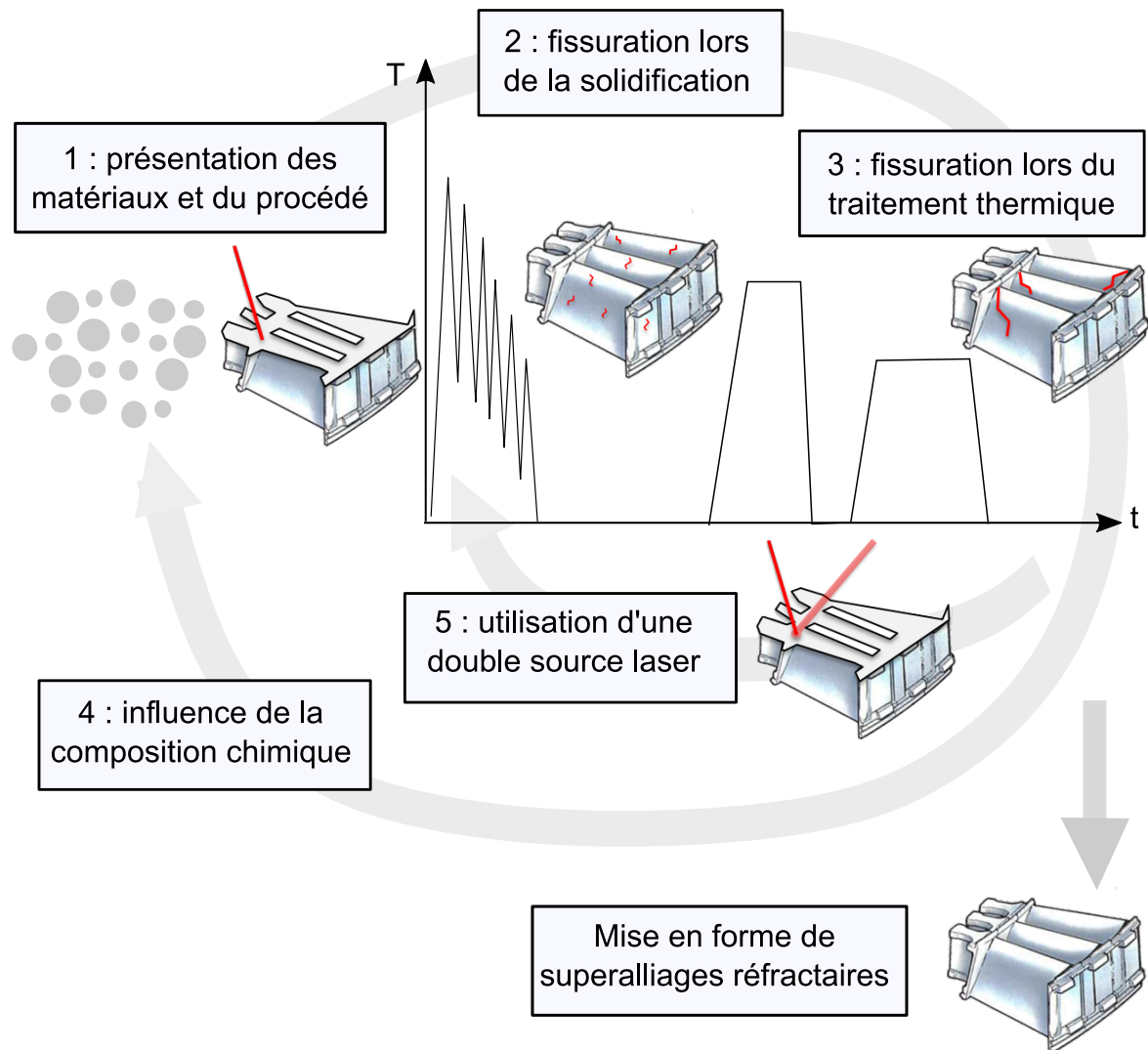


Figure 1.37 – Plan visuel de la thèse. Le schéma de pièce représente un distributeur de turbine d'un turbomoteur ou d'un turboréacteur.

Chapitre 2

Fissuration lors de la solidification

Sommaire

| | | |
|------------|---|-----------|
| 2.1 | Démarche expérimentale | 50 |
| 2.1.1 | Étude du bain de fusion pour expliquer la microstructure | 50 |
| 2.1.2 | Réalisation de cordons et de cubes | 50 |
| 2.1.3 | Protocole d'observation des fissures | 54 |
| 2.2 | Influence des paramètres de fabrication sur la forme du bain de fusion | 56 |
| 2.2.1 | Forme du bain lors de la réalisation de cordons | 56 |
| 2.2.2 | Simulation numérique à l'échelle du bain | 63 |
| 2.2.3 | Forme du bain lors de la réalisation de cubes | 66 |
| 2.3 | Caractérisation de la fissuration | 70 |
| 2.3.1 | Nature des fissures | 70 |
| 2.3.2 | Mécanisme de propagation, taille et orientation | 72 |
| 2.3.3 | Absence de liquation | 72 |
| 2.4 | Lien entre la forme du bain de fusion et l'occurrence des défauts | 74 |
| 2.4.1 | Observations qualitatives | 74 |
| 2.4.2 | Densité de fissures | 77 |
| 2.4.3 | Porosité | 80 |
| 2.4.4 | Obtention d'une <i>santé matière</i> optimale | 81 |
| 2.5 | Mécanismes explicatifs de la densité de fissures | 82 |
| 2.5.1 | Taille de la zone pâteuse | 82 |
| 2.5.2 | Contraintes mécaniques | 83 |
| 2.5.3 | Structure de grains | 84 |
| 2.5.4 | Taux de recouvrement et réparation | 87 |
| 2.6 | Comparaison de l'Inconel 738 et du René 77 | 89 |
| 2.6.1 | Densité de fissures | 89 |
| 2.6.2 | Faciès de rupture | 90 |
| 2.7 | Conclusion | 91 |

Ce chapitre est consacré à l'étude de microfissures apparaissant lors de la fabrication LBM. Ces microfissures ont été observées sur des pièces industrielles et des éprouvettes *brutes de solidification*, c'est-à-dire avant le traitement thermique. Notre étude poursuit trois objectifs principaux. En premier lieu, il faudra caractériser ces fissures afin de confirmer leur nature. Ensuite, nous souhaitons comprendre les conditions de leur apparition, afin de relier l'occurrence des défauts aux paramètres de fabrication. Nous espérons par cette étape identifier des conditions de fabrication optimales. Enfin, il est

intéressant de comparer la sensibilité à la fissuration de l’Inconel 738 et du René 77. Cette comparaison permettra d’appréhender dans la suite du manuscrit l’influence de la composition chimique sur l’aptitude à la mise en forme.

2.1 Démarche expérimentale

2.1.1 Étude du bain de fusion pour expliquer la microstructure

Pour atteindre ces objectifs, nous proposons d’étudier le lien entre l’occurrence des défauts de fabrication et la forme du bain de fusion. Nous avons vu au chapitre 1 que la forme du bain détermine les conditions de solidification, elles-mêmes à l’origine des microstructures et des défauts comme les pores et les fissures. Le bain de fusion semble donc être un intermédiaire utile, dont l’étude permettra de relier les conditions de fabrication et la microstructure du matériau.

Cette démarche reposera sur la réalisation de cordons et de cubes par fusion laser. Les cordons permettront de comprendre l’effet de la puissance P_L et de la vitesse de balayage v_L sur la géométrie du bain de fusion, avec moins de phénomènes simultanés que lors de la réalisation d’une pièce tridimensionnelle. La fabrication des cubes comprend au contraire la plupart des phénomènes mis en jeu. Elle est une étape intermédiaire avant la fabrication de pièces de géométrie complexe. De plus, les cubes permettront une mesure de l’intensité de la fissuration. Une mesure quantitative de la fissuration est nécessaire pour étudier l’influence des paramètres de fabrication et de la composition chimique.

De manière générale, l’étude est centrée sur l’Inconel 738. Après une compréhension des mécanismes avec cet alliage, certains essais seront répétés avec le René 77, afin de mettre en évidence la différence de comportement.

2.1.2 Réalisation de cordons et de cubes

Machine et matériau

Toutes les expériences reportées dans ce manuscrit ont été réalisées avec l’imprimante Concept Laser M2 du Centre des Matériaux, présentée au chapitre 1. Les poudres d’Inconel 738 et de René 77 utilisées ont été atomisées sous argon, respectivement par les sociétés Praxair et Aubert et Duval. Un Inconel 738 bas carbone (ou Inconel 738 LC, pour *Low Carbon*) a été utilisé : cette variante de l’alliage est la plus couramment utilisée, aussi bien en fonderie qu’en fabrication additive. La composition des lots de matière est donnée au tableau 2.1. Les compositions ont été mesurées par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP) pour le Cr, Co, Mo, W, Nb, Ta, Ti et Al, par ICP/spectrométrie de masse (MS) pour le B, Cu, Fe, Si et Zr et par combustion LECO pour le C. La distribution granulométrique de la poudre est gaussienne, avec des percentiles de diamètre $D_{10} = 17 \mu\text{m}$, $D_{50} = 28 \mu\text{m}$, $D_{90} = 45 \mu\text{m}$ pour l’Inconel 738 ; $D_{10} = 16 \mu\text{m}$, $D_{50} = 31 \mu\text{m}$, $D_{90} = 54 \mu\text{m}$ pour le René 77.

| % m. | Ni | Co | Cr | Mo | W | Al | Ta | Ti | Nb | B | C |
|-------------|-------|--------|--------|--------|---------|-------|---------|---------|------|-------|-------|
| Inconel 738 | Bal. | 8,83 | 16,12 | 1,7 | 2,57 | 3,41 | 1,81 | 3,39 | 0,84 | 0,009 | 0,1 |
| René 77 | Bal. | 14,5 | 14,51 | 4,27 | | 4,38 | | 3,55 | | 0,02 | 0,067 |
| % m. | Fe | N | O | P | S | Si | Cu | Zr | | | |
| Inconel 738 | 0,05 | 0,0083 | 0,015 | <0,005 | 0,001 | 0,048 | 0,001 | 0,063 | | | |
| René 77 | 0,043 | 0,0063 | 0,0053 | | 0,00041 | 0,023 | 0,00086 | 0,00008 | | | |

Tableau 2.1 – Composition massique mesurée des lots d’Inconel 738 et de René 77.

Cordons

Des cordons — ou monocordons, *single tracks* en anglais — en Inconel 738 ont été réalisés sur un substrat en forme de disque de 30 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur (figure 2.1(a)), fabriqué préalablement par LBM avec le même matériau. Avant l’expérience, la surface supérieure du substrat a été aplanie par polissage, puis sablée afin d’empêcher la poudre de glisser sur le substrat lors de la constitution du lit de poudre. Une couche de poudre d’épaisseur ΔZ_{poudre} a été déposée à l’aide d’un racleur rigide. Des cordons espacés de 1 mm ont ensuite été réalisés par balayage du faisceau laser avec différents jeux de paramètres, à raison d’un jeu par cordon.

Après irradiation, le substrat a été scanné avec un profilomètre optique AltiSurf 500, avant et après le retrait du lit de poudre. Les mesures permettent d’évaluer l’homogénéité de l’épaisseur du lit de poudre et d’observer la zone dénudée de poudre de part et d’autre de chaque cordon (cf. chapitre 1).

Pour mesurer les dimensions des cordons, le substrat a ensuite été découpé perpendiculairement à la direction de balayage. Quatre coupes ont été réparties régulièrement sur la longueur du cordon, à l’exclusion d’une portion de 1,5 mm aux deux extrémités pour éviter le régime transitoire initial et final du bain de fusion. Après un polissage au diamant jusqu’à un drap de granulométrie 1 μm , la forme des bords de fusion a été révélée par une attaque chimique au *glycerigia* (15 mL HCl + 10 mL glycérol + 5 mL de HNO_3 , 20 s d’attaque) et observée au microscope optique. Les caractéristiques géométriques des cordons définies en section 1.2.3 ont été mesurées : la largeur du bain de fusion e_{app} , la hauteur de la zone refondue H_{ZR} , la hauteur de la partie apparente H_{app} , la hauteur totale du bain de fusion $H_{bain} = H_{app} + H_{ZR}$ ainsi que les sections S_{app} et S_{ZR} de la partie apparente et de la zone refondue.

Cubes

Des cubes en Inconel 738 de côté 10 mm ont été construits sur un plateau de fabrication en alliage Inconel 625 (figure 2.1(b)). La fabrication a été réalisée sur des supports en treillis (*lattice*) d’une hauteur de 2 mm, afin de faciliter la découpe du plateau après fabrication. Un racleur souple en polymère a été utilisé pour la mise en couche. Un balayage bidirectionnel du faisceau laser a été employé, avec une rotation de 90° de la direction de balayage entre chaque couche. Avec ce motif de balayage, les sections transversales des bords sont toujours parallèles ou perpendiculaires aux faces des cubes. L’observation des bords de fusion est donc facilitée. Pour certains cubes, qui seront précisés ultérieurement, l’observation des bords de fusion n’a pas été possible, malgré des essais variés d’attaque.

Pour observer la forme des bains de fusion, les cubes ont été découpés selon un plan médian perpendiculaire à la direction de balayage de la dernière couche de fabrication. Les dimensions et sections caractéristiques des bains ont été relevées sur dix bains de fusion adjacents, au centre de la dernière couche de fabrication.

Paramètres de fabrication

Afin de mettre en évidence un lien entre la forme du bain de fusion et la densité de fissures, des échantillons ont été construits dans un large domaine de paramètres de fabrication. L'objectif est de trouver des corrélations entre les dimensions du bain de fusion et la densité des fissures, avant d'en étudier les raisons physiques.

Lors de la fabrication des cubes et des cordons, nous avons fixé certains paramètres et fait varier d'autres paramètres. Tous les échantillons ont en commun un diamètre de faisceau laser $\phi_L = 100 \mu\text{m}$. Pour les cubes, l'épaisseur de couche — correspondant à l'abaissement du plateau de fabrication à chaque couche — est de $\Delta Z = 40 \mu\text{m}$, soit une valeur classique pour les alliages de nickel mis en forme par LBM. L'épaisseur de couche ΔZ correspond à l'épaisseur de matière consolidée à chaque couche de fabrication et ne doit pas être confondue avec l'épaisseur de poudre $\Delta Z_{\text{poudre}} > \Delta Z$ (cf. chapitre 1, tableau 1.3). Pour les cordons, l'épaisseur moyenne de lit de poudre vaut $\Delta Z_{\text{poudre}} = 115 \mu\text{m}$. Cette épaisseur de poudre se veut représentative de l'épaisseur de poudre lors de la fabrication de cubes avec une épaisseur de couche $\Delta Z = 40 \mu\text{m}$. La valeur de $115 \mu\text{m}$ a été déterminée en réalisant un drap de 10 cordons adjacents avec les paramètres $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $P_L = 230 \text{ W}$ et $e_V = 105 \mu\text{m}$ et avec une épaisseur de poudre ΔZ_{poudre} variable, selon le protocole établi par Vinson (2015). La figure 2.1(c) présente le profil transversal de hauteur des différents cordons du drap pour la valeur $\Delta Z_{\text{poudre}} = 115 \mu\text{m}$. Il est visible que la hauteur des cordons successifs diminue, en raison des phénomènes évoqués au chapitre 1 (figure 1.18(b)). Après quelques cordons, la hauteur de cordon se stabilise à une hauteur de cordon $H_{\text{app}} = 40 \mu\text{m}$, qui correspond à l'épaisseur de couche consolidée ΔZ . Suite à cet essai, nous avons considéré qu'une épaisseur de poudre de $\Delta Z_{\text{poudre}} = 115 \mu\text{m}$ était représentative de l'épaisseur de poudre lors de la fabrication de cubes avec une épaisseur de couche de $40 \mu\text{m}$. Pour les cordons, les mesures au profilomètre optique ont montré que l'épaisseur de poudre était comprise en tout point entre $105 \mu\text{m}$ et $120 \mu\text{m}$.

Les paramètres de fabrication variables sont la puissance du laser P_L (85-385 W), la vitesse de balayage v_L (225-1600 $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$), auxquels s'ajoute l'écart vecteur e_V pour les cubes (75-195 μm). Dans ce manuscrit, un jeu de paramètres $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $P_L = 230 \text{ W}$, $e_V = 105 \mu\text{m}$ est noté $v_L 960 P_L 230 e_V 105$. Nous avons généré un échantillon quasi aléatoire de 40 paramètres en utilisant un échantillonnage latin hypercube. Une expérience de pré-dimensionnement (voir le protocole expérimental *coin* dans les travaux de Vinson (2015)) nous a permis d'estimer la largeur des bains de monocordons et ainsi de calculer les écarts vecteurs pour avoir un recouvrement positif et inférieur à 0,6. Les trois paramètres d'entrée sont la puissance P_L , la vitesse de balayage v_L ainsi que le taux de recouvrement τ_R . Pour éviter un travail inutile avec un échec de la construction de cubes ou une interruption de la fabrication, nous avons sélectionné une région de l'espace paramétrique, selon le protocole établi par Vinson (2015). Cela a conduit à retenir les paramètres avec une énergie linéique $E_l = P_L/v_L$ comprise entre 0,15 et 0,8 $\text{J} \cdot \text{mm}^{-1}$. La figure 2.1(d) représente les paramètres de fabrication (v_L , P_L)

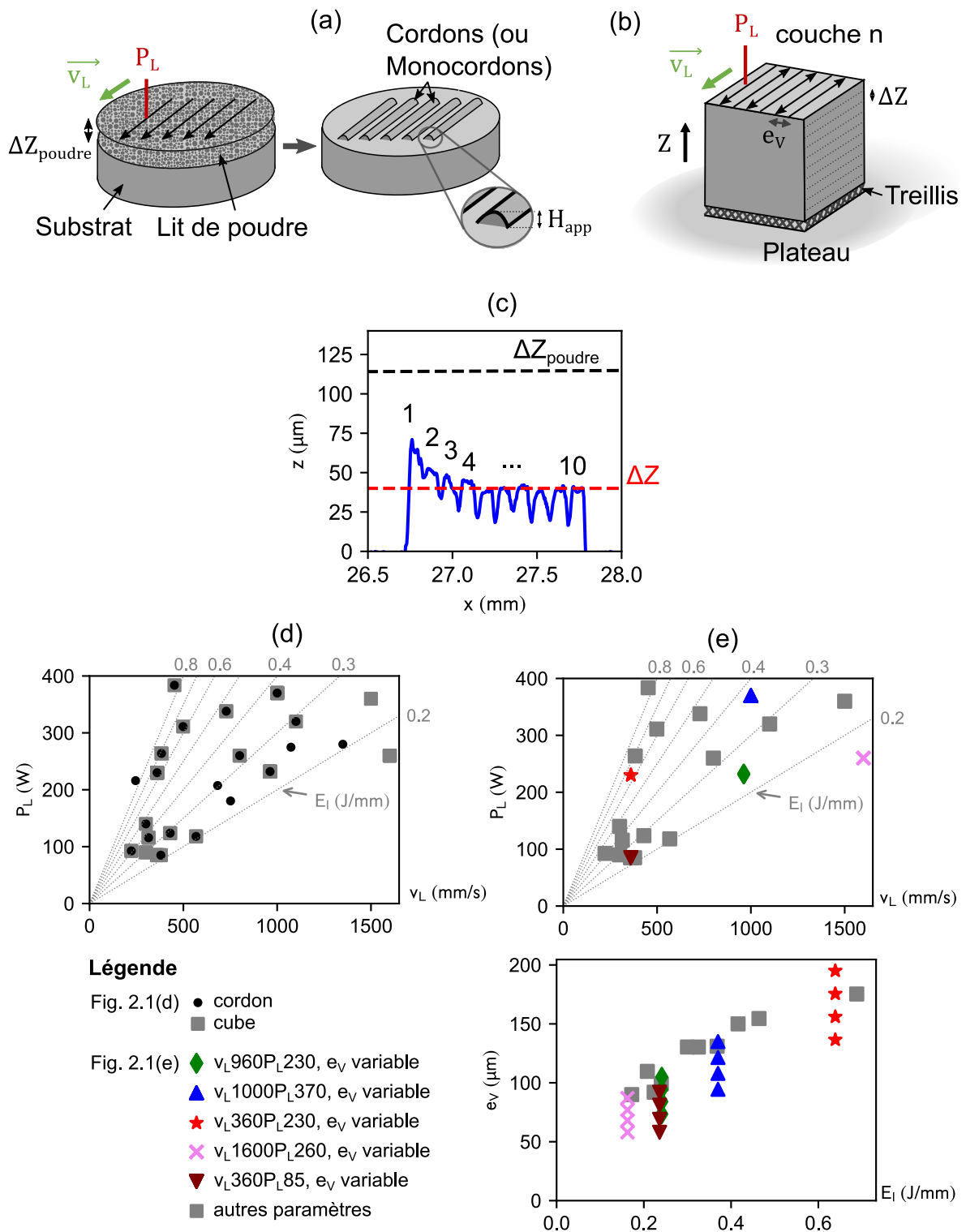


Figure 2.1 – Réalisation de cordons et de cubes en Inconel 738 : (a) représentation schématique de la réalisation de cordons et (b) d'un cube ; (c) Relation entre l'épaisseur de couche ΔZ_{poudre} et l'épaisseur de couche consolidée pour un drap de 10 cordons avec $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $P_L = 230 \text{ W}$ et $e_V = 105 \mu\text{m}$ ($v_L 960 P_L 230 e_V 105$) ; (d) paramètres de fabrication utilisés pour les cordons et les cubes dans un repère (v_L, P_L) ; (e) paramètres de fabrication utilisés pour les cubes, dans un repère (v_L, P_L) et un repère $(E_l = P_L/v_L, e_V)$.

utilisés pour les cubes et les cordons. La figure 2.1(e) représente les paramètres de fabrication utilisés pour les cubes dans un système de coordonnées (v_L, P_L) et (E_l, e_V) . Les points notés par des triangles, des losanges, des étoiles ou des croix correspondent à des couples (P_L, v_L) utilisés avec plusieurs valeurs de l'écart vecteur e_V . Ces points ont été ajoutés afin d'étudier l'effet d'une variation de l'écart vecteur, tous les autres paramètres étant égaux par ailleurs. Les symboles représentant ces jeux de paramètres seront réutilisés dans la suite du manuscrit. Sur le graphique du bas, une augmentation de l'écart vecteur en fonction de l'énergie linéique est visible. Elle résulte de l'étape de pré-dimensionnement pour obtenir un taux recouvrement positif, compte tenu de l'augmentation de la largeur de bain avec l'énergie linéique (cf. section 1.2.3). Au final, 24 couples (v_L, P_L) différents et 39 jeux (v_L, P_L, e_V) différents ont été utilisés. Les valeurs de l'ensemble des jeux de paramètres utilisés sont données en annexe A.2.

2.1.3 Protocole d'observation des fissures

Observations des fissures

La nature des fissures a été identifiée sur le cube fabriqué avec le jeu de paramètres $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $P_L = 230 \text{ W}$ et $e_V = 105 \mu\text{m}$, noté par la suite $v_L960P_L230e_V105$. Ces paramètres sont proches des paramètres conseillés par le fabricant Concept Laser pour l'Inconel 718. Pour mettre à jour la surface des microfissures, nous les avons ouvertes en pliant jusqu'à rupture une lame prélevée dans le cube ($10 \times 10 \times 1 \text{ mm}$, d'orientation verticale). Un microscope électronique à balayage (MEB) Zeiss Gemini Sigma 300 avec un détecteur d'électrons secondaires (SE) Everhart-Thornley et une tension d'accélération de 5 kV ont été utilisés pour l'observation du faciès de rupture.

La surface d'une fissure a également été examinée au sein d'un cordon fabriqué avec les mêmes paramètres. Pour cela, le substrat a été rompu par flexion pour révéler la surface de la fissure, ensuite observée au MEB.

Les fissures ont ensuite été observées au sein de chaque cube, sur une coupe médiane. Étant donné la faible ouverture des fissures (parfois $1 \mu\text{m}$ de large), différents essais de polissage ont été réalisés pour une observation satisfaisante. Un polissage final à la pâte diamantée $1 \mu\text{m}$ suivi d'un polissage de 10 min à la silice colloïdale s'est révélé adéquat pour mettre en évidence la totalité des fissures sans toutefois attaquer excessivement le matériau. Pour vérifier la position des fissures par rapport aux grains, une cartographie EBSD a été réalisée avec un microscope FEI Nova NanoSEM 450 avec une caméra EDAX Hikari EBSD. La tension d'accélération utilisée est de 20 kV, le courant de la sonde de 10 nA. Une carte EBSD de taille $325 \times 950 \mu\text{m}$ a été prise au centre de la partie supérieure du cube, avec un pas de $1 \mu\text{m}$. Les données ont été analysées à l'aide du logiciel OIM Analysis TM v7.

Mesure d'une densité de fissures

Pour chaque cube, une densité de fissures a été relevée. Nous avons réalisé une cartographie de toute la section de $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ du plan médian de chaque cube avec un microscope optique Keyens, afin de garantir une bonne représentativité statistique de la quantité de défauts. Le polissage à la silice colloïdale a permis d'obtenir un bon contraste entre les défauts et les zones saines. Ce contraste est nécessaire à la détection automatique des fissures et des pores par analyse d'images (logiciel ImageJ).

Pour la quantification des défauts, il a été nécessaire de distinguer les fissures des pores. Il n'a pas été possible de différencier ces deux types de défauts sur un simple critère de circularité. En effet, certains pores par manque de fusion (cf. chapitre 1), dont la forme était allongée, étaient alors reconnus comme des défauts linéaires et donc classés avec les fissures. Pour une classification satisfaisante, nous avons dû utiliser les 4 descripteurs de forme disponibles dans ImageJ : le rapport d'aspect, la circularité, la rondeur et la solidité (Schindelin et al., 2012).

Nous avons tout d'abord essayé d'utiliser des algorithmes de classification automatique pour différencier les classes de défauts à partir des descripteurs de forme. Cependant, il n'a pas été possible de trouver une classification satisfaisante pour l'ensemble des cubes, si bien que les paramètres de classification ont été ajustés manuellement pour chaque cube. Un contrôle visuel minutieux a dû être effectué sur chaque image pour vérifier que l'algorithme de classification différenciait bien les pores (manque de fusion et porosité de gaz occlus) et les fissures. Les défauts identifiés par l'algorithme comme des pores sont indiqués en rouge et ceux identifiés comme des fissures en vert sur la figure 2.2. La classification réalisée par l'algorithme correspond bien à l'interprétation visuelle de la nature des différents défauts.

Une fois cette classification réalisée, une densité surfacique de fissures a été calculée pour chaque échantillon. Nous définissons la densité surfacique de fissures D_{fiss} (en mm/mm^2) comme la longueur cumulée de fissures par unité de surface. De la même manière, une fraction surfacique de pores (τ_{pore} , sans unité) a été évaluée. Elle est définie comme la surface cumulée des pores rapportée à la surface de l'échantillon.

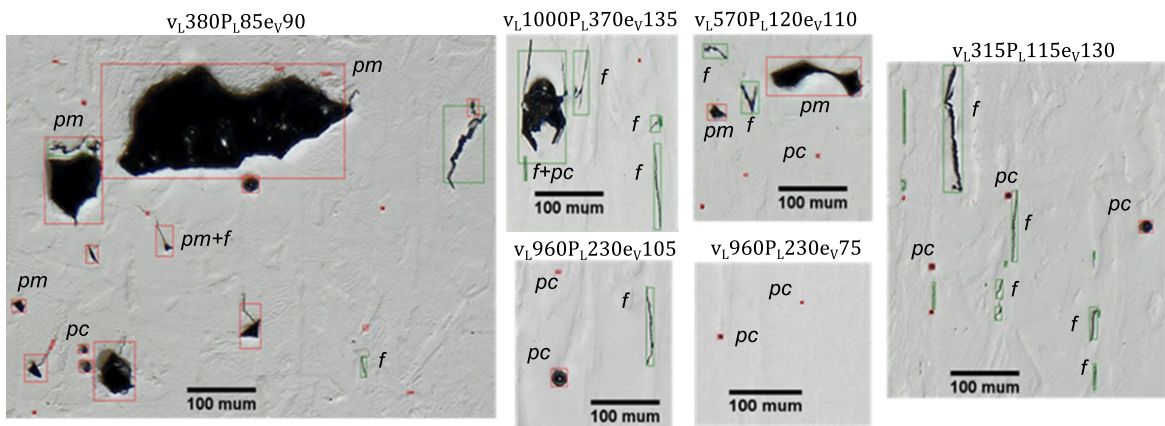


Figure 2.2 – Illustration du résultat de la classification des défauts de différents échantillons. Les lettres sur les images indiquent les défauts interprétés visuellement comme des fissures (f), des pores circulaires (pc) liés à des gaz occlus ou des pores par manque de fusion (pm). Les couleurs indiquent les défauts classés par l'algorithme comme des porosités (rouge) ou des fissures (vert).

2.2 Influence des paramètres de fabrication sur la forme du bain de fusion

Avant d'aborder la fissuration, nous proposons d'étudier l'influence des paramètres de fabrication sur la forme du bain de fusion. Nous examinons d'abord l'influence de la vitesse de balayage v_L et de la puissance P_L sur la forme de cordons en Inconel 738. Une observation du bain de fusion dans les cubes permettra ensuite d'étudier les écarts entre une construction unidimensionnelle (cordon) et tridimensionnelle (cube). Elle permettra également d'étudier l'influence de l'écart vecteur e_V .

2.2.1 Forme du bain lors de la réalisation de cordons

Des cordons en Inconel 738 ont été fabriqués avec 20 conditions de fabrication (v_L , P_L) différentes, selon le protocole décrit en section 2.1.2. La figure 2.3 présente une coupe transversale représentative de chaque cordon, positionné dans un diagramme (v_L , P_L). Un petit angle d'environ 6° existe entre la ligne centrale des cordons et la verticale. Cet angle est dû à l'inclinaison entre le faisceau laser et la verticale, liée à la position du substrat sur le plateau de fabrication.

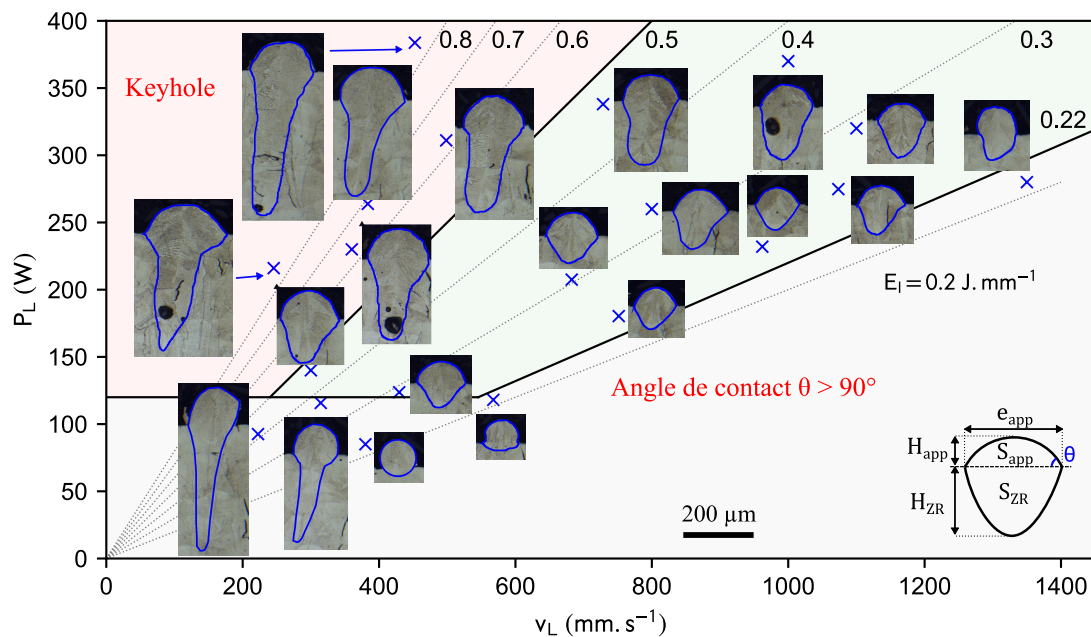


Figure 2.3 – Formes du bain de fusion en fonction des paramètres de fabrication, observées sur une coupe représentative.

Une variété de morphologies de bains de fusion est visible sur la figure 2.3. Ces morphologies peuvent être décrites en premier lieu en fonction de l'énergie linéique incidente $E_l = P_L/v_L$ (en $\text{J} \cdot \text{mm}^{-1}$), dont les iso-énergies sont représentées par des lignes obliques en pointillés.

Domaines

Pour des énergies linéiques intermédiaires ($0,22 < E_l < 0,5 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$), les cordons ont une pénétration raisonnable dans le substrat, avec un rapport H_{ZR}/H_{app} compris entre 1 et 3. Une refusion suffisante du substrat est importante pour éviter un manque

de fusion ou pour la réparation des défauts. L'angle de contact $\theta < 90^\circ$ est favorable à la stabilité des cordons. Pour les énergies linéiques élevées ($E_l > 0,5 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$), les cordons ont une forme de trou de serrure (*keyhole*) et une pénétration profonde avec un rapport $H_{ZR}/H_{app} > 3$. Comme le montre la figure 2.3, les pores sont particulièrement fréquents dans ce domaine, ce qui le rend inadéquat pour la fabrication. Aux faibles énergies linéiques, lorsque $E_l < 0,22 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, les cordons ont une faible pénétration dans le substrat et un angle de contact élevé ($\theta > 90^\circ$). En raison de la tension superficielle, les cordons avec un angle de contact élevé peuvent être soumis à des instabilités et présentent donc une variabilité accrue de leurs dimensions. Une estimation de la variabilité des dimensions avec plusieurs coupes est particulièrement nécessaire dans ce domaine. Nous remarquons que dans la région ($P_L < 120 \text{ W}$, $v_L < 380 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$), les cordons ont à la fois une forme de *keyhole* et un angle de contact élevé. Cette région a été arbitrairement incluse dans le domaine en gris.

Dimensions de bains

Les dimensions moyennes des bains de fusion sont présentées en figure 2.4(a), en fonction de la vitesse de balayage v_L et de la puissance P_L . La moyenne est issue des mesures sur quatre coupes distinctes par cordon, comme expliqué en section 2.1. La figure 2.4(b) présente la dispersion des différentes dimensions, définie comme le rapport de l'écart-type par la moyenne.

Comme prévu, la dispersion est maximale dans le domaine avec un angle de contact élevé ($\theta > 90^\circ$). Dans ce domaine, la partie apparente des cordons ainsi que la zone refondue ont des formes très dispersées : la dispersion de H_{app} monte jusqu'à 30% et la dispersion de H_{ZR} dépasse parfois 60% (environ 45% pour $H_{bain} = H_{app} + H_{ZR}$). Au contraire, la largeur du bain de fusion reste assez stable, avec une dispersion inférieure à 15%.

De manière générale, toutes les dimensions augmentent avec l'énergie linéique incidente $E_l = P_L/v_L$, bien que l'augmentation soit limitée pour H_{app} . Les limites des domaines définis dans le paragraphe précédent sont reportées sur les graphiques avec des lignes en pointillés. Nous remarquons que le domaine vert de la figure 2.3 correspond à la région où le bain de fusion est bien stable et où la pénétration H_{ZR} n'est pas encore trop élevée.

Est-il possible d'identifier une fonction reliant les paramètres d'entrée P_L et v_L et les différentes dimensions du bain ? Au chapitre 1, nous avons évoqué un modèle (King et al., 2014) selon lequel la profondeur de bain est liée à la température maximale du bain. D'après ce modèle (équation 1.12), la profondeur de la zone refondue H_{ZR} devrait être une fonction de $P_L/\sqrt{v_L}$. Nous avons également évoqué un modèle (Moniz et al., 2019) selon lequel la largeur de bain e_{app} dépend de l'énergie accumulée au cours du balayage (équation 1.14). Selon ce modèle, la largeur de bain devrait plutôt être une fonction de l'énergie linéique absorbée par le matériau, AP_L/v_L .

La largeur du bain de fusion e_{app} et la hauteur de la zone refondue H_{ZR} sont tracées en figure 2.5, en fonction de $E_l = P_L/v_L$ et en fonction de $P_L/\sqrt{v_L}$. Différents types et différentes couleurs de points sont utilisés, en fonction du positionnement de chaque jeu de paramètres dans les domaines de la figure 2.3. Comme dans l'étude de King et al. (2014), les valeurs de H_{ZR} s'alignent globalement sur une courbe lorsqu'elles sont tracées en fonction de $P_L/\sqrt{v_L}$, alors qu'elles sont très dispersées lorsqu'elles sont tracées en fonction de l'énergie linéique incidente. Cela pourrait signifier que la profondeur

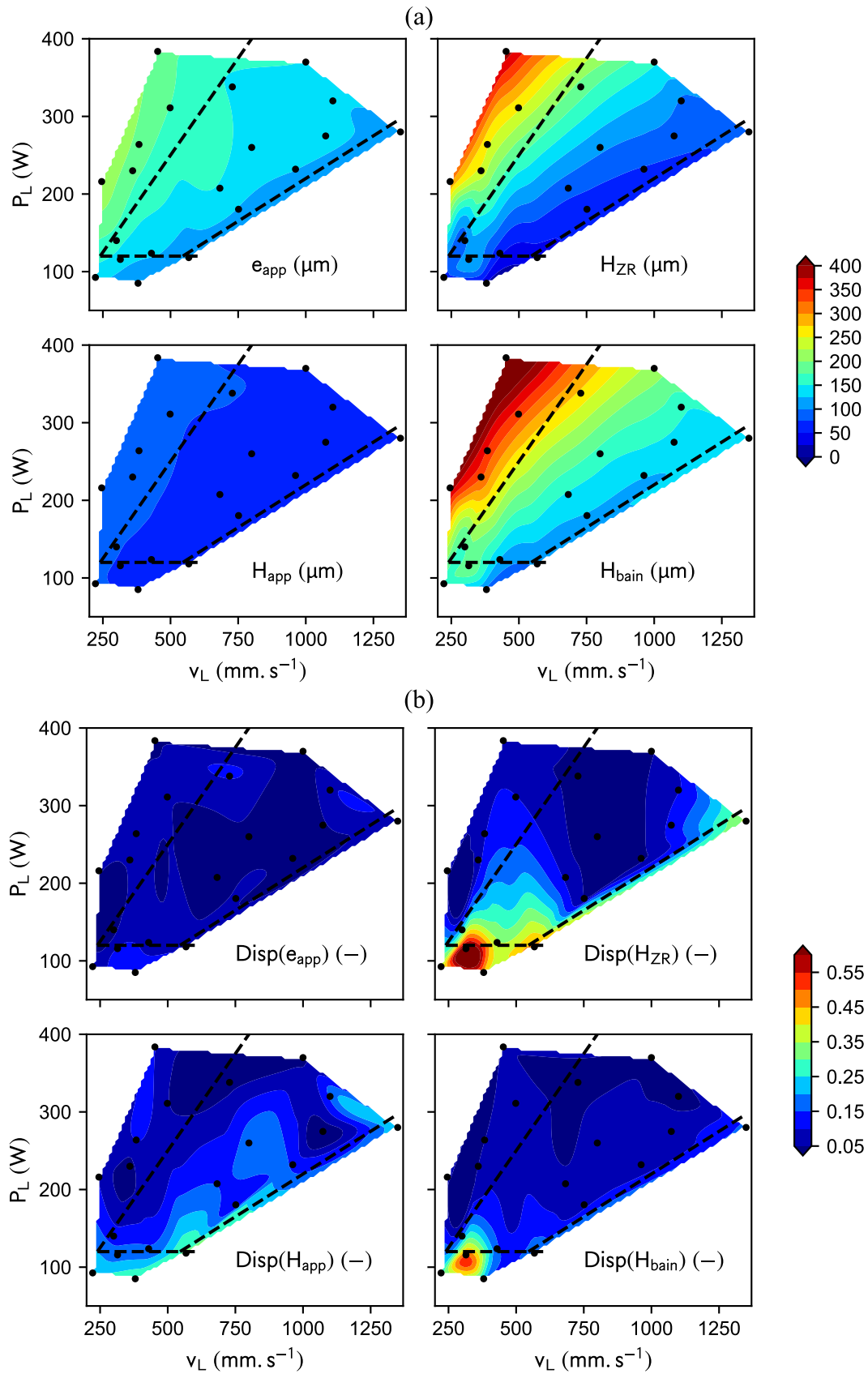


Figure 2.4 – Dimensions des bords de fusion en fonction de v_L et P_L : (a) dimensions moyennes et (b) dispersions, définies comme le rapport de l'écart type sur la moyenne. Les cartes de couleurs utilisent une interpolation cubique.

du bain de fusion est beaucoup plus affectée par la température de pointe du bain de fusion que par la quantité totale d'énergie incidente, en raison de la pression de recul. La conséquence de l'évolution de H_{ZR} en fonction de $P_L/\sqrt{v_L}$ est que H_{ZR} augmente avec une augmentation de la vitesse de balayage v_L à énergie linéique P_L/v_L constante. Cette augmentation est visible sur la figure 2.3, par exemple pour les bains de fusion avec $E_l \sim 0,3 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$. Au contraire, la largeur des bains de fusion ne semble pas évoluer en fonction de $P_L/\sqrt{v_L}$, mais est mieux décrite par l'énergie linéique incidente $E_l = P_L/v_L$. Cette dimension semble être moins liée à la température de pointe qu'à l'énergie incidente.

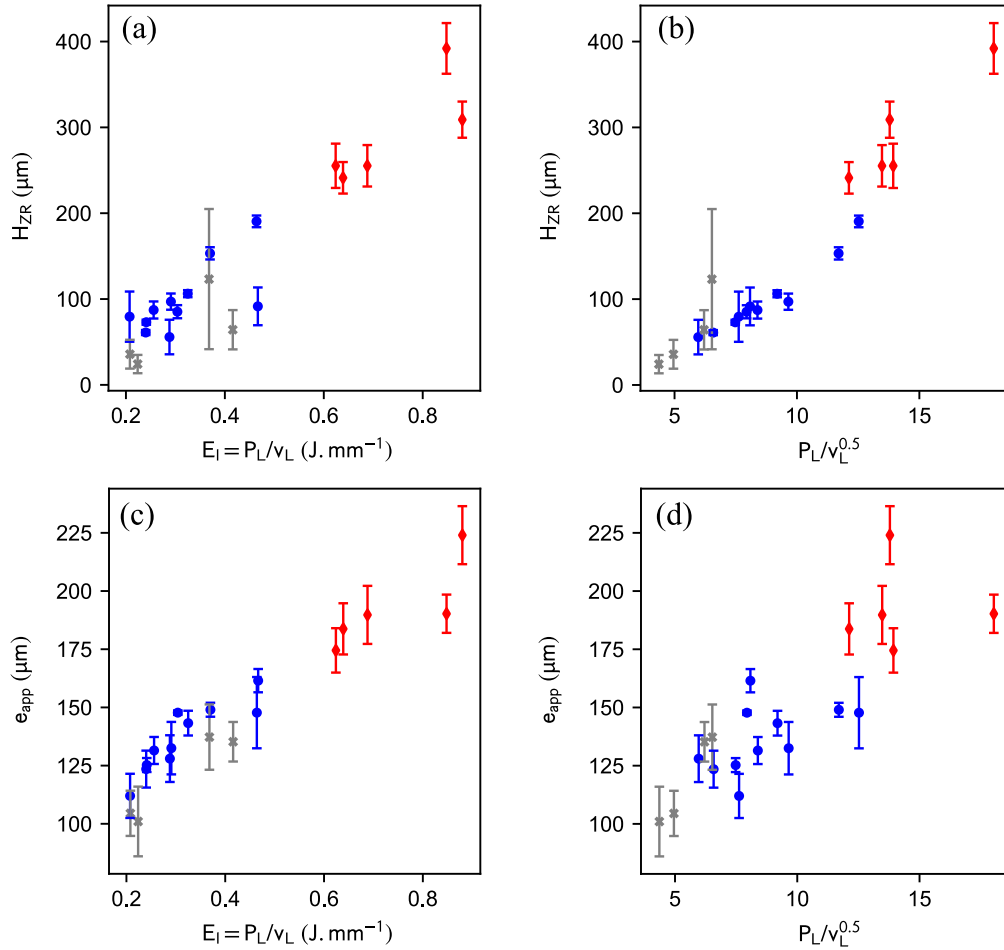


Figure 2.5 – Évolution de (a)-(b) la hauteur de la zone refondue H_{ZR} et (c)-(d) de la largeur de bain e_{app} en fonction de l'énergie linéique incidente P_L/v_L et de $P_L/v_L^{0,5}$. Les points rouges (♦) appartiennent au domaine de *keyhole* et les points gris (×) au domaine d'angle de contact élevé ($\theta > 90^\circ$). Les points bleus (●) sont associés au domaine de stabilité des cordons. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types des mesures.

Il est intéressant d'étudier également la section de la partie apparente du cordon S_{app} et la section totale de bain $S_{bain} = S_{app} + S_{ZR}$. Ces sections sont liées à la conservation de l'énergie et à la conservation de la masse pendant l'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre. En effet, S_{bain} est le volume de métal fondu par unité de longueur de cordon : cette section est donc une conséquence de la quantité d'énergie absorbée par le bain de fusion. La section S_{app} est le volume de poudre consolidée par unité de longueur de cordon. L'écriture du bilan de masse est donc utile à la compréhension de l'évolution de la forme des bains avec les paramètres de fabrication.

Bilan d'énergie

Considérons un bain de fusion de section transversale S_{bain} et de température moyenne T_{bain} . L'augmentation de l'enthalpie associée à la formation de ce bain vaut alors, par unité de longueur de cordon, $S_{bain}(\rho h(T_{bain}) - \rho h(T_0))$ (en $J \cdot mm$), où ρh est l'enthalpie volumique et T_0 la température ambiante. En supposant que la plus grande partie de l'énergie du faisceau est absorbée par le bain de fusion, la conservation de l'énergie s'écrit :

$$A(E_l - E_{l,min}) = S_{bain}(\rho h(T_{bain}) - \rho h(T_0)) \quad (2.1)$$

où $E_{l,min}$ est l'énergie linéique minimale pour créer un bain de fusion. Une telle relation de premier ordre peut être évaluée en traçant les valeurs expérimentales de S_{bain} en fonction de E_l (figure 2.6(a)). Il est visible que $E_{l,min}$ est proche de $0,05 J \cdot mm^{-1}$. Cependant, l'alignement des points n'est pas parfait et une différence significative de la section transversale du bain de fusion est observée pour des cordons ayant des valeurs similaires d'énergie linéique incidente. Une explication possible est que l'absorptivité A varie de manière significative avec les paramètres de fabrication, comme cela a été observé par exemple par Cunningham et al. (2019). Comme l'absorptivité A augmente avec la puissance du faisceau laser et diminue avec la vitesse de balayage et compte tenu des mesures réalisées par Trapp et al. (2017), nous proposons l'expression suivante dans la gamme des paramètres de fabrication étudiée : $A = C_1 \cdot (P_L^a v_L^b - C_2)^{1/2}$. En outre, nous proposons une approximation supplémentaire, selon laquelle la température moyenne du bain de fusion est constante au premier ordre. Sous ces hypothèses, la section S_{bain} devrait être proportionnelle à $(P_L^a v_L^b - C_2)^{1/2} \cdot (E_l - E_{l,min})$. La figure 2.6(b) montre qu'avec les valeurs $a = 0,2$, $b = -0,06$, $C_2 = 1,4$ et $E_l = 0,05 J \cdot mm^{-1}$, les points expérimentaux de S_{bain} s'alignent presque parfaitement. Cet alignement est d'autant plus intéressant que les vingt points expérimentaux appartiennent à des régimes différents et couvrent un large domaine des paramètres de fabrication. L'évolution de l'absorptivité suggérée ici sera discutée en section 2.2.2, grâce à la simulation numérique.

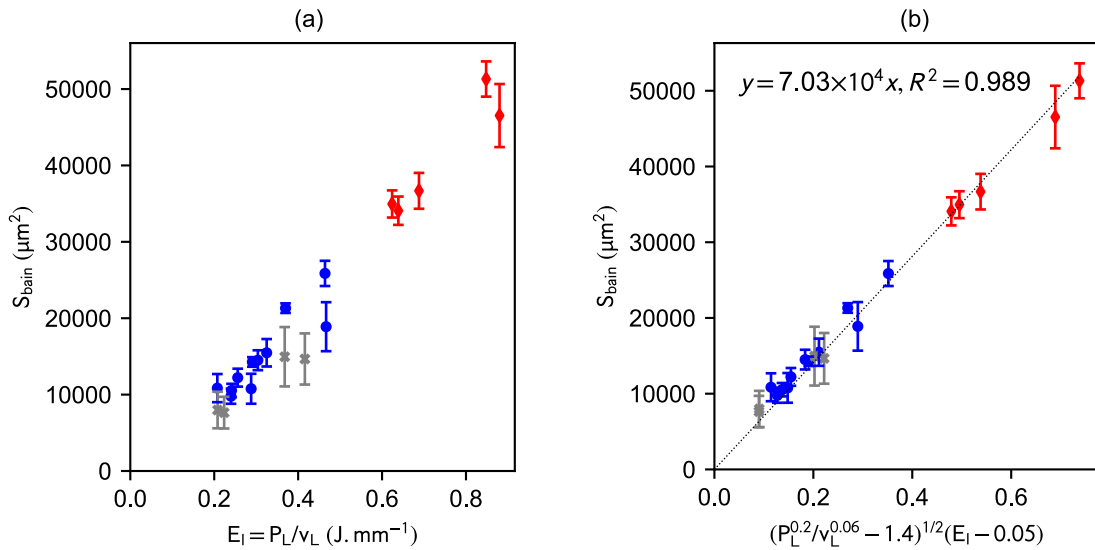


Figure 2.6 – Sections transversales expérimentales de bain de fusion S_{bain} vs deux fonctions des paramètres de fabrication, pour toutes les conditions expérimentales.

Bilan de masse

Lors de l'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre, la dynamique des particules de poudre est complexe. Bidare et al. (2018) ont utilisé un système d'imagerie à grande vitesse et de striescopia pour observer le panache de vapeur métallique (*vapor plume*) et le flux d'argon, ainsi que l'effet de ces flux gazeux sur les mouvements des particules de poudre. Ils ont mis en évidence que de nombreuses particules sont entraînées par le flux de gaz, certaines étant attirées vers le bain de fusion, tandis que d'autres sont emportées loin du bain de fusion. De plus, une partie du métal est éjectée lors de la fusion, sous forme d'éclaboussures (*spatters*). Ces transferts de masse ont une influence importante sur la quantité de métal consolidée dans le cordon.

Pour quantifier ces transferts de masse, nous nous sommes fondés sur des mesures de profilométrie sur un cordon, avec $P_L = 230$ W et $v_L = 960$ mm · s⁻¹ (appelé P_L230v_L960). Les environs du cordon ont été scannés avant et après le dépoufrage du substrat. La figure 2.7(a) montre le profil transversal de la hauteur du matériau au niveau de 4 sections différentes le long du cordon, avant et après dépoufrage du substrat. Pour chaque section, le profil est calculé en moyenne sur une longueur de 3 mm dans la direction du balayage, afin de réduire la dispersion.

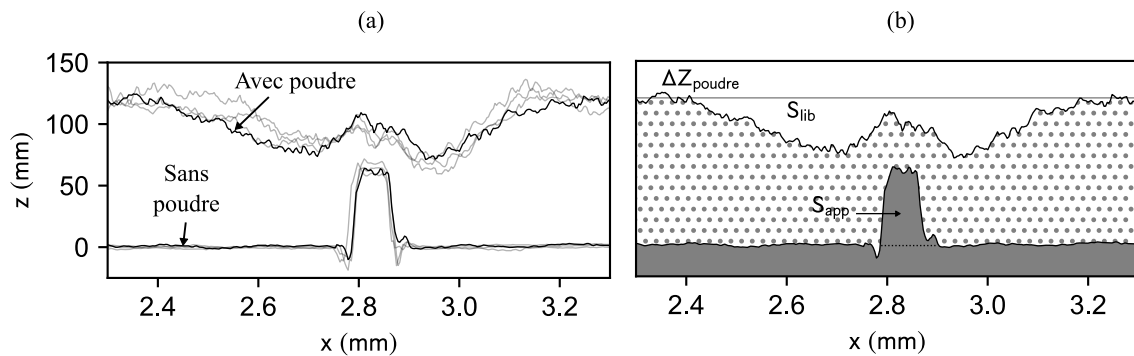


Figure 2.7 – Profil de la hauteur du matériau autour du cordon v_L960P_L230 avant et après dépoufrage du substrat : (a) profils au niveau de 4 sections transverses du cordon (b) identification des aires S_{app} et S_{lib} sur la première section.

Il apparaît que l'épaisseur initiale du lit de poudre de 120 μm a été modifiée pendant l'interaction avec le faisceau, en raison des éjections de matière et de la consolidation de la poudre par fusion. Aucune dénudation complète du substrat n'est observée des deux côtés du cordon, ce dernier étant toujours recouvert de poudre. L'absence de dénudation complète du substrat est conforme aux observations de Bidare et al.. Ils ont noté que la dénudation diminuait avec l'augmentation de la hauteur du lit de poudre. Pour une épaisseur de lit de poudre d'environ 120 μm , ils ont remarqué que les particules de poudre roulaient vers le cordon jusqu'à recouvrir tout le substrat. Dans le cas présent, la poudre a une bonne capacité d'écoulement et l'épaisseur du lit de poudre est significativement plus élevée que la hauteur du cordon. Par conséquent, le cordon est entièrement recouvert de poudre après l'interaction avec le faisceau.

Le volume de lit de poudre laissé vide après l'interaction avec le faisceau est appelé S_{lib} (figure 2.7(b)). Nous proposons d'examiner l'importance des éjections de matière en comparant S_{app} et S_{lib} . Les mesures sur les quatre profils transversaux donnent des valeurs moyennes $S_{app} = 4600$ μm^2 et $S_{lib} = 20\,300$ μm^2 . Supposons tout d'abord qu'il

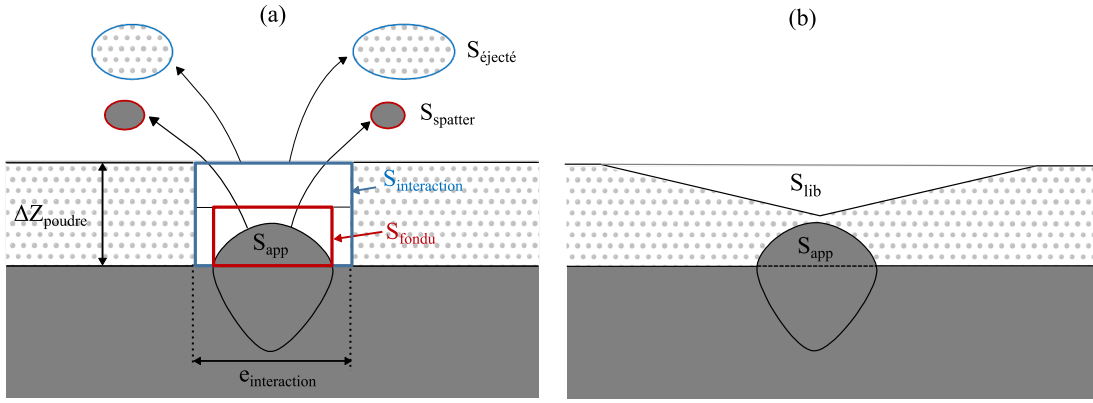


Figure 2.8 – Représentation schématique des transferts de masse : (a) pendant l'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre ; (b) lit de poudre après le déplacement et réarrangement de particules.

n'y ait pas d'éjection de matière, c'est-à-dire pas de particules de poudre éjectées ni d'éclaboussures. En régime permanent, ces deux sections sont liées par la porosité du lit de poudre p : $S_{app} = S_{lib}(1 - p)/p$ (cf. équation 2.4 dans le développement ci-dessous). Cela conduit à une porosité de $p = 0,82$, ce qui n'est pas possible, car cette valeur est nettement supérieure à la porosité de la poudre coulée ($p = 0,55$). En conséquence, il y a évidemment une perte de matière significative. Pour estimer la perte de matière, nous supposons une porosité du lit de poudre de 0,5. En réalité, la densité du lit de poudre est difficile à estimer car elle dépend de plusieurs paramètres comme des conditions d'étalement ou de la fluidité de la poudre. Néanmoins, le raisonnement est toujours valable avec une valeur de la porosité comprise entre $p = 0,4$ et $p = 0,6$. La sensibilité du résultat à ce paramètre sera calculée. La figure 2.8(a) représente le volume d'interaction $S_{interaction} = e_{interaction}\Delta Z_{poudre}$, défini comme le volume dans lequel les particules de poudre sont susceptibles d'être éjectées ou fondues. Les volumes de poudre éjectée et fondue sont respectivement notés $S_{éjecté}$ et S_{fendu} , comme indiqué sur la figure 2.8(a). La consolidation transforme le volume poreux de poudre S_{fendu} en un volume de matière dense $S_{fendu}(1 - p)$. Ce volume de matière dense est soit éjecté sous forme d'éclaboussures ($S_{spatter}$), soit mis à contribution pour la formation de la partie apparente du cordon (S_{app}) : $S_{fendu}(1 - p) = S_{app} + S_{spatter}$. Après balayage par le faisceau laser, un volume S_{lib} du lit de poudre est laissé vide. Le réarrangement du lit de poudre par roulement des particules est considéré comme iso-volumique sans modification de S_{lib} , comme le montre la figure 2.8(b). L'expression de S_{lib} est alors :

$$S_{lib} = S_{éjecté} + pS_{fendu} + S_{spatter} = S_{éjecté} + S_{fendu} - S_{app} \quad (2.2)$$

La fraction τ_{app} de matériau utile peut alors être calculée. Cette fraction est définie comme le rapport entre la quantité de matière consolidée, S_{app} , et la quantité de matière soit consolidée, soit perdue sous forme d'éjections de poudre, $(1 - p)S_{éjecté}$, soit perdue sous forme d'éclaboussures, $S_{spatter}$:

$$\tau_{app} = \frac{S_{app}}{S_{app} + S_{spatter} + (1 - p)S_{éjecté}} = \frac{S_{app}}{(1 - p)(S_{fendu} + S_{éjecté})} \quad (2.3)$$

La valeur de τ_{app} est comprise entre 0 et 1 : $\tau_{app} = 0$ correspond à une situation où aucun cordon ne se forme et $\tau_{app} = 1$ à une situation sans perte de matière par éjection de particules de poudre ou éclaboussure. En utilisant l'équation 2.3, nous obtenons :

$$\tau_{app} = \frac{S_{app}}{(1-p)(S_{app} + S_{lib})} \quad (2.4)$$

Une porosité de lit de poudre $p = 0,5$ donne une fraction de matériau utile $\tau_{app} = 0,37$. La fraction de métal consolidée dans le cordon après interaction avec le faisceau laser est donc assez faible. De plus, cette conclusion n'est pas affectée par les incertitudes sur p , car les valeurs de la porosité $p = 0,4$ et $p = 0,6$ donnent respectivement $\tau_{app} = 0,30$ et $\tau_{app} = 0,46$. Pour ce cordon, une quantité importante de métal est éjectée sous forme de particules de poudre ou d'éclaboussures. Ce résultat n'est pas surprenant, compte tenu de l'ampleur de la matière éjectée observée par Bidare et al. (2018). Comme les éjections de matière sont significatives, elles doivent être prises en compte dans une simulation numérique visant à prédire la forme des cordons.

2.2.2 Simulation numérique à l'échelle du bain

Dans le cadre de cette thèse, un travail de simulation numérique de la formation de cordons a été initié. En collaboration avec le Centre de Mise en Forme des Matériaux de Mines ParisTech, l'étude a démarré dans le cadre du mastère recherche de Mehdi Jebali (2018), puis a été poursuivie dans le cadre de la thèse d'Alexis Queva (2017-2021). L'objectif initial était la recherche d'un critère de fissuration à la solidification. Nous n'avons pas eu le temps d'atteindre cet objectif ambitieux dans le temps imparti, mais nous avons cependant pu reproduire numériquement la forme de cordons avec différents paramètres de fabrication. Les résultats sont décrits dans un article (Grange et al., sous presse)¹. S'ils ne sont pas repris de manière détaillée dans ce manuscrit, nous en donnons tout de même un aperçu.

Pour la simulation de la formation des cordons, le modèle développé par Queva et al. (2020) a été utilisé. C'est un modèle continu résolu par éléments finis, avec une formulation par *level set* des lois de conservation. La source de chaleur est modélisée selon l'équation 1.13 présentée au chapitre 1. Le lit de poudre est modélisé par un milieu continu de densité équivalente et d'une hauteur inférieure à la hauteur de poudre expérimentale, pour tenir compte des éjections de matière. Les principaux phénomènes thermohydrauliques en jeu dans la formation d'un cordon sont pris en compte. Les transferts thermiques par diffusion, convection et les changements de phase solide / liquide sont considérés, ainsi que la vaporisation. Les mouvements du métal liquide sont modélisés par l'équation de Navier-Stokes. Les forces surfaciques prises en compte sont la pression de recul, la tension de surface et les forces de Marangoni. Les détails du modèle peuvent être trouvés dans les article suivant : Queva et al. (2020), Grange et al. (sous presse).

Les calculs ont été effectués par Alexis Queva et le travail de corrélation numérique / expérimental a été réalisé par le groupe de travail. Une étape déterminante de la corrélation avec les expériences a été la calibration du coefficient d'absorption A . Pour calibrer ce coefficient, nous avons utilisé une hypothèse de linéarité entre le coefficient d'absorption A et la section de bain S_{bain} , résultant du bilan d'énergie approché (équation 2.1). Pour chaque cordon fabriqué, l'absorptivité a été calibrée pour que la section S_{bain} numérique corresponde à la section expérimentale. Cette calibration nous a permis de prédire précisément les différentes dimensions des cordons. La figure 2.9 compare les sections expérimentales et numériques pour les différents cordons simulés.

1. Le manuscrit de l'article est disponible sur www.researchgate.net.

Cette figure montre une prédiction satisfaisante de la forme transversale du bain pour différents régimes : des cordons peu pénétrants jusqu'aux cordons dans le régime de vaporisation.

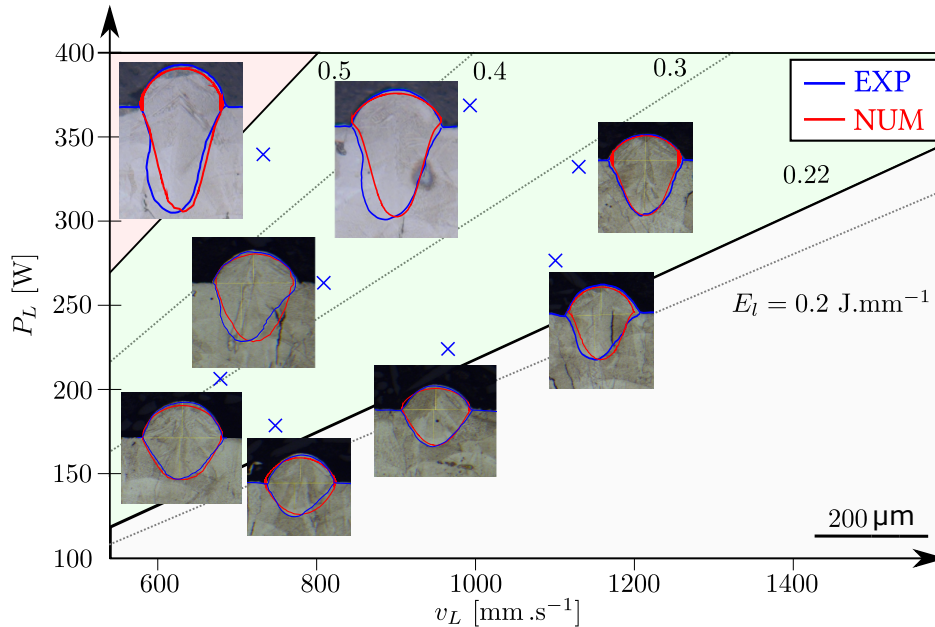


Figure 2.9 – Comparaison des formes de cordons expérimentales (bleu) et prédites par les simulations numériques (rouge).

La figure 2.10(a) montre la comparaison entre les observations expérimentales et les résultats numériques sur les vues en coupe transversale (côté droit) et les résultats de simulation sur une coupe longitudinale des cordons (côté gauche). La transition vers le régime de *keyhole* est visible au fur et à mesure que l'énergie linéique augmente. Le modèle démontre la capacité à simuler la dynamique de bains de fusion de formes diverses, avec une pénétration faible ou une pénétration importante. Pour des énergies linéiques élevées, la vaporisation plus importante induit une pression de recul plus élevée, d'où un creusement plus important de l'interface gaz / métal liquide. Nous pouvons également constater que les mouvements de Marangoni sont plus importants pour les énergies linéiques élevées.

La figure 2.10(b) présente les valeurs du coefficient d'absorption A obtenues par calibration des calculs. Les valeurs sont comparées à des mesures expérimentales réalisées par Trapp et al. (2017) avec un acier 316L. Il est important de noter que pour toutes les mesures rapportées par Trapp et al., la vitesse de balayage du laser a été fixée à $v_L = 1500 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Nous avons donc tracé les valeurs de l'absorptivité en fonction de l'énergie linéique $E_l = P_L/v_L$, afin de les comparer aux nôtres, impliquant des vitesses de balayage variées. En traçant A en fonction de l'énergie linéique E_l (figure 2.10(b)), nous observons une cohérence des valeurs de A : les valeurs obtenues par calibration des calculs — généralement obtenues pour une énergie E_l plus élevée — tendent à s'aligner dans la continuité des mesures de Trapp et al..

Néanmoins, les points noirs issus de la calibration ne sont pas bien alignés sur la figure 2.10(b), ce qui laisse penser que l'absorptivité n'est probablement pas une fonction de l'énergie linéique, mais plutôt une fonction plus complexe de P_L et v_L . En figure

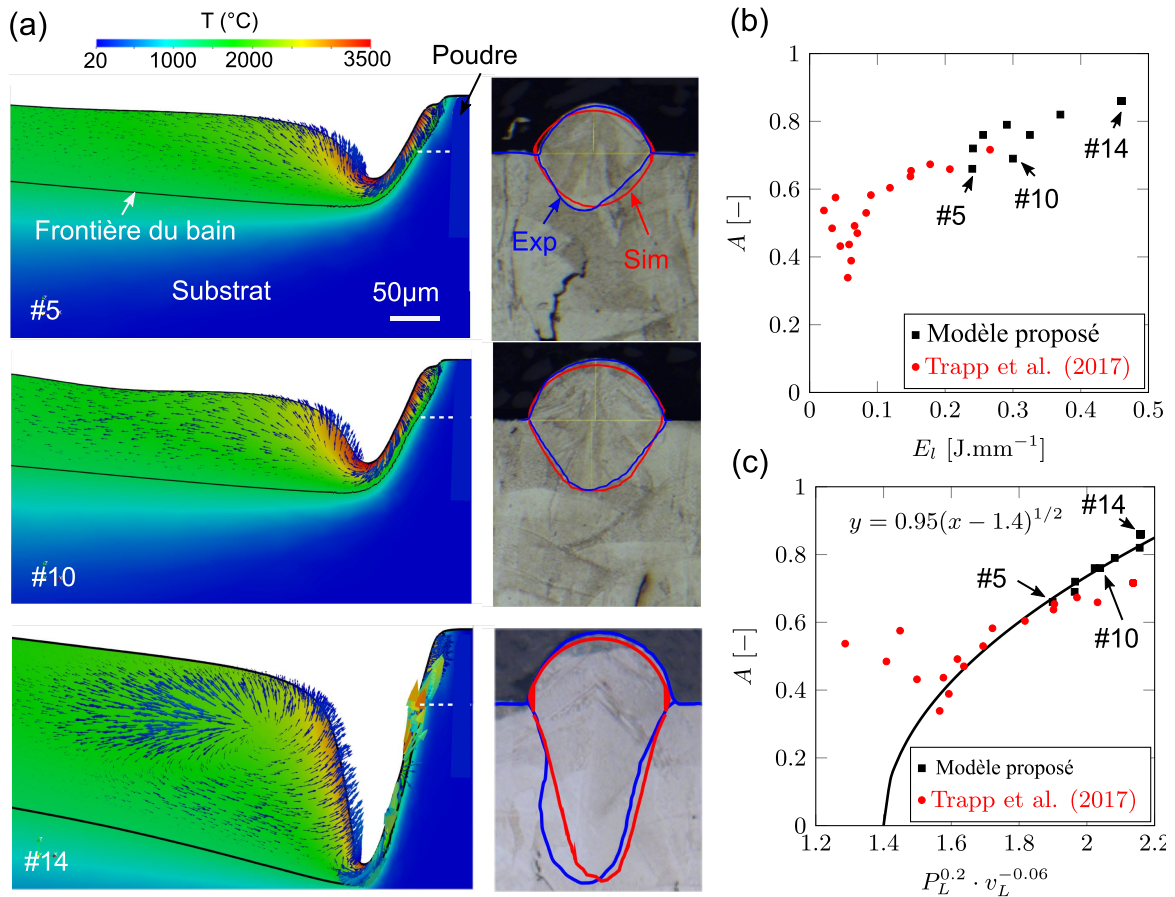


Figure 2.10 – Évolution de la forme du bain et du coefficient d’absorption A en fonction des paramètres de fabrication : (a) comparaison des sections numériques et expérimentales de bains avec une échelle identique (droite), champ de température prédit par la simulation sur une coupe longitudinale des bains (gauche) ; (b)-(c) comparaison du coefficient d’absorption A obtenu par calibration des calculs et du coefficient d’absorption mesuré par Trapp et al. (2017) pour un acier 316L ($v_L = 1500 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$). Les cordons #5, #10 et #14 correspondent respectivement aux paramètres $v_L 740 P_L 180$, $v_L 800 P_L 260$ et $v_L 730 P_L 340$.

2.6, une bonne description de l’évolution de S_{bain} a été obtenue avec une absorptivité de la forme $A = C_1 \cdot (P_L^a v_L^b - C_2)^{1/2}$. La figure 2.10(c) montre un graphique dans lequel A est tracé par rapport à $P_L^a v_L^b$ avec $a = 0,2$ et $b = -0,06$, tant pour les mesures de Trapp et al. que pour les valeurs calibrées actuelles. L’ensemble des points noirs sont maintenant presque parfaitement alignés et prolongent bien les valeurs de Trapp et al., ce qui démontre la pertinence de l’expression proposée pour A , dans le domaine des paramètres de fabrication utilisés. Cette expression suggère que la puissance du laser a probablement un effet plus important sur l’absorptivité que la vitesse de balayage. Ceci est cohérent avec une absorptivité dépendante du creusement du bain et donc de la température de pic (voir section 1.2.3).

La simulation numérique s’avère être une voie prometteuse pour comprendre les conditions de solidification. Une poursuite des travaux, avec l’ajout d’un modèle thermomécanique et la recherche de critères de formation des défauts sera certainement utile pour la mise en forme des superalliages difficilement soudables par LBM. Nous aurons l’occasion de revenir sur ce point ultérieurement dans le manuscrit, dans la suite du chapitre 2 ainsi qu’au chapitre 5.

2.2.3 Forme du bain lors de la réalisation de cubes

La forme des bains a également été observée dans les cubes, au niveau de la dernière couche de fabrication, selon le protocole décrit en section 2.1.2. D'une part, cette observation permet de relever la différence de forme des bains entre les cordons et les cubes et à étudier l'effet de l'écart vecteur e_V . D'autre part, nous utiliserons aux sections 2.3 à 2.5 la forme des bains de fusion pour comprendre les conditions d'apparition des microfissures.

Inspection visuelle des cubes

Suite à l'impression, les cubes ont été inspectés visuellement, afin d'avoir une première idée du bon déroulement de la fabrication. Cette étape a conduit à écarter certains cubes, dont nous n'avons pas jugé nécessaire l'analyse. Les cubes écartés et les cubes retenus sont indiqués en figure 2.11. Suite à l'analyse des cordons, nous n'avons pas jugé nécessaire d'observer tous les cubes situés dans le régime de *keyhole*, non propice à une santé de la matière satisfaisante. Un exemple de porosité rencontré dans le régime de *keyhole* pour le cube (1) est indiqué sur la figure 2.11. Cinq cubes dans ce régime ont tout de même été observés et sept ont été écartés. Pour d'autres cubes, la fabrication n'a pas pu s'effectuer correctement. Des irrégularités de la surface supérieure ont été observées sur les cubes indiqués par les chiffres (4) et (5). Ces irrégularités sont dues à une oscillation du bain de type *humping*, apparaissant à des vitesses de balayage élevées (cf. section 1.2.3). Pour le cube (5), la fabrication a dû être interrompue avant son terme, car l'amplitude des irrégularités devenait trop élevée et qu'elles risquaient d'abîmer le système de mise en couche (racleur en caoutchouc). Pour les 4 cubes indiqués par le chiffre (4), la fabrication a pu arriver à son terme, mais une ondulation de la surface supérieure est visible à l'œil nu (cf. figure). En comparaison, la surface supérieures des cubes (2) et (3) est régulière à l'œil nu. En raison de l'irrégularité de la surface supérieure des cubes (4), la hauteur de lit de poudre n'était pas constante pendant la fabrication. Nous n'avons donc pas jugé nécessaire d'analyser ces cubes. Au total, 12 cubes ont été écartés, tandis que 22 cubes ont été analysés. Parmi les cubes analysés, la forme du bain n'a pas pu être révélée pour certains, malgré des essais d'attaques chimiques variées. La forme du bain a pu être observée pour 17 cubes. Le détail des données sur les différents cubes figure en annexe A.2.

Observation qualitative des bains de fusion

La figure 2.12 compare la forme des bains pour les cordons et les cubes, positionnés sur l'axe des abscisses du diagramme en fonction de l'énergie linéique E_l . Selon l'axe des ordonnées, les bains sont classés par valeurs croissantes de l'écart vecteur e_V . Les cordons correspondent au cas d'un recouvrement $\tau_R = 0$ ($e_V = \infty$) et sont donc positionnés en haut. Pour les cubes, le taux de recouvrement τ_R est strictement positif : une portion de chaque bain est donc refondue par le cordon suivant. Pour les cubes, la ligne de base formée par la couche de fabrication précédente n'est pas visible, en raison de la refusion. La distinction de la partie apparente du cordon et de la zone refondue est donc moins aisée que pour les cordons. Nous savons en revanche que la hauteur de la partie apparente du cordon est égale, en régime permanent, à l'incrément d'abaissement du piston de fabrication ΔZ (aussi appelé épaisseur de couche) : $H_{app} = \Delta Z$. Par conséquent, la hauteur de la zone refondue $H_{ZR} = H_{bain} - H_{app}$ peut être relevée.

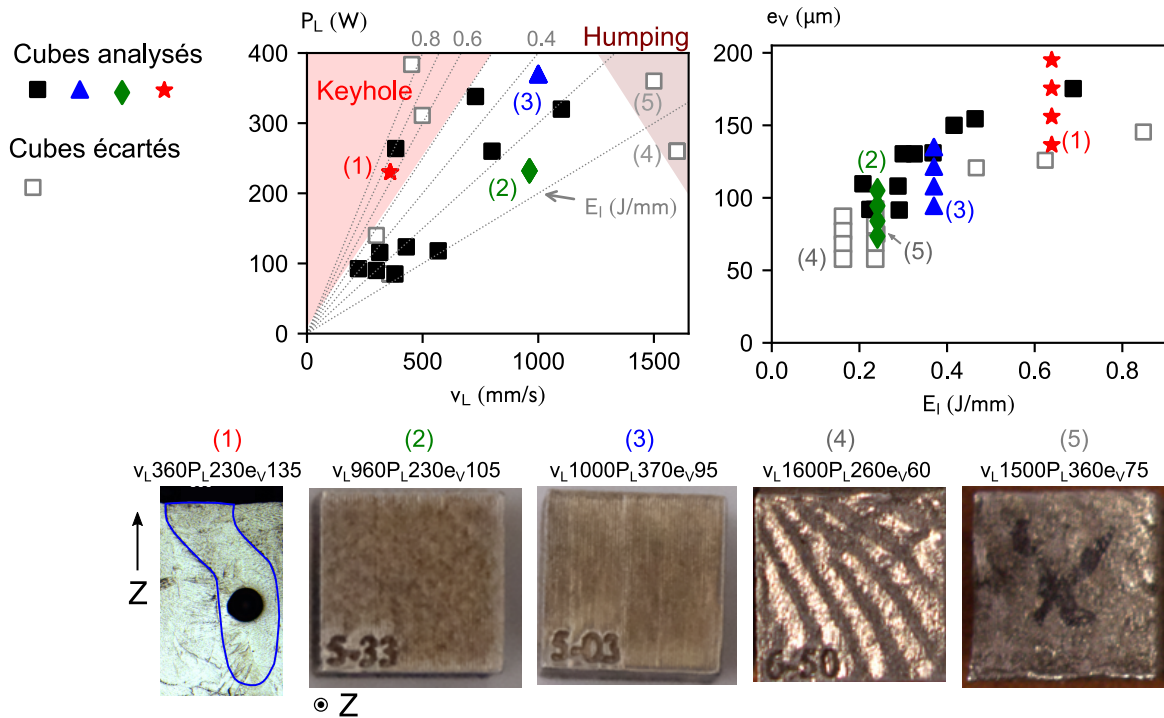


Figure 2.11 – Sélection des cubes à analyser suite à l’inspection visuelle après la fabrication. Les paramètres de fabrication des cubes écartés et des cubes retenus sont représentés dans un diagramme (v_L, P_L) et un diagramme (E_l, e_V) . L’indicatif (1) correspond à un cube dans le régime de *keyhole*. Les indicatifs (2) et (3) correspondent à des cubes dont la fabrication s’est déroulée correctement. Les indicatifs (4) et (5) correspondent à des cubes dont la fabrication a été altérée par le phénomène de *humping*.

La figure 2.12 permet de relever les différences qualitatives entre la forme des bains des cordons et celle des cubes. Les bains des cubes sont plus larges. À cause de la refusion, toute la largeur des bains n’est pas visible dans le cas des cubes, car une partie est refondue. Nous ne pouvons donc pas mesurer la largeur du bain entier, mais seulement la demi-largeur de gauche (voir le schéma en bas à gauche de la figure 2.12). Cette demi-largeur est plus élevée que celle du cordon avec les mêmes paramètres P_L et v_L . La demi-largeur de gauche est la seule partie du bain de fusion impactant la microstructure de la pièce, puisque la partie droite est refondue. L’autre différence concerne l’angle de contact θ : les bains sont plus *mouillants*² dans les cubes que dans les cordons. Pour l’énergie linéique $E_l = 0,21 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, le cordon a un angle de contact $\theta > 90^\circ$ alors que le bain du cube a un angle de contact $\theta < 90^\circ$. La diminution de l’angle de contact peut avoir différentes origines. D’abord, dans le cas des cubes, le bain s’appuie sur un autre bain précédemment formé sur la même couche de fabrication. Ensuite, la quantité de matière consolidée est inférieure, à cause de la dénudation du lit de poudre résultant du bain précédent. Enfin, le bain de fusion repose sur un substrat plus chaud lors de la réalisation d’un cube. La diminution de l’angle de contact θ améliore la stabilité du bain de fusion. Elle a donc une conséquence pratique sur la recherche de paramètres de fabrication convenables : certains paramètres de fabrication ne permettant pas de fabriquer des cordons stables peuvent néanmoins être utilisés pour la fabrication de pièces tridimensionnelles avec des bains de fusion stables. Pour cette raison, la fenêtre de fabrication ne peut pas être déduite de l’étude seule de cordons.

2. Ce terme illustratif est utilisé par analogie avec le mouillage d’une goutte sur un substrat.

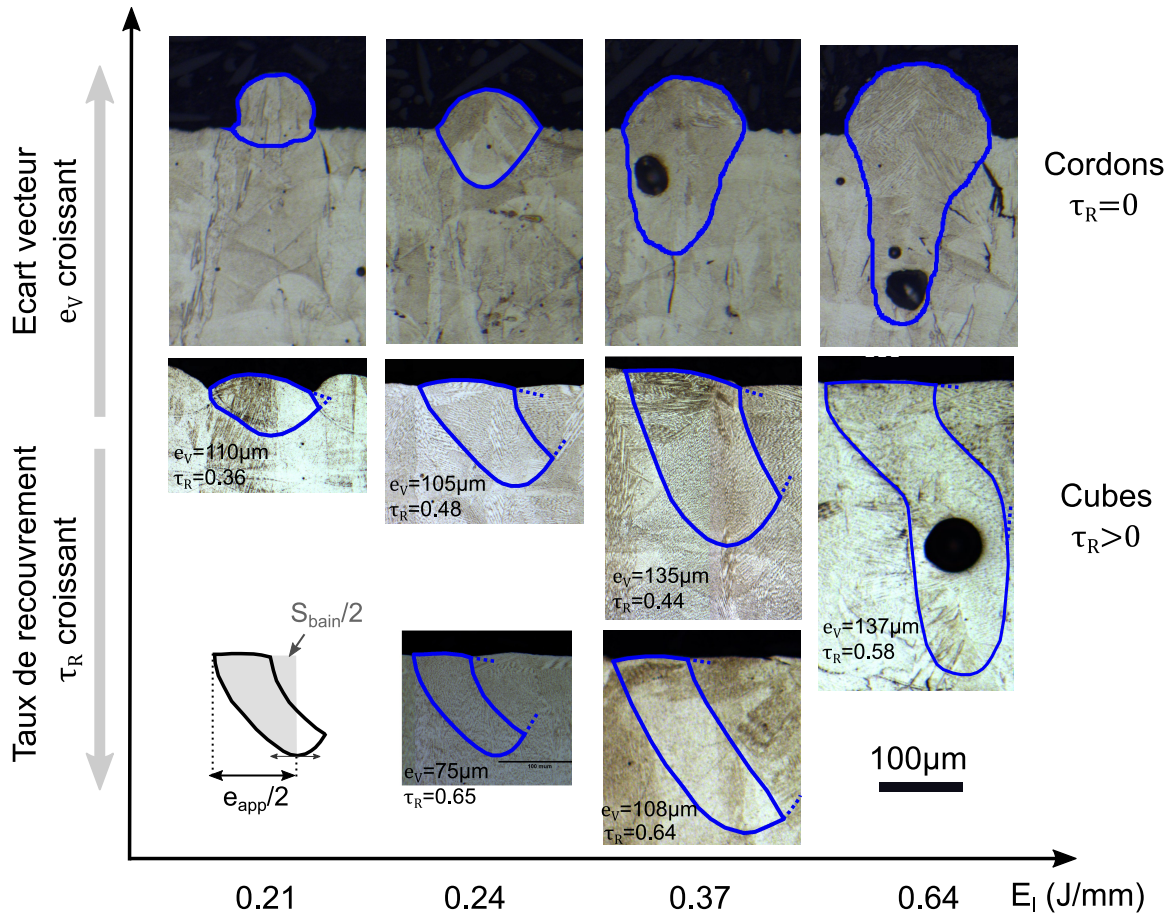


Figure 2.12 – Comparaison des sections transverses de bains de fusion pour des cordons et pour des cubes : quatre valeurs de l'énergie linéique sont présentées. Les bains sont classés par valeur croissante de l'écart vecteur e_V selon l'ordonnée du graphique : les cordons correspondent à un taux de recouvrement $\tau_R = 0$ ($e_V = \infty$) et les bains des cubes à un taux de recouvrement $\tau_R > 0$ ($e_V < e_{app}$). Pour les cubes, les valeurs de l'écart vecteur et du taux de recouvrement sont indiquées en bas de l'image, pour chaque condition.

Parmi les bains de fusion des cubes, nous pouvons apprécier l'effet du taux de recouvrement. Pour un taux de recouvrement $\tau_R = 0,45$, seule une partie à droite du bain est refondue par le bain suivant. Pour un taux de recouvrement $\tau_R = 0,65$, une majeure partie du bain est refondue. L'orientation moyenne du gradient thermique est ainsi modifiée, ce qui peut avoir un impact sur la structure de grains, comme cela a été évoqué lors de la revue de littérature (section 1.2.5) et comme cela sera montré en section 2.5.3.

Dimensions des bains de fusion

Les dimensions des bains des cubes ont été mesurées sur 10 bains adjacents, au centre de la dernière couche de fabrication. Pour la mesure de la largeur, nous avons utilisé la demi-largeur du bain non refondue. Pour la hauteur de la zone refondue, la formule $H_{ZR} = H_{bain} - \Delta Z$ a été utilisée. La figure 2.13 montre l'évolution de e_{app} (respectivement H_{ZR}) en fonction de l'énergie linéique $E_l = P_L/v_L$ (respectivement $P_L/\sqrt{v_L}$) et de l'écart vecteur e_V . Outre l'augmentation bien connue de la taille des bains avec l'énergie linéique, il est visible que la taille des bains peut varier avec l'écart vecteur. Pour une énergie linéique de $0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, les dimensions des bains

varient peu en fonction de l'écart vecteur. Pour les énergies linéiques de $0,37 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ et $0,64 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, la taille évolue significativement en fonction de l'écart vecteur, mais cette évolution ne semble pas monotone. Une diminution de l'écart vecteur e_V implique un plus grand apport d'énergie dans la pièce par volume de matière consolidée (définie en section 1.2.3) : $E_{vol} = P_L / (v_L \Delta Z e_V)$ augmente. Un apport supérieur d'énergie peut induire un chauffage de la pièce et donc une augmentation de la taille des bains. La diminution de l'écart vecteur modifie également la zone du lit de poudre irradiée. Si l'écart vecteur est trop faible, le laser irradie principalement la zone dénudée, avec pour conséquence une partie apparente du cordon moins volumineuse. Ainsi, l'influence de l'écart vecteur sur la taille de bain semble complexe à appréhender sans essais supplémentaires.

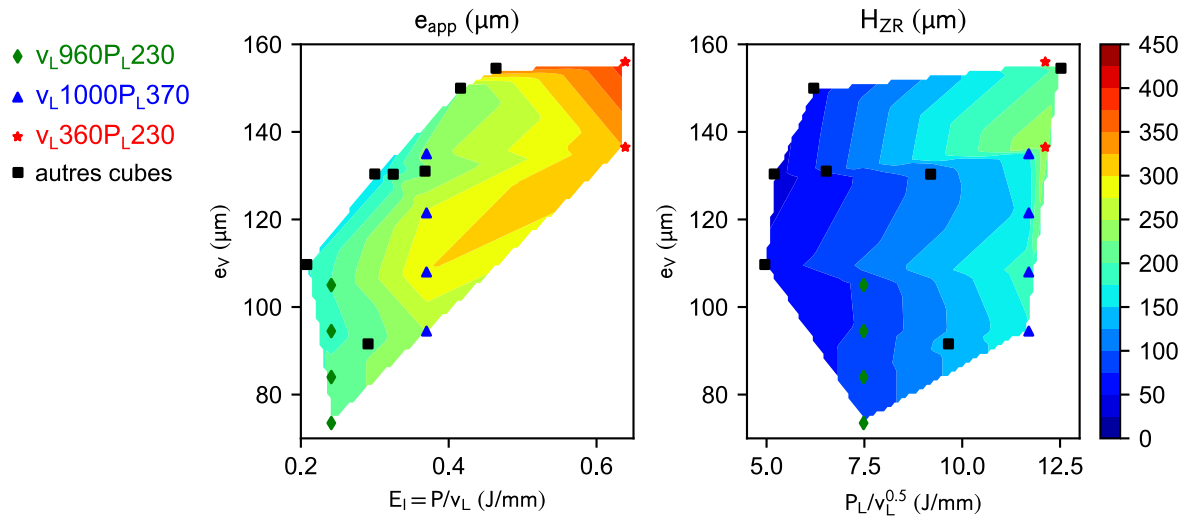


Figure 2.13 – Évolution de la largeur de bain e_{app} et la hauteur de zone refondue H_{ZR} en fonction de l'énergie linéique E_l et de l'écart vecteur e_V .

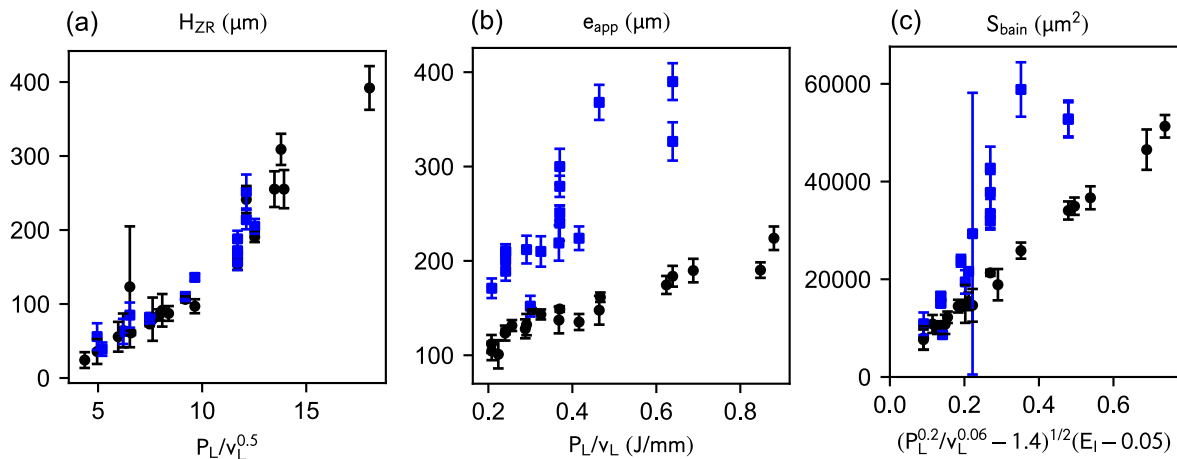


Figure 2.14 – Comparaison des caractéristiques géométriques des bains entre les cordons (●) et les cubes (■) : hauteur de la zone refondue H_{ZR} , (b) largeur de bain e_{app} , section transversale de bain S_{bain} .

La figure 2.14 compare les dimensions caractéristiques des bains pour les cordons et les cubes. La figure 2.14(a) montre que la hauteur de la zone refondue H_{ZR} est similaire dans le cas des cordons et des cubes. La figure 2.14(b) confirme un élargissement significatif des bains des cubes par rapport à ceux des cordons, d'un facteur 2 environ.

En conséquence de l'élargissement des bains, la section de bain S_{bain} est plus élevée dans le cas des cubes. Nous rappelons que cette estimation se fonde seulement sur la partie gauche des bains de fusion dans les cubes. Par conséquent, la section S_{bain} néglige l'asymétrie très probable des bains de fusion dans les cubes. Cette section ne peut donc pas être utilisée dans un bilan d'énergie, comme celui réalisé en section 2.2.1. Un des cubes présente une dispersion très élevée de la section de bain. Il s'agit du cube $v_L 223 P_L 93 e_V 150$ se situant dans le domaine de *keyhole* à basse vitesse (cf. section 2.2.1), dans lequel la profondeur du bain est très irrégulière.

2.3 Caractérisation de la fissuration

Après avoir décrit l'effet des paramètres de fabrication sur les bains de fusion, nous nous intéressons aux microfissures. Elles sont d'abord caractérisées afin de confirmer leur nature. Nous étudions ensuite les conditions de leur apparition.

2.3.1 Nature des fissures

La figure 2.15(a) présente la structure de grains du cube $v_L 960 P_L 230 e_V 105$. La cartographie a été réalisée près de la surface supérieure du cube, au centre de la dernière couche de fabrication, selon le protocole précédemment décrit. Des microfissures intergranulaires sont visibles sur la cartographie : elles sont verticales et ont une taille de l'ordre de $100\ \mu\text{m}$. Cinq microfissures ont été identifiées sur ce cliché, même s'il est difficile d'être formel avec une observation en coupe.

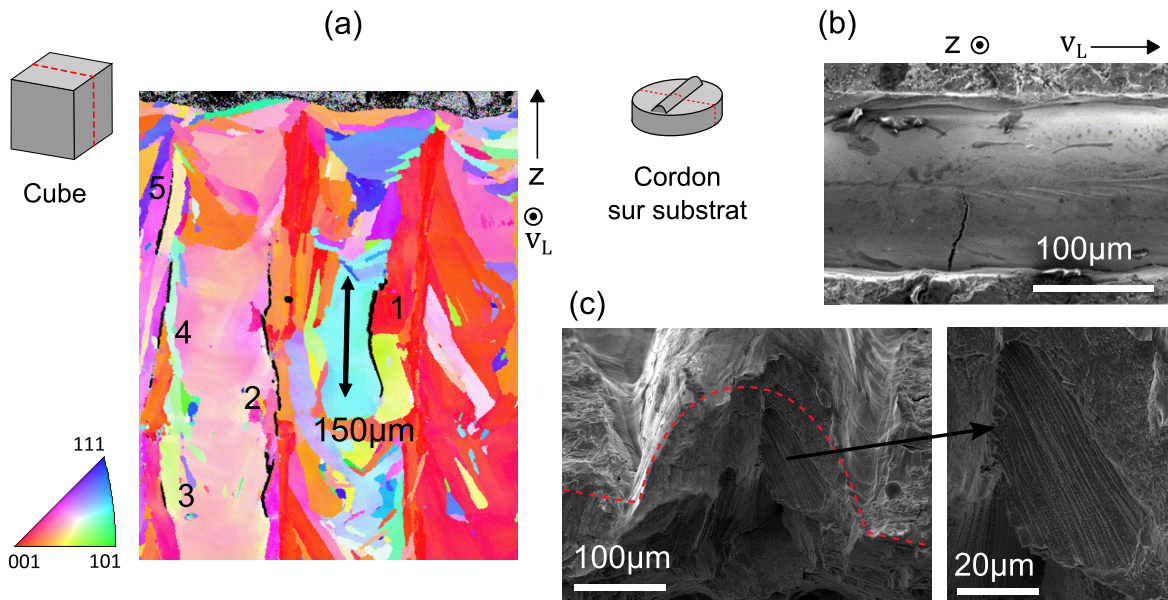


Figure 2.15 – Observation des microfissures dans un cube et un cordon avec les paramètres $v_L 960 P_L 230 e_V 105$: (a) microfissures verticales localisées au niveau des joints du cube, (b) microfissure transverse débouchante dans le cordon, (c) microfissure transverse non débouchante dans le cordon, avec un faciès typique d'une fissuration à la solidification.

Des microfissures ont également été observées dans le cordon réalisé avec les mêmes paramètres de fabrication. La figure 2.15(b) montre une fissure débouchante d'orientation transverse, c'est-à-dire perpendiculaire à la direction de balayage. La direction transverse des microfissures est conforme aux observations de Cloots et al. (2016b).

Nous aurons ultérieurement une confirmation supplémentaire de la direction transverse des fissures (figure 2.29). La figure 2.15(c) montre une autre microfissure non débouchante dans ce même cordon. La fissure a été révélée en pliant jusqu'à rupture le substrat sur lequel reposait le cordon. Sur la surface de rupture du cordon, une partie du faciès laisse apparaître la microstructure dendritique. C'est un signe de fissuration à la solidification, avec la présence de liquide résiduel dans l'espace interdendritique lorsque la rupture a eu lieu (cf. chapitre 1). À la différence du cube, la matière constituant le cordon a subi une histoire thermique simple, avec une fusion et un refroidissement unique sans réchauffage ultérieur. L'absence de réchauffage exclut la possibilité d'une fissuration par liquation et donne donc une confirmation supplémentaire que la fissuration intervient lors de la solidification.

La figure 2.16 présente la surface de rupture d'une microfissure dans le cube $v_L960 P_L230 e_V105$. Le faciès a été rendu accessible par pliage jusqu'à rupture d'une lame prélevée dans le cube. La structure dendritique est à nouveau bien visible sur la surface de rupture, dans la zone A. Les bras primaires de dendrites ont un espacement de l'ordre du micromètre, tandis que les bras secondaires sont très peu développés. La vitesse de solidification rapide explique cette microstructure très fine, avec une solidification proche d'une croissance cellulaire.

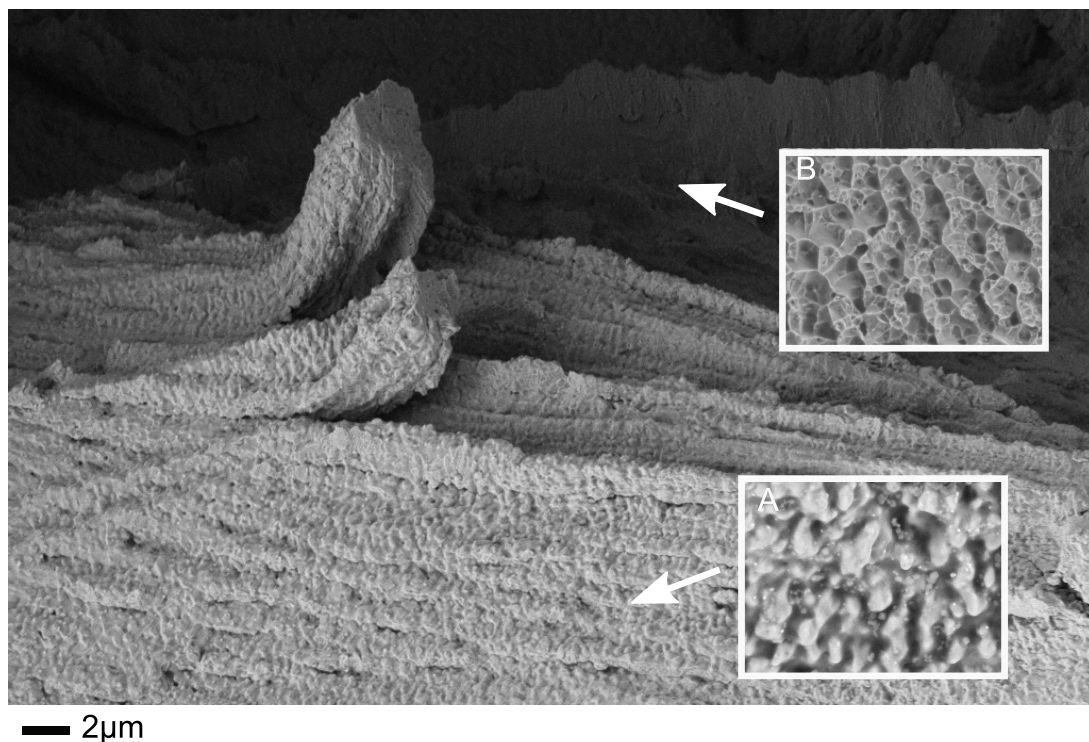


Figure 2.16 – Faciès de rupture révélé par flexion d'une lame du cube $v_L960 P_L230 e_V105$: la surface de rupture au niveau de la zone agrandie A laisse apparaître la structure dendritique, indiquant une fissuration à la solidification. La surface de rupture de la zone B présente des cupules, typiques d'une rupture ductile à l'état solide. Cette zone correspond à la propagation des fissures lors du pliage de l'éprouvette.

De très fins interstices sont visibles à de multiples endroits entre les bras de dendrites primaires. Les interstices ont une largeur nanométrique et entraînent une mauvaise cohésion aux interfaces. Cette nanoporosité est le signe d'une mauvaise alimentation de l'espace interdendritique en métal liquide à la fin de la solidification. Elle est l'équi-

valent de la microporosité rencontrée en fonderie, avec une échelle bien inférieure, en raison de la finesse des bras de dendrites. Comme mentionné lors de la revue de littérature, la mauvaise alimentation de l'espace interdendritique en métal liquide est l'une des caractéristiques principales d'une fissuration à la solidification. À d'autres endroits, le faciès de rupture comporte des cupules de ductilité, comme en zone B. Nous interprétons ces zones comme la propagation à l'état solide des microfissures, lors de la rupture par pliage après la fabrication.

2.3.2 Mécanisme de propagation, taille et orientation

La figure 2.17 présente les bains de fusion du cube $v_L 1000 P_L 370 e V 135$, observables au microscope optique après l'attaque chimique. Ce cube a été choisi car le motif de fabrication est particulièrement bien visible. En raison de la rotation de 90° du vecteur de vitesse de balayage \vec{v}_L entre deux couches de fabrication, la section médiane du cube montre des sections transversales des bains de fusion dans une couche et des sections longitudinales dans la couche suivante. Une fissure est visible : elle s'amorce dans une couche, transversalement à un bain de fusion³, puis se propage dans plusieurs couches supérieures. Après 6 couches de fabrication, la propagation s'arrête. L'arrêt de la propagation peut potentiellement s'expliquer par un niveau de contraintes localement plus faible, ou par une discontinuité d'un joint de grains.

La propagation dans plusieurs couches de fabrication successives explique la taille caractéristique des fissures. La figure 2.17(b) présente un histogramme de la longueur apparente des fissures recensées dans ce cube. La majorité des fissures ont une taille comprise entre 1 et 4 épaisseurs de couche. La fissure présentée en figure 2.17(a) est l'une des plus grandes de ce cube, avec une longueur supérieure à 5 épaisseurs de couche. Un histogramme des orientations des fissures est également présenté. Les fissures ont une orientation privilégiée dans la direction de fabrication, qui correspond à l'orientation privilégiée de la structure de grains (voir section 2.5.3). Des images complémentaires des microfissures figurent en annexe A.3.

2.3.3 Absence de liquation

Dans les présents travaux de thèse, nous n'avons pas identifié de liquation du matériau. Seule une trace minime de liquation a été observée sur le René 77. La figure 2.18 montre un bain de fusion au sein d'un cube en René 77. Les espaces interdendritiques sont visibles en raison des carbures MC qui s'y logent. Des carbures MC ont également été observés à la frontière du bain de fusion. Sous la frontière du bain de fusion, un joint de grain semble avoir fondu sur une longueur de 600 nm. La zone juste en dessous du bain de fusion est celle où le matériau a été réchauffé le plus rapidement. Il est donc possible que le joint de grain, enrichi en éléments d'alliage, ait fondu à cet endroit. Néanmoins, cette trace de liquation est minime. Comment expliquer l'absence de liquation significative en LBM ?

Dans le cas du soudage, la liquation intervient dans la zone affectée thermiquement (ZAT), lors du chauffage rapide de phases apparues lors du traitement thermique, avant le soudage. Dans le cas du procédé EBM, une liquation significative a été observée par

3. En effet, la fissure est perpendiculaire au plan de coupe et s'amorce dans un cordon avec une direction de balayage parallèle au plan de coupe.

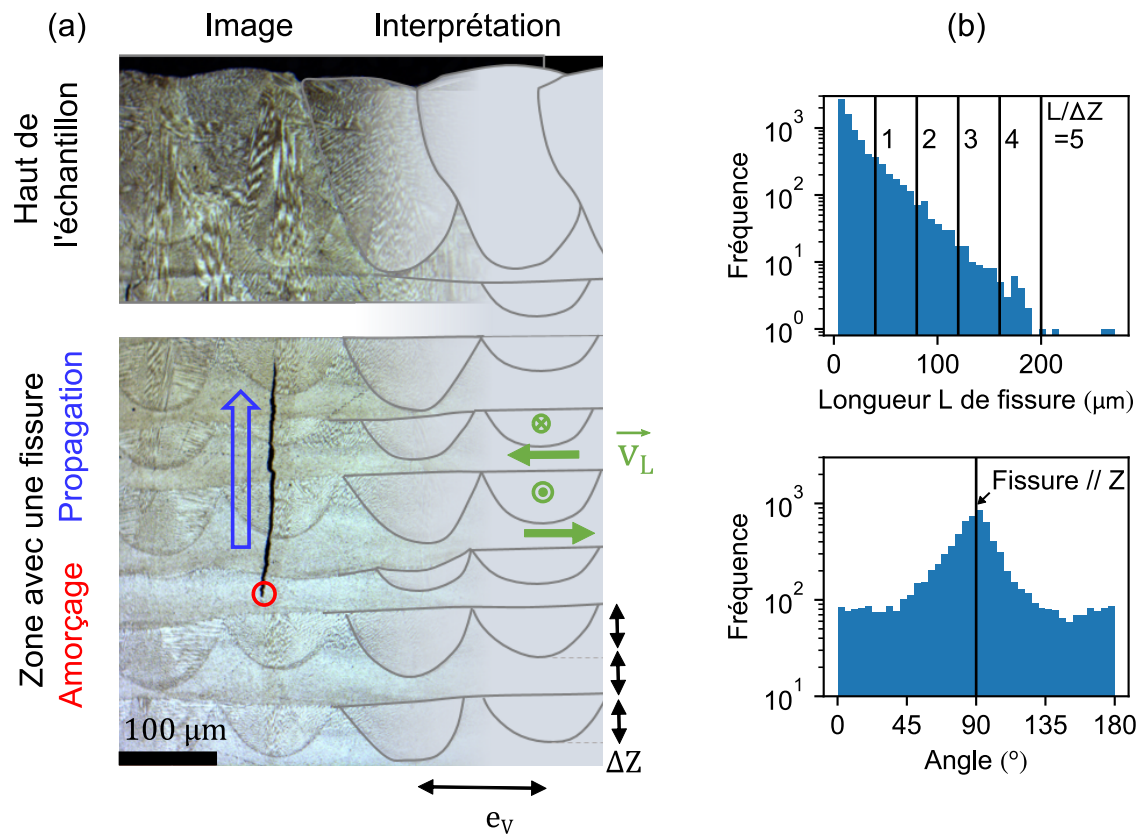


Figure 2.17 – (a) Amorçage et propagation d’une fissure dans différentes couches de fabrication du cube $v_L1000P_L370e_V135$. L’attaque chimique révèle la position de la fissure par rapport à celle des bains de fusion. (b) Distribution de taille et d’orientation des fissures.

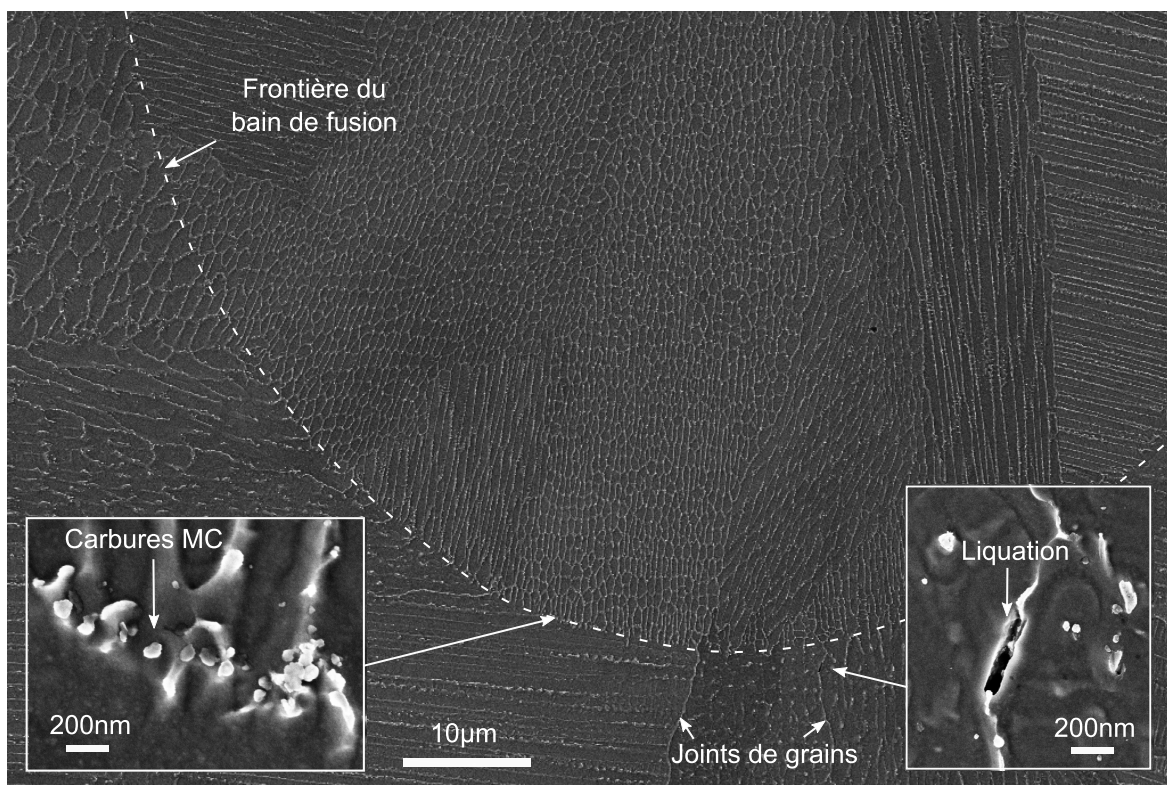


Figure 2.18 – Microstructure au voisinage de la frontière d’un bain de fusion du cube $v_L960P_L230e_V105$ en René 77, observée au microscope électronique à balayage (détecteur d’électrons secondaires In-Lens).

Chauvet et al. (2018), voire en section 1.3.1. Dans ce procédé, le maintien à haute température de la pièce favorise la liquation. D'une part, ce maintien à haute température favorise la croissance de phases à bas point de fusion, comme lors du traitement thermique. D'autre part, le maintien de la pièce à température élevée accentue les cycles de chauffage lors de la fabrication.

Dans le cas du procédé LBM, le refroidissement du matériau est très rapide et la pièce n'est pas maintenue à haute température. En conséquence, les phases à bas point de fusion comme les borures ont une très petite taille. Ces phases sont donc moins sensibles à une liquation lors d'un chauffage rapide. Comme la pièce n'est pas préchauffée, l'ampleur des cycles de réchauffage est limitée par rapport au procédé EBM. Si une présence de liquation n'est pas exclue, par exemple sur des structures très fines, il est compréhensible que ce mode de fissuration ne soit pas prédominant avec le procédé LBM.

2.4 Lien entre la forme du bain de fusion et l'occurrence des défauts

Dans les sections précédentes, nous avons décrit le protocole de quantification des défauts. Nous avons également confirmé la nature des microfissures. Cette section décrit le lien entre les paramètres de fabrication et l'intensité de la fissuration. Dans l'objectif d'identifier des conditions de fabrication d'un matériau sain, la porosité est également considérée, ainsi que son lien avec les paramètres de fabrication.

2.4.1 Observations qualitatives

Les figures 2.19 et 2.20 présentent les défauts visibles au microscope optique Keyence sur les sections médianes de 6 cubes. La figure 2.19(a) correspond au cube $v_L960P_L230e_V105$, utilisé pour la caractérisation des fissures. Pour ce cube, la densité de fissures est de $D_{fiss} = 1,28 \text{ mm/mm}^2$. Qualitativement, la densité de fissures semble relativement homogène entre le centre du cube et les bords. Certaines fissures apparaissent rectilignes, comme celle indiquée par une étoile (*); d'autres ont une forme sinueuse (**). Il s'agit vraisemblablement de la même forme de fissure, avec un plan d'observation tantôt perpendiculaire à la surface de fissure, tantôt parallèle. Nous rappelons que les fissures sont transverses à la direction de balayage et donc soit parallèles, soit perpendiculaires au plan de coupe. La figure 2.19(b) correspond à la même puissance et la même vitesse de balayage que la figure 2.19(a), avec un écart vecteur inférieur ($v_L960P_L230e_V75$). Ce cube présente des fissures en plus petit nombre, principalement dans la partie basse ainsi que les bords latéraux. La densité de fissures est seulement de $D_{fiss} = 0,45 \text{ mm/mm}^2$, soit deux fois moins que le cube précédent.

Le cube $v_L360P_L230e_V195$ (figure 2.19(c)) est le plus fissuré des cubes analysés, avec une densité $D_{fiss} = 3,42 \text{ mm/mm}^2$. Il présente également de nombreux pores ronds caractéristiques du régime de vaporisation (*keyhole*), en particulier dans la partie haute du cube. Ces pores sont dus à l'énergie linéique élevée $E_l = 0,64 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ utilisée pour la fabrication.

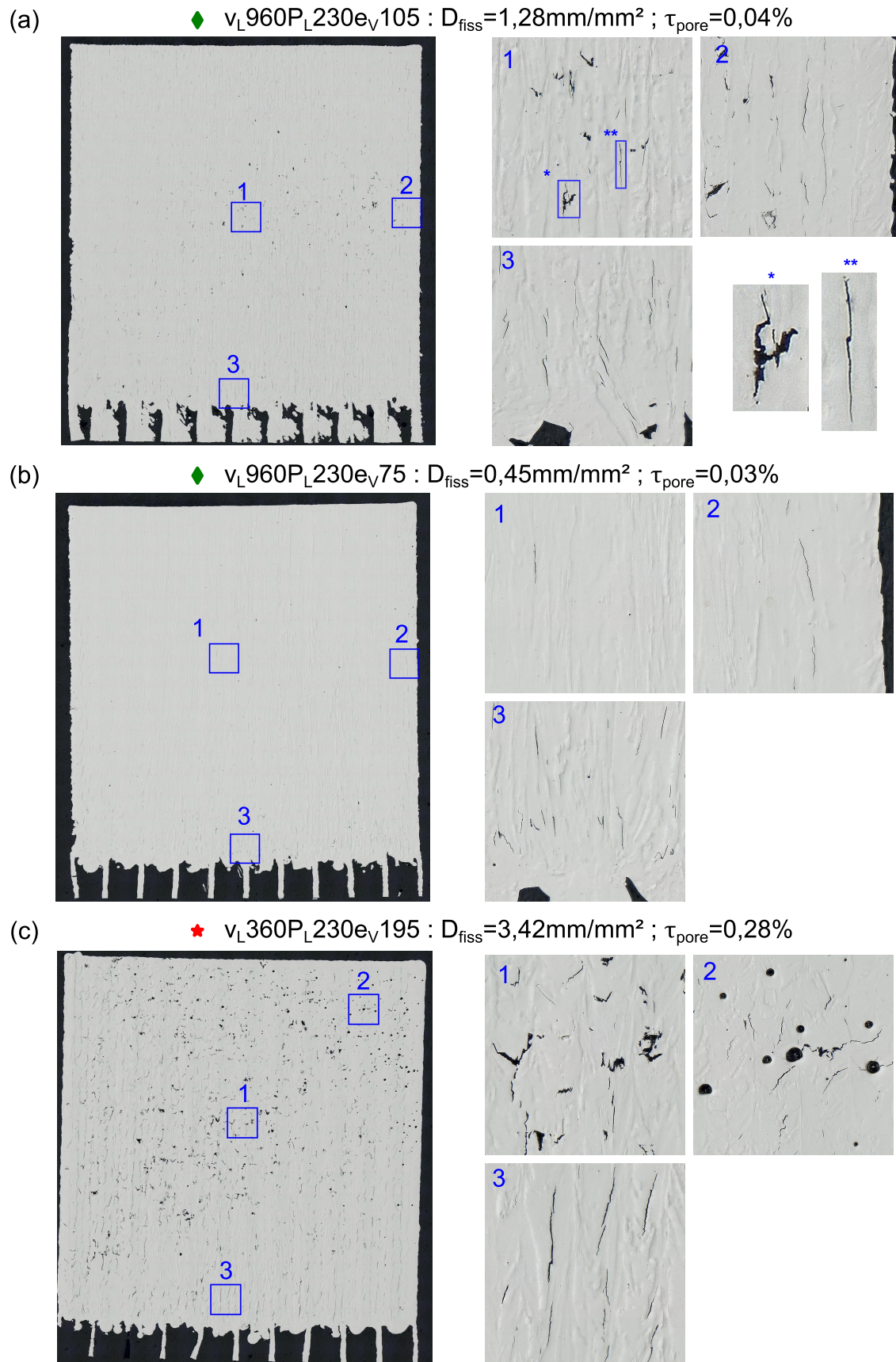


Figure 2.19 – Coupes médianes de cubes observées au microscope optique Keyence (1/2). Les symboles \blacklozenge et \blackstar correspondent aux symboles utilisés en figure 2.1.

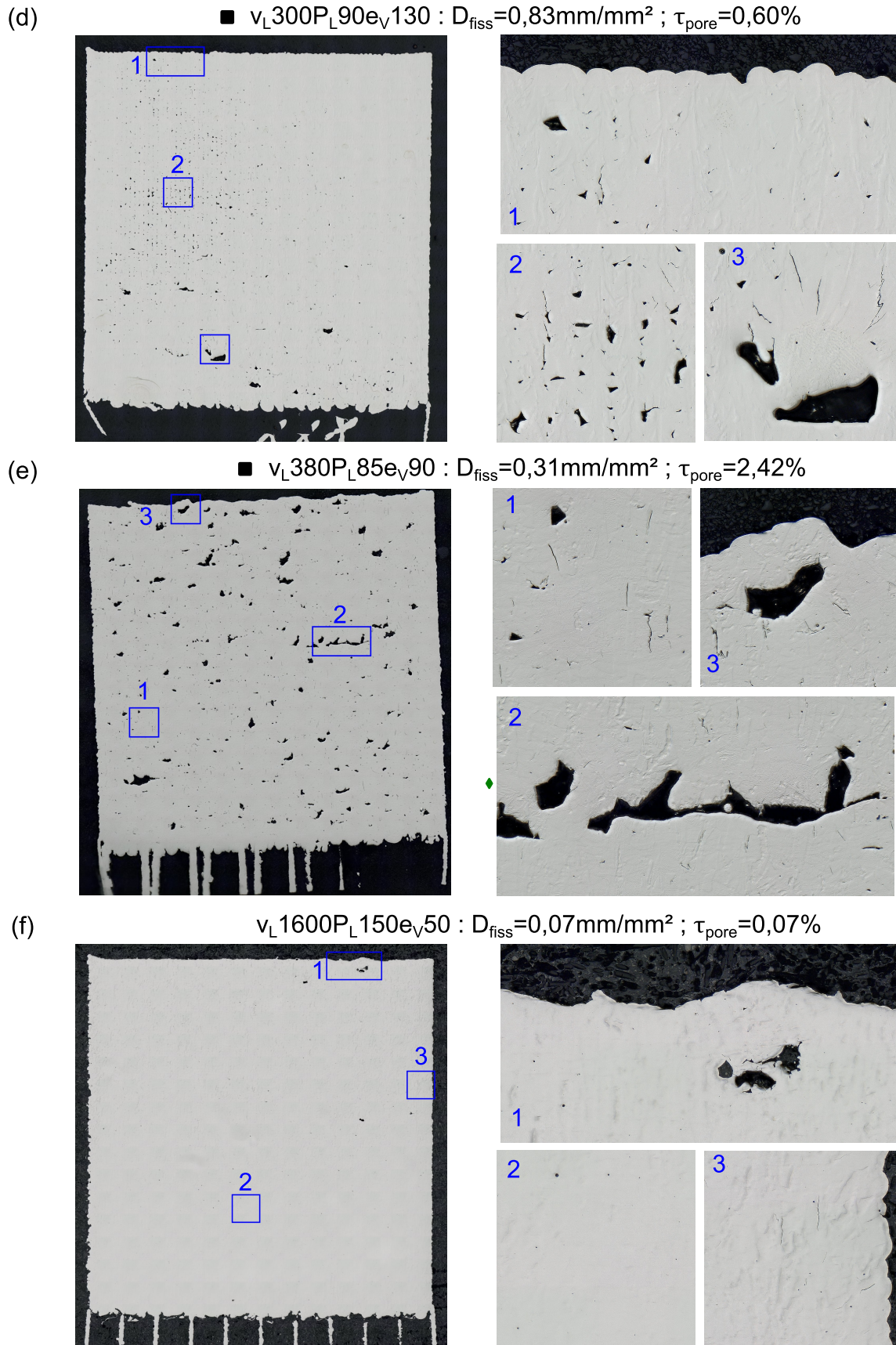


Figure 2.20 – Coupes médianes de cubes observées au microscope optique Keyence (2/2). Le symbole ■ correspond aux symboles utilisés en figure 2.1.

Le cube $v_L300P_L90e_V130$ (figure 2.20(d)) comporte peu de fissures, mais de nombreux pores par manque de fusion. Comme expliqué au chapitre 1, cette porosité est due à un recouvrement insuffisant entre les bains de fusion, en raison d'un écart vecteur trop élevé par rapport à la largeur des bains. Le cube présente également quelques pores de plus grande taille. Le taux de pores total est de $\tau_{pore} = 0,60\%$. La porosité est encore plus importante dans le cube $v_L380P_L85e_V90$ (figure 2.19(e)). Le matériau est criblé de pores dont la taille dépasse parfois le millimètre. Le taux de pores atteint $\tau_{pore} = 2,42\%$ pour ce cube. La surface supérieure du cube est fortement irrégulière, avec une amplitude d'irrégularités supérieure à l'épaisseur d'une couche de fabrication. Par conséquent, l'épaisseur de poudre irradiée à chaque couche de fabrication n'est pas homogène. Cette inhomogénéité conduit à des manques de fusion de grande taille. La figure 2.20(f) est un cube supplémentaire, ajouté après le plan d'expérience initial. Il sera présenté ultérieurement.

2.4.2 Densité de fissures

Les cubes présentent une très large gamme de densités de fissures, comprise entre $0,2 \text{ mm/mm}^2$ et $3,5 \text{ mm/mm}^2$, soit une différence d'un facteur 18. Cela confirme la très forte influence des paramètres de fabrication sur la fissuration. Afin de permettre la fabrication d'un matériau sain, nous souhaitons comprendre le lien entre les conditions de fabrication et la quantité de défauts. Pour nous guider dans la compréhension, nous avons tout d'abord recherché des corrélations entre les variables d'entrée et la densité de défauts, avant d'analyser les raisons physiques.

La figure 2.21 présente la densité de fissures D_{fiss} en fonction de différentes variables explicatives fondées sur les paramètres de fabrication (P_L , v_L , e_V , E_l , $E_{vol} = P_L/(v_L e_V \Delta Z)$) ou sur les dimensions des bains de fusion (e_{app} , H_{ZR} , S_{bain} , e_{app}/H_{ZR}). Comme précédemment, les marqueurs en couleur correspondent aux cubes avec une variation de l'écart vecteur e_V à P_L et v_L constants. La tableau 2.2 présente le résultat de régressions linéaires entre la densité de fissures et ces différentes variables explicatives.

| | P_L (W) | v_L (mm · s ⁻¹) | e_V (mm) | E_l (J · mm ⁻¹) | E_{vol} (J · mm ⁻³) |
|-------|------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------|
| a | $1,29 \times 10^{-3}$ | $-1,31 \times 10^{-3}$ | $2,46 \times 10^1$ | 4,87 | $2,65 \times 10^{-2}$ |
| b | 1,2 | 2,45 | -1,53 | -1,53 | $-3,57 \times 10^{-1}$ |
| R^2 | 0,017 | 0,27 | 0,78 | 0,74 | 0,26 |
| | e_{app} (mm) | H_{ZR} (mm) | S_{bain} (μm^2) | H_{ZR}/e_{app} - | |
| a | 6,14 | 5,97 | $2,45 \times 10^{-5}$ | $8,35 \times 10^{-2}$ | |
| b | $-8,45 \times 10^{-2}$ | $6,55 \times 10^{-1}$ | 0,71 | 1,29 | |
| R^2 | 0,33 | 0,28 | 0,28 | 0,018 | |

Tableau 2.2 – Valeurs de la pente a , de l'ordonnée à l'origine et du coefficient de détermination R^2 d'une régression linéaire entre la densité de fissures et différentes variables explicatives.

La densité de fissures est corrélée positivement avec les dimensions du bain e_{app} et H_{ZR} et avec la section de bain S_{bain} , avec un coefficient de détermination assez faible, de l'ordre de $R^2 = 0,3$. Il semble que de plus gros bains tendent à fissurer plus, sans que la taille de bain explique toutefois les différences de densité de fissures. Notamment, les

cubes avec $E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ (losanges verts) ont des dimensions de bain similaires (cf. figure 2.13) et malgré tout une densité de fissures significativement différente.

La densité de fissures est très peu corrélée avec la puissance P_L et la vitesse de balayage v_L du faisceau laser, mais elle est corrélée positivement avec l'énergie linéique $E_l = P_L/v_L$ ($R^2 = 0,74$). Le coefficient de détermination est le plus élevé pour l'écart vecteur e_V , avec $R^2 = 0,78$. Les cubes fabriqués avec un écart vecteur plus faible sont moins fissurés.

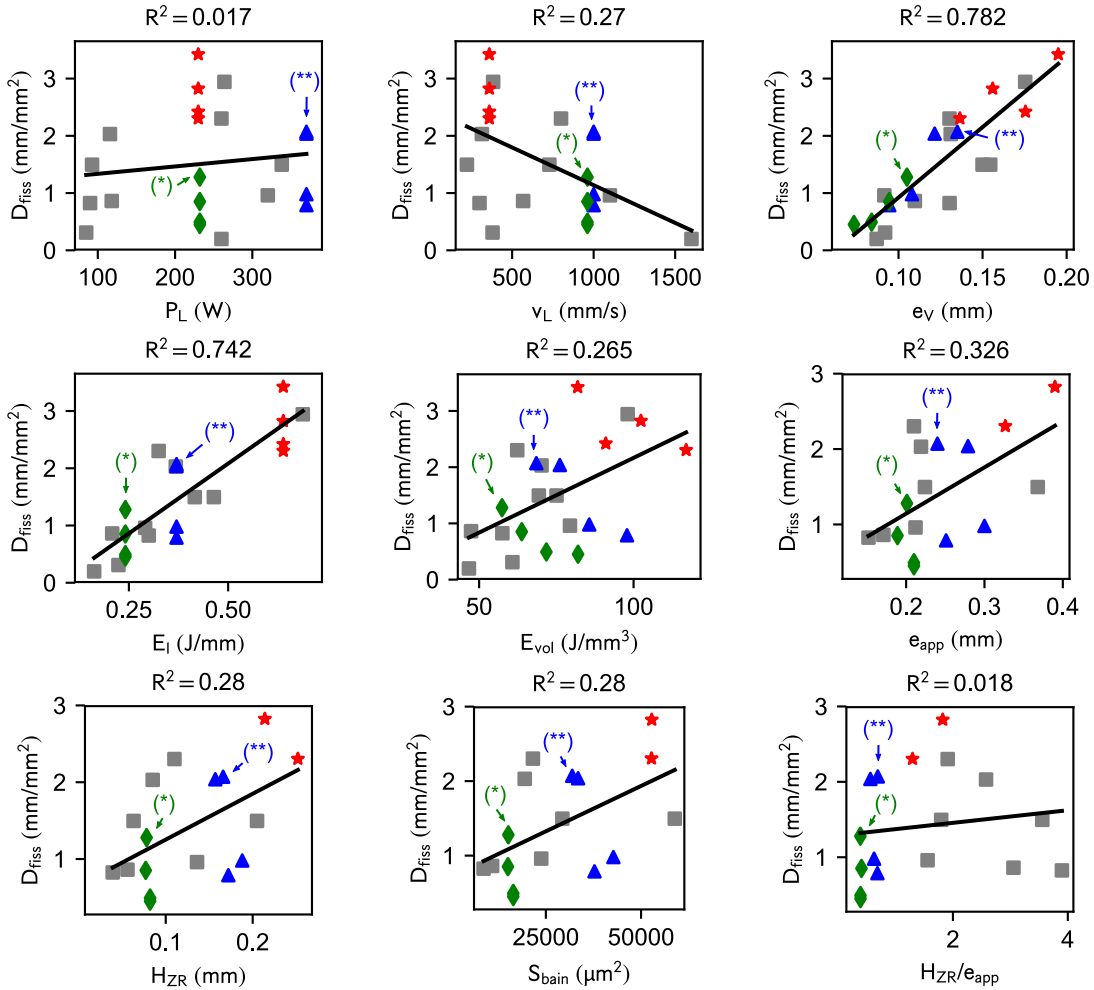


Figure 2.21 – Corrélations entre la densité de fissures D_{fiss} et différentes variables explicatives. Les symboles (*) et (**) indiquent les cubes $v_L 960 P_L 230 e_V 105$ ($E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$) et $v_L 1000 P_L 370 e_V 135$ ($E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$).

Pour interpréter la corrélation entre l'écart vecteur e_V et la densité de fissures, il convient de rappeler que :

$$e_V = e_{app}(1 - \tau_R) \quad (2.5)$$

où e_{app} est à largeur des bains et τ_R est le taux de recouvrement. Nous notons deux contributions de la corrélation entre e_V et D_{fiss} , mises en valeur en figure 2.22 :

- Effet de la taille des bains de fusion : la densité des fissures diminue lorsque les bains de fusion sont de plus petite taille. Ainsi, les cubes avec $E_l = 0,64 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ (étoiles rouges) sont globalement plus fissurés que les cubes avec $E_l = 0,37 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$

(triangles bleus), eux-mêmes plus fissurés que les cubes avec $0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ (losanges verts). Nous avons montré en section 2.2.3 que les bains de fusion sont plus larges pour des énergies linéiques élevées. Les cubes avec $E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ ont une densité de fissures environ trois fois plus faible que les cubes avec $E_l = 0,64 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$. L'attribution d'un effet de la taille des bains sur la densité de fissures peut être confortée par la comparaison des cubes $v_L960P_L230e_V105$ (*) sur le graphique) et $v_L1000P_L370e_V135$ (**). Ces deux cubes ont un taux de recouvrement équivalent, de l'ordre de $\tau_R = 0,45$ (cf. annexe A.2), mais ce dernier a une taille de bain supérieure, comme indiqué en figure 2.12. Il est également plus fissuré. À recouvrement équivalent, la densité de fissure augmente donc avec la taille de bain.

- Effet du recouvrement : à taille égale des bains de fusion, la densité des fissures diminue lorsque le recouvrement entre les bains de fusion augmente. Par exemple, les cubes avec $E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ (losanges verts) ont des dimensions de bain équivalentes ($e_{app} = 200 \pm 10 \mu\text{m}$, $H_{ZR} = 80 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$). Parmi ces points, une augmentation du taux de recouvrement de 0,48 à 0,65 par diminution de l'écart vecteur e_V entraîne une division par deux de la densité de fissures. La même tendance est valable pour les points bleus (triangles) et les points rouges (étoiles). Le recouvrement entre les bains peut être apprécié en figure 2.12.

D'après ces observations, il est nécessaire d'utiliser des bains de fusion de très petite taille et un écart vecteur très faible pour minimiser la densité de fissures. Nous avons donc réalisé un cube supplémentaire avec une énergie linéique de $E_l = 0,09 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ et un écart vecteur $e_V = 50 \mu\text{m}$ ($v_L1600P_L150e_V50$). Ce cube supplémentaire est positionné dans le graphique en figure 2.22. Il confirme les corrélations établies, avec une densité de fissure minimale $D_{fiss} = 0,07 \text{ mm/mm}^2$, dans le prolongement des essais précédents. La coupe de ce cube additionnel est présentée en figure 2.20(f). De rares fissures sont présentes en périphérie du cube, alors que le centre en est exempt.

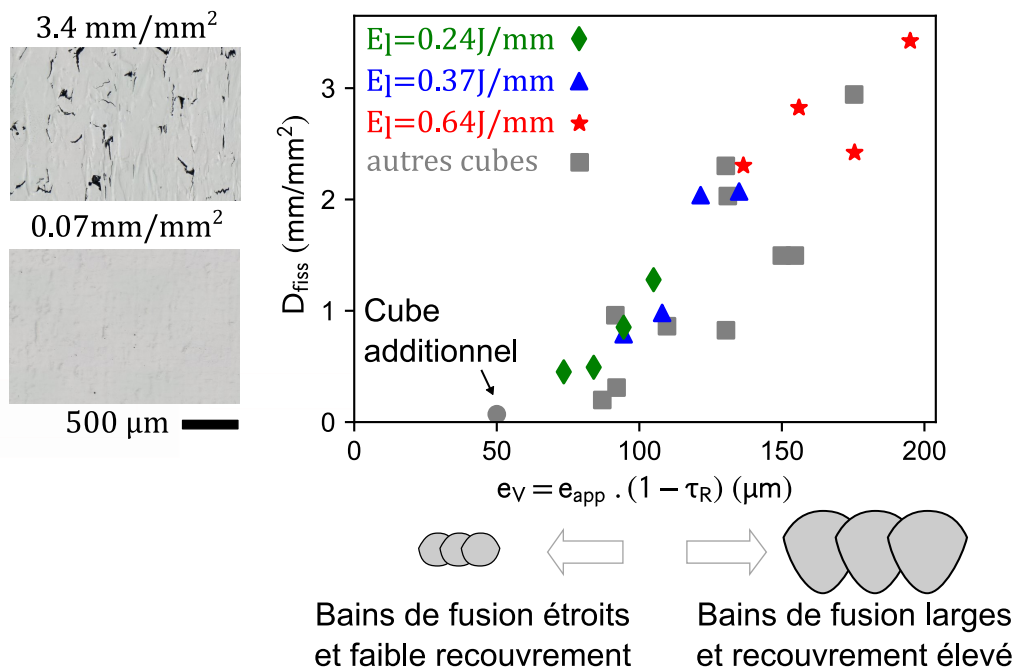


Figure 2.22 – Influence des paramètres de fabrication sur la densité de fissures.

2.4.3 Porosité

L'observation au microscope optique a révélé différents types de pores, déjà présentés en section 2.4.1. Tout d'abord, les pores ronds ont été observés pour des énergies linéiques élevées ($E_l > 0,45 J/mm$). Ils sont typiques du régime de vaporisation du métal (*keyhole*) (King et al., 2014). Deuxièmement, les pores par manque de fusion dans certains cubes résultent d'un recouvrement insuffisant entre bains de fusion adjacents, si bien qu'un volume de poudre reste non fondu entre les bains. Si l'on considère un écart vecteur fixe, cela se produit lorsque l'énergie linéique est trop faible, comme dans le cas du cube $v_L 300 P_L 90 e_V 130$ présenté en figure 2.20(d). La porosité peut alors être réduite, soit en augmentant l'énergie linéique, soit en diminuant l'écart vecteur. Enfin, des irrégularités de la surface supérieure des cubes sont apparues, soit à des vitesses de balayage élevées ($v_L > 1600 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$) en raison du phénomène de *humping* (voir section 1.2.3), soit dans des conditions combinées de faible énergie linéique et de faible puissance, en raison d'instabilités capillaires. C'est par exemple le cas du cube $v_L 380 P_L 85 e_V 90$ présenté en figure 2.20(e). Ces irrégularités conduisent à une épaisseur inhomogène du lit de poudre, si bien que le lit de poudre est trop épais à certains endroits pour être entièrement fondu par le faisceau laser. Des exemples de pores résultant du régime de *keyhole* et d'un manque de fusion sont présentés en figure 2.23(a).

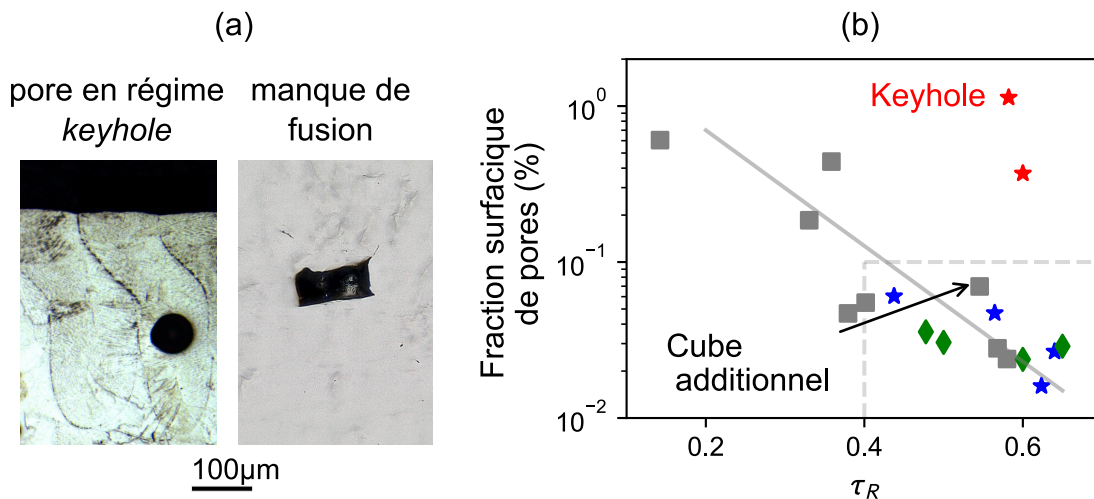


Figure 2.23 – (a) Pore associé au régime de *keyhole* et pore par manque de fusion; (b) Relation entre le taux de recouvrement τ_R et la fraction de pores. Les cubes pour lesquels les dimensions du bain n'ont pas pu être mesurées ne sont pas représentés.

La figure 2.23(b) représente la fraction surfacique des pores en fonction du taux de recouvrement. Tous les cubes pour lesquels l'observation des bains de fusion a été possible sont représentés. Nous rappelons que l'observation des bains de fusion n'a pas été possible pour certains cubes, soit parce que les bains n'étaient pas visibles après attaque, soit parce que les irrégularités de la surface supérieure ne permettaient pas de mesure représentative de la taille de bain. C'est par exemple le cas pour le cube présenté en figure 2.20(e).

La fraction surfacique de pores diminue globalement avec le taux de recouvrement, sauf pour les cubes dans le régime de *keyhole*. Il est ainsi possible d'obtenir une densité relative supérieure à 99,9% utilisant un taux de recouvrement $\tau_R > 0,4$. Ce taux de recouvrement peut-être contrôlé en adaptant l'écart vecteur en fonction de la largeur du bain.

2.4.4 Obtention d'une *santé matière* optimale

Nous avons mis en évidence un lien entre les conditions de fabrication et la quantité de fissures et de pores. Est-il possible d'obtenir un matériau complètement exempt de défauts? Cloots et al. (2016b) ont conclu qu'un compromis était nécessaire entre la présence de fissures et la présence de porosité, car ces deux défauts présentent une relation inverse par rapport aux paramètres de fabrication (figure 1.36). **Dans cette thèse, nous avons au contraire réussi à produire un cube présentant à la fois une densité de fissures faible ainsi qu'une densité relative supérieure à 99,9%. Cela a été possible en diminuant à la fois l'énergie linéique P_L/v_L et l'écart vecteur e_V afin de maintenir un taux de recouvrement suffisant et ainsi une faible porosité.**

Ce résultat doit cependant être tempéré. Si le cube supplémentaire a un taux de pores faible, la figure 2.20(f) montre qu'un pore d'assez grande taille ($\sim 200 \mu\text{m}$) est présent dans la matière. Comme l'énergie linéique est très faible, la stabilité des bains de fusion est diminuée, avec des cordons peu mouillants. Cette baisse de stabilité a provoqué une irrégularité de la surface supérieure du cube, à l'origine d'un pore par manque de fusion. L'instabilité provient du même mécanisme que pour le cube de la figure 2.20(e), avec une amplitude plus faible. Pour augmenter la stabilité, il faudrait diminuer l'épaisseur de couche, afin d'augmenter le ratio H_{ZR}/H_{app} . Cette diminution de l'épaisseur de couche diminuerait également la productivité. En pratique, l'épaisseur du lit de poudre doit rester supérieure à la taille des plus grosses particules de poudre, de l'ordre de $45 \mu\text{m}$. Il serait possible de diminuer l'épaisseur de couche à $\Delta Z = 20 \mu\text{m}$ pour avoir $\Delta Z_{poudre} \sim 2\Delta Z \sim 40 \mu\text{m}$. Une nouvelle tentative de fabrication d'un cube avec les mêmes paramètres et une épaisseur $\Delta Z = 20 \mu\text{m}$ serait intéressante, pour vérifier si cette épaisseur de couche permet de supprimer les pores résiduels.

2.5 Mécanismes explicatifs de la densité de fissures

Dans la section précédente, nous avons établi une corrélation entre les conditions de fabrication et la présence des défauts. Si les mécanismes sous-jacents sont bien compris pour la porosité, ce n'est encore le cas pour la fissuration à la solidification. Dans cette section, nous tentons d'expliquer le lien entre les conditions de fabrication et la densité de fissures. Nous abordons la taille de la zone pâteuse, les contraintes mécaniques, la structure de grain et la refusion du matériau.

2.5.1 Taille de la zone pâteuse

Il a été vu au chapitre 1 qu'une zone pâteuse étendue est plus susceptible de provoquer des fissures. Dans le modèle de fissuration à la solidification de Rappaz et al. (1999) (équation 1.17), la profondeur L de la zone pâteuse a une influence sur les deux termes de chute de pression dans la phase liquide, $\Delta p_l^{\epsilon_s}$ et Δp_l^{β} . Il est donc intéressant d'évaluer l'influence de l'étendue de la zone pâteuse sur la densité des fissures. Idéalement, il faudrait utiliser les calculs thermohydrauliques développés avec le Centre de Mise en Forme des Matériaux. Nous n'avons pas eu le temps de mener ce travail au cours de la thèse. Nous proposons tout de même une brève analyse avec le modèle analytique de Rosenthal. En raison de la simplicité de ce modèle, les résultats devraient être principalement qualitatifs.

Selon le modèle de Rosenthal, le champ thermique $T(x,y,z)$ autour d'une source laser ponctuelle balayant un substrat semi-infini vaut :

$$T - T_0 = \frac{AP_L}{2\pi kr} \exp\left(-v_L \frac{r+x}{2\alpha}\right) \quad (2.6)$$

où T_0 est la température du substrat loin du bain de fusion, A le coefficient d'absorption, $r = \sqrt{x^2 + y^2 + z^2}$, k la conductivité thermique du matériau et α la diffusivité thermique du matériau. Ces propriétés ont été estimées à la température de solidus à partir de mesures effectuées par Quested, Brooks, Chapman, Morrell, Youssef, et Mills (2009) : $\alpha = 4,1 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, $k = 25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Pour les températures du solidus et du liquidus, le logiciel Thermocalc a été utilisé avec la base de données TCNI9. Comme dans d'autres études (Cloots et al., 2016b; Tomus et al., 2017; Chauvet et al., 2018; Xu et al., 2018), il a été considéré que le modèle de Gulliver-Scheil (cf. section 1.1.3) est le modèle disponible le plus à même d'approcher la solidification rapide hors équilibre, bien qu'il ne tienne pas compte d'une éventuelle localisation du déséquilibre à l'interface (*solute trapping*). Aucune phase n'a été rejetée dans le calcul et la température du solidus a été assimilée à la température à laquelle la fraction solide massique est de 0,99. Ces hypothèses ont abouti à une température de liquidus $T_l = 1340 \text{ }^\circ\text{C}$ et une température de solidus $T_s = 1027 \text{ }^\circ\text{C}$. Nous notons que la température du liquidus est assez proche de celle mesurée par Quested et al. par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) à 10 K/min (1355 °C), alors que la température du solidus est significativement plus basse que celle mesurée par DSC (1239 °C), ce qui est cohérent avec la solidification hors équilibre selon le modèle de Scheil. Un coefficient d'absorption de 0,7 a été choisi, de sorte que la profondeur de l'isotherme du solidus correspond à la profondeur de la zone pâteuse $H_{ZR} = 78 \text{ }\mu\text{m}$ pour le cube $v_L 960 P_L 230 e_V 105$.

La figure 2.24 montre le champ de température sur une coupe longitudinale ($x, 0, z$) du bain de fusion, avec le modèle de Rosenthal. Les isothermes de liquidus T_{liq} et

solidus T_{sol} sont représentées par des lignes noires : la fusion se produit à droite et la solidification à gauche. L'étendue de la zone pâteuse $L(x)$ est la distance entre les deux isothermes : elle est tracée en fonction de x . Pour cela, on suppose que la direction de croissance des dendrites est verticale. L'étendue maximale de la zone pâteuse se situe à l'arrière du bain : elle est notée L_{max} . Le calcul a été répété pour chaque jeu de paramètres. Comme expliqué précédemment, aucune correspondance quantitative n'est attendue entre les dimensions simulées du bain de fusion et la dimension expérimentale, en raison de la simplicité du modèle (pas de convection, pas de chaleur latente ni de lit de poudre...).

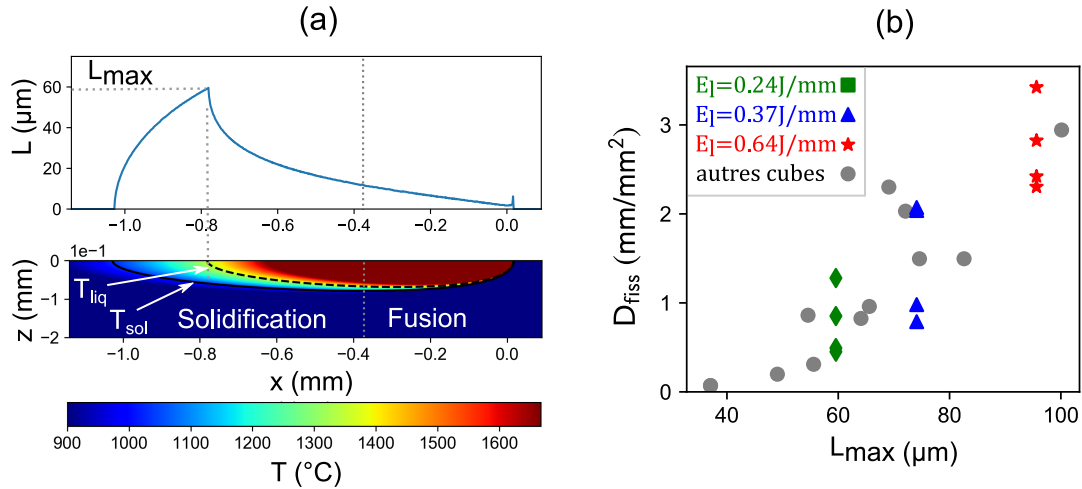


Figure 2.24 – Corrélation entre la profondeur maximale de la zone pâteuse et la densité de fissures : (a) Champ thermique sur une section longitudinale du bain de fusion d'après le modèle de Rosenthal ($v_L 960 P_L 230$). La profondeur de la zone pâteuse L est tracée en fonction de l'abscisse x ; (b) Corrélation entre la profondeur maximale de la zone pâteuse L_{max} prédite par le modèle de Rosenthal et la densité de fissures.

L'utilisation d'un modèle simple est tout de même intéressante : la figure 2.24 montre une corrélation entre l'étendue maximale de la zone pâteuse prédite par Rosenthal L_{max} et la densité de fissures. Dans les conditions de forte énergie (bain de fusion plus volumineux), le gradient thermique est plus faible et la zone pâteuse est plus profonde. Cette dernière est associée à une fissuration à la solidification plus importante, en accord avec le modèle RDG. Nous remarquons que les marqueurs en couleur ont la même valeur de L_{max} , car le modèle ne prend pas en compte l'effet de l'écart vecteur. Par conséquent, le modèle ne rend pas compte de la diminution de la densité de la fissuration lorsque l'écart vecteur diminue alors que P_L et v_S restent constants (figure 2.22). Cet effet sera examiné dans la section 2.5.4.

2.5.2 Contraintes mécaniques

En soudage, les fissures à la solidification sont souvent longitudinales (Böllinghaus et al., 2008). Il a été observé dans nos travaux que les fissures s'amorcent toujours transversalement au bain de fusion, comme dans l'étude de Cloots et al. (2016b). En conséquence, l'initiation des fissures est causée par une contrainte de traction dans la direction parallèle à la direction de balayage (contrainte longitudinale).

Selon le modèle de Rosenthal, le gradient de température dans la zone pâteuse est plus faible pour des bains de fusion de grande taille, car les surfaces isothermes sont plus distantes les unes des autres. Nous ne pouvons cependant pas affirmer qu'un gradient moindre dans la zone pâteuse implique une contrainte moindre dans l'intervalle de température fragile. En effet, Dye et al. (2001) ont montré avec des simulations thermomécaniques lors du soudage de l'Inconel 718 que la zone pâteuse est contrainte par son environnement et notamment par la zone affectée thermiquement (ZAT). La contrainte de traction dans la zone pâteuse est le résultat de la dilatation thermique différentielle entre la zone pâteuse et la ZAT. Dans des conditions d'énergie linéique élevée, ils montrent que la contraction du bain de fusion pendant la solidification n'est pas compensée par l'expansion de la zone affectée thermiquement. Ce décalage de la dilatation et de la contraction thermique provoque une contrainte de traction dans la zone pâteuse (figure 2.25). Ce mécanisme est démontré dans les conditions typiques du soudage, très différentes de celles du LBM. Néanmoins, ce mécanisme est compatible avec l'observation que nous avons faite en LBM, à savoir un plus grand nombre de fissures pour des énergies linéiques élevées.

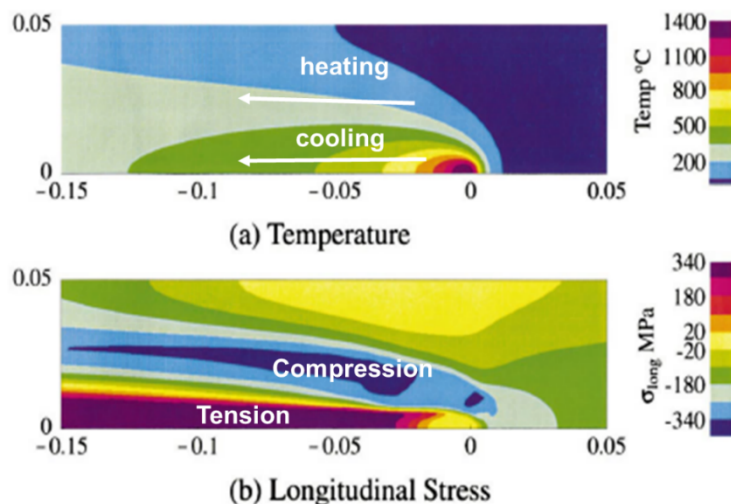


Figure 2.25 – Simulation du champ thermique et du champ de contraintes lors du soudage d'une plaque fine en Inconel 718 (Dye et al., 2001).

Bien que les influences de la profondeur de la zone pâteuse et des contraintes mécaniques soient utiles pour l'interprétation des résultats, elles ne sont pas suffisantes pour comprendre entièrement les mécanismes en jeu dans le procédé LBM. Tout d'abord, la fabrication couche par couche produit des structures de grains qui dépendent fortement des paramètres de fabrication (Thijs et al., 2013). Comme les fissures se forment plus facilement au niveau des joints de grains fortement désorientés, il est raisonnable de penser que la structure des grains a un impact sur la fissuration à la solidification. Par conséquent, le rôle de la structure de grains sur la densité de fissures doit être discuté. De plus, l'effet du taux de recouvrement sur la densité de fissures, observé en section 2.4.2, n'est pas compris à ce stade.

2.5.3 Structure de grains

Il est connu dans les procédés de fonderie et de soudage que les fissures de solidification apparaissent de préférence sur les joints de grains d'angle de désorientation élevé (Dantzig et Rappaz, 2009; Wang, Mokadem, Rappaz, et Kurz, 2004; Rappaz, Jacot,

et Boettinger, 2003). La fissuration préférentielle des joints de grains fortement désorientés a été récemment observée pour les procédés EBM (Chauvet et al., 2018), LMD (Xu et al., 2018) et SLM (Cloots et al., 2016b). Pour expliquer la différence de densité de fissures entre les cubes, il est donc logique d'évoquer une différence de structure de grains. Nous pouvons supposer qu'une structure de grains avec de nombreux joints de grains fortement désorientés aura pour conséquence une densité de fissures plus élevée.

Pour étudier cette hypothèse, la structure de grains a été observée dans sept cubes (figure 2.26). Parmi les quatre cubes avec une énergie linéique $E_{l1} = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ (carrés verts), les cubes avec le taux de recouvrement minimal et maximal, respectivement $v_L960P_L230e_V105$ et $v_L960P_L230e_V75$, sont notés $E_{l1} - \tau_R^{min}$ et $E_{l1} - \tau_R^{max}$. De même, les cubes avec une énergie linéique de $E_{l2} = 0,37 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ et $E_{l3} = 0,64 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ et un taux de recouvrement minimal et maximal sont notés $E_{li} - \tau_R^{min/max}$. Le cube E_{l4} correspond à l'essai de fabrication supplémentaire avec une densité de fissuration minimale ($v_L1600P_L150e_V50$). Nous avons vu précédemment que les cubes avec des conditions de faible énergie (à gauche de la figure 2.26) et avec un taux de recouvrement élevé (en haut) comportent moins de fissures.

En regardant la figure, il ne semble pas y avoir de corrélation qualitative évidente entre la structure de grains et la densité des fissures. Par exemple, le cube E_{l4} a des grains plus petits : il comporte par conséquent plus de joints de grains. Cependant, il présente beaucoup moins de fissures que les autres cubes. Pour une étude plus approfondie, la fonction de densité des joints de grains et la taille des grains (grand et petit axe d'un ajustement elliptique) ont été calculées sur la carte complète de $325 \times 900 \mu\text{m}$ (figure 2.27). La fonction de densité de joints de grains est définie comme la longueur de joints de grains par unité de surface et par unité d'angle de désorientation (en $\text{mm}/\text{mm}^2/^\circ$).

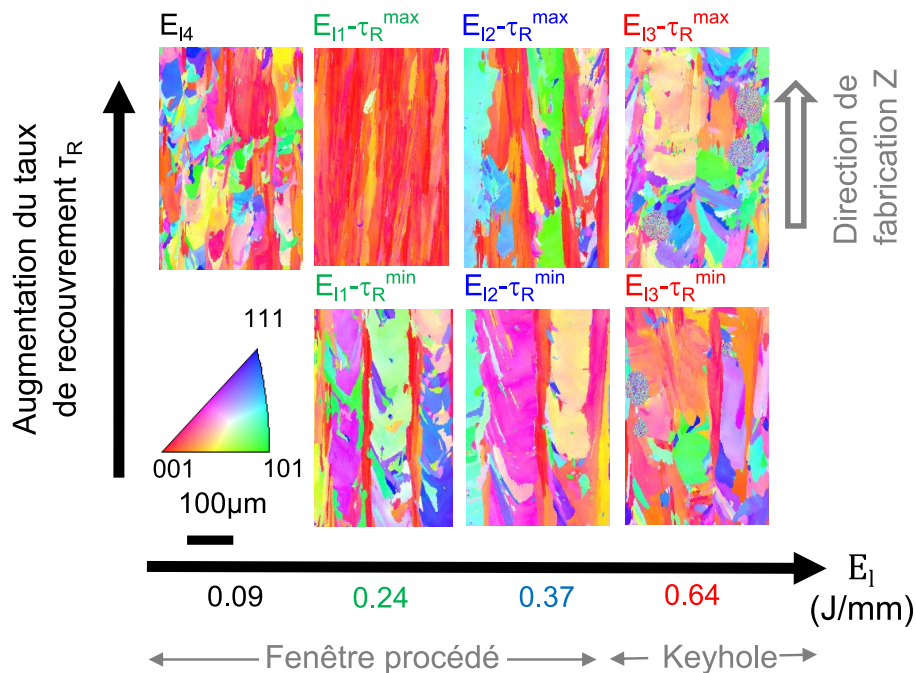


Figure 2.26 – Structure de grains des cubes avec différents paramètres de fabrication

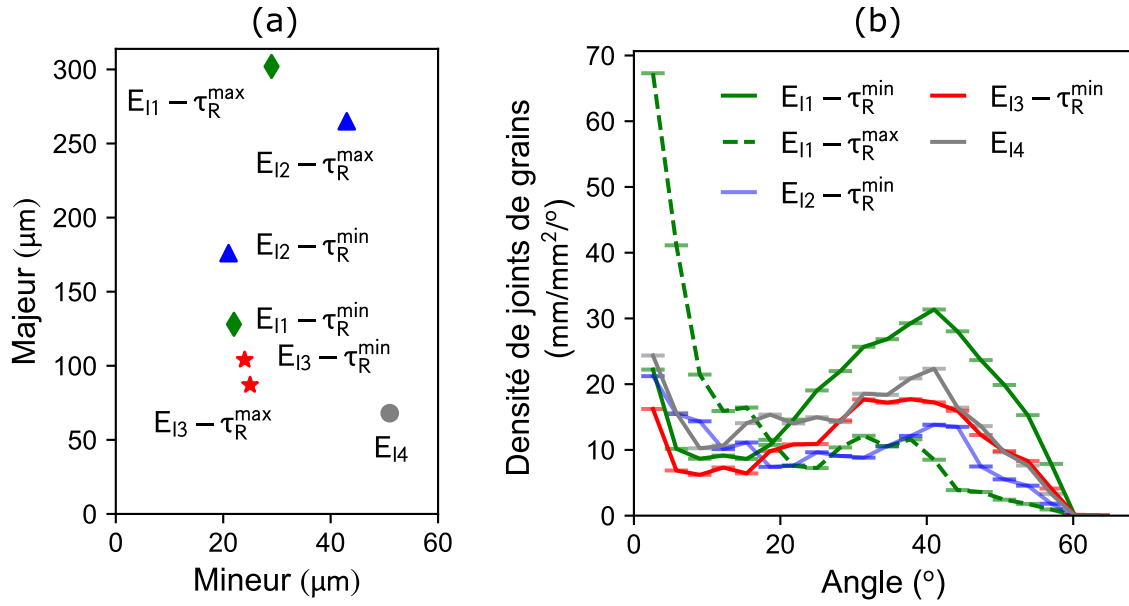


Figure 2.27 – (a) Taille de grains et (b) densité de joints de grains au sein des cubes.

Il est intéressant de noter que le cube $E_{l1} - \tau_R^{max}$ présente une forte texture le long de la direction de construction, tous les grains ayant une direction cristallographique $\langle 001 \rangle$ parallèle à la direction de construction. La structure de grains est très différente de celle du cube $E_{l1} - \tau_R^{min}$, qui a pourtant une forme de bain identique. Nous avons une confirmation de l'importance du taux de recouvrement τ_R sur la structure de grains, évoquée en section 2.2.3.

- La figure 2.27 montre que le cube $E_{l1} - \tau_R^{max}$ comporte moins de joints de grains de forte désorientation que le cube $E_{l1} - \tau_R^{min}$. Le cube $E_{l1} - \tau_R^{max}$ est également deux fois moins fissuré que le cube $E_{l1} - \tau_R^{min}$.
- Au contraire, le cube E_{l4} est trois fois moins fissuré que le cube $E_{l1} - \tau_R^{max}$, bien qu'il présente plus de joints de grains avec une forte désorientation.
- En outre, le cube $E_{l3} - \tau_R^{min}$ est environ trois fois plus fissuré que les cubes $E_{l1} - \tau_R^{min}$, bien qu'il présente moins de joints de grains avec un angle de désorientation élevée, en raison de grains plus gros.

Contrairement à ce que nous pensions initialement, la densité des fissures n'est pas corrélée à la densité de joints de grains de forte désorientation. Nous proposons l'explication suivante : tous les cubes ont une densité de joints de grains fortement désorientés bien supérieure à la densité des fissures. En effet, la densité de joints de grains avec un angle de désorientation supérieur à 40° est au-dessus de $20 mm/mm^2$ pour tous les cubes, alors que la densité de fissures est inférieure à $3 mm/mm^2$. Seule une petite proportion de ces joints de grains fortement désorientés présente des fissures. La quantité de joints de grains fortement désorientés n'explique donc pas les différences de densité de fissures entre les cubes.

Il est également intéressant de s'interroger si la taille des grains a une influence sur la densité des fissures. Dans les alliages d'aluminium, il est connu que des petits grains entraînent une moindre sensibilité aux fissures de solidification (Mousavi, Cross, et Grong, 1999). Lors de la mise en forme d'un superalliage non-soudable par EBM, Kontis et al. (2019) ont observé une fissuration par liquation minimale avec une structure de grains fine, grâce à une meilleure répartition du film liquide ségrégué en fin de

solidification. De ce point de vue, une petite taille de grains serait également favorable pour diminuer la fissuration en LBM.

- Parmi les cubes de la figure 2.27, le cube E_{l4} présente à la fois la plus petite taille de grain et la plus petite densité de fissures. Ce résultat va dans le même sens que la conclusion de Kontis et al. (2019).
- Au contraire, la taille des grains ne semble pas expliquer la différence de densité de fissures entre les cubes E_{l1} et E_{l3} . Les cubes E_{l3} sont beaucoup plus fissurés, malgré des grains plus petits. La densité de fissures élevée des cubes E_{l3} n'est donc sans doute pas à attribuer à leur structure de grains, mais plutôt aux bains de fusion de grande de taille, comme nous l'avons vu en figure 2.24.

En conclusion, la structure de grains influe certainement la fissuration à la solidification, mais elle ne peut pas expliquer à elle seule les différences de densité de fissures entre les cubes. La structure de grains contribue à la densité de fissures, comme y contribuent la taille de la zone pâteuse et les contraintes mécaniques.

2.5.4 Taux de recouvrement et réparation

L'influence du recouvrement entre les bains n'a semble-t-il pas encore été étudiée dans les travaux passés sur la fissuration à la solidification en LBM. En fonction des conditions de fabrication (énergie linéique faible ou élevée), Carter et al. (2014) ont mesuré soit une augmentation, soit une diminution de la microfissuration avec l'écart vecteur. Dans nos essais, une diminution de la microfissuration avec l'écart vecteur a été observée dans tous les cas. En section 2.4.2, nous avons montré que la densité de fissures pouvait être divisé par deux, par une simple augmentation du recouvrement entre cordons à taille de bain constante. L'écart vecteur joue donc un rôle majeur qu'il nous faut préciser.

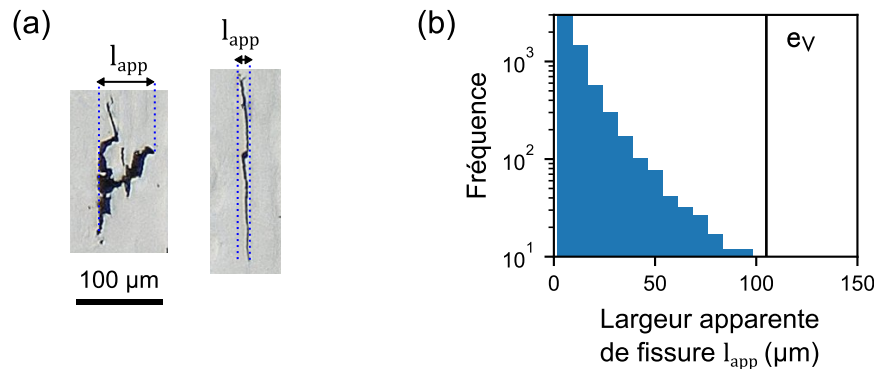


Figure 2.28 – (a) Largeur apparente l_{app} de deux fissures du cube $v_L960P_L230e_V105$; (b) distribution de la largeur apparente des fissures sur la coupe médiane complète de ce même cube.

La figure 2.28(a) présente la largeur apparente de deux fissures observées sur la coupe médiane du cube $v_L960P_L230e_V105$. Ces deux fissures ont déjà été décrites en figure 2.19 : l'une présente une forme sinueuse, en raison d'une surface de fissure parallèle au plan de couple, tandis que l'autre apparaît rectiligne, en raison d'une surface de fissure perpendiculaire au plan de coupe. La figure 2.28(b) présente la distribution de la largeur apparente des fissures sur l'intégralité de la coupe médiane de ce même cube. En raison de l'observation en coupe, la largeur apparente ne correspond à la largeur réelle que lorsque la fissure est parfaitement parallèle au plan de coupe.

Dans ce cube, aucune fissure n'a une largeur apparente supérieure à l'écart vecteur e_V . Cette observation sur un grand nombre de fissures d'orientations diverses permet d'avancer que la largeur réelle des fissures est également inférieure à l'écart vecteur e_V ⁴. La largeur des fissures semble donc être bornée par la valeur de l'écart vecteur. Par conséquent, un écart vecteur plus faible induira des fissures plus étroites. Comment expliquer le lien entre l'écart vecteur et la largeur de fissure? Nous proposons une explication liée à la refusion de la matière au cours de la fabrication.

Lors de la fabrication d'une couche, le matériau solidifié au sein d'un cordon est ensuite partiellement refondu lors de la fusion du cordon suivant. Au sein d'une couche de fabrication, la refusion est d'autant plus importante que le taux de recouvrement est élevé. En observant la couche supérieure du cube $v_L960P_L230e_V105$ (figure 2.29(a)), nous avons remarqué que les fissures se cantonnent dans la partie du cordon qui n'est pas refondue par le cordon suivant. Cela signifie qu'après refusion, les fissures ne se propagent pas à nouveau dans le cordon adjacent. Autrement dit, la refusion du matériau répare partiellement les fissures. Le mécanisme de réparation partielle par refusion est illustré en figure 2.29(b). Suite à cette réparation, les fissures ont une largeur inférieure à l'écart vecteur e_V , comme constaté avec l'observation en coupe.

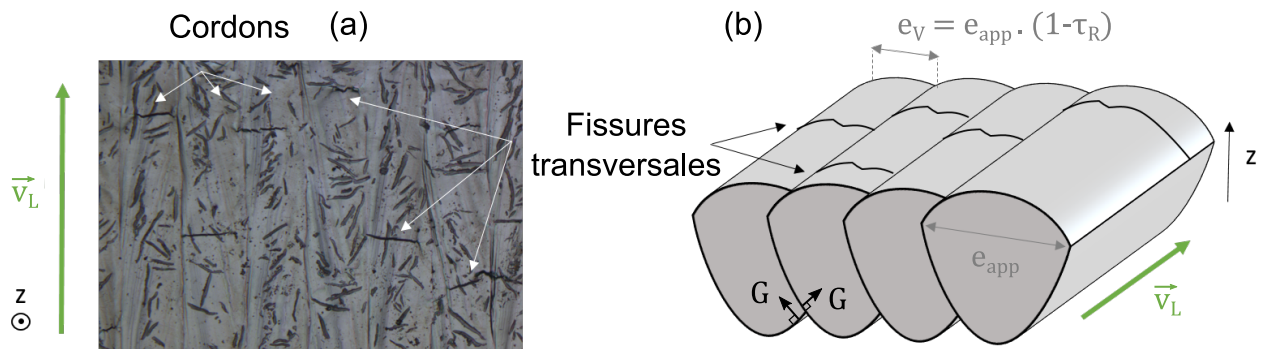


Figure 2.29 – Influence du taux de recouvrement sur la réparation des fissures : (a) fissures transversales visibles sur la couche supérieure du cube $v_L960P_L230e_V105$ (vue du dessus) ; (b) réparation partielle des fissures par refusion.

Les microfissures semblent donc avoir une direction de propagation privilégiée. Précédemment, nous avons constaté que les fissures se propagent verticalement sur plusieurs couches de fabrication (figure 2.17). Au contraire, les fissures ne se propagent pas latéralement à travers plusieurs cordons adjacents. Cette différence entre la propagation latérale et verticale peut sans doute être imputée à la direction du gradient thermique lors de la solidification. Nous rappelons que le gradient thermique à la solidification G est perpendiculaire à la frontière du bain. Après refusion, la solidification de la matière a lieu en présence d'un gradient thermique de direction toute autre, comme indiqué en figure 2.29(b). Il est possible que ce changement de conditions de solidification empêche la propagation latérale des fissures, par exemple en modifiant la croissance des grains. Il serait intéressant de préciser cette intuition avec une simulation numérique de la croissance des grains, avec des modèles tels que ceux développés au CEMEF (Chen et al., 2016).

4. Il serait intéressant de conforter cette observation avec une analyse tridimensionnelle des défauts, par tomographie.

Nous avons mis en évidence le rôle de l'écart vecteur e_V sur la largeur caractéristique des fissures. Il reste cependant à expliquer le lien avec la densité de fissures globale au sein des cubes. Il est possible que des fissures étroites aient une plus faible probabilité de propagation dans les couches de fabrication supérieures. Ceci fournit une explication possible de l'effet du taux de recouvrement sur la densité de fissures.

2.6 Comparaison de l'Inconel 738 et du René 77

Un des objectifs de la thèse est de comparer le comportement de l'Inconel 738 avec celui du René 77. Nous rappelons que ce superalliage a approximativement la même teneur en éléments constitutifs de la phase γ' : $\text{Ti}+\text{Ta}+\text{Nb}+\text{Al} = 13,4 \text{ at\%}$ (fraction atomique, en %), contre 13,2 at% pour l'Inconel 738 (cf. annexe A.5). Les deux matériaux ont donc une position similaire dans les diagrammes de soudabilité présentés au chapitre 1.

2.6.1 Densité de fissures

Pour mesurer la sensibilité à la microfissuration du René 77, cinq cubes ont été fabriqués, avec des paramètres de fabrication identiques à ceux de l'Inconel 738. Nous avons choisi des énergies linéiques intermédiaires, avec $E_l = 0,24 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$ et $E_l = 0,37 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$. Plus précisément, les 5 cubes ont été fabriqués avec les paramètres $v_L960P_L230e_V105$, $v_L960P_L230e_V95$, $v_L960P_L230e_V75$, $v_L1000P_L370e_V135$ ainsi que $v_L1000P_L370e_V95$. Les cubes ont été préparés avec le même protocole et la densité de fissures a été mesurée par analyse d'images.

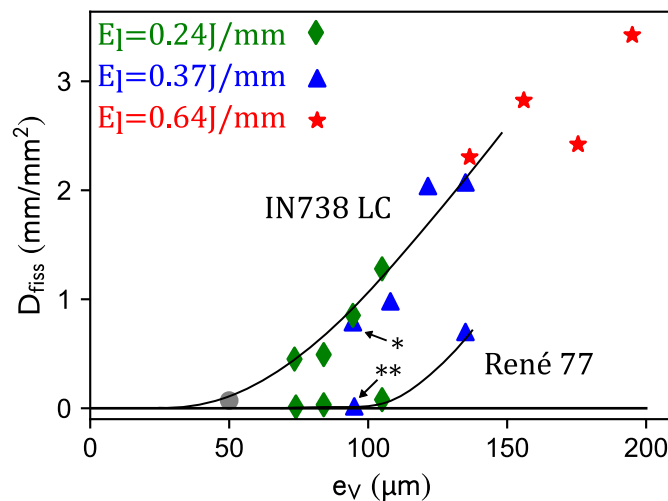


Figure 2.30 – Comparaison de la densité de fissures de l'Inconel 738 et du René 77, en fonction de l'écart vecteur e_V . Les symboles (*) et (**) réfèrent aux images de la figure 2.31.

La figure 2.31 présente la densité de fissures des cubes en René 77, comparée à celle des cubes en Inconel 738. Comme précédemment, la densité de fissures augmente en fonction de l'énergie linéique E_l et de l'écart vecteur e_V . La densité de fissures est cependant bien plus faible pour le René 77. Une fissuration significative n'apparaît que pour l'énergie linéique $E_l = 0,37 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, avec l'écart vecteur $e_V = 135 \mu\text{m}$. Ce cube est trois fois moins fissuré que le cube fabriqué en Inconel 738 avec les mêmes paramètres.

La mesure de la densité de fissures permet de comparer la sensibilité à la fissuration de différents alliages. Le lot de René 77 est significativement moins sensible à la fissuration à la solidification que le lot d'Inconel 738.

2.6.2 Faciès de rupture

En section 2.3.1, nous avons observé le faciès des fissures à la solidification de l'Inconel 738. Pour cela, une fine lame de matériau avait été prélevée puis fléchie jusqu'à rupture. Nous avons réitéré ce protocole avec le René 77. Le cube $v_L1000P_L730e_V95$ a été utilisé. Cette condition de fabrication conduit à une densité de fissures de $0,79 \text{ mm/mm}^2$ pour l'Inconel 738 et de $0,017 \text{ mm/mm}^2$ pour le René 77.

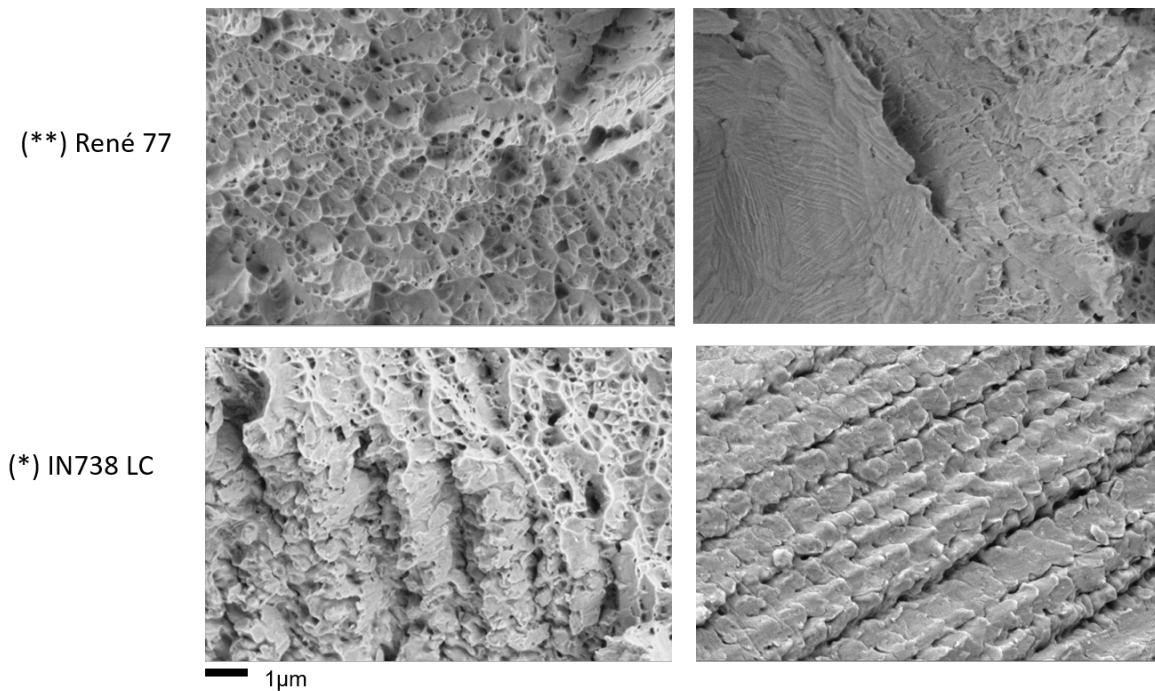


Figure 2.31 – Faciès de rupture de lames prélevées dans les cubes $v_L960P_L230e_V105$ en Inconel 738 et René 77, pliées jusqu'à rupture. Les étoiles (*) et (***) réfèrent à la figure 2.31.

La figure 2.31 présente des portions des surfaces de rupture observées au MEB. La surface de la fissure de l'Inconel 738 présente des zones avec des cupules (typiques d'une rupture ductile) et des zones où la structure dendritique est visible avec une nanoporosité entre les bras de dendrites. La surface de rupture de l'échantillon de René 77 présente également des régions avec des *dimples* (fracture ductile) et des surfaces droites, mais ne montre aucune structure dendritique. Elle suggère que les dendrites présentent une bonne cohésion dans le René 77. Pour l'Inconel 738, la nanoporosité entre les dendrites est visible à de nombreux endroits de l'échantillon. Cette nanoporosité provoque un manque de cohésion entre les dendrites dans l'Inconel 738. Elle démontre un manque d'alimentation en métal liquide dans les dernières étapes de la solidification. Le manque d'alimentation du liquide en fin de solidification est responsable de la sensibilité de ce matériau à la fissuration lors de la solidification.

Dans le chapitre 4, nous reviendrons sur la différence de sensibilité à la fissuration entre les deux matériaux. Nous tenterons de l'expliquer, au regard de la composition chimique des deux alliages.

2.7 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de relier les paramètres de fabrication, la géométrie des bains de fusion et l'apparition de fissures à la solidification dans l'Inconel 738. Il a été démontré que des bains de fusion plus larges entraînent davantage de microfissures. À taille égale des bains de fusion, un recouvrement plus important entre les bains entraîne moins de fissures.

La différence de densité de fissures a été attribuée à plusieurs phénomènes. Tout d'abord, les paramètres de fabrication avec une énergie linéique élevée impliquent une zone pâteuse plus étendue, défavorable pour la fissuration à la solidification. Nous avons évoqué des calculs en soudage montrant que les contraintes mécaniques sont également plus importantes avec une énergie linéique élevée.

En plus des phénomènes communs avec le soudage, nous avons mis en évidence des phénomènes spécifiques au procédé LBM. Il a été vu que les paramètres de fabrication modifient très largement la structure de grains. La différence de densité de fissures n'est pas la conséquence d'une différence de densité des joints de grains fortement désorientés, mais peut être partiellement expliquée par la taille des grains, avec un effet bénéfique de grains de petite taille. L'autre spécificité du procédé LBM réside dans la refusion importante du matériau au cours de la fabrication. Nous avons montré que la refusion jouait un rôle important sur la propagation des fissures. Un recouvrement plus important entre les cordons permet de limiter la propagation latérale et par conséquent la largeur des fissures. Ce phénomène explique sans doute la diminution de la densité de fissures lors d'une augmentation du taux de recouvrement.

La compréhension de ces phénomènes a permis de fabriquer un matériau avec une densité de fissures minimale et une densité relative de matière supérieure à 99.9%. L'emploi d'une énergie linéique très faible déstabilise cependant le bain de fusion, pouvant créer des porosités peu nombreuses, mais de taille conséquente. Une stratégie de fabrication avec des bains de très petite taille devrait ainsi utiliser une épaisseur de couche plus faible que celle employée. Il semble que la recherche de paramètres pour une fusion laser sans défaut avec la composition du lot étudié nous pousse dans les limites du procédé.

Les phénomènes mis en lumière permettent une optimisation du matériau à composition chimique fixée. En plus de l'optimisation des conditions de fabrication, il semble judicieux de considérer une adaptation de la composition chimique. À ce sujet, la comparaison avec le René 77 est particulièrement éclairante. Bien qu'il soit positionné à une place similaire sur les diagrammes de soudabilité, ce matériau est significativement moins sensible à la fissuration lors de la solidification. Cette différence semble être liée à une moins bonne alimentation de la zone pâteuse en métal liquide pour l'Inconel 738. Dans le chapitre 4, nous nous appuyerons sur cette comparaison pour discuter de l'influence de la composition chimique sur l'aptitude à la mise en forme. Avant cela, nous souhaitons étudier le deuxième type de fissures, de taille macroscopique, apparaissant lors du traitement thermique après la fabrication LBM (chapitre 3).

Chapitre 3

Fissuration lors du traitement thermique

Sommaire

| | | |
|------------|--|------------|
| 3.1 | Contexte de l'étude | 93 |
| 3.1.1 | Retour d'expérience industriel | 93 |
| 3.1.2 | Bibliographie : fissuration et évolution de la microstructure lors du traitement thermique après LBM | 94 |
| 3.1.3 | Objectifs de l'étude | 99 |
| 3.2 | Fissuration macroscopique lors du traitement thermique | 100 |
| 3.2.1 | Choix d'une géométrie d'éprouvette | 100 |
| 3.2.2 | État de l'éprouvette avant le traitement thermique | 102 |
| 3.2.3 | Première observation de la fissuration | 103 |
| 3.3 | Fissuration lors du chauffage | 105 |
| 3.3.1 | Traitements thermiques interrompus | 105 |
| 3.3.2 | Propagation de fissures au cours du chauffage | 107 |
| 3.3.3 | Tentative de relaxation des contraintes résiduelles | 113 |
| 3.4 | Caractérisation du retour à l'équilibre du matériau | 114 |
| 3.4.1 | Mesures indirectes : ATD, dureté et dilatométrie | 114 |
| 3.4.2 | Évolution de la microstructure | 118 |
| 3.5 | Discussion : scénario de rupture | 123 |
| 3.5.1 | État de contrainte et précipitation γ' | 123 |
| 3.5.2 | Résistance des joints de grains | 125 |
| 3.6 | Conclusion | 125 |

3.1 Contexte de l'étude

3.1.1 Retour d'expérience industriel

Lors des tentatives de fabrication de pièces en Inconel 738 au sein du groupe Safran, la fissuration lors du traitement thermique est apparue comme une difficulté majeure. Des pièces ont été réalisées avec de nombreux jeux de paramètres de fabrication différents ainsi que des cycles de traitements thermiques variés. Ces essais n'ont pas permis l'obtention d'une pièce exempte de fissures macroscopiques. Les fissures sont détectées par ressuage et sont parfois visibles à l'œil nu. La figure 3.1(a) présente un exemple d'application cible : il s'agit d'un distributeur de turbine de turbomoteur ou de turboréacteur. Pour sa fabrication par LBM, la pièce est positionnée et orientée sur un

plateau de fabrication, comme illustré en figure 3.1(b). Lors du traitement thermique, les fissures macroscopiques s'amorcent généralement dans des zones où la géométrie favorise une concentration des contraintes résiduelles, souvent au niveau des surfaces supérieures par rapport à la direction de fabrication.

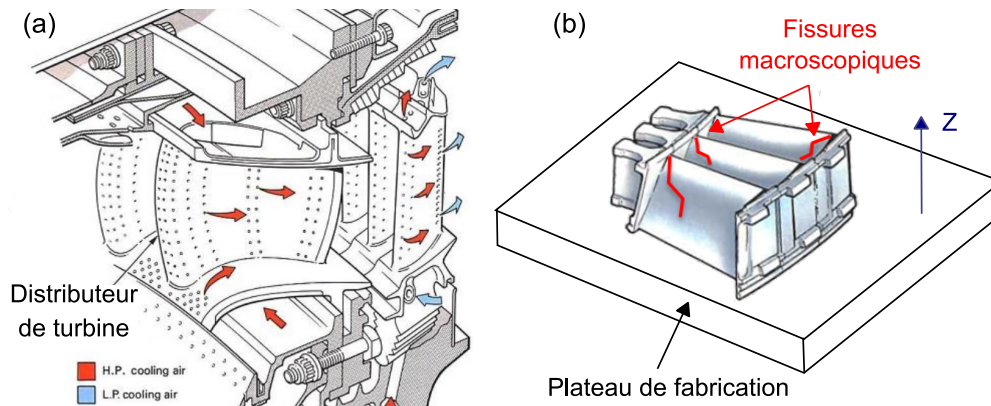


Figure 3.1 – Fissuration d'une pièce lors du traitement thermique post-LBM : (a) exemple de pièce visée (distributeur de turbine) ; (b) positionnement d'un distributeur sur le plateau de fabrication et localisations caractéristiques de macrofissures après le traitement thermique.

Le stage de fin d'étude d'Aurèle Germain (2015) a eu pour objectif de concevoir une éprouvette technologique pour étudier cette problématique. L'éprouvette devait répondre aux critères suivants : reproduire le défaut de manière reproductible, être facilement fabricable à un coût réduit par rapport aux pièces industrielles et faciliter les étapes de caractérisation après la fabrication. Différentes géométries ont été étudiées et l'une d'entre elles sera retenue pour nos travaux. Par ailleurs, un plan d'expériences a eu pour objectif de mettre en évidence une influence des paramètres LBM sur le défaut. Ce plan n'a malheureusement pas permis de dégager un domaine paramétrique dans lequel la fissuration était absente.

À la différence de l'Inconel 738, le René 77 a été utilisé avec succès au sein de Safran pour fabriquer des distributeurs de gaz exempts de fissures macroscopiques. La différence de comportement entre ces deux matériaux n'a cependant pas été expliquée.

Dans la section suivante, nous complétons la revue de littérature du chapitre 1 par une synthèse bibliographique sur la fissuration et l'évolution des microstructures lors du traitement thermique après la fabrication par LBM. Cette synthèse sera utile pour établir un protocole d'étude de ce défaut.

3.1.2 Bibliographie : fissuration et évolution de la microstructure lors du traitement thermique après LBM

Comme souligné au chapitre 1, les travaux publiés sur la microfissuration à la solidification des superalliages base nickel mis en forme par LBM sont nombreux. Ce n'est pas le cas de la fissuration lors du traitement thermique, pour laquelle les études sont rares et récentes. Les cinq dernières années ont en revanche été riches en publications sur l'évolution de la microstructure lors du traitement thermique. Celles-ci concernent l'Inconel 738 ou des alliages (CM247 LC, René 41) dont la composition est suffisamment proche pour être utiles à nos travaux. Il n'existe pas de publication sur le René 77. Selon les études, les matériaux sont mis en œuvre par LBM, LMD ou par procédé fil (WAAM). Les résultats notables sont synthétisés ci-dessous, en commençant par les analyses globales ou macroscopiques, suivies par les analyses d'échelles inférieures.

Fissuration lors du traitement thermique

Le problème de la fissuration lors du traitement thermique de pièces en Inconel 738 mis en forme par LBM fait l'objet d'un brevet d'Etter, Engeli, et Kuenzler (2015). Par analogie avec le soudage, ces auteurs associent la fissuration des pièces à la précipitation de la phase γ' lors du chauffage en début de traitement. Ils remarquent que la ductilité du matériau brut de LBM porté à 850 °C est bien inférieure à la ductilité de ce même matériau à température ambiante. L'allongement à rupture est en effet de 0,2% contre 20,9% à température ambiante.

La précipitation de la phase γ' est mise en évidence par des mesures de calorimétrie différentielle à balayage et de dilatation lors du chauffage d'une éprouvette brute de LBM de 20 °C jusqu'à 1000 °C, suivi d'un refroidissement et d'un second cycle de chauffage. Une réaction exothermique importante est constatée lors du premier chauffage entre 450 °C et 800 °C (figure 3.2), avec un pic à 600 °C. Sur cette même plage de température, une inversion de pente est visible sur la courbe du coefficient de dilatation thermique alors que celle-ci est absente lors du second chauffage. Etter et al. associent ces signaux à la précipitation de la phase γ' dans la matrice γ sursaturée : cette transformation est exothermique et provoque selon eux une contraction du matériau.

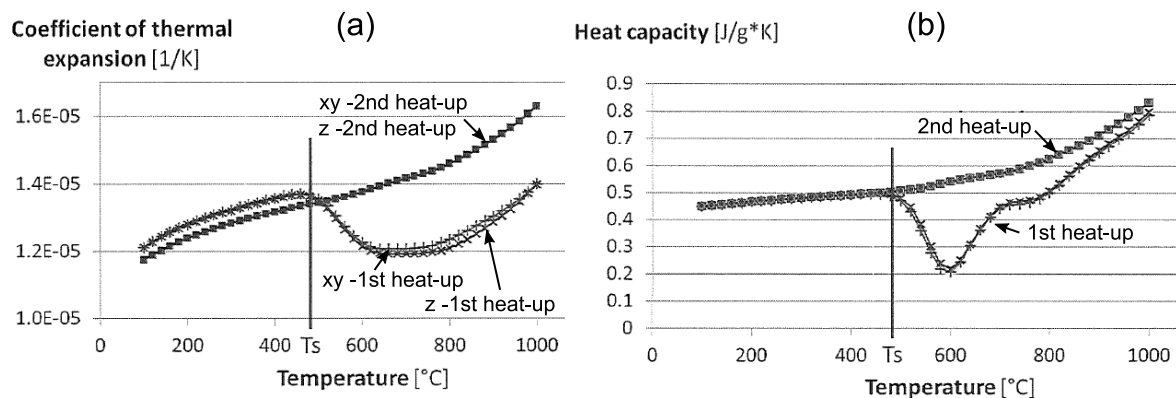


Figure 3.2 – Mise en évidence de la précipitation lors du chauffage de l'Inconel 738 brut de LBM, par mesures indirectes : (a) Coefficient de dilatation lors d'un premier et d'un second chauffage, dans la direction de fabrication (z) et dans un direction perpendiculaire (xy) ; (c) capacité calorifique spécifique apparente lors d'un premier et d'un second chauffage du matériau brut de LBM (Etter et al., 2015).

Pour limiter la précipitation, selon eux à l'origine de la fissuration, ils proposent un traitement thermique incluant une phase de chauffe rapide ($\dot{T} > 35 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$) entre 400 °C et 1050 °C. Une telle chauffe rapide permet selon eux de supprimer la fissuration de pièces, dont la taille n'est pas mentionnée. Notons qu'il pourrait être difficile voire impossible d'appliquer un chauffage aussi rapide à des pièces massives dotées d'une inertie thermique importante.

Boswell, Clark, Li, et Attallah (2019) évoquent la fissuration lors du traitement thermique d'éprouvettes en CM247 LC mises en forme par LBM. Ils soulignent la différence entre la fissuration de type *Strain Age Cracking* (SAC) et la fissuration par chute de ductilité (DDC pour *Ductility Dip Cracking*). Selon eux et conformément à la littérature du soudage (voir chapitre 1), les fissures de type SAC sont associées à la précipitation de la phase γ' qui empêche la relaxation des contraintes résiduelles formées lors du soudage, en raison d'une élévation de la limite d'élasticité du matériau. Boswell

et al. suggèrent en outre que la structure colonnaire de grains facilite la propagation des fissures.

Les auteurs traitent thermiquement différents échantillons à des températures entre 450 °C et 975 °C pendant 2h sous air, puis mesurent pour chaque échantillon une densité surfacique de microfissures. Entre 450 °C et 850 °C, ils constatent une diminution de la densité de fissures avec la température de traitement (figure 3.3(a)). Ils associent les variations de densité de microfissures à une fissuration lors des paliers de températures. Il aurait été utile de mesurer également la densité de fissures avant traitement, afin d'identifier des éventuelles fissures sur la matériau brut de LBM. Nous pensons également que la comparaison d'une densité de fissures pour différents traitements thermiques est délicate : comme la dureté des échantillons augmente avec la température de traitement, il est possible qu'une gamme de polissage commune à tous les échantillons ne révèle pas toutes les fissures pour les échantillons traités aux températures les plus élevées.

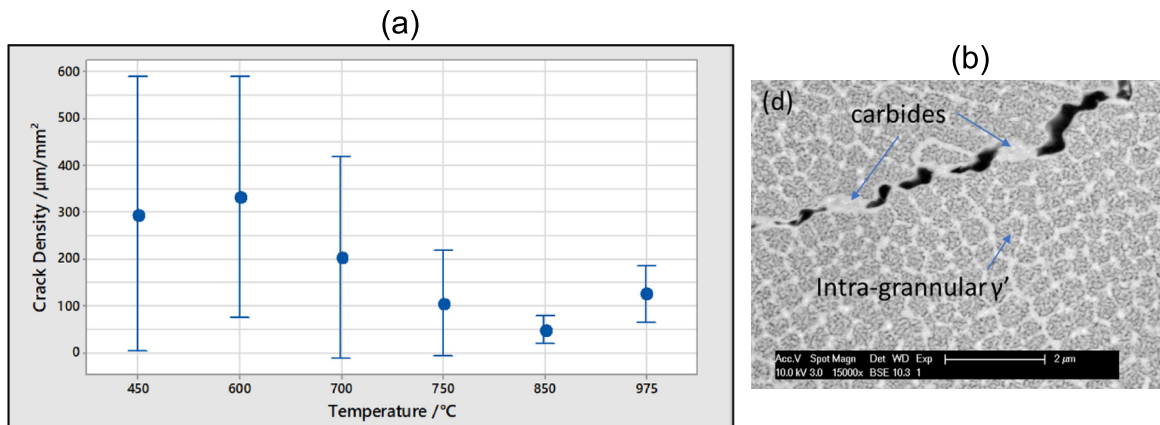


Figure 3.3 – Microfissuration du CM247 LC lors du traitement thermique post-LBM, d'après Boswell et al. (2019) : (a) densité de fissures après 2h de traitement sous air ; (b) carbure au niveau d'un joint de grain fissuré, pour l'échantillon traité à 850 °C.

Les auteurs remarquent sur l'échantillon traité à 850 °C des carbures $M_{23}C_6$ qui ancrent un joint de grains fissuré (figure 3.3(b)). Ils concluent à un rôle bénéfique des carbures $M_{23}C_6$, qui retarderaient le glissement aux joints de grains et seraient ainsi responsables de la baisse de la fissuration. La précipitation des carbures $M_{23}C_6$ et des précipités γ' intergranulaires renforce selon eux les joints de grains à partir de 750 °C, mais la précipitation γ' intragranulaire encourage en même temps une fissuration de type SAC. Ils concluent donc à une fissuration plutôt de type DDC en-dessous de 750 °C et à une fissuration de type SAC au-dessus de 750 °C. Les mécanismes évoqués sont donc différents de ceux exposés par Etter et al. dans leur brevet. Par ailleurs, un renforcement des joints de grains par les carbures $M_{23}C_6$ diffère du rôle fragilisant attribué à ces carbures en soudage (cf. section 1.3.1). Il est possible que le rôle renforçant ou fragilisant dépende de la quantité de carbures $M_{23}C_6$ et de leur taille.

Wei et al. (2019) étudient quant à eux la fissuration de type DDC d'un alliage Fe-Ni-Cr mis en forme par procédé fil (WAAM). Selon leur conclusion, la fissuration est la conséquence d'une accumulation de dislocations au niveau des joints de grains dues à l'écroutissage thermique du matériau.

Li et Wang (2010) ne constatent pas de fissuration du René 41 mis en forme par LMD et soumis à un traitement de revenu (760 °C - 16h). Ils réalisent, après le traitement thermique, des essais de traction à 800 °C (i.e. dans la plage de chute de ductilité) et proposent un scénario de rupture grâce à une caractérisation métallurgique et à l'observation des faciès. Selon eux, des micro-vides germent à l'interface entre les carbures primaires MC et la matrice. Ces micro-vides croissent sous l'effet d'une concentration de contraintes, jusqu'à se connecter les uns aux autres pour former une fissure.

En conclusion, les mécanismes évoqués pour rendre compte de la fissuration aux températures intermédiaires (500 °C à 900 °C) diffèrent selon les études. Ces différences peuvent être attribuées soit à une variation des mécanismes en fonction des matériaux, soit à un manque de consensus entre les différentes études.

Analyses thermiques, dureté et mesures de contraintes résiduelles

Boswell et al. réalisent des analyses thermiques de type DSC avec l'alliage CM247 LC. Ils observent lors du chauffage du matériau brut de LBM des pics exothermiques similaires à ceux observés par Etter et al. avec l'Inconel 738. Ils attribuent également ces pics à l'apparition de la phase γ' et mentionnent un couplage avec la formation des carbures $M_{23}C_6$ riches en Cr (cf. section suivante).

Boswell et al. observent, comme en soudage (Donachie et Donachie, 2002) ou en fonderie, (Steven et Flewitt, 1978) une augmentation de la dureté avec la température de traitement entre 450 °C et 850 °C. Cette augmentation s'explique par la croissance des précipités γ' .

L'estimation des contraintes résiduelles sur le matériau brut de LBM n'est quasiment pas traitée par les différents auteurs. Seuls Boswell et al. proposent une méthode avec des jauges de déformation, qu'ils estiment peu concluante.

Évolution de la structure de grains

Cloots, Kunze, Uggowitzer, et Wegener (2016a) ont remarqué que l'Inconel 738 ne recrystallisait pas au cours de la mise en forme par LBM, contrairement à l'alliage base cobalt Marm-M509.

La recrystallisation lors du traitement thermique de l'Inconel 738 après sa mise en forme par LBM est étudiée par Messé, Muñoz-Moreno, Illston, Baker, et Stone (2018). L'objectif visé est de faire grossir les grains pour améliorer la résistance au fluage. Ils mettent en évidence que le matériau est entièrement recrystallisé après un traitement de 2h à 1230 °C alors que la structure de grains héritée du procédé LBM perdure lors de traitements à des températures inférieures à 1220 °C. À noter que les températures de solvus des phases $M_{23}C_6$, γ' et MC sont respectivement de 1050 °C, 1155 °C et 1235 °C. La recrystallisation est facilitée lorsqu'un traitement de détensionnement (24h à 840 °C) est ajouté avant le traitement de remise en solution. Ce constat est surprenant au premier abord, car le traitement de détensionnement diminue la densité de dislocations, qui est précisément la force motrice de la recrystallisation.

L'augmentation de la recrystallisation est attribuée à la précipitation des carbures $M_{23}C_6$. Lors du traitement de détensionnement, les précipités γ' apparaissent au niveau des joints de grains riches en Al, Ti, Ta et Nb. Lors de cette réaction, la matrice γ s'enrichit en Cr et s'appauvrit en Ti, ce qui conduit à une transformation des carbures primaires MC (riches en Ti) en carbures secondaires $M_{23}C_6$ (riches en Cr). Ces derniers ont une température de solvus (1050 °C) inférieure au solidus du matériau, si bien qu'il

est possible de les remettre en solution, contrairement aux carbures MC. Ainsi, la migration des joints de grains est facilitée, car ceux-ci ne sont plus ancrés par les carbures primaires.

Phases en présence

Plusieurs études récentes ont caractérisé finement les phases en présence dans les matériaux bruts de LBM ainsi que leurs évolutions lors du traitement thermique. Ces caractérisations s'appuient sur des analyses complémentaires : microscope électronique à balayage (MEB), microscope électronique à transmission (MET, en champ clair, champ sombre, mode balayage) et diffraction des rayons X (DRX).

Divya et al. (2016) mettent en évidence la présence de précipités γ' de très petite taille dans l'alliage CM247 LC brut de LBM, grâce à une analyse MET en champ sombre (figure 3.4(a)). La distribution de taille est bimodale : 5 nm pour les précipités γ' intra-cellulaires et 50 nm pour les précipités γ' inter-cellulaires. Boswell, Clark, Li, et Attallah (2019) observent également des précipités intra-cellulaires de 5 nm tandis que Wang, Carter, Pang, Attallah, et Loretto (2017) voient plutôt (MET - champ sombre) des eutectiques γ/γ' (<10 nm en intra-cellulaire et 50 nm entre les cellules). Ces derniers estiment la fraction volumique de γ' à environ 1,5%, contre 60% environ à l'équilibre. La précipitation γ' est donc proche de zéro, en raison de la trempe très rapide du matériau.

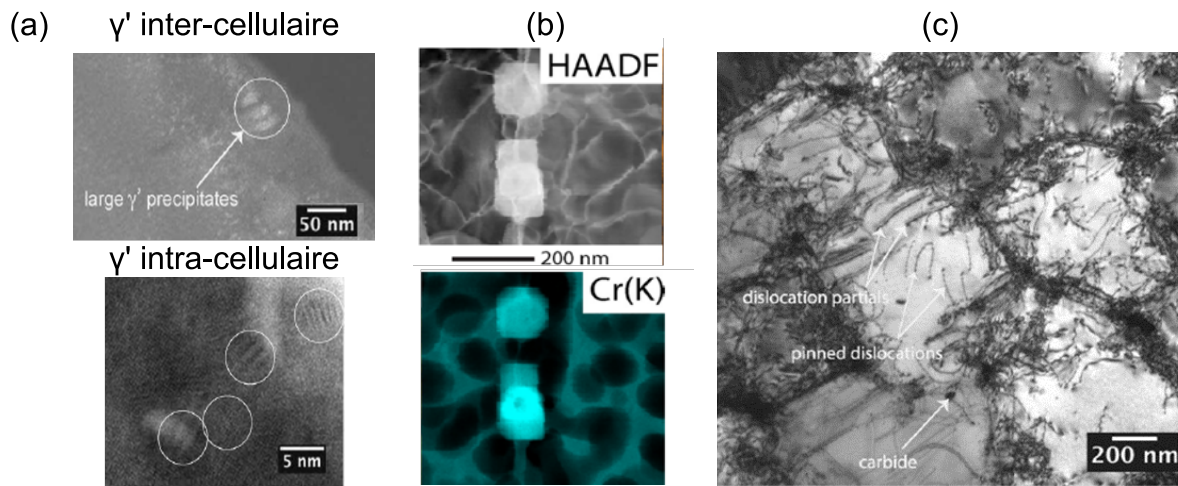


Figure 3.4 – Microstructures avant et après traitement thermique issues d'articles : (a) mise en évidence au MET en champ sombre de précipités γ' nanométriques dans le CM247 LC brut de LBM (Divya et al., 2016) ; (b) carbures secondaires $M_{23}C_6$ riches en chrome observés au MET (cartographie EDX en mode balayage) après un traitement de 24h à 840 °C (Messé et al., 2018) ; (c) observation au MET en champ clair d'une accumulation de dislocations aux frontières des cellules du CM247 LC brut de LBM (Divya et al., 2016).

Concernant l'Inconel 738 brut de LBM, Jäggle et al. (2016) ne parviennent pas à identifier de précipités γ' lors d'une observation avec une sonde atomique. Messé et al. (2018) constatent au MET des précipités de taille inférieure à 10 nm qui donnent un aspect tortueux aux dislocations. Les auteurs n'identifient pas de structure eutectique γ/γ' au sein du matériau.

Après traitement thermique, tous les auteurs cités plus haut parviennent aisément à observer les précipités non seulement au MET, mais également au MEB. Messé et al. (2018) parviennent à mesurer les paramètres de maille des phases γ et γ' : respectivement 3,587 Å et 3,583 Å après un traitement de détensionnement de 24h à 840 °C et respectivement 3,585 Å et 3,589 Å après ce même traitement suivi d'une remise en solution (2h à 1120 °C).

Messé et al. (2018) réalisent une caractérisation fine des carbures sur l'Inconel 738 mis en forme par LBM : les carbures apparaissant en blanc au MEB en mode électrons rétrodiffusés sont identifiés comme des carbures primaires MC tandis que les carbures secondaires $M_{23}C_6$ apparaissent en sombre. Ces affirmations sont vérifiées par des cartographies EDX de composition prises au MET en mode balayage (figure 3.4(b)). Les mesures montrent que les carbures présents dans le brut de LBM sont riches en Ti mais pas en Cr : les carbures secondaires n'ont donc pas le temps de précipiter pendant la fabrication. Après un traitement de remise en solution (2h à 1120 °C), certains carbures sont riches en Ti et d'autres en Cr, signe d'une coexistence des carbures primaires MC et secondaires $M_{23}C_6$. Les auteurs concluent que les carbures secondaires se sont formés lors du refroidissement après la remise en solution.

Après le traitement de relaxation (24h à 840 °C), tous les carbures sont riches en Cr, ce qui montre que les carbures primaires se sont tous transformés en carbures secondaires. L'identification des carbures secondaires $M_{23}C_6$ est confirmée par la mesure des paramètres de maille par DRX. Les autres études ne vont pas aussi loin dans la caractérisation des carbures. Divya et al. (2016) observent sur le CM247 LC des précipités riches en Hf, très certainement des carbures primaires MC, en raison de la grande affinité du Hf avec le C. Jäggle et al. (2016) observent à la sonde atomique des borures riches en Cr ainsi que des phases intermétalliques riches en Zr, Si, Ta et Mo.

Dislocations

Les dislocations sont observées au MET par différents auteurs, en se plaçant proche des conditions de Bragg. Divya et al. (2016) remarquent sur le CM247 LC une densité de dislocations élevée au niveau des frontières entre les cellules et des joints de grains (figure 3.4(c)). Les dislocations résultent d'un écrouissage important du matériau pendant la fabrication LBM. La forme tortueuse des dislocations est attribuée à une limitation de leur glissement par les précipités. Cette observation est partagée par les autres auteurs. Wang et al. (2017) constatent que les joints de grains et les interfaces entre cellules ont une allure semblable par observation au MET : ces zones sont riches en Al, Ti et Hf et pauvres en Co et W. Elles contiennent également beaucoup de dislocations, bloquées par les précipités. Messé et al. (2018) observent sur l'Inconel 738 une diminution de la densité de dislocations après le traitement de relaxation de contraintes (2h à 840 °C).

3.1.3 Objectifs de l'étude

L'étude bibliographique a permis d'avoir une première idée de la microstructure dans le matériau brut de LBM et de son évolution lors des traitements thermiques. Le matériau brut de LBM est caractérisé par son état trempé, fortement hors équilibre, avec une présence marginale de phase γ' ($\sim 1,5$ vol%) pour le CM247 LC), observable uniquement au MET. La microstructure est cellulaire plutôt que dendritique, avec

une densité de dislocations importante aux interfaces entre les cellules. Le traitement thermique constitue un retour à l'état d'équilibre, avec une diminution de la densité de dislocations, à une précipitation de la phase γ' et de carbures secondaires.

La description des circonstances de la fissuration est variable selon les études. Etter et al. (2015) évoquent une fissuration au cours d'une rampe de chauffage entre 450 °C et 1050 °C, mais ils ne précisent pas la température d'occurrence du défaut. D'un point de vue mécanique, les contraintes résiduelles et leur évolution au cours des traitements thermiques ne sont pas caractérisées. D'un point de vue métallurgique, les auteurs décrivent une fissuration intergranulaire. Pour l'Inconel 738, les joints de grains concernés sont ceux hérités de la fusion, puisque le matériau ne recrystallise qu'à 1230 °C. Le scénario de rupture varie selon les études et devra être précisé. La phase γ' est décrite comme un inhibiteur de la relaxation des contraintes. Les carbures présents aux joints de grains sont tantôt décrits comme des points d'ancrage qui retardent la fissuration et tantôt comme des points faibles qui la facilitent.

En plus de cette revue de littérature, notre étude tire profit de l'historique suivant : d'une part un retour d'expérience industriel sur une différence de comportement entre le René 77 et l'Inconel 738, d'autre part la conception d'une éprouvette technologique permettant de reproduire le défaut présent sur le distributeur de gaz. Dans ce contexte, nous pouvons formuler quatre objectifs pour nos travaux :

1. Préciser la **plage de température dans laquelle la fissuration intervient**.
2. Mettre en place un protocole donnant une réponse quantitative sur l'état de fissuration, de manière à pouvoir **comparer les deux matériaux**. La différence de comportement devra ensuite être expliquée grâce à différentes mesures et analyses.
3. **Proposer un mécanisme de fissuration**. La compréhension du rôle des transformations de phases pourrait être importante pour expliquer la différence de comportement entre l'Inconel 738 LC et René 77.
4. Évaluer la **faisabilité d'un détensionnement à basse température** pour éviter la fissuration. Une mesure des contraintes résiduelles sera donc utile.

Il n'existe pas de protocole établi pour répondre à ces questions. La section suivante est consacrée à une première observation de la fissuration, qui servira au choix d'un protocole d'étude.

3.2 Fissuration macroscopique lors du traitement thermique

3.2.1 Choix d'une géométrie d'éprouvette

Il est souhaitable de reproduire le défaut de fissuration lors du traitement thermique sur une éprouvette technologique de petite taille, afin de pouvoir étudier un nombre important de conditions de fabrication avec un coût réduit. Afin de se rapprocher le plus possible du défaut sur la pièce industrielle, il a été choisi de travailler avec une éprouvette *auto-contrainte*. Par définition, les contraintes mécaniques à l'origine de la fissuration apparaissent au sein de la structure de l'éprouvette lors de l'étape de mise en forme par LBM (cf. section 1.3.2).

L'éprouvette dite *pince à linge* mise au point par Aurèle Germain (2015) apparaît comme un choix naturel pour débiter l'étude, car celle-ci a permis par le passé de reproduire le défaut avec une géométrie de petite taille. Il faudra toutefois déterminer si cette géométrie permet de répondre aux objectifs fixés. Au chapitre 1, il a été vu que les éprouvettes *auto-contraintes* utilisées en soudage permettent parfois une étude qualitative plutôt que quantitative. Nous devons donc juger si les mesures obtenues avec l'éprouvette *pince à linge* sont suffisamment précises pour déterminer la plage de température dans laquelle la fissuration apparaît, ainsi que pour comparer les deux matériaux d'étude.

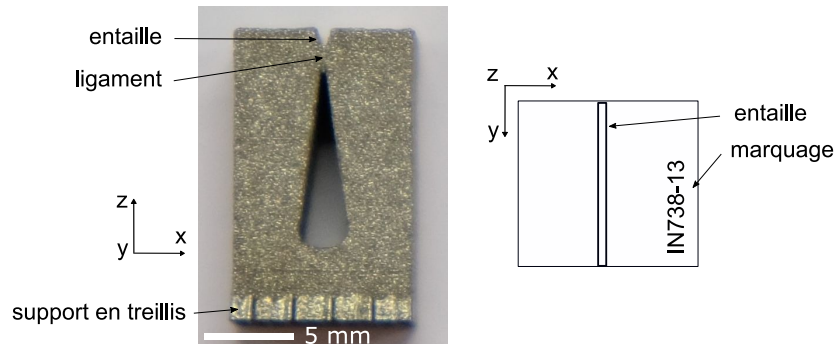


Figure 3.5 – Présentation de l'éprouvette d'étude de la fissuration lors du traitement thermique : vue de côté (photographie) et vue du dessus (schéma).

Le principe de conception de l'éprouvette *pince à linge* est simple : il s'agit de concentrer les contraintes mécaniques issues de la fabrication dans une zone localisée. Si les contraintes sont suffisantes, une fissure pourra apparaître dans cette zone lors du traitement thermique. Les éprouvettes sont des prismes de section carré, de côté 10 mm et de hauteur 15 mm. La surface supérieure comporte une entaille (figure 3.5), le rayon du fond d'entaille pouvant être choisi. Un ligament de matière d'une hauteur de 1,5 mm sépare cette entaille d'une autre entaille dirigée vers le haut. Pour ce travail, une concentration de contraintes élevée a été visée avec un rayon en fond d'entaille de 0,1 mm.

Les éprouvettes ont été construites sur un support en treillis (*lattice*) de 2 mm de haut. Les mêmes paramètres de fabrication ont été utilisés pour toute l'éprouvette, sans utilisation de paramètres spécifiques pour les surfaces extérieures : $P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $e_V = 105 \text{ } \mu\text{m}$. Contrairement aux cubes précédemment fabriqués, on ne souhaite pas observer ici les bains de fusion. En conséquence, il n'y a pas de contrainte sur l'angle de rotation de la direction de balayage entre deux couches. Un angle de 67° a donc été choisi pour se conformer à une pratique industrielle courante (voir figure 1.20). Soixante-dix exemplaires de cette éprouvette ont été fabriqués sur un même plateau de fabrication, pour l'étude de différents cycles de traitement thermique. Un nombre identique d'exemplaires a été fabriqué en René 77, avec les mêmes conditions de fabrication.

3.2.2 État de l'éprouvette avant le traitement thermique

Microfissuration

Après fabrication des éprouvettes en Inconel 738, l'état de la matière au voisinage du ligament a été observé au microscope optique sur une coupe médiane de l'éprouvette. La densité de microfissures de solidification a été mesurée sur une surface de 4 mm^2 avec la même méthode que celle utilisée pour les cubes. Cette densité diffère : $1,65 \text{ mm/mm}^2$ contre $1,28 \text{ mm/mm}^2$ sur le cube réalisé avec la même puissance, vitesse de balayage et écart vecteur. Cette différence s'explique probablement par la différence d'angle de rotation de la direction de balayage. La différence de densité de fissures est cependant faible par rapport aux différences de densité de fissures observées au chapitre 2.

Forme du fond d'entaille

D'un point de vue géométrique, la pièce diffère du plan : le fond d'entaille n'est pas circulaire mais comporte un fond plat d'une largeur de $0,5 \text{ mm}$ environ (voir figure 3.7). Cet écart s'explique par la résolution limitée, du fait de la largeur des bains de fusion ($150 \mu\text{m}$), de l'épaisseur des couches de fabrication ($40 \mu\text{m}$) ainsi que par l'absence d'utilisation de paramètres de fabrication spécifiques pour les surfaces extérieures de la pièce (paramètres dits de *contour*). Ce choix résulte de la volonté d'avoir un jeu unique de paramètres de fabrication dans l'intégralité de l'éprouvette. Si le respect de la géométrie peut être amélioré par une itération sur les paramètres de fabrication et peut différer d'une machine à l'autre, il semble toutefois difficile de contrôler le facteur de concentration de contraintes en fond d'entaille. Quand bien même la forme du fond d'entaille serait respectée, la rugosité de surface ou bien la présence de microfissures dans le matériau modifieraient la valeur du facteur de concentration de contraintes. Il a été choisi de ne pas améliorer l'état de surface par usinage, afin de ne pas introduire de contraintes mécaniques supplémentaires. Finalement, le facteur de concentration de contraintes n'est pas considéré, dans notre étude, comme une variable qu'il est possible de contrôler.

Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles ont été mesurées par Diffraction aux Rayons X (DRX) par la méthode des $\sin^2 \Psi$. Un rayonnement X avec la raie K_α du magnésium a été utilisé avec une taille de spot de $0,3 \text{ mm}$. Le dépouillement prend en compte un module d'Young $E = 200 \text{ GPa}$ et un coefficient de Poisson $\nu = 0,3$. Les mesures ont été réalisées sur la surface supérieure de l'éprouvette brute de LBM. Étant donné la difficulté à mesurer les contraintes au fond de l'entaille, les mesures ont été effectuées à côté de celle-ci, au point B indiqué sur la figure 3.6, à une distance de $2,5 \text{ mm}$ du milieu de l'entaille. Une mesure des contraintes en surface a été suivie de mesures en profondeur, grâce à des polissages électrolytiques successifs. Afin d'estimer la dispersion, les mesures ont été répétées sur trois éprouvettes distinctes.

Le premier constat est que la surface supérieure de l'éprouvette est en traction, avec des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} positives. Une contrainte positive dans la partie supérieure de l'éprouvette est conforme au mécanisme d'accumulation des contraintes dans les couches de fabrication, décrit en section 1.3.3.

Le niveau de contraintes est ici compris entre 400 et 600 MPa , soit 45% à 70% de la limite élastique de l'Inconel 738 de fonderie après son traitement thermique standard

(860 MPa d'après Danis (2008)). La microstructure de ce dernier est cependant très différente de celle du matériau brut de LBM (fraction de précipités γ' , taille de grains, écrouissage), si bien que les limites élastiques ne sont très probablement pas semblables. Nous constatons également que le niveau de contraintes est plus élevé dans la direction y que dans la direction x . Comme $\sigma_{yy} > \sigma_{xx}$ au sein des 15 couches de fabrication concernées par les mesures, malgré la rotation de la direction de balayage de 67° à chaque couche, il est probable que cette différence soit liée à la géométrie de l'éprouvette plus qu'à la direction de balayage.

Il serait préférable de pouvoir estimer les contraintes résiduelles directement dans la zone d'étude, c'est-à-dire dans le ligament. Sans avoir la capacité de le vérifier, nous supposons que le niveau de contraintes au fond de l'entaille est supérieur au niveau de contraintes à côté de l'entaille.

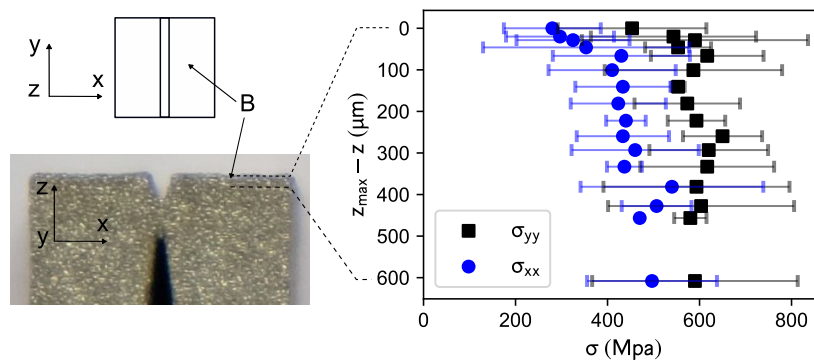


Figure 3.6 – Contraintes résiduelles mesurées par DRX sur l'éprouvette en Inconel 738 brute de LBM. Les barres d'erreurs correspondent aux intervalles de confiance à 95% estimés à partir de mesures sur trois éprouvettes distinctes.

3.2.3 Première observation de la fissuration

Une éprouvette en Inconel 738 a été soumise à un traitement thermique de remise en solution identique au traitement de fonderie : un palier de 2h à 1120°C sous atmosphère protectrice d'argon, suivi d'une trempe à l'air. La vitesse de chauffage lors de la montée en température est de $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. L'éprouvette a ensuite été découpée selon le plan (xz) médian puis observée au microscope optique.

La vue en coupe montre une fissure de taille millimétrique (figure 3.7(a)) : sa longueur est légèrement supérieure à la moitié de la hauteur du ligament. Il a été vérifié qu'une même éprouvette avant le traitement thermique était exempte d'une telle fissure. La fissure après traitement thermique a une ouverture supérieure à $10\ \mu\text{m}$: elle est ainsi visible après un polissage à la pâte diamantée $1\ \mu\text{m}$. Les microfissures apparues lors de la solidification ont une ouverture plutôt comprise entre $1\ \mu\text{m}$ et $3\ \mu\text{m}$: elles ne sont au contraire pas visibles en l'absence d'un polissage supplémentaire à la silice colloïdale.

En découpant la partie inférieure de l'éprouvette et en la serrant dans un étau (cf. section suivante, figure 3.10), il est facile de rompre la partie du ligament qui n'est pas encore fissurée afin d'observer le faciès de rupture. Le faciès est alors observable à l'œil nu ou à la binoculaire (figure 3.7.b). Il est intéressant de constater qu'une partie du faciès de rupture du ligament est oxydée en surface (zone 1), tout comme la surface extérieure de l'éprouvette (zone 3). Cette oxydation est apparue lors du

traitement thermique à cause de l'oxygène résiduel présent dans l'enceinte du four. Nous remarquons que la hauteur de la partie oxydée correspond à la longueur de la fissure visible en coupe. L'oxygène a donc pénétré jusqu'au fond de la fissure apparue pendant le traitement thermique. Au contraire, la partie inférieure de la surface de rupture du ligament (zone 2) a conservé la couleur de l'éprouvette avant le traitement thermique. Cette partie correspond à la fraction du ligament qui n'a pas fissuré lors du traitement thermique. Elle n'a de ce fait pas été en contact avec l'oxygène et n'a pas subi d'oxydation.

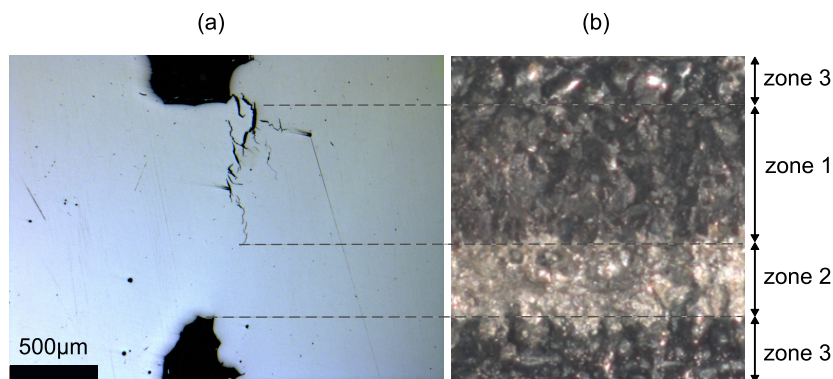


Figure 3.7 – Fissure sur une éprouvette *pince à linge* en Inconel 738 suite à un traitement de remise en solution de 2h à 1120 °C sous argon, suivi d'une trempe à l'air : (a) vue en coupe et (b) faciès de rupture observé à la binoculaire.

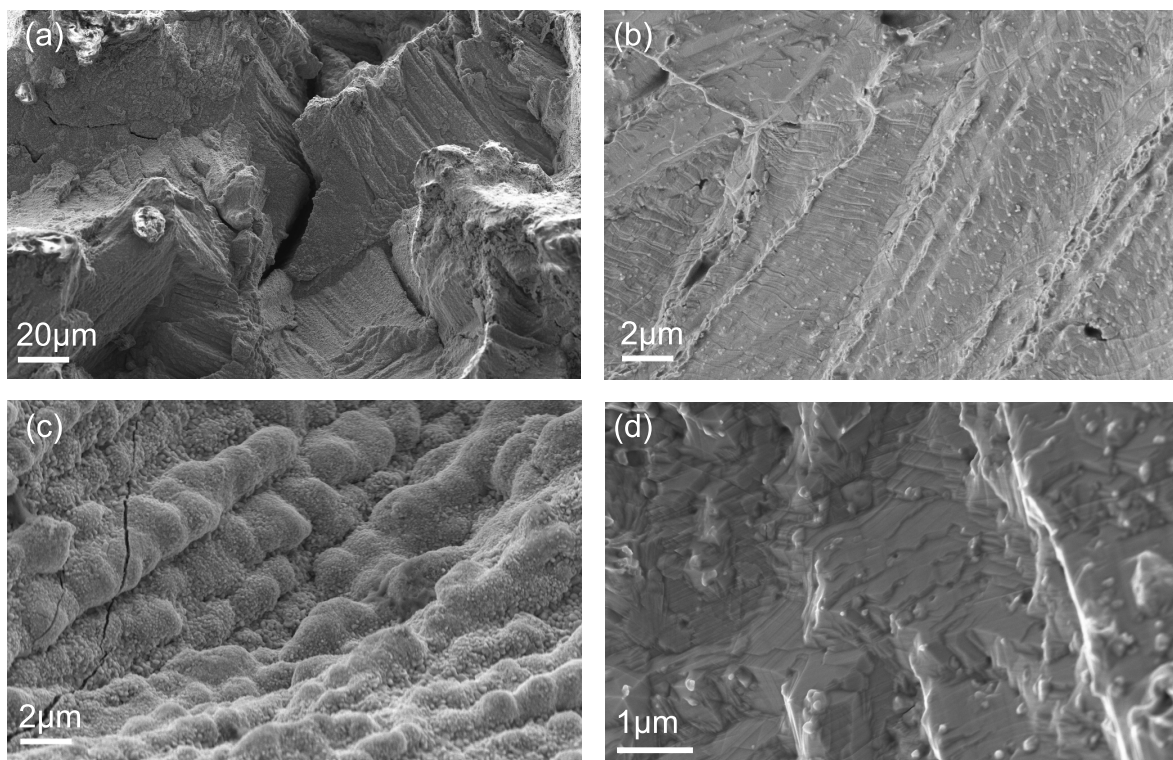


Figure 3.8 – Faciès de rupture du ligament de l'éprouvette *pince à linge* en Inconel 738 observé au MEB (mode SE-In Lens) : fraction du ligament fissurée lors du traitement thermique et oxydée en surface (zone 1, (a) et (c)), fraction du ligament rompue postérieurement au traitement thermique (zone 2, (b) et (d)).

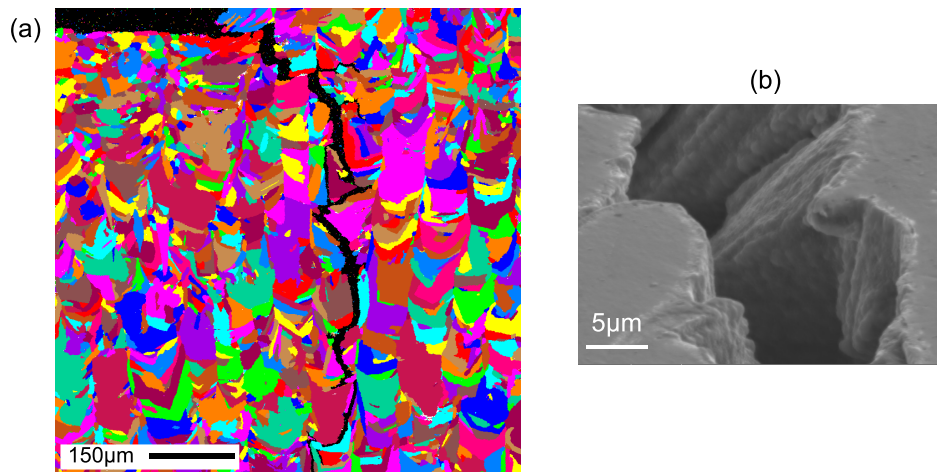


Figure 3.9 – Caractère intergranulaire de la fissuration après un traitement de remise en solution sous argon suivi d’une trempe à l’air : (a) structure de grains (cartographie EBSD) au voisinage de la fissure sur une éprouvette *pince à linge* (paramètres de fabrication : $P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $e_V = 75 \text{ } \mu\text{m}$ et $\Delta Z = 40 \text{ } \mu\text{m}$) ; (b) lèvres de la fissure.

Le faciès de rupture a également été observé au microscope électronique à balayage, au niveau de la zone 1 et de la zone 2 (figure 3.8). Au niveau de la zone 1, on retrouve des structures caractéristiques d’une oxydation de surface (Sanviemvongsak, Monceau, et Macquaire (2018)), laquelle limite l’observation. Au niveau de la zone 2, le faciès de rupture est observable. Le faciès ne comporte pas de cupules de ductilité, alors qu’elles étaient nombreuses sur le faciès de rupture des éprouvettes brutes de LBM (figures 2.16 et 2.31). Suite au traitement thermique de remise en solution, le matériau semble donc moins ductile que le matériau brut de LBM. La figure 3.9(a) montre que la fissuration est intergranulaire, comme c’est le cas pour la fissuration au traitement thermique dans le domaine du soudage. Au niveau des lèvres de la fissure, nous distinguons au MEB à certains endroits la microstructure dendritique (figure 3.9(b)), ce qui suggère que la macrofissure apparue lors du traitement thermique s’est propagée en passant par des microfissures à la solidification.

3.3 Fissuration lors du chauffage

Nous avons confirmé que les éprouvettes *pinces à linge* sont sujettes à une fissuration macroscopique intergranulaire lors du traitement thermique de remise en solution. Cette confirmation nous conduit à adresser trois questions : 1) À quel instant du cycle thermique intervient la fissuration (chauffage, pallier, trempe) ? 2) Un retour à l’équilibre du matériau sans fissuration est-il possible ? 3) Qu’en est-il de la différence de comportement entre l’Inconel 738 et le René 77 constatée industriellement ? Pour suivre l’évolution de ces deux matériaux lors du retour à l’équilibre, des éprouvettes *pinces à linge* sont soumises à des traitements thermiques interrompus.

3.3.1 Traitements thermiques interrompus

Des éprouvettes *pinces à linge* ont été fabriquées en René 77 avec les mêmes paramètres que ceux de l’Inconel 738, pour comparer le retour à l’équilibre des deux matériaux. Le protocole expérimental est résumé en figure 3.10. Sous argon, l’éprouvette suit une rampe de chauffage identique à celle du traitement thermique de remise

en solution, à une vitesse de $10^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Quand elle atteint une température T_{stop} , le traitement est interrompu : la pièce est sortie du four et subit un refroidissement rapide par trempe à l'air ou par trempe à l'eau. À l'issue de ce cycle thermique, la pièce est découpée pour être analysée. Un tiers de l'éprouvette est prélevé pour différentes analyses : observation en coupe de la fissure dans le ligament, observation de la microstructure et mesure de la dureté. Les deux tiers restants sont destinés à une observation du faciès de rupture. La partie inférieure de l'éprouvette est découpée, puis le ligament est rompu par serrage de l'éprouvette dans un étau. Le faciès de rupture est ensuite observé à l'aide d'une binoculaire. L'intérêt d'observer à la fois la fissure en coupe et le faciès est de détecter d'éventuelles inhomogénéités de la profondeur de la fissure au sein du ligament.

Le tableau 3.1 indique les différentes températures d'interruption du traitement thermique. La température indiquée par le thermocouple du four au moment de l'interruption est notée T_{stop}^{TCfour} , différente de la température $T_{stop}^{éprouvette}$ au sein de l'éprouvette au même instant. La correspondance entre ces deux températures a été établie préalablement aux traitements thermiques interrompus, lors du chauffage sous air d'une éprouvette instrumentée par un thermocouple soudé en surface. Pour chaque condition d'essai, huit éprouvettes ont été utilisées, à raison de deux par matériau (Inconel 738 / René 77) et par type de trempe (trempe à l'air / à l'eau).

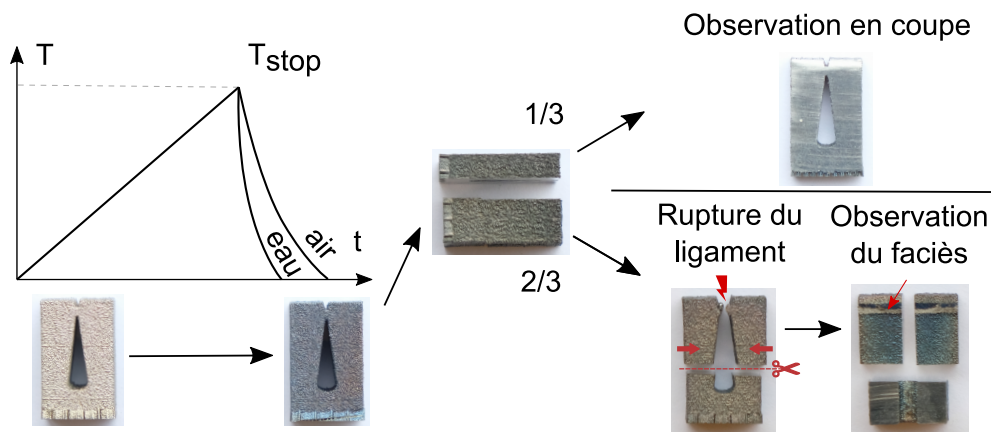


Figure 3.10 – Protocole de traitement et d'analyse des éprouvettes *pinces à linge*.

| | | | | | | | | | | |
|-------------------------|---------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|------|
| T_{stop}^{TCfour} | 600 (*) | 700 | 750 | 800 | 850 | 900 | 950 | 1000 | 1100 | 1200 |
| $T_{stop}^{éprouvette}$ | 525 (*) | 635 | 685 | 740 | 795 | 850 | 905 | 955 | 1055 | 1175 |

Tableau 3.1 – Températures d'interruption du chauffage des éprouvettes : T_{stop}^{TCfour} est la température indiquée par le thermocouple du four au moment de l'interruption et $T_{stop}^{éprouvette}$ est la température au niveau de l'éprouvette au même instant. Pour chaque condition d'essai, huit éprouvettes ont été utilisées, à raison de 2 par matériau (Inconel 738 / René 77) et par type de trempe (trempe à l'air / à l'eau). Seule la condition (*) n'a été utilisée qu'une fois par matériau, avec une trempe à l'air.

3.3.2 Propagation de fissures au cours du chauffage

La pénétration de l'oxygène dans un matériau sollicité à haute température et son effet sur la fissuration est un sujet d'intérêt pour les spécialistes de l'oxydation et de la corrosion. Si une fissure est débouchante, il est ainsi connu que l'oxygène pénètre facilement jusqu'au fond de fissure (voir par exemple l'étude d'Andrieu et Pineau (1999)). Par ailleurs, la formation d'une couche d'oxyde est rapide : sous air, elle apparaît dès 4 minutes à 650 °C pour de l'Inconel 718. Parmi les échantillons en Inconel 738, nous observons un changement de la couleur en surface après la sortie du four quand $T_{stop}^{épreuve} > 635$ °C. Par conséquent, l'oxydation semble pouvoir donner une bonne estimation de la progression de la fissure, par la coloration du faciès.

Évolution de la fraction fissurée du ligament

La figure 3.11 montre le faciès du ligament des éprouvettes en Inconel 738 chauffées jusqu'à $T_{stop}^{épreuve}$, puis trempées à l'air. Dès $T_{stop}^{épreuve} = 685$ °C, un amorçage de fissure est visible dans la partie supérieure du ligament. Les sites d'amorçage peuvent être des microfissures proche de la surface supérieure libre, possiblement déjà agrandies lors du chauffage. À 740 °C, les fissures se sont propagées, principalement latéralement. À 795 °C, la zone oxydée occupe toute la partie supérieure du faciès. La fissure continue ensuite sa propagation dans la profondeur. Ces images montrent l'intérêt de l'observation des faciès par rapport à une observation en coupe : les premières étapes de la fissuration n'auraient pas pu être détectées à coup sûr avec une observation en coupe, à cause de la discontinuité de la zone fissurée.

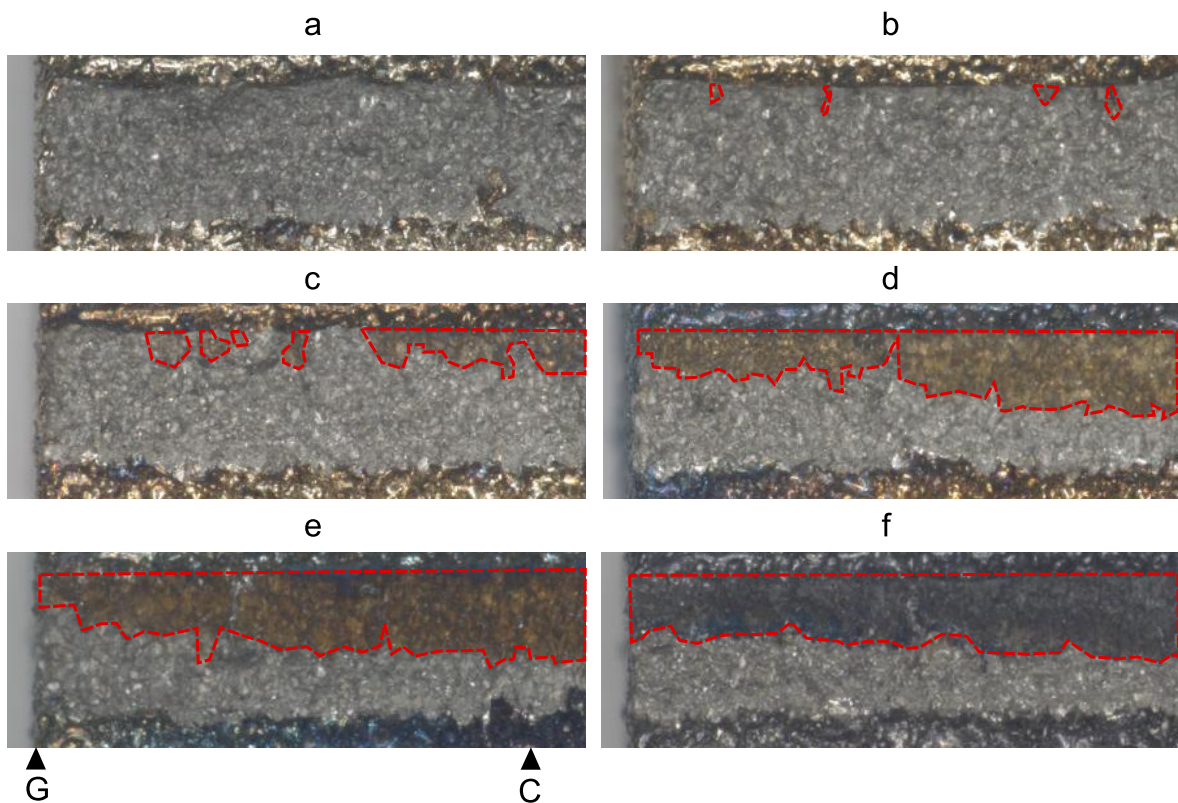


Figure 3.11 – Faciès de rupture des éprouvettes en Inconel 738 sorties du four à différentes températures $T_{stop}^{épreuve}$: (a) 635 °C, (b) 685 °C, (c) 740 °C, (d) 795 °C, (e) 850 °C, (f) 1055 °C. L'indicatif G correspond à l'extrémité gauche du faciès et C au centre.

Quelle que soit la température, la partie basse du ligament reste toujours intacte, avec une fissure ne dépassant jamais de beaucoup la moitié supérieure du ligament. Il y a donc lieu de penser que la partie basse du ligament est soumise à des contraintes plus faibles ou bien à des contraintes de compression. La fissuration du ligament du haut vers le bas rappelle les profils de contraintes dans les pièces en LBM évoqués au chapitre 1 (section 1.3.3). En effet, de nombreuses études ont mesuré des contraintes de traction maximales au niveau de la surface supérieure des pièces.

L'observation des faciès offre un autre avantage : la possibilité de quantifier la fraction oxydée de ligament, c'est-à-dire la fraction qui a fissuré lors du traitement thermique. À l'aide du logiciel ImageJ, la surface du oxydée faciès a été mesurée sur la moitié gauche de l'éprouvette et rapportée à la surface totale (oxydée et non oxydée)¹. La figure 3.12 présente la fraction oxydée du faciès pour les différentes éprouvettes. La différence entre les deux matériaux apparaît très clairement :

- la fraction fissurée maximale atteint 50% pour l'Inconel 738, alors qu'elle n'est que de 25% pour le René 77 ;
- les températures de début de fissuration, indiquées par des flèches sur la figure 3.12, sont également différentes. La fissuration débute dès 685 °C pour l'Inconel 738, contre 795 °C pour le René 77.

Ces différences confirment la plus grande sensibilité de l'Inconel 738 à la fissuration lors du traitement thermique.

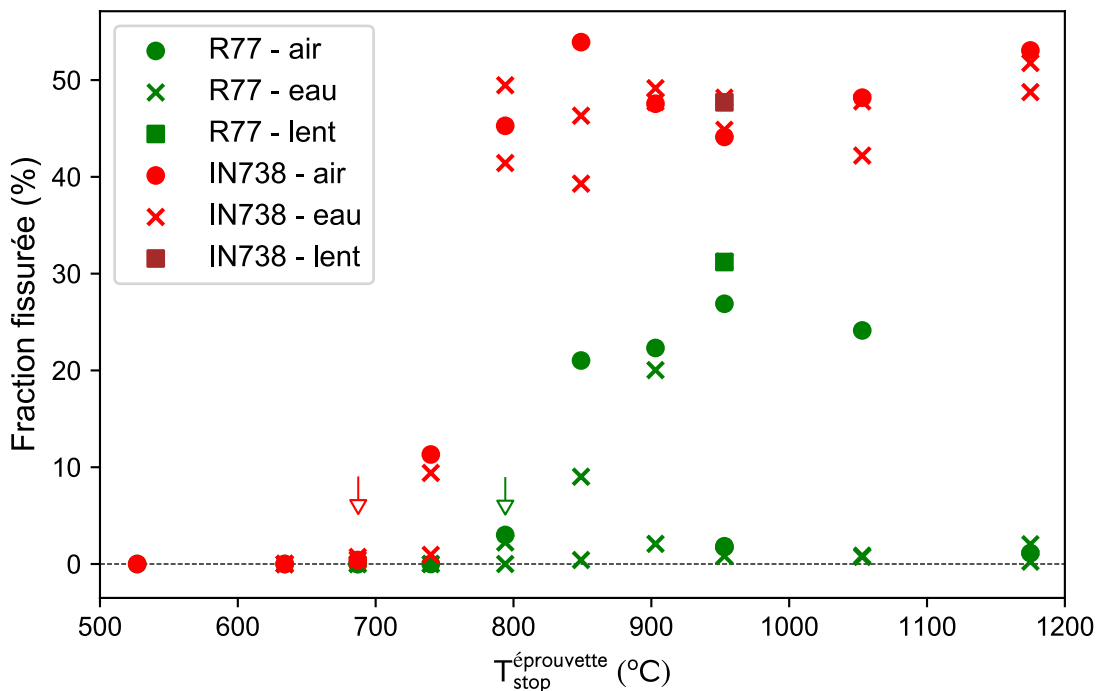


Figure 3.12 – Fraction fissurée du ligament en fonction de la température des éprouvettes à la sortie du four. Le type de trempe (air / eau) appliqué est précisé. Les flèches indiquent pour chaque matériau la température de début de fissuration. Un refroidissement lent sous air a également été réalisé dans le four éteint pour la température $T_{stop}^{éprouvette} = 950$ °C (indicatif *lent*).

1. Préalablement, il a été vérifié que la surface oxydée était symétrique.

Fissuration au cours du chauffage, ou au cours du refroidissement par trempe ?

Pour la suite, il est important d'attester que la fissure apparaît lors de la montée en température. À ce stade, un doute subsiste : une partie de la fissuration aurait pu intervenir lors de la trempe, suite à la sortie du four. En effet, le refroidissement rapide sous air induit sans doute des contraintes mécaniques et possiblement une propagation de la fissure. Dans ce cas, le faciès aurait-il eu le temps de s'oxyder au cours du refroidissement ? Pour éliminer ce doute, la comparaison des échantillons trempés à l'air et à l'eau est utile.

En figure 3.12, nous ne percevons pas de différence entre les échantillons trempés à l'air et ceux trempés à l'eau. Pour ces derniers, une éventuelle propagation de la fissure lors de la trempe ne donnerait pas lieu à une oxydation du faciès, à cause du refroidissement rapide (de l'ordre de la seconde) et du contact avec l'eau. Par conséquent, pour les éprouvettes trempées à l'eau comme celles trempées à l'air, le faciès oxydé semble bien correspondre à l'état de fissuration de l'éprouvette juste avant d'être sortie du four.

Une confirmation supplémentaire provient d'une éprouvette chauffée jusqu'à 950 °C, puis refroidie lentement dans le four de traitement thermique éteint, sous air. La figure 3.12 montre que cette éprouvette a une fraction oxydée de ligament identique aux autres échantillons. Cette éprouvette n'a pas subi de contraintes mécaniques après la fin du chauffage, en raison d'un refroidissement lent et homogène. Le niveau de fissuration observé correspond donc bien à une fissuration au cours du chauffage.

En conclusion, la fraction oxydée du faciès de rupture des éprouvettes, qu'elles soient trempées à l'air ou à l'eau, est représentatif d'une fissuration apparue au cours de la rampe de chauffage.

Observation en coupe des fissures au MEB et observation du faciès

De manière surprenante, il semble y avoir une part d'aléatoire dans la fissuration des éprouvettes en René 77. À température identique, certaines éprouvettes sont fissurées et d'autres non. Cela a été vérifié par une observation en coupe au microscope optique : ces éprouvettes ne présentent effectivement pas de fissure. En revanche, il est visible que certains joints de grains à proximité de l'entaille présentent des décohésions, comme celles présentées dans le paragraphe suivant.

Fissure, décohésions et phase au niveau des joints de grains À 740 °C, la fissuration de l'éprouvette en Inconel 738 trempée à l'air débute (10% du ligament) tandis que l'éprouvette en René 77 est encore intègre. Il est donc intéressant d'observer au MEB les éprouvettes dont le chauffage a été interrompu à cette température. La figure 3.13 (a) présente une vue en coupe d'une zone à proximité du fond de fissure, pour l'éprouvette en Inconel 738. L'ouverture entre grains est inférieure à 1 µm : la fissure est très étroite par rapport aux endroits les plus larges (ouverture > 10 µm). La figure 3.13 (b) montre une désolidarisation naissante au niveau d'un joint de grains, également à proximité du fond de fissure. Une phase est visible à l'interface entre les grains. Cette phase de nature inconnue est trop fine pour que nous puissions en mesurer la composition chimique au MEB, par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Son épaisseur, de l'ordre de 200 nm, est en effet bien inférieure à la dimension caractéristique de la poire d'interaction des rayons X, de l'ordre de 1 µm. Cette phase

a également été observée au niveau des joints de grains loin de la fissure, comme par exemple en figure 3.13 (c).

Le René 77 ne présente pas de fissure, d'après les observations du faciès à la binoculaire et les observations en coupe au microscope optique. Néanmoins, des décohésions de taille nanométrique sont visibles au niveau de joints de grains à proximité du fond d'entaille (figures (d) et (e)). Elles sont semblables à celles des échantillons en René 77 non fissurés. Il y a lieu de penser que ces décohésions correspondent à un stade préliminaire de la fissuration. Les joints de grains du René 77 diffèrent de ceux de l'Inconel 738 : la phase observée sur l'Inconel 738 n'est pas ou peu visible sur le René 77, comme le montre la figure 3.13(d). Nous reviendrons par la suite sur la nature de cette phase, en section 3.4.2.

Microfissures à la solidification Les faciès des ligaments rompus ont également été observés au MEB : ils sont présentés en figure 3.14. Comme indiqué préalablement, le ligament de l'éprouvette en Inconel 738 est oxydé à 10% (pointillés rouges) tandis que celui du René 77 ne l'est pas. Pour l'Inconel 738, la frontière entre la zone oxydée et non oxydée a pu être repérée (zone A). Comme lors de l'observation présentée en figure 3.8, l'oxydation de surface limite la lecture. Pour cette raison, le faciès a également été observé dans les zones B et B', rompues à froid postérieurement au traitement thermique. Pour l'Inconel 738, la structure dendritique est visible à de nombreux endroits du faciès (pointillés bleus) : il s'agit de microfissures ou de manques de cohésion entre les dendrites apparues lors de la solidification. Ces microfissures, absentes du faciès de l'éprouvette en René 77, constituent des points faibles et des zones de concentration de contrainte au sein de l'Inconel 738.

Cupules de ductilité Pour le René 77 comme pour l'Inconel 738, le faciès de rupture présente des zones avec des cupules. Après un chauffage jusqu'à 740 °C, température à laquelle la fissuration de l'Inconel 738 a déjà débuté, le matériau est encore ductile. Nous nous rappelons au contraire que le faciès de rupture suite au traitement de remise en solution (1120 °C-2h) était plutôt typique d'une rupture fragile, avec une absence de cupules. L'interprétation de ces constats nécessite une observation de la microstructure, en particulier de l'état de précipitation de la phase γ' (cf. section 3.4.2).

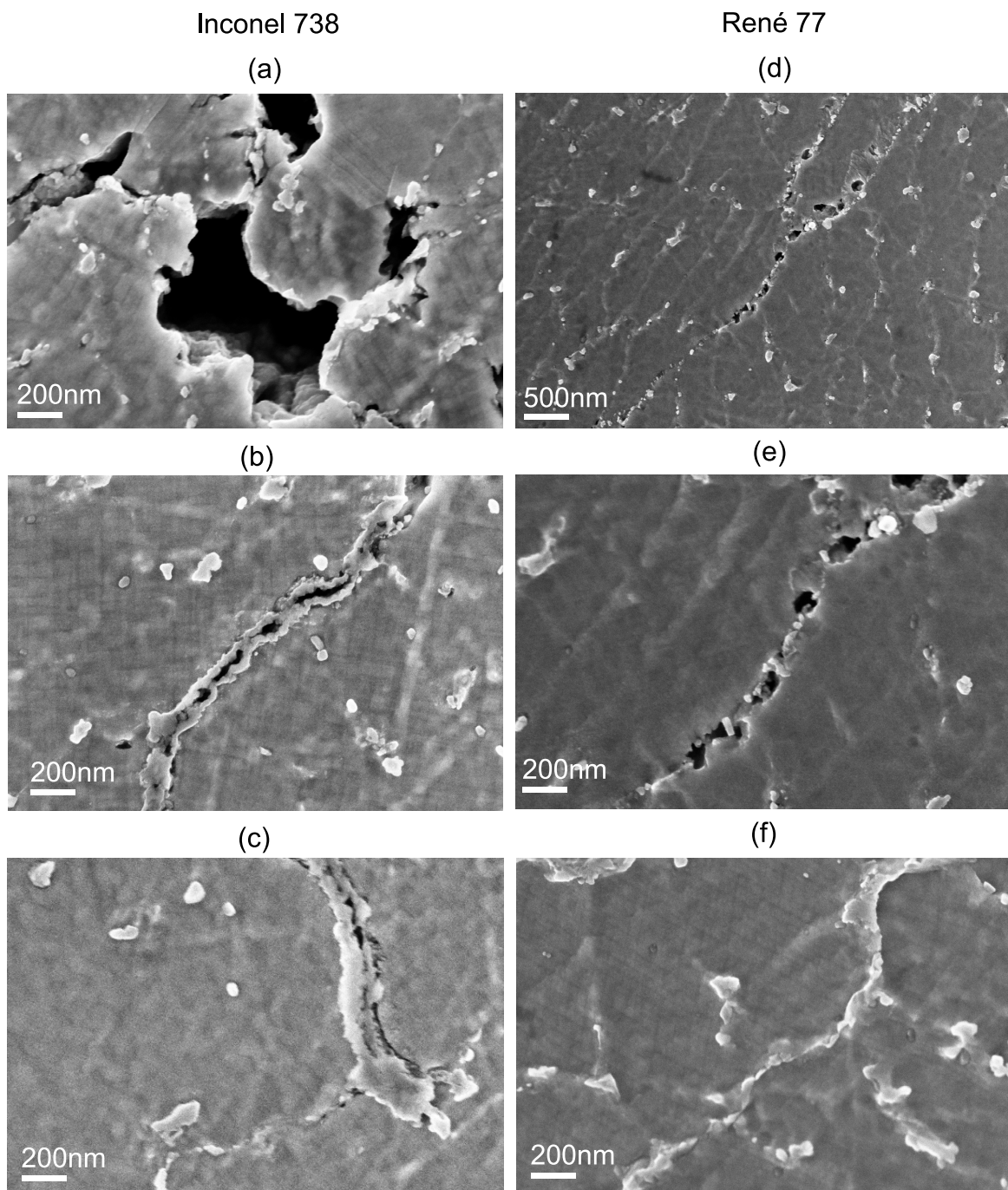


Figure 3.13 – Observation en coupe des éprouvettes avec $T_{stop}^{éprouvette} = 740^{\circ}\text{C}$: les figures (a) et (b) montrent le fond de fissure sur l'éprouvette en Inconel 738. L'échantillon en René 77 n'est pas fissuré mais présente néanmoins un début de décohésions localisées au niveau de joints de grains proches de l'entaille : (d) et (e). Conditions d'observation : attaque au Glycérigia (15ml HCl + 10ml glycérol + 5ml HNO₃, 25s), détecteur d'électrons secondaires (ES) In-Lens.

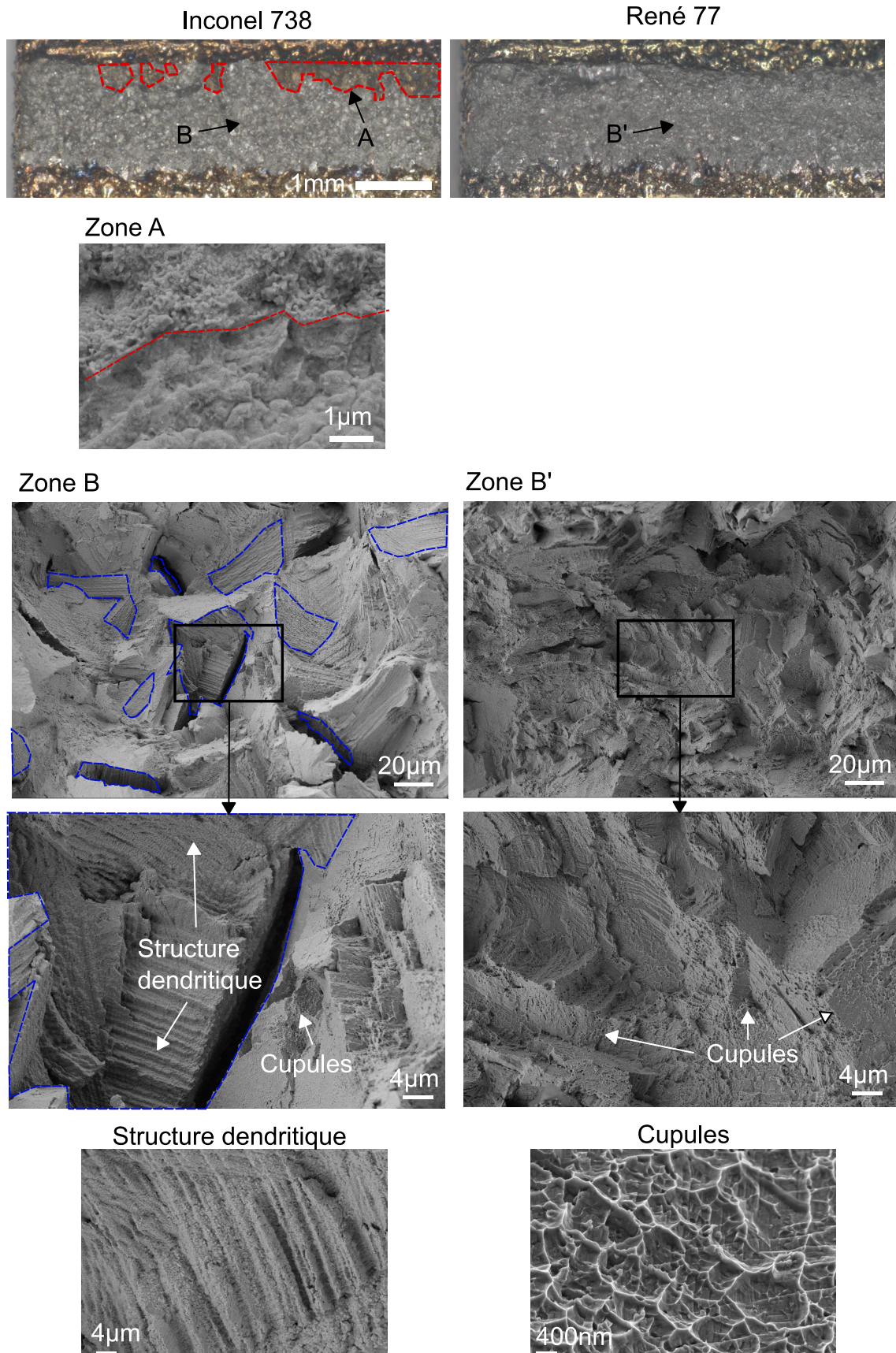


Figure 3.14 – Faciès de rupture du ligament des éprouvettes en Inconel 738 et René 77 avec $T_{stop}^{éprouvette} = 740\text{ °C}$.

3.3.3 Tentative de relaxation des contraintes résiduelles

Fort des informations sur la température de fissuration, il est tentant d'essayer de détensionner le matériau avant qu'il ne fissure. Cette possibilité a été étudiée pour l'Inconel 738. Pour être efficace, le traitement de relaxation des contraintes doit s'opérer nécessairement à une température inférieure à la température de début de fissuration. Des paliers d'une durée de 24h à différentes températures ont été réalisés (tableau 3.2). À nouveau, on différencie la température de consigne du four T_{palier}^{TCfour} de la température $T_{palier}^{éprouvette}$ perçue par l'éprouvette.

| T_{palier}^{TCfour} | 600 | 650 | 750 | 1000 |
|---------------------------|-----|-----|-----|------|
| $T_{palier}^{éprouvette}$ | 555 | 610 | 715 | 975 |

Tableau 3.2 – Températures de palier utilisées pour la tentative de détensionnement de l'Inconel 738 sous argon.

Comme auparavant, les éprouvettes ont été exploitées selon le protocole présenté en figure 3.10. La seule différence réside dans le refroidissement : les éprouvettes ont été refroidies lentement dans le four, afin de ne pas induire de contrainte mécanique supplémentaire avec une trempe, ce qui fausserait la mesure de la contrainte. Contrairement aux essais précédents, une trempe rapide n'est ici pas nécessaire pour figer la microstructure : nous considérons que son évolution pendant le refroidissement est négligeable par rapport à celle pendant les 24h de palier.

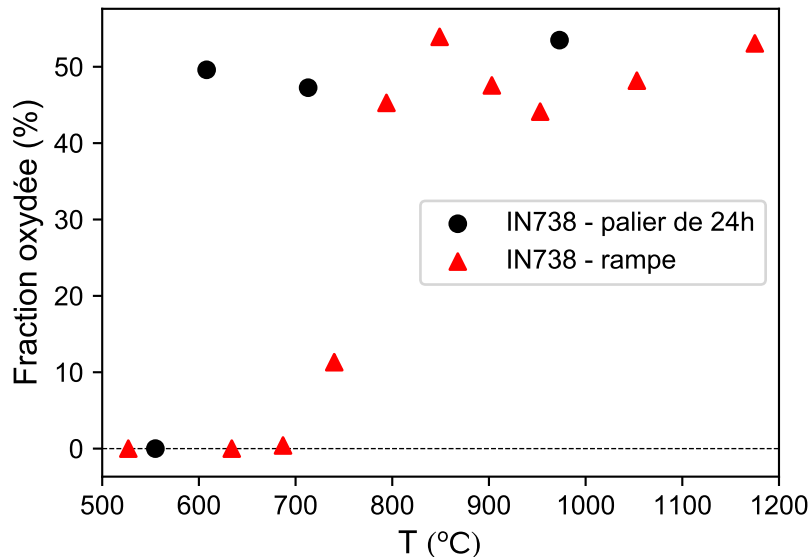


Figure 3.15 – Comparaison de l'état de fissuration des éprouvettes en Inconel 738 après les rampes de chauffage à 10 °C/min et après des paliers de 24h à différentes températures.

Après un traitement de 24h à 555 °C sous argon, l'éprouvette en Inconel 738 n'est pas fissurée (figure 3.15). L'état de fissuration évolue cependant brutalement en fonction de la température, avec une fraction fissurée qui atteint la valeur maximale de 50% dès 610 °C. Nous en tirons deux conclusions : premièrement, la propagation de la fissure ne dépend pas uniquement de la température mais également du temps. Deuxièmement, la température de 610 °C est malheureusement déjà trop élevée pour un traitement de détensionnement.

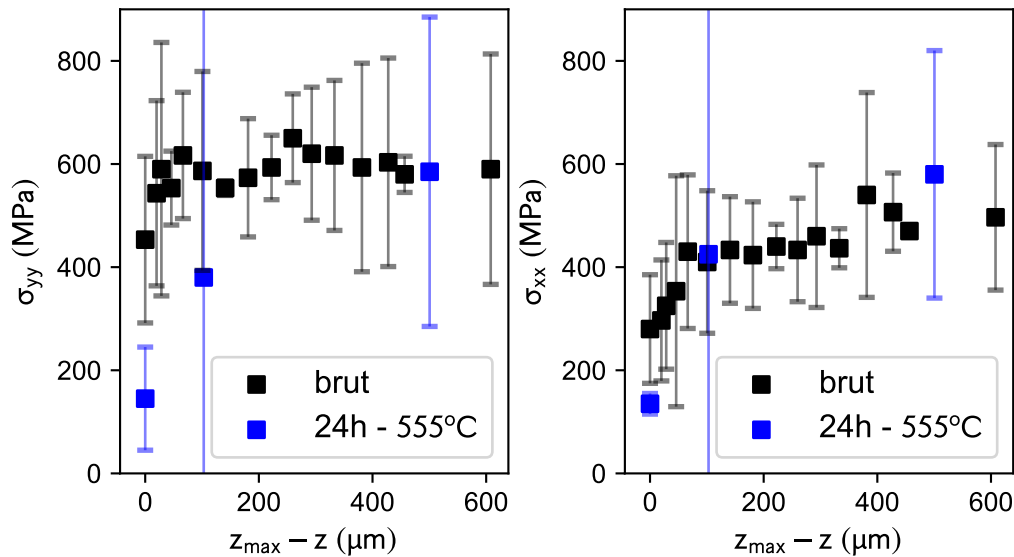


Figure 3.16 – Profil de contraintes au point B au sein de l'éprouvette à l'état brut de LBM et après le traitement de 24h à 555 °C.

La diminution des contraintes résiduelles suite au traitement à 555 °C pendant 24h a été évaluée par des mesures DRX (figure 3.16). Les intervalles de confiance sont très larges, car les mesures n'ont pu être répétées que sur deux éprouvettes. Les mesures montrent que le niveau de contrainte reste inchangé à une profondeur de 0,5 mm. Il semble y avoir une relaxation des contraintes en surface, même si des mesures complémentaires seraient nécessaires pour conforter cette affirmation. La température de 555 °C est ainsi trop faible pour détensionner le matériau dans la masse.

En conclusion, il ne semble pas possible de détensionner une pièce en Inconel 738 à basse température afin de prévenir l'apparition de fissures.

3.4 Caractérisation du retour à l'équilibre du matériau

3.4.1 Mesures indirectes : ATD, dureté et dilatométrie

Protocoles expérimentaux

La revue bibliographique a montré l'intérêt de suivre les transformations au sein du matériau par différentes mesures complémentaires : dureté, dilatométrie et analyse thermique différentielle (ATD). Nous avons réalisé des mesures de microdureté de Vickers sous 2 kg sur les éprouvettes trempées à l'air, avec un appareil Buehler Micromet 5124. Préalablement, il a été vérifié que la dureté était homogène sur toute la hauteur de l'éprouvette brute de LBM, comme c'était déjà le cas pour les cubes. Après cette vérification six mesures ont été réalisées à cœur, dans la partie basse de chaque éprouvette².

2. En raison de la petite taille des éprouvettes, il n'y a pas lieu de s'inquiéter d'une inhomogénéité du champ de température lors du traitement thermique. En effet, le temps caractéristique d'homogénéisation du champ de température vaut $t \sim L^2/\alpha$, où $L = 5$ mm est la demi-épaisseur de l'éprouvette et $\alpha \sim 2,5 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ la diffusivité thermique. Nous obtenons $t \sim 10$ s.

Les mesures d'analyse thermique différentielle ont été réalisées sous argon avec un appareil Seratam TGA92. Des échantillons de forme cylindrique ($\phi = 3,5$ mm, $h = 6$ mm) ont été usinés par électro-érosion dans des disques en Inconel 738 et René 77 bruts de LBM. Pour faciliter l'interprétation des résultats, un échantillon de référence en nickel pur a été utilisé. La chaleur spécifique étant voisine de celle des matériaux étudiés, l'échantillon de référence en nickel rend la mesure plus sensible à la détection de la précipitation. La vitesse de chauffage est identique à la vitesse de chauffage du traitement thermique, soit $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Deux cycles de chauffage et refroidissement ont été réalisés entre la température ambiante et $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, afin de comparer les réactions lors d'un premier et d'un second chauffage. Le refroidissement a été réalisé avec une vitesse identique à la vitesse de chauffage.

Les mesures de dilatométrie ont été effectuées avec un appareil Netzsch DIL402CD, également sous argon, également avec une vitesse de chauffage de $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

Analyse thermique différentielle

La figure 3.17 présente le signal ATD des échantillons en Inconel 738 et René 77 lors d'un premier chauffage après la fabrication LBM (retour à l'équilibre), puis lors d'un second chauffage. Lors du premier chauffage, un pic exothermique est visible en ATD dès $450\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cet évènement exothermique peut correspondre soit à une précipitation de la phase γ' dans la matrice γ sursaturée, ou bien à une relaxation des contraintes résiduelles. Cependant, nous avons vu précédemment que ce second phénomène était négligeable à cette température. Il s'agit donc de la précipitation de la phase γ' , permise par l'activation de la diffusion des espèces chimiques lors du chauffage.

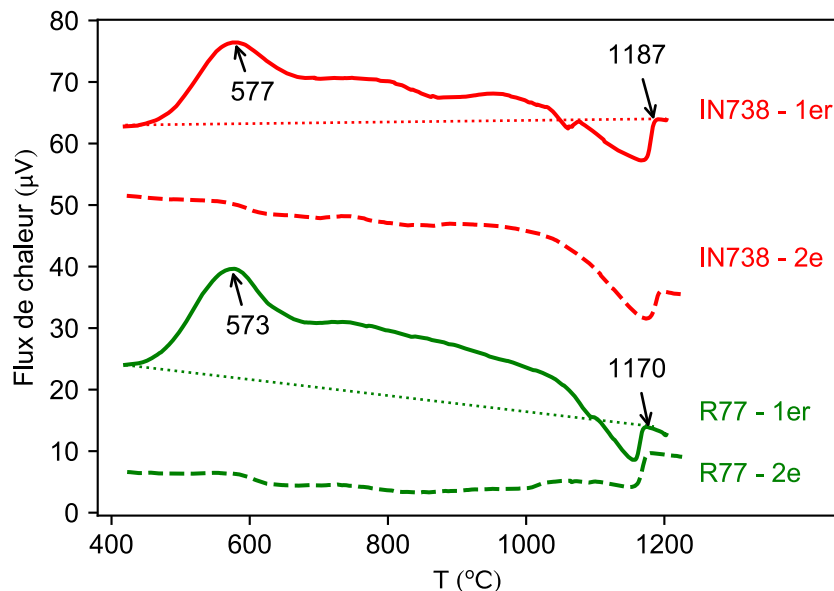


Figure 3.17 – Signaux ATD lors d'un premier et d'un second chauffage sous argon des matériaux bruts de LBM. Le cycle appliqué est le suivant : $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $10\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, puis un refroidissement à la même vitesse.

Pour l'Inconel 738 comme pour le René 77, le pic exothermique intervient à la même température de $575\text{ }^{\circ}\text{C}$, indiquant une précipitation γ' à la même température pour les deux matériaux. L'amplitude élevée du pic évoque une réaction avec une restitution d'énergie importante. Avec une sursaturation très élevée de la matrice γ (voir section 1.1.4), la force motrice de la précipitation est élevée, mais la vitesse de croissance est

limitée par la lente diffusion des éléments chimiques à basse température. Les deux alliages présentent différents évènements exothermiques entre 600 °C et 1000 °C. Ces évènements peuvent correspondre à différentes étapes de la précipitation γ' : il peut s'agir soit d'une différence entre la précipitation inter-dendritique et intra-dendritique, soit d'un couplage avec la formation de carbures $M_{23}C_6$, comme il a été observé par Boswell et al. (2019). Ces évènements exothermiques peuvent également correspondre à un début de relaxation des contraintes résiduelles. Pour conclure, de nouvelles mesures de contraintes seraient nécessaires. À haute température, la dissolution des précipités γ' se termine à 1187 °C pour l'Inconel 738 et à 1170 °C pour le René 77. Nous reviendrons dans le chapitre 4 sur les températures de solvus $T_{\gamma'}$.

Dilatométrie

La figure 3.18 présente l'allongement relatif de l'Inconel 738 et du René 77 lors d'un premier chauffage de retour à l'équilibre, puis lors d'un second chauffage. Nous avons ajouté l'allongement relatif d'un échantillon en nickel pur mis en forme par laminage. Pour cet échantillon, la dilatation lors du premier et du second chauffage est la même. Pour l'Inconel 738 et le René 77, la dilatation lors du retour à l'équilibre est différente de la dilatation lors du second chauffage. Pour les deux matériaux, un accident de la courbe de dilatation est visible à partir de 500 °C, soit une température proche de celle du pic exothermique visible en ATD. Nous remarquons que l'accident de la courbe de dilatation est différent pour l'Inconel 738 et le René 77.

L'anomalie de dilatation est attribuable aux changements de phase au sein du matériau. L'allongement découle de l'évolution du volume massique du matériau, qui est une conséquence des phases majoritaires en présence (γ et γ') et de leurs paramètres de maille. L'évènement que nous interprétons comme la précipitation γ' est associé à une réduction de volume par rapport à la courbe de base.

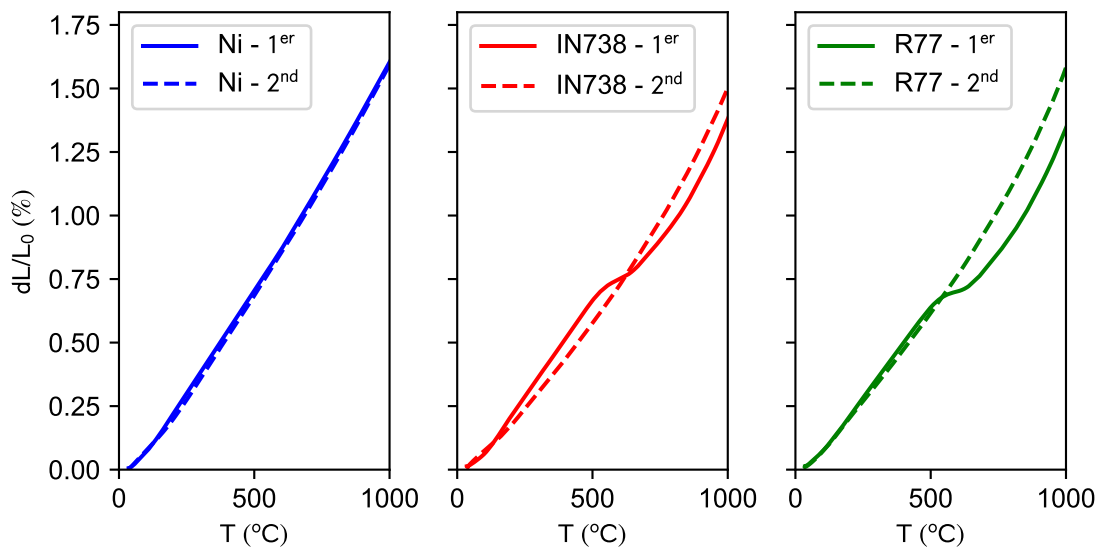


Figure 3.18 – Dilatation lors du chauffage de retour à l'équilibre et lors d'un second chauffage. Les échantillons en Inconel 738 et René 77 ont été prélevés dans des disques fabriqués par LBM. L'échantillon en Ni a été prélevé dans une barre laminée.

Dureté

La figure 3.19 présente l'évolution de la dureté des éprouvettes *pinces à linge* en fonction de la température d'arrêt du chauffage $T_{stop}^{épreuve}$. Les deux matériaux sont concernés par une augmentation importante de la dureté lors du chauffage après la fabrication LBM : l'augmentation est de 42% pour le René 77 et de 59% pour l'Inconel 738. Pour les deux alliages, l'augmentation de la dureté est sensible dès 550 °C. La figure présente également la dureté des éprouvettes en Inconel 738 après les paliers de 24h. Cette évolution est à rapprocher de celle constatée par Steven et Flewitt (1978) sur de l'Inconel 738 mis en forme par fonderie, déjà évoquée au chapitre 1 et reportée en figure 3.19. Dans nos mesures comme dans celles de Steven et Flewitt, la dureté augmente puis diminue en fonction de la température. Au delà de 845 °C, la diffusion est plus rapide et le matériau se rapproche de son état d'équilibre : la diminution de la dureté est alors liée à la diminution de la fraction de précipités à l'équilibre $f_{\gamma'}^{eq}$, indiquée en bleu sur la figure.

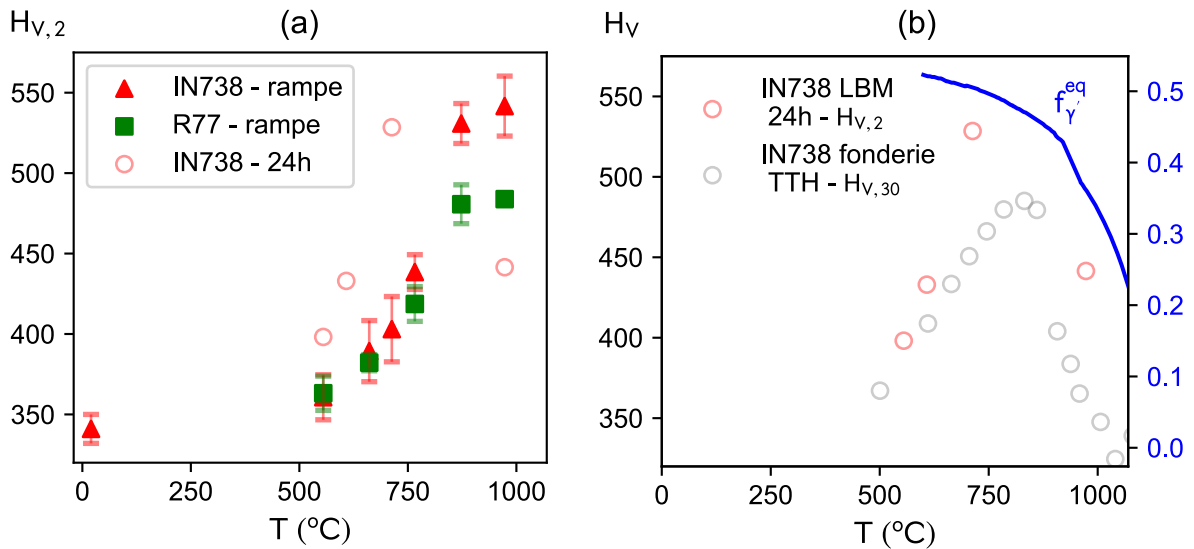


Figure 3.19 – Évolution de la dureté lors du traitement thermique : (a) dureté $H_{V,2}$ après le chauffage interrompu des éprouvettes en Inconel 738 et en René 77 (rampe) et après les paliers de 24h. (b) Comparaison de la dureté $H_{V,2}$ d'une éprouvette d'Inconel 738 brute de LBM après un palier de 24h et la dureté $H_{V,30}$ d'éprouvettes en Inconel 738 de fonderie, après un traitement de remise en solution puis un traitement de vieillissement de 16h à différentes températures (Steven et Flewitt, 1978). La courbe bleue indique la fraction massique de précipités γ' à l'équilibre, donnée par le logiciel Thermocalc (base TCNI9).

L'augmentation de la dureté lors du chauffage des matériaux entre la température ambiante et 1000 °C est exclusivement attribuable à la précipitation de la phase γ' . La littérature a en effet montré que la taille de grains n'est pas modifiée dans cet intervalle de température, si bien que l'effet Hall Petch est inchangé. Par ailleurs, une diminution lors du chauffage de la densité de dislocations créées par le procédé LBM conduirait à une diminution de la dureté plutôt qu'à une augmentation.

En raison du refroidissement très rapide après la solidification, la matrice γ du matériau brut de LBM est fortement hors équilibre, avec une sursaturation élevée. Cet état du matériau est similaire à celui d'un superalliage de fonderie après une trempe rapide. Il est connu que la réactivation de la diffusion par chauffage de la matrice sursaturée engendre une structure hyperfine de précipités (Durand-Charre, 1998). Une structure

hyperfine désigne une matrice contenant un grand nombre de précipités de très petite taille, avec par conséquent un espacement inter-précipités très faible. Durand-Charre précise que la cinétique de croissance des précipités γ' est accélérée par l'écrouissage important du matériau. La croissance de cette structure hyperfine engendre alors une augmentation importante de la dureté, telle que celle mesurée par Bowman et Antolovich (1986) pour l'Inconel 713 C solidifié rapidement par *melt spinning* (cf. section 1.1.5). Nous rappelons que l'effet durcissant est lié à la distance entre les précipités (équation 1.6). Durand-Charre remarque également que le matériau est alors peu ductile.

Synthèse : signes d'une précipitation γ' dès 500 °C

Trois signes indiquent un début de la précipitation de la phase γ' dès 500 °C. Le premier signe est une réaction exothermique visible en ATD à partir de 475 °C. Le deuxième signe est une chute du coefficient de dilatation à partir de 500 °C. Le troisième signe est une augmentation de la dureté du matériau dès 525 °C. À la température à laquelle la fissuration intervient, soit 685 °C pour l'Inconel 738, les différentes mesures indiquent donc que la précipitation de la phase γ' a déjà débuté, même si l'augmentation de la dureté n'est encore que modérée. Ces mesures doivent être complétées par une observation de la microstructure.

3.4.2 Évolution de la microstructure

Les microstructures de l'Inconel 738 et du René 77 ont été observées au MEB en mode électrons secondaires In-Lens, particulièrement adapté aux grossissements élevés ($\times 50000$ à $\times 100000$). À l'instar des études de la littérature, les mesures de composition ont été limitées avec le MEB, car les phases en présence ont une taille inférieure à la taille caractéristique de la poire d'interaction pour les rayons X ($\sim 1 \mu\text{m}$). Les observations sont donc essentiellement qualitatives. Une autre difficulté rencontrée est l'identification d'une attaque chimique optimale. Des attaques à l'eau régale (acide chlorhydrique / acide nitrique) ont été réalisées dans différentes proportions, ainsi que des attaques au Glycéria (eau régale + glycérol). Il a été constaté que l'attaque du matériau changeait très fortement en fonction de la température d'arrêt du chauffage $T_{stop}^{épreuve}$. Nous attribuons ces variations à la transformation massive du matériau lors du chauffage, comme en témoigne le signal ATD. Par conséquent, différentes conditions d'attaque chimique ont été utilisées pour observer les microstructures.

Nous avons tout d'abord cherché à observer l'apparition de la phase γ' au sein de la matrice γ lors du chauffage du matériau. La figure 3.20 présente la microstructure des éprouvettes d'Inconel 738 pour des températures $T_{stop}^{épreuve}$ de 740 °C, 850 °C et 955 °C. En dessous de 850 °C, les précipités sont de trop petite taille pour être observés au MEB. À 850 °C, les précipités γ' apparaissent comme un mouchetis foncé. Leur taille semble alors être de l'ordre de 10 nm. À 955 °C, la taille de précipités est de l'ordre de 50 nm. Ils ont une forme essentiellement sphérique et nous distinguons pour certains précipités un début de coalescence. Ces observations confirment que la phase γ' croît lors du chauffage sous la forme d'une structure hyperfine, avec une distance très faible entre précipités. La croissance de cette structure est responsable de l'augmentation importante de la dureté lors du chauffage après la fabrication LBM. La dureté maximale est atteinte après une croissance des précipités jusqu'à une taille de 50 nm.

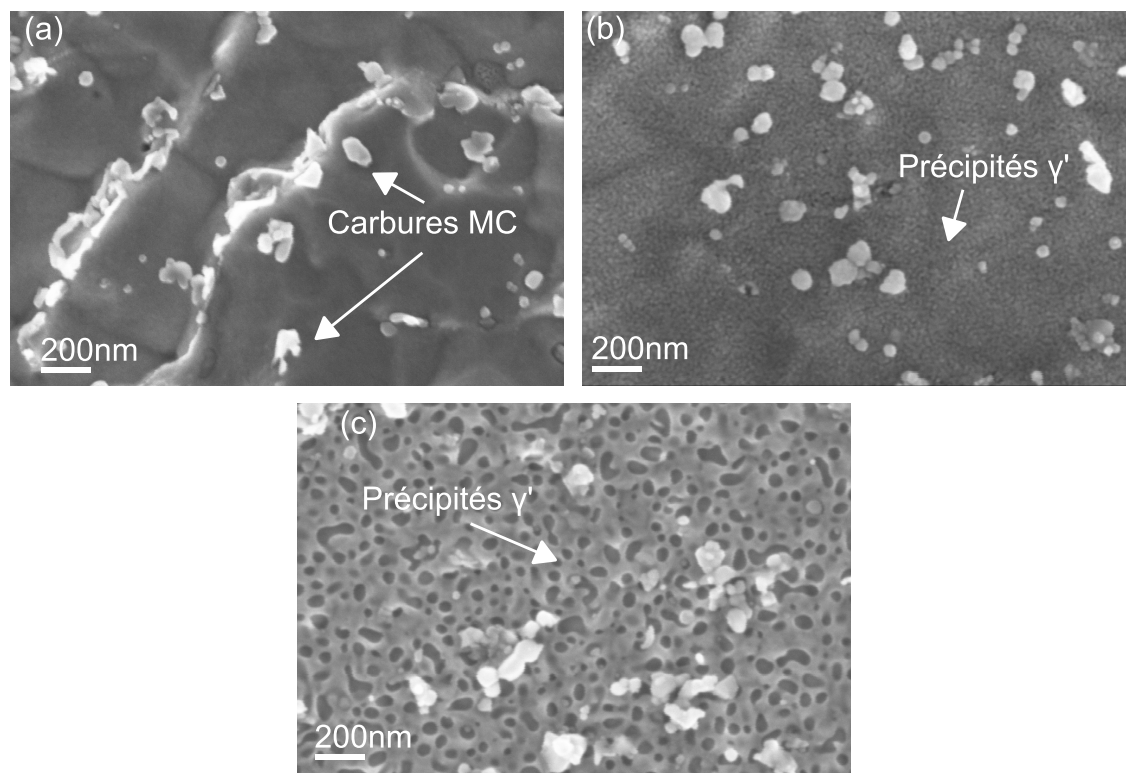


Figure 3.20 – Observation au MEB de l'apparition de la phase γ' au sein de l'Inconel 738 : (a) pour $T_{stop}^{épreuve} = 740\text{ °C}$ (phase γ' non observable au MEB), (b) pour $T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$ et (c) $T_{stop}^{épreuve} = 955\text{ °C}$. Conditions d'observation : attaque à l'eau régale 1/3 (20ml HCl + 10ml HNO₃, 8s), détecteur ES In-Lens.

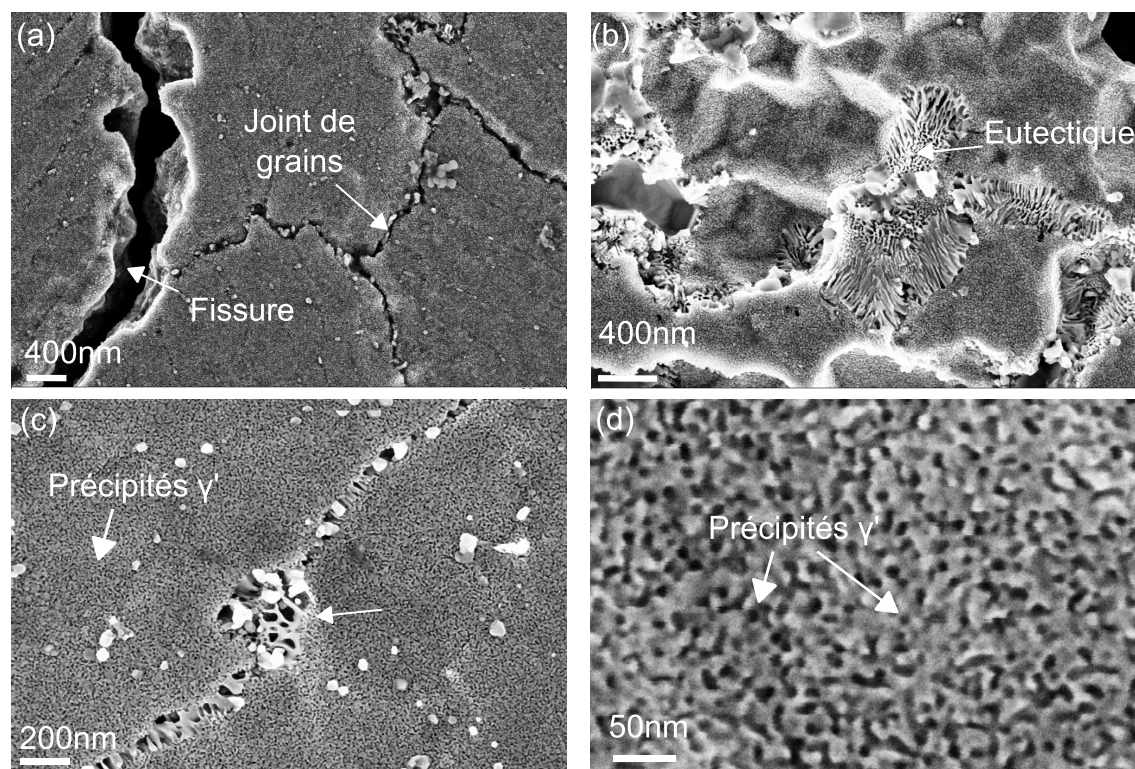


Figure 3.21 – Observation de structures eutectiques γ/γ' au niveau des joints de grains de l'Inconel 738 et des précipités γ' , au sein d'une éprouvette *pince à linge* ($T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$, $20\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$). Conditions d'observation : attaque à l'eau régale 1/2 (15ml HCl + 15ml HNO₃, 8s), détecteur ES In-Lens.

Une attaque chimique à l'eau régale avait également été réalisée sur un échantillon chauffé jusqu'à $T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$ à une vitesse de $20\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$. La figure 3.21 montre la microstructure et les joints de grains à proximité du fond de la fissure apparue dans l'éprouvette. Sur cet échantillon, l'attaque chimique a fortement rongé les joints de grains (figure 3.21 (a)). Une observation à fort grossissement au niveau des joints de grains révèle des structures ressemblant fortement à des eutectiques γ/γ' . Ces structures sont visibles parfois à proximité des joints de grains sous la forme d'îlots, comme en figure (figure 3.21 (b)). Elles sont aussi visibles de manière quasiment continue au niveau des joints de grains, comme montré en figure 3.21 (b). Ces structures intergranulaires sont très certainement les mêmes que celles présentées précédemment figure 3.13. Sur le présent échantillon, il semble que l'attaque a dissout la phase γ' , permettant ainsi de révéler la nature eutectique de ces structures. Avec l'eau régale, les précipités γ' sont par ailleurs particulièrement bien visibles (figure 3.21 (d)).

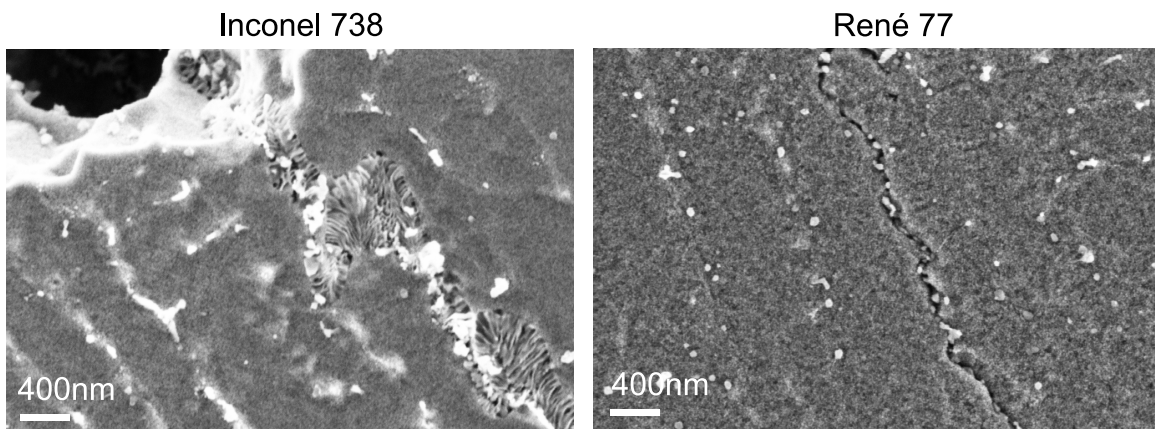


Figure 3.22 – Joints de grains de l’Inconel 738 et du René 77, au sein d’une éprouvette *pince à linge* ($T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$, $10\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$). Conditions d’observation : attaque à l’eau régale 1/2 (15ml HCl + 15ml HNO₃, 8s), détecteur ES In-Lens.

La même attaque chimique a été répétée pour les échantillons d’Inconel 738 et de René 77, chauffés jusqu’à $T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$ à une vitesse de $10\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$. Cette seconde observation confirme la présence de la structure eutectique aux joints de grains de l’Inconel 738, alors qu’elle est absente des joints de grains du René 77 (figure 3.22). La même attaque réalisée sur l’échantillon d’Inconel 738 à l’état brut de LBM n’a pas permis d’observer ces structures. Deux interprétations sont possibles. Il est possible (1) que ces structures eutectiques soient issues de la liquation de joints de grains lors de la phase de chauffage du traitement thermique, à nouveau solidifiés lors de la trempe. Il est également possible (2) que la structure eutectique soit déjà présente au sein de l’échantillon d’Inconel 738 brut de LBM, mais que l’attaque utilisée ne révèle cette structure qu’après un réchauffage. Plusieurs éléments nous font plutôt pencher vers cette deuxième interprétation (2). D’abord, nous avons constaté que l’attaque à l’eau régale affectait différemment le matériau en fonction de la température T_{stop} . Il est possible que cette attaque permette mieux de révéler la structure eutectique sur le matériau durci par réchauffage. Ensuite, des structures eutectiques γ/γ' d’apparence similaire ont été observées par Tang et al. (2020) sur des échantillons en CM247 LC, à l’état brut de LBM. Pour le CM247 LC, la fraction de phase γ' à l’équilibre ($f_{\gamma'}^{eq} \sim 60\%$) est telle que la précipitation γ' apparaît pendant la fabrication LBM et durcit le matériau, à la différence de l’Inconel 738 ($f_{\gamma'}^{eq} \sim 45\%$). Enfin, une vitesse de chauffage de $10\text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$ nous paraît trop lente pour provoquer la liquation des joints de grains

de l'Inconel 738 à 850 °C. Pour ces trois raisons, il nous semble plus probable que la structure eutectique γ/γ' observée soit déjà présente au sein de l'Inconel 738 brut de LBM. Il conviendrait de le vérifier en révélant cette structure au sein de l'Inconel 738 à l'état brut de LBM, par des attaques chimiques différentes ou par des observations différentes (MET). Quelle que soit l'interprétation (1) ou (2), les observations témoignent d'une ségrégation chimique supérieure au niveau des joints de grains de l'Inconel 738, lors de la solidification par LBM. Nous reviendrons sur cet aspect au chapitre 4.

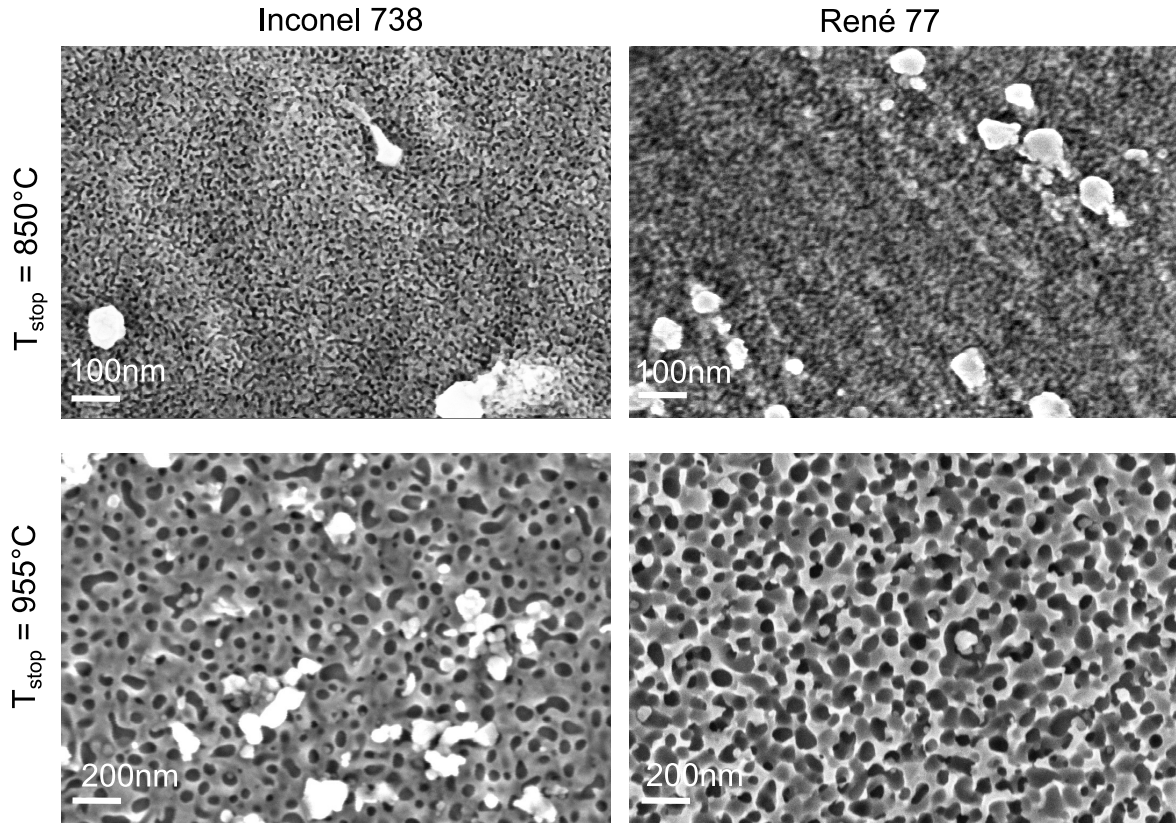


Figure 3.23 – Structure hyperfine de précipités γ' dans les matériaux Inconel 738 et René 77, pour des températures d'arrêt du chauffage $T_{stop}^{épreuve} = 850\text{ °C}$ et 955 °C . Une attaque de 8s à l'eau régale 1/3 a été utilisée pour l'Inconel 738 et une attaque de 2s à l'eau régale 1/2 pour le René 77.

La figure 3.23 présente la structure hyperfine de précipités γ' au sein de l'Inconel 738 et du René 77, pour des températures $T_{stop}^{épreuve}$ de 850 °C et 955 °C. Pour le René 77 comme pour l'Inconel 738, les précipités γ' apparaissent comme un fin mouchetis à la température de 850 °C. À 955 °C, la taille des précipités semble qualitativement comparable dans les deux alliages, de l'ordre de 50 nm. Les conditions d'attaque différentes limitent une comparaison précise des tailles de précipités. L'échantillon en René 77 semble en effet plus attaqué que celui en Inconel 738. Une recherche de conditions d'attaque plus répétables ou une observation au MET seraient nécessaires pour comparer quantitativement les tailles de précipités ou leur fraction volumique. L'observation qualitative montre une croissance de la structure hyperfine au cours du chauffage similaire pour les deux matériaux.

Des carbures primaires MC sont présents dans l'ensemble des échantillons. Comme précisé plus tôt, ces carbures apparaissent lors de la solidification. Bien que nous n'ayons

pas pu confirmer leur composition en raison de leur petite taille, ces carbures ressemblent à ceux observés dans le C263 par Vilaro (2011) et dans l’Inconel 738 par Royer (2008). Outre les carbures de titane MC, des carbures de chrome $M_{23}C_6$ ont pu être identifiés au niveau des joints de grains sur l’échantillon en Inconel 738 ayant subi un palier de 24h à 975 °C. La figure 3.24 montre des carbures au niveau des joints de grains, dont la taille est comprise entre la centaine de nanomètres et 2 μm . La taille du carbure présenté en figure 3.24(c), supérieure au micromètre, a permis une mesure de composition par EDS. La composition est donnée au tableau 3.3 : la forte teneur en C et en Cr confirme la nature du carbure $M_{23}C_6$. Les carbures $M_{23}C_6$ apparaissent lors du chauffage du matériau selon la réaction :



L’apparition de la phase γ' requiert en effet les éléments Ti, Ta et Nb, ce qui déstabilise les carbures primaires au profit des carbures secondaires (Reed, 2006). Sur l’échantillon en Inconel 738 ayant subi un chauffage jusqu’à $T_{stop}^{épreuve} = 955\text{ °C}$, des carbures de forme similaire ont été observés, sans qu’il ait pu être vérifié qu’il s’agissait de carbures $M_{23}C_6$.

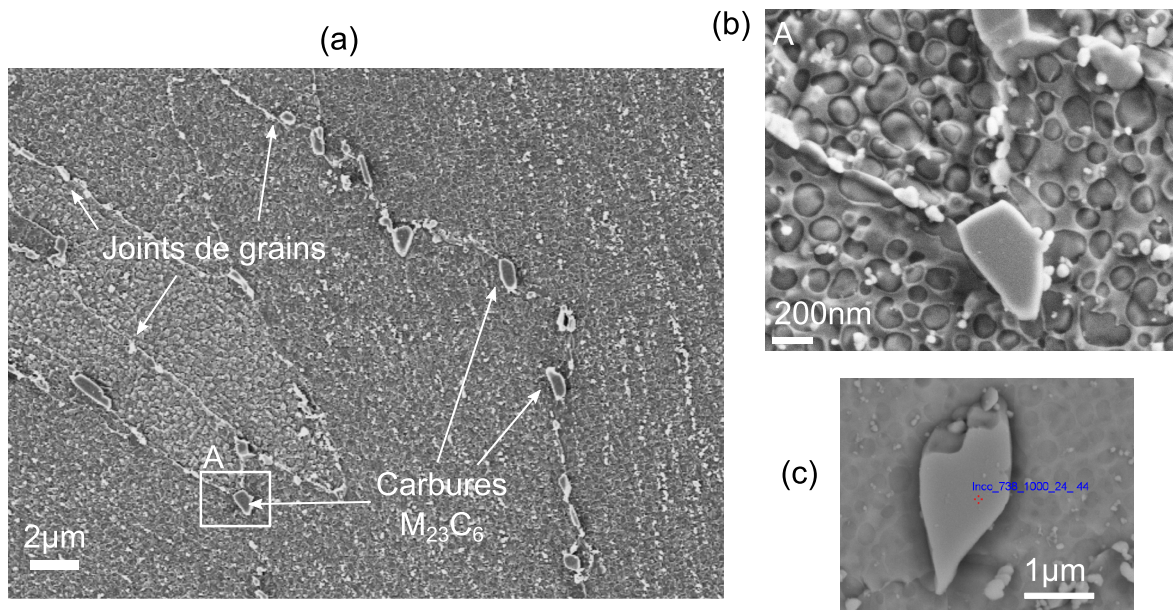


Figure 3.24 – Carbures secondaires de chrome $M_{23}C_6$ observés dans l’éprouvette en Inconel 738 après un palier de 24h à 975 °C : (a) vue générale, (b) zoom, (c) carbure dont la composition chimique a été mesurée par EDS.

| i | C | Al | Ti | Cr | Co | Ni | Nb | Mo | Ta | W |
|-------------|------|-----|-----|------|-----|------|-----|-----|-----|-----|
| X_i (at%) | 38.2 | 1.1 | 0.8 | 40.7 | 1.9 | 13.8 | 0.7 | 1.6 | 0.0 | 1.0 |

Tableau 3.3 – Composition atomique du carbure $M_{23}C_6$ de la figure 3.24(c), mesuré par EDS dans l’échantillon en Inconel 738 ayant subi un palier de 24h à 975 °C.

3.5 Discussion : scénario de rupture

Comment expliquer la fissuration lors du retour à l'équilibre du matériau ? Sur la base de nos observations ainsi que de la littérature du soudage, nous proposons un scénario de rupture. Ce scénario considère d'une part un rôle de la précipitation γ' dans l'état de contrainte du matériau, d'autre part une diminution de la résistance des joints de grains lors du chauffage.

3.5.1 État de contrainte et précipitation γ'

Au cours d'un chauffage à $10\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, la fissuration apparaît à $685\text{ }^\circ\text{C}$ pour l'Inconel 738 et à $795\text{ }^\circ\text{C}$ pour le René 77. À ces températures, la croissance des précipités γ' dans la matrice γ a déjà débuté, comme en témoignent les mesures d'ATD, de dilatométrie et de dureté. L'effet de la précipitation γ' sur la dureté reste cependant limité. Par ailleurs, le matériau conserve une certaine ductilité, avec une présence de cupules sur le faciès de rupture. Le rôle de l'apparition des précipités γ' dans la fissuration doit être précisé.

En soudage, l'influence de la précipitation de la phase γ' sur la relaxation des contraintes résiduelles est particulièrement bien mise en évidence par l'étude de Franklin et Savage (1974). Cette étude traite du René 41 ($\text{Al} + \text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb} = 4.63\text{ m}\%$). Les auteurs ont soumis des éprouvettes à un cycle thermique représentatif de celui subi par la zone affectée thermiquement en soudage, au terme duquel la matrice γ est saturée, avec une présence d'une structure fine γ' . Les éprouvettes subissent ensuite un essai isotherme de relaxation des contraintes à allongement imposé à la température de $871\text{ }^\circ\text{C}$ (figure 3.25 (a)). Lors de l'essai de relaxation, la contrainte suit une évolution étonnante : elle diminue pendant quelques dixièmes de secondes, puis augmente à nouveau et dépasse même parfois sa valeur initiale (figure 3.25 (b)). À l'inverse, une éprouvette ayant préalablement subi un traitement de mûrissement des précipités présente un comportement usuel de relaxation, avec une diminution de la contrainte au cours du temps (courbe en tirets). Les auteurs explicitent comment la croissance des précipités γ' freine la relaxation des contraintes. Lors de l'essai de relaxation, la déformation se décompose en un terme élastique ϵ_e et un terme plastique ϵ_p qui augmente, en raison du fluage du matériau :

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \epsilon_e + \epsilon_p = \frac{\sigma}{E} + \epsilon_p \quad (3.2)$$

où ΔL est l'allongement imposé de l'éprouvette au cours de l'essai de relaxation et L_0 sa longueur nominale. La contrainte s'exprime donc :

$$\sigma = E \left[\frac{\Delta L}{L_0 (f_{\gamma'}^v)} - \epsilon_p \right] \quad (3.3)$$

Lors de l'essai de relaxation, ϵ_p augmente, ce qui contribue à diminuer la contrainte σ . Cependant, la longueur nominale de l'éprouvette L_0 diminue à cause de la contraction du matériau résultant de la précipitation γ' , avec une augmentation de la fraction volumique $f_{\gamma'}^v$. Si la précipitation est rapide par rapport à la relaxation des contraintes, la contrainte peut augmenter au cours de l'essai de relaxation. Au contraire, dans l'éprouvette ayant subi un traitement de mûrissement préalable, la fraction de précipités γ' est déjà proche de celle à l'équilibre, si bien que la longueur nominale L_0 reste

constante, d'où une diminution de la contrainte au cours du temps. Sous certaines conditions, l'éprouvette rompt au cours de la relaxation (croix rouges). Franklin et Savage proposent un effet supplémentaire de la précipitation γ' sur la fissuration : en raison du durcissement du matériau, la déformation a tendance à se localiser au niveau des joints de grains.

Dans le cas étudié dans cette thèse, toutes les conditions sont réunies pour que le même phénomène se reproduise : le matériau comporte des contraintes résiduelles élevées et la matrice γ est fortement sursaturée. Lors du chauffage, la précipitation provoque une contraction du matériau, visible sur les mesures de dilatométrie. En raison du phénomène décrit par Franklin et Savage, le niveau de contrainte diminue très certainement plus lentement lors du chauffage, voire peut augmenter si la contrainte due à la précipitation prend le pas sur la relaxation des contraintes. Nous remarquons que cette explication est compatible avec le fait que la fissuration dépend du temps, comme observé en figure 3.15.

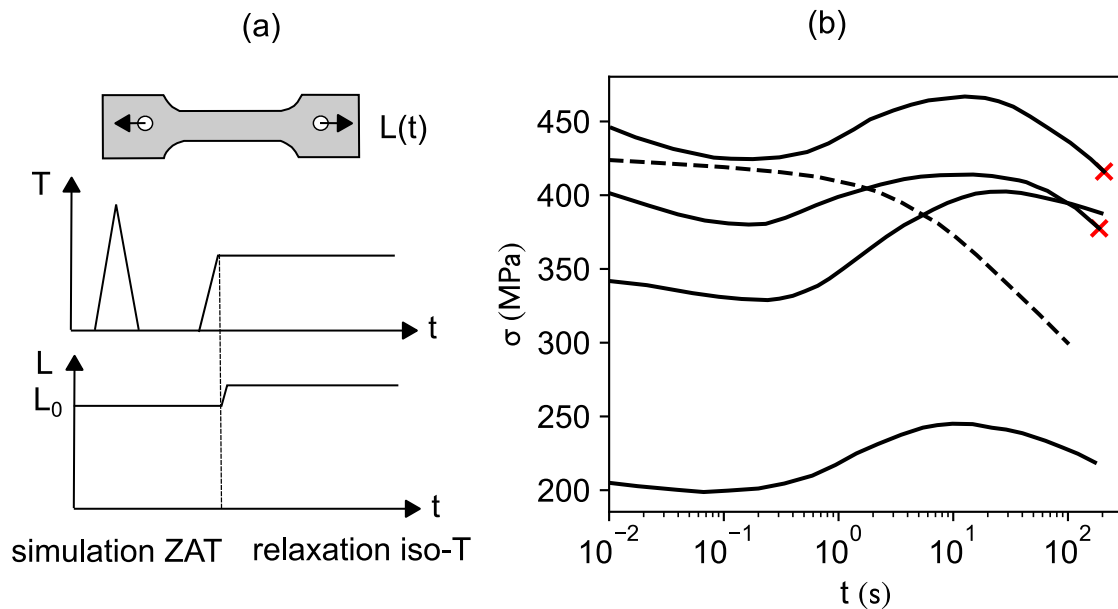


Figure 3.25 – Effet de la précipitation γ' sur la relaxation des contraintes résiduelles de soudage du René 41, d'après Franklin et Savage (1974) : (a) protocole de l'étude ; (b) évolution de la contrainte en fonction du temps lors de l'essai de relaxation, pour différentes valeurs de la contrainte initiale (traits continus —). La courbe en pointillés (- - -) montre la relaxation d'une éprouvette ayant subi un traitement de revenu préalablement à l'essai. Les croix (×) indiquent les échantillons concernés par une rupture.

3.5.2 Résistance des joints de grains

Comme la fissuration est intergranulaire, elle dépend de la résistance des joints de grains. La température de fissuration est située dans l'intervalle de fragilité 500 °C-900 °C, évoqué en section 3.1.2. D'après les auteurs, la diminution de la résistance des joints de grains peut être attribuée à de nombreux phénomènes : fragilisation par l'oxygène, précipitation de phases au niveau des joints de grains, impuretés au niveau des joints de grains... Dans le cas des matériaux étudiés, plusieurs de ces phénomènes sont susceptibles d'intervenir :

- **État de microfissuration** : l'Inconel 738 est déjà microfissuré avant le traitement thermique, ce qui facilite sans doute l'amorçage d'une fissure lors du traitement thermique. A cela s'ajoute une possible fragilisation par l'oxygène lorsque le traitement n'est pas fait sous vide, mais sous argon avec une présence d'oxygène résiduelle. En effet, la pénétration de l'oxygène dans les joints de grains est certainement facilitée par le réseau de microfissures. Une comparaison avec des essais de traitement thermique sous vide serait intéressante.
- **Phases au niveau des joints de grains** : elles impactent la cohésion des joints de grains. Nos observations confirment que des carbures $M_{23}C_6$ précipitent au niveau des joints de grain lors du chauffage du matériau. Ces carbures secondaires sont connus pour fragiliser les joints de grains quand ils sont présents en quantité excessive. Franklin et Savage (1974) suggèrent notamment que l'apparition des carbures $M_{23}C_6$ joue un rôle sur la fissuration du René 41 lors du traitement thermique postérieur au soudage. La présence de structures eutectiques γ/γ' au niveau des joints de grains a également été observée pour l'Inconel 738. Une influence de ces structures sur la cohésion des joints de grains est tout à fait possible.

Parmi les différents phénomènes évoqués, certains peuvent sans doute être confortés par une comparaison plus approfondie de l'Inconel 738 et du René 77. Dans le chapitre 4, nous tenterons de relier la sensibilité à la fissuration des deux matériaux à leur composition chimique, afin de préciser le scénario de rupture.

3.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons établi un protocole d'étude de la fissuration lors du traitement thermique après la fabrication LBM. Ce protocole nous a permis de montrer que la fissuration apparaît au cours de la phase de chauffage du traitement de remise en solution. Avec les éprouvettes utilisées, la fissuration débute dès 700 °C pour l'Inconel 738, tandis qu'elle intervient une centaine de degrés au-dessus pour le René 77. Le taux de fissuration des éprouvettes en Inconel 738 est de 50%, soit deux fois plus que celui des éprouvettes en René 77. Alors que la fissuration est systématique dans les éprouvettes en Inconel 738, certaines éprouvettes en René 77 ne développent pas de fissure macroscopique. Nous avons observé au sein des éprouvettes non fissurées des décohésions au niveau des joints de grains, interprétées comme un stade préliminaire de la fissuration. Dans des pièces, l'occurrence des fissures ainsi que la température de fissuration peuvent différer par rapport aux éprouvettes technologiques, en fonction du niveau local de contraintes. Comme des fissures n'ont pas été observées sur des pièces industrielles en René 77, nous pensons que les éprouvettes technologiques ont

plutôt tendance à majorer le risque de fissuration, en raison d'une concentration de contraintes élevée.

Nous avons étudié la pertinence d'un détensionnement à basse température pour éviter la fissuration de l'Inconel 738. Les essais de détensionnement à basse température n'ont pas permis d'éviter la fissuration. Lors d'un palier de 24h, la fissuration intervient en effet dès une température très basse (600 °C). En dessous de cette température, la relaxation des contraintes est négligeable.

Les circonstances du retour à l'équilibre du matériau lors du chauffage ont été étudiées, afin de déterminer les causes de la fissuration. Ce retour à l'équilibre est caractérisé par un durcissement important du matériau, ainsi qu'un changement de volume visible sur les mesures dilatométriques. Le durcissement ainsi que le changement de volume ont été attribués à l'apparition de la phase γ' au sein de la matrice γ sursaturée. La manifestation macroscopique de cette transformation de phase, au travers du durcissement et de la dilatation du matériau, est différente pour les deux alliages, bien que cette différence n'ait pas pu être expliquée par des observations microstructurales au MEB. Les différentes mesures et observations ont permis d'évoquer un scénario de rupture, avec d'une part une augmentation du niveau de contraintes sous l'effet de la précipitation γ' et d'autre part une fragilisation des joints de grains avec la précipitation de carbures secondaires. Dans le chapitre 4, nous reviendrons sur la comparaison entre les deux matériaux. Nous tenterons de préciser ce scénario de rupture ainsi que l'influence de la composition chimique.

Chapitre 4

Influence de la composition chimique sur l'aptitude à la mise en forme

Sommaire

| | | |
|------------|---|------------|
| 4.1 | Sensibilité à la fissuration lors de la solidification | 128 |
| 4.1.1 | Études existantes : aptitude à la mise en forme par fonderie et par fabrication additive | 128 |
| 4.1.2 | Méthodes expérimentales et numériques | 132 |
| 4.1.3 | Comparaison des alliages par ATD et par calculs thermodynamiques sans les éléments traces | 134 |
| 4.1.4 | Influence des éléments traces sur la fin de solidification . . . | 144 |
| 4.1.5 | Discussion : explication de la différence entre l'Inconel 738 et le René 77 | 146 |
| 4.2 | Sensibilité à la fissuration lors du traitement thermique | 148 |
| 4.2.1 | Réponse des alliages au traitement thermique | 148 |
| 4.2.2 | Estimation du désaccord paramétrique | 149 |
| 4.2.3 | Scénario de rupture lors du traitement thermique | 152 |
| 4.3 | Conclusion | 154 |

Dans la première partie du manuscrit, nous avons constaté des différences de comportement des deux alliages au cours d'une mise en forme par fusion laser. Le chapitre 2 a montré que l'Inconel 738 est significativement plus sensible à une fissuration microscopique, à l'échelle des bains de fusion. Cette microfissuration survient lors de la solidification de l'alliage, juste après l'interaction laser-matière. Ensuite, le chapitre 3 a mis en évidence pour cet alliage une plus grande propension à fissurer à une échelle macroscopique. Ce second type de fissures survient lors du traitement thermique après la fabrication LBM. Dans ce chapitre, nous revenons sur les différences entre l'Inconel 738 et le René 77 et tentons de les comprendre au regard de leur composition chimique. Cette compréhension est essentielle pour concevoir des alliages dotés d'une meilleure aptitude à la mise en forme.

4.1 Sensibilité à la fissuration lors de la solidification

4.1.1 Études existantes : aptitude à la mise en forme par fonderie et par fabrication additive

L'effet de la teneur en éléments d'alliage sur la fissuration à la solidification — ou de défauts liés, comme la microporosité — a été largement étudié dans le domaine de la fonderie et du soudage. Ces recherches ont permis d'établir des diagrammes comparant l'aptitude à la mise en œuvre de différents alliages. Des recherches similaires portant sur les procédés de fabrication additive ont débuté dans les années 2010. Jusqu'à présent, ces études s'intéressent principalement à l'influence des variations de composition dans la fourchette de spécification d'un alliage ; peu d'entre elles portent sur la comparaison de différents alliages. Il est utile d'évoquer certains de ces travaux, en plus de ceux sur le soudage déjà mentionnés au chapitre 1.

Fonderie

Influence des éléments d'alliages principaux Lecomte-Beckers (1988) a étudié l'influence des éléments C, Cr, Mo, Co, Ti et Al sur la microporosité en fonderie d'alliages proches de l'IN100, grâce à des expériences de trempe en cours de solidification dirigée ainsi que des mesures d'analyse thermique différentielle (ATD). Il a été mentionné au chapitre 2 que les défauts de microporosité et de fissuration à la solidification ont comme origine commune une circulation difficile du liquide dans l'espace interdendritique en fin de solidification. L'auteur propose un indice de microporosité fondé sur une modélisation de la perte de charge maximale du métal liquide dans la zone pâteuse Δp_l :

$$\Delta p_l \propto \mu_l \beta_{th} n \tau^3 v_S \left(\frac{\Delta T_0}{G} \right) \quad (4.1)$$

où μ_l est la viscosité du métal liquide (en Pa · s), β_{th} coefficient de retrait à la solidification, n est la densité surfacique de dendrites (en m⁻²) et τ la tortuosité de l'espace interdendritique (sans unité). Cette formule ressemble au deuxième terme du critère de fissuration à la solidification RDG (Rappaz et al., 1999, voir équation 1.17), avec cependant une expression différente de la perméabilité. Le modèle de Lecomte-Beckers fait des approximations plus fortes sur la solidification. Il est utilisable dans un cadre moins général que celui de Rappaz et al. (voir annexe A.7), mais présente l'avantage d'une évaluation expérimentale sur des matériaux proches de nos matériaux d'étude.

Grâce à huit compositions expérimentales, Lecomte-Beckers mesure l'effet des éléments d'alliage sur chacun des termes de l'expression 4.1 ainsi que sur la microporosité. La figure 4.1(a) indique que les éléments Al, Ti et C augmentent l'intervalle de solidification ΔT_0 . La figure 4.1(b) montre par ailleurs que l'Al et surtout le Ti augmentent la tortuosité τ de la zone pâteuse et réduisent donc sa perméabilité. Lecomte-Beckers mesure en outre, par ATD, que le Ti diminue la dérivée temporelle de la fraction solide en fin de solidification df_s/dT (figure 4.1(c)). D'après le modèle de Rappaz et al. (1999), une faible valeur de df_s/dT contribue à une mauvaise alimentation en liquide

de la zone pâteuse en fin de solidification, précisément lorsque celle-ci est fragile. Selon ces mesures, le Ti pourrait donc être néfaste pour la fissuration à la solidification.

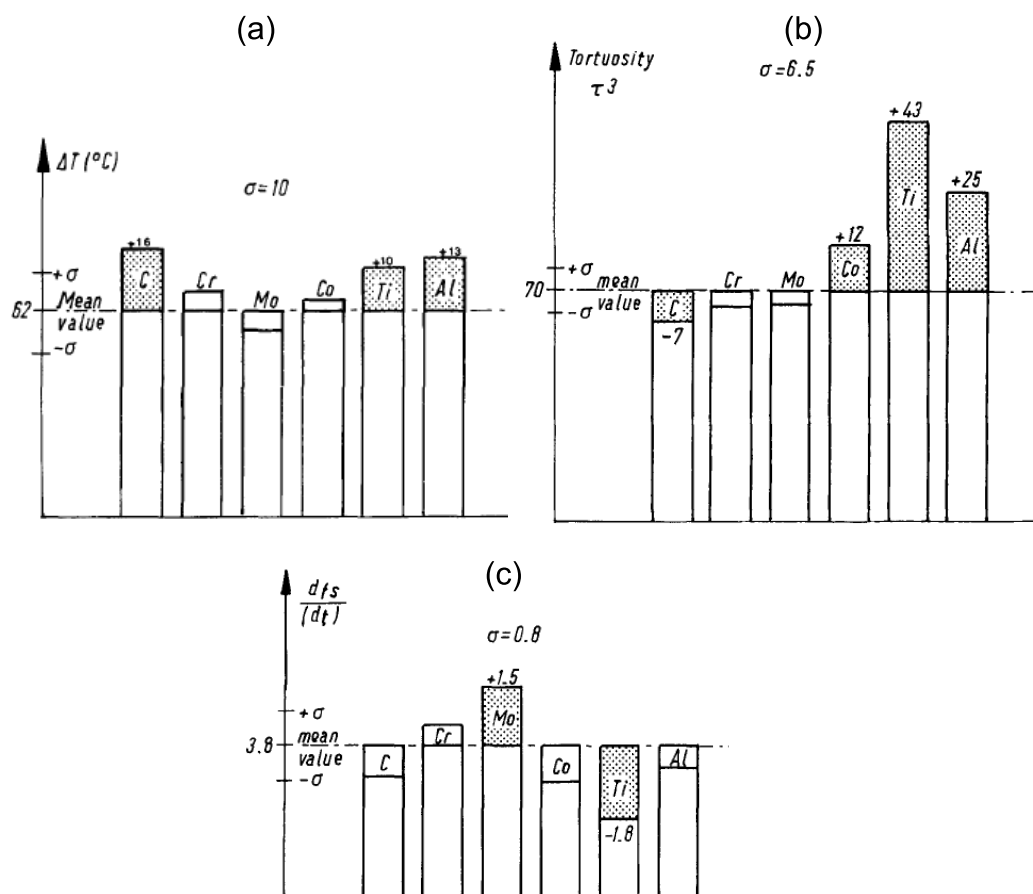


Figure 4.1 — Effet des éléments d’alliage sur l’intervalle de solidification ΔT (a), sur la tortuosité de la zone pâteuse τ (b) et sur la dérivée temporelle de la fraction solide en fin de solidification df_s/dt (c), d’après Lecomte-Beckers (1988).

Zhang (2003) a étudié des compositions proches de l’IN792 et a conclu qu’un ratio $Ti/Ta > 1$ — ce qui est le cas pour l’Inconel 738 et le René 77 — est préférable pour une bonne coulabilité de l’alliage. Les auteurs entendent souvent par *coulabilité* une basse sensibilité à la fissuration à chaud. Dans l’Inconel 738 mis en forme par fonderie, la phase eutectique ainsi que les carbures constitueraient selon Heydari, Fard, Bakhshi, et Drezet (2014) des obstacles à l’écoulement du liquide dans les régions profondes de la zone pâteuse.

Influence des éléments mineurs et traces¹ L’influence des éléments mineurs des superalliages sur leur aptitude à une mise en forme par fonderie a été beaucoup étudiée. Plusieurs études pointent une influence notable du B, du Zr et du Hf sur la fissuration à la solidification. Sponseller (1996) met en évidence par ATD que le Zr et le Hf sont responsables de phases eutectiques à basse température de solidification. Dans un

1. Dans ce chapitre, nous appelons par convention *éléments mineurs* les éléments dont la teneur massique est inférieure à 0.2%. Nous appelons *éléments traces* les éléments mineurs qui ne font pas partie de la spécification de l’alliage. À ce titre, le B et le C sont des éléments mineurs, mais pas des éléments traces.

autre article (2004), il s'intéresse à l'effet du Zr et du B sur plusieurs lots de ce même alliage. Les différences de coulabilité observées ne peuvent pas être expliquées par des caractéristiques simples de la solidification, comme l'intervalle de solidification (obtenu par DSC) ou la quantité d'eutectique formée. En outre, il observe que la teneur en Zr et B n'influencent pas individuellement la coulabilité. Cependant, quand ces deux éléments sont présents, le dernier liquide résiduel prend la forme de films liquides plutôt que de poches, ce qui diminue la cohésion des joints de grains et promeut la fissuration à la solidification.

La ségrégation de l'élément Zr aux joints de grains est également observée par Heydari et al. (2014) sur de l'Inconel 738 de fonderie. Le Zr augmente la fraction d'eutectique et répand cette phase le long des joints de grains, par une modification de l'énergie interfaciale solide / liquide. Cet élément retarderait ainsi la coalescence des grains et serait pas conséquent néfaste pour la fissuration à la solidification. Pour les auteurs, l'influence de Zr sur la coulabilité de cet alliage serait prédominant par rapport à l'influence de l'espacement interdendritique, décrit dans le modèle de Lecomte-Beckers (1988).

Fabrication additive

Des recherches se sont concentrées sur l'effet de la composition chimique au sein d'une même spécification d'alliage, pour une mise en forme par fabrication additive. Engeli et al. (2016) ont mis en forme par LBM huit lots de compositions différentes, dans la fourchette de spécification de l'Inconel 738 LC. Ils ont calculé les corrélations entre la densité de fissures et la teneur de 31 éléments. Selon eux, le Si et le Pb sont les éléments dont l'effet est le plus préjudiciable. Tomus et al. (2017) suggèrent quant à eux que le Si, le Mn et le C influencent fortement la fissuration à la solidification de l'Hastelloy X. Cloots et al. (2016b) mesurent par sonde atomique une très forte ségrégation du Zr et du B au niveau des joints de grains de l'Inconel 738 mis en forme par LBM et associent cette ségrégation à la fissuration à chaud de cet alliage (figure 4.2). Chauvet et al. (2018) observent la présence de borures aux joints de grains d'un superalliage (Ti+Al=8.6wt%) mis en forme par Electron Beam Melting (EBM) et concluent que ces phases jouent un rôle important dans la fissuration à chaud. Dans une étude complémentaire (Kontis et al., 2019), des mesures par sonde atomique montrent une forte ségrégation du B au niveau de films intergranulaires, mais pas du Zr, ce dernier étant plutôt présent dans la phase γ' . Les auteurs évoquent — comme Zhang et Singer (2004) — de possibles interactions complexes et insuffisamment comprises aujourd'hui, qui pourraient conduire le Zr et le B à ségréger ou non au niveau des joints de grains, en fonction de la composition de l'alliage.

Bien qu'il y ait aujourd'hui un consensus sur l'influence élevée des éléments mineurs, le classement des éléments les plus préjudiciables diffère selon les auteurs, possiblement en raison d'une dépendance de ce classement avec la composition ou en raison d'une compréhension insuffisante des mécanismes en jeu. Pour finir, nous soulignons que les éléments mineurs ne peuvent pas être complètement supprimés et que certains (B et C) sont nécessaires à une bonne tenue en fluage à température élevée.

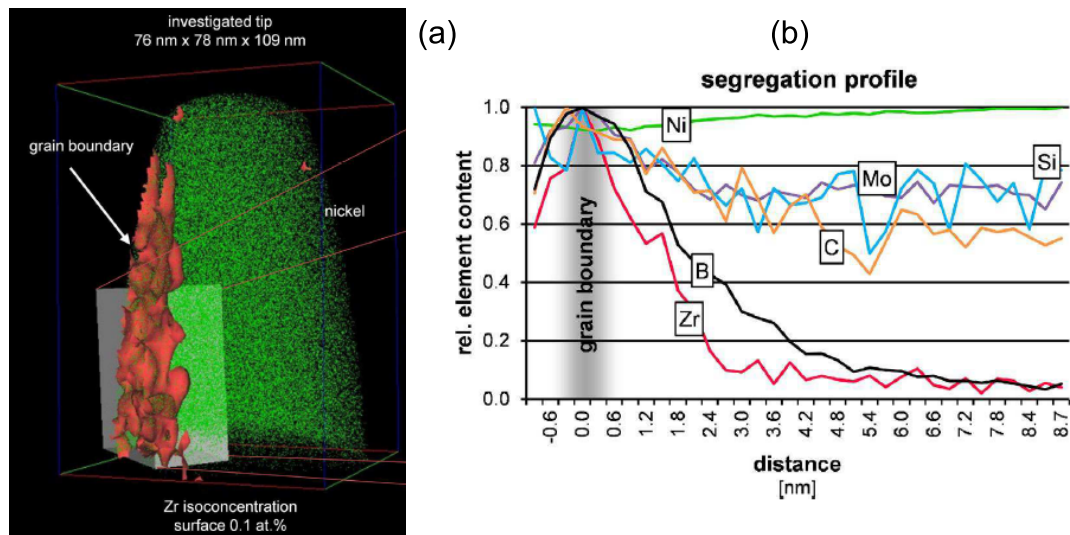


Figure 4.2 – Ségrégation du Zr dans l’Inconel 738 mis en forme par LBM (Cloots et al., 2016b) : (a) carte atomique provenant de mesures par sonde atomique au niveau d’un joint de grain ; (b) profils de ségrégation chimique.

Implications pour notre étude

Le rôle de la composition est manifestement ardu à appréhender, du fait de la multiplicité des phénomènes et des interactions entre les éléments et les phases en présence. Pour distinguer avec certitude l’effet de chaque élément chimique, il faudrait disposer d’un nombre de compositions différentes au moins égal au nombre d’éléments à étudier, comme cela a été fait en fonderie. Avec une comparaison de deux alliages, il n’est pas possible d’isoler avec certitude le rôle des éléments. En fabrication additive, il apparaît par ailleurs nécessaire de recourir à des moyens avancés de caractérisation, comme le MET ou la sonde atomique, pour mesurer la ségrégation chimique.

Dans la partie suivante, nous ne pourrons par conséquent pas démontrer rigoureusement les effets des éléments, mais plutôt indiquer si ces effets sont compatibles avec les observations expérimentales. L’étude n’a pas la prétention de résoudre la question de l’influence de la composition, mais plutôt d’indiquer les voies les plus prometteuses pour la poursuite des travaux.

4.1.2 Méthodes expérimentales et numériques

Nous proposons d'étudier la solidification de l'Inconel 738 et du René 77 par analyse thermique différentielle (ATD) et par des calculs thermodynamiques selon la méthode CALPHAD. L'objectif est de détecter les événements de solidification des deux alliages et de les comparer au regard de leur composition chimique. Il n'existe pas aujourd'hui d'outil expérimental similaire à l'ATD pour étudier la solidification hors-équilibre dans des conditions représentatives du procédé LBM. Le refroidissement est trop rapide ($\dot{T} \sim -10^7$ K/min) pour être mesuré par un thermocouple, nécessairement doté d'une certaine inertie thermique. Le taux de refroidissement utilisé en ATD est bien inférieur ($|\dot{T}| < 10^2$ K/min) à celui rencontré en LBM.

En dépit de ce refroidissement bien plus lent, nous espérons faire ressortir un comportement contrasté entre les deux matériaux, lié à leur différences de composition chimique.

Analyse thermique différentielle (ATD)

Un appareil Setaram TGA92 a été utilisé pour la mesure des températures de transformation et l'étude de la solidification. Les échantillons cylindriques ($\phi = 3,5$ mm, $h = 6$ mm) ont été prélevés par électro-érosion dans des disques en Inconel 738 et René 77 ($\phi = 30$ mm, $h = 10$ mm) fabriqués par LBM. Des creusets en alumine ont été utilisés. Un échantillon de référence en nickel pur (fusion à 1455 °C) permet de faire ressortir les changements de phase des deux alliages. Le nickel a en effet une chaleur spécifique du même ordre de grandeur que les alliages étudiés et il ne subit pas de changement de phase dans la plage de température considérée.

Les signaux ont été interprétés selon les recommandations de Boettinger, Kattner, Moon, et Perepezko (2007). La température de solidus T_{sol} est définie thermodynamiquement comme la température de début de fusion du matériau à l'équilibre, c'est-à-dire doté d'une composition homogène. Pour un matériau avec une microstructure et une composition hétérogène, la température de fusion naissante (*incipient melting temperature*) mesurée par ATD peut être significativement inférieure au solidus (jusqu'à 80 °C constaté par Boettinger et al. pour l'Inconel 718). Pour cette raison, une homogénéisation préalable est conseillée. Un double cycle de chauffage et de refroidissement à $5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ sous argon a été appliqué à un échantillon brut de LBM. Le premier cycle jusqu'à 1200 °C tient lieu d'homogénéisation avant un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante. Les mesures ultérieures ont montré que ce cycle homogénéise suffisamment les microstructures fines produites par LBM pour que la valeur de T_{sol} mesurée corresponde à la valeur théorique. Lors du second cycle, l'échantillon a subi une fusion complète puis une solidification. Nous avons relevé la température de solidus T_{sol} par la méthode *onset* au chauffage du deuxième cycle. Les températures de liquidus T_{liq} et de solvus $T_{\gamma'}$ ont été relevées par la méthode *onset* au refroidissement.

Pour l'étude de la solidification, le signal ATD a été mesuré entre 1400 °C et 900 °C avec des taux de refroidissement compris entre 5 K/min et 80 K/min. Si l'ATD est la méthode de choix pour des mesures précises de température, elle peut également être utilisée pour comparer des énergies de transformation, même si la méthode de calorimétrie différentielle à balayage (ou *DSC* en anglais) est dans ce dernier cas plus précise. Nous avons estimé les énergies de formation des différentes phases à 10 K/min après une calibration en énergie des mesures pour cette vitesse de refroidissement. La calibration avec l'échantillon en nickel pur est détaillée en annexe A.4. Après calibration,

nous avons vérifié que l'enthalpie de fusion obtenue pour l'Inconel 738 ($279 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$) était proche de la valeur de $267 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$ mesurée par Royer (2008). À $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, l'évolution de la fraction solide en fonction de la température a été estimée. Le calcul reprend l'approximation de Lopez-Galilea et al. (2012) : la chaleur latente est considérée constante pendant la solidification. Les chaleurs spécifiques des phases liquide et solide sont considérées égales et constantes par rapport à la température :

$$h(T) = c_P T + L_s f_s(T) + K, \text{ pour } T_{sol} < T < T_{liq} \quad (4.2)$$

avec h l'enthalpie spécifique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$), c_P la chaleur spécifique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) et K une constante.

Calculs thermodynamiques

Des calculs thermodynamiques ont été réalisés avec le logiciel Thermocalc (version 2019a) avec la base de données TCNI9. Le modèle de Gulliver-Scheil a été utilisé pour décrire la solidification, avec une diffusion complète des espèces chimiques dans la phase liquide et nulle dans les phases solides. Bien qu'il ne prenne pas en compte une possible localisation du déséquilibre à l'interface (*solute trapping*, cf. section 1.1.5), il est considéré dans les études de fabrication additive comme le plus adéquat pour approcher simplement les conditions de solidification rapide hors-équilibre (Cloots et al., 2016b; Chauvet et al., 2018; Xu et al., 2018).

Dans un premier temps, des calculs ont été effectués avec les compositions chimiques mesurées par ICP (tableau 2.1 au chapitre 2), en excluant les éléments traces Cu, Fe, Si et Zr, qui ne font pas partie de la spécification de l'alliage. Ces premiers calculs ont pour objectif d'observer les différences inhérentes à la spécification des alliages.

Dans un second temps, les compositions mesurées incluant les éléments traces Cu, Fe, Si et Zr ont été utilisées, pour évaluer leur influence sur la solidification. Les éléments O, P, S et N n'ont pas été inclus. Les phases activées dans les calculs thermodynamiques sont la phase liquide ainsi que celles observées sur les matériaux bruts de solidification (voir par exemple Sidhu et al., 2007) : γ , γ' , MC et M_3B_2 . Les phases observées de manière très minoritaire dans certaines études, comme la phase $\eta - \text{Ni}_3\text{Ti}$ ou l'intermétallique Ni-Zr (Sidhu et al., 2007; Ojo et al., 2004b) n'ont cependant pas été activées.

Le pas de température est de 1 K et l'option *global minimization* a été activée pour améliorer la précision des calculs. Pour les calculs avec le René 77, la non-convergence du calcul en fin de solidification associée à la non-apparition de certaines phases a été résolue en augmentant le nombre de points par phase de $12\,000$ à $100\,000$ (amélioration de la robustesse).

4.1.3 Comparaison des alliages par ATD et par calculs thermodynamiques sans les éléments traces

Première description de la solidification

Nous commençons par mettre en regard les mesures et les calculs lors de la solidification des deux alliages à une vitesse de refroidissement de $\dot{T} = -10 \text{ K/min}$. La figure 4.3 présente le flux de chaleur mesuré en fonction de la température ainsi que la chaleur spécifique apparente $c_p^{app}(T)$ prédite par Thermocalc lors d'une solidification de type Scheil-Gulliver. La chaleur spécifique apparente est la dérivée de l'enthalpie par rapport à la température, soit précisément le flux de chaleur libéré par le matériau lors de son refroidissement.

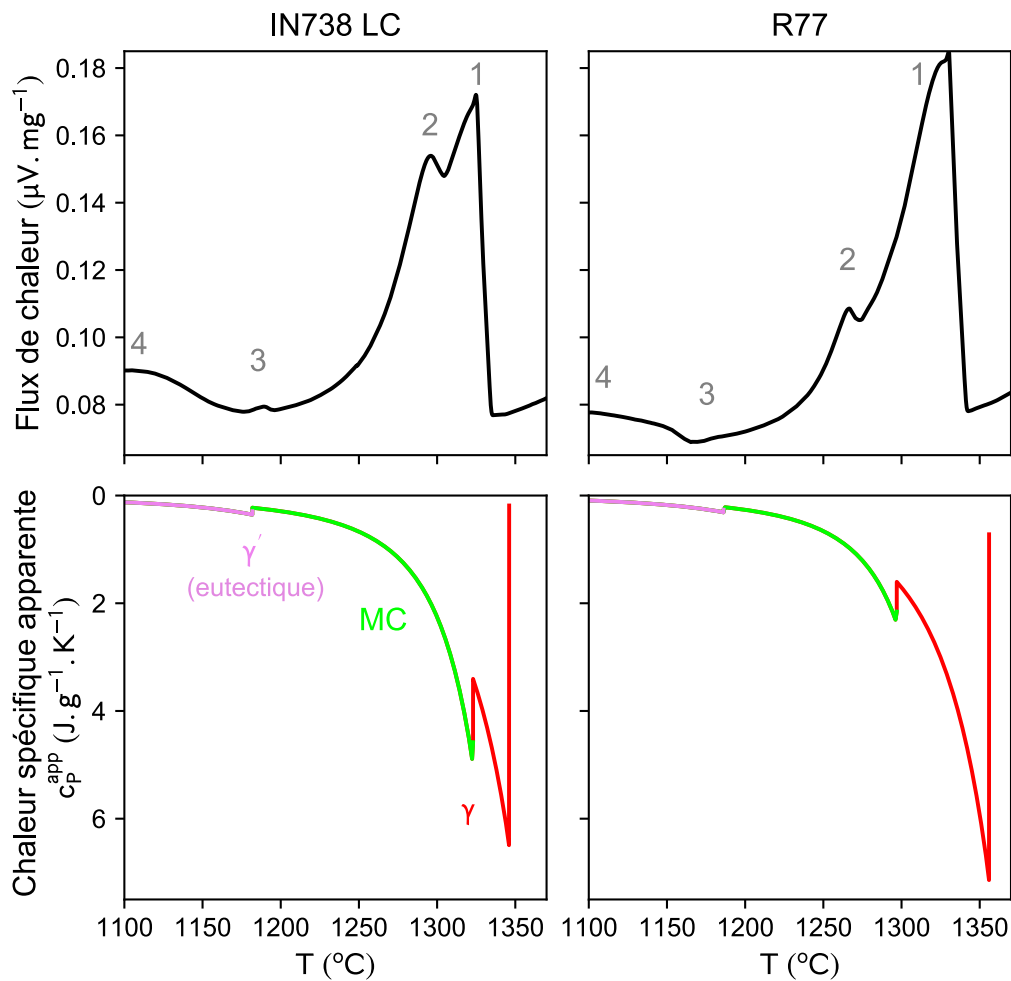


Figure 4.3 – Évènements de solidification de l’Inconel 738 et du René 77 observés par ATD ($\dot{T} = -10 \text{ K/min}$) et par calcul thermodynamique (modèle de Scheil-Gulliver). Les calculs considèrent la composition mesurée des alliages, en excluant les éléments mineurs Cu, Fe, Si et Zr. Les évènements visibles sont la solidification de la phase γ (pic (1)), la formation des carbures MC (pic (2)), la solidification d’un eutectique γ'/γ' (pic (3)) et la précipitation de la phase γ' en phase solide (pic (4)). Un changement de couleur indique l’apparition d’une nouvelle phase, s’ajoutant aux phases apparues précédemment.

Le calcul permet d’interpréter aisément les différents évènements de solidification de l’Inconel 738. Le premier pic exothermique (1) correspond à la solidification de la matrice γ , suivie de près par la formation des carbures MC (pic exothermique (2)), conformément aux observations de Lecomte-Beckers (1988) et Dobrovska, Zla, Ka-

vicka, Smetana, et Vodarek (2012). Un petit pic exothermique (3) est visible en fin de solidification : il correspond à la formation de l'eutectique γ/γ' . Selon le calcul, les borures se forment à plus basse température (non visible sur la figure), mais cette réaction n'est pas détectable sur le signal ATD. Toujours selon le calcul, la fin de solidification ($f_s = 99\%$) intervient à 760°C . Comme le modèle de Scheil-Gulliver surestime la ségrégation chimique, cette température est bien évidemment sous-estimée. Le pic eutectique (3) est le dernier évènement de solidification visible expérimentalement, ce qui n'exclut pas la présence d'une petite quantité de liquide résiduel à une température inférieure. La réaction exothermique (4) observée expérimentalement correspond à la précipitation de la phase γ' dans la matrice γ . Il est donc normal que la réaction (4) n'apparaisse pas dans le calcul, car celui-ci ne modélise que la solidification et non les transformations en phase solide.

Après l'essai, la pastille ATD en Inconel 738 a été observée au MEB en mode électrons rétrodiffusés. La figure 4.4 montre la microstructure au niveau d'un joint de grains : nous y voyons la matrice γ , des précipités γ' , un eutectique γ/γ' et un carbure primaire MC. Des microporosités sont également visibles, à cause du retrait du métal liquide en fin de solidification. Cette figure confirme l'interprétation des pics exothermiques observés en ATD.

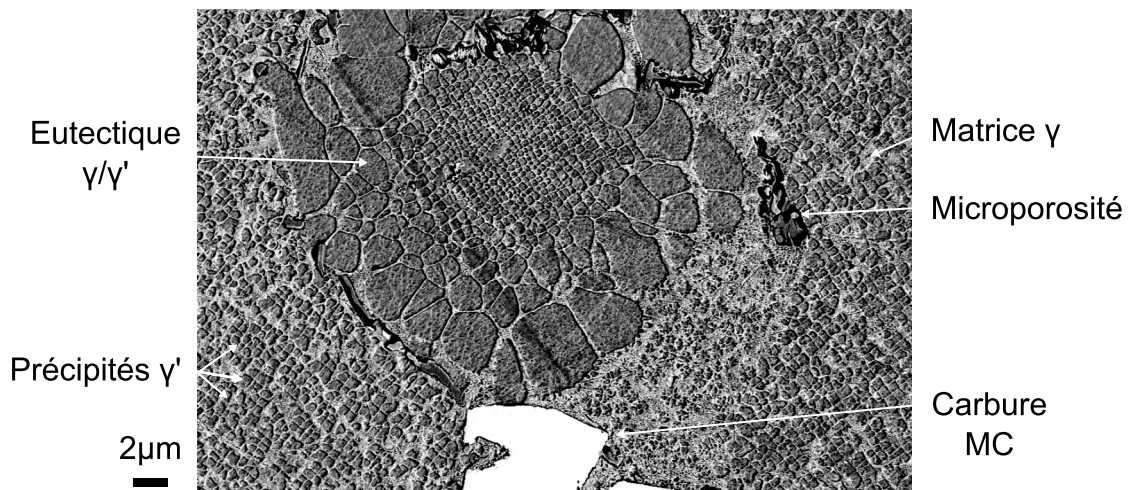


Figure 4.4 – Microstructure d'une pastille ATD en Inconel 738 solidifiée à $10\text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, observée au MEB (électrons rétrodiffusés).

Pour le René 77, le pic (2) des carbures MC est plus petit que pour l'Inconel 738 et n'apparaît que plus tard dans la solidification, aussi bien dans le calcul thermodynamique que dans le signal ATD. Le pic de la réaction eutectique $L \rightarrow \gamma + \gamma'$ se devine sur la mesure ATD, malgré une amplitude plus faible que pour l'Inconel 738. Ce pic est bien présent dans le calcul. De manière générale, les différences qualitatives observées entre les deux matériaux sont bien retranscrites par le modèle thermodynamique. La double comparaison Inconel 738 / René 77 et expérimental / calcul de la figure 4.3 nous incite à accorder une certaine confiance à la modélisation thermodynamique pour notre étude.

À la suite de cette première description de la solidification, la température de fin de solidification apparaît délicate à déterminer. D'une part, le modèle de Scheil-Gulliver ne

peut vraisemblablement pas la prédire de manière fiable. D'autre part, la solidification du film liquide résiduel n'est peut être pas détectable par les mesures ATD, à cause de sa très faible quantité (voir figure 3.13).

Points de transformation à l'équilibre

Le signal ATD de l'Inconel 738 lors du double cycle thermique de chauffage/refroidissement (figure 4.5) permet de déterminer les températures mesurées de solidus T_{sol} , de liquidus T_{liq} et de solvus $T_{\gamma'}$. La température de solidus $T_{sol} = 1254^{\circ}\text{C}$ est assez différente de celle prédite par Thermocalc, soit 1223°C lors d'un calcul à l'équilibre. Pour le René 77, le solidus mesuré à $T_{sol} = 1250^{\circ}\text{C}$ est au contraire très proche de la valeur de 1246°C prédite par Thermocalc ainsi que du solidus mesuré pour l'Inconel 738. Les températures de liquidus et de solvus sont respectivement de 1340°C et de 1162°C pour l'Inconel 738 et de 1342°C et de 1165°C pour le René 77. Les températures de transformation mesurées et calculées sont détaillées à l'annexe A.6, avec des écarts entre 1°C et 20°C , sauf pour le solidus de l'Inconel 738.

Quant à la comparaison entre les deux matériaux, nous retenons que les intervalles de solidification expérimentaux à l'équilibre $\Delta T = T_{liq} - T_{sol}$ sont quasiment identiques (88°C et 92°C). Bien sûr, l'intervalle ΔT n'est pas représentatif de la solidification des alliages à vitesse réelle, en raison de la ségrégation chimique.

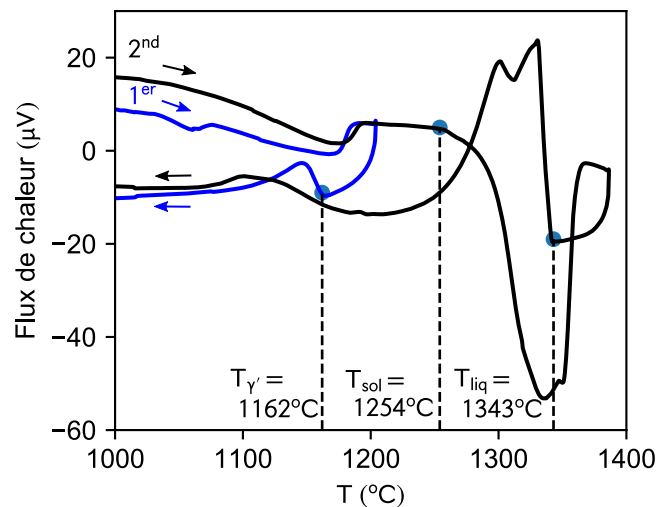


Figure 4.5 – Signal ATD lors du double cycle thermique sous argon à $10\text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ appliqué à l'Inconel 738 pour l'estimation des températures de transformation à l'équilibre T_{liq} (liquidus), T_{sol} (solidus) et $T_{\gamma'}$ (solvus). Lors du premier cycle, l'échantillon est porté jusqu'à 1200°C , puis à 1400°C lors du deuxième cycle.

Influence de la vitesse de solidification

Les figures 4.6 et 4.7 montrent l'effet du taux de refroidissement sur les différents événements de solidification observés par ATD. Les températures de début de solidification de la phase γ , de formation des carbures et du pic eutectique γ/γ' ont été relevées. Fort logiquement, la solidification se poursuit bien en dessous de T_{sol} en raison de la ségrégation, y compris pour la vitesse de $5\text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Le début de la précipitation γ' en phase solide est également repéré sur les figures, d'abord dans l'espace interdendritique, puis au cœur des dendrites.

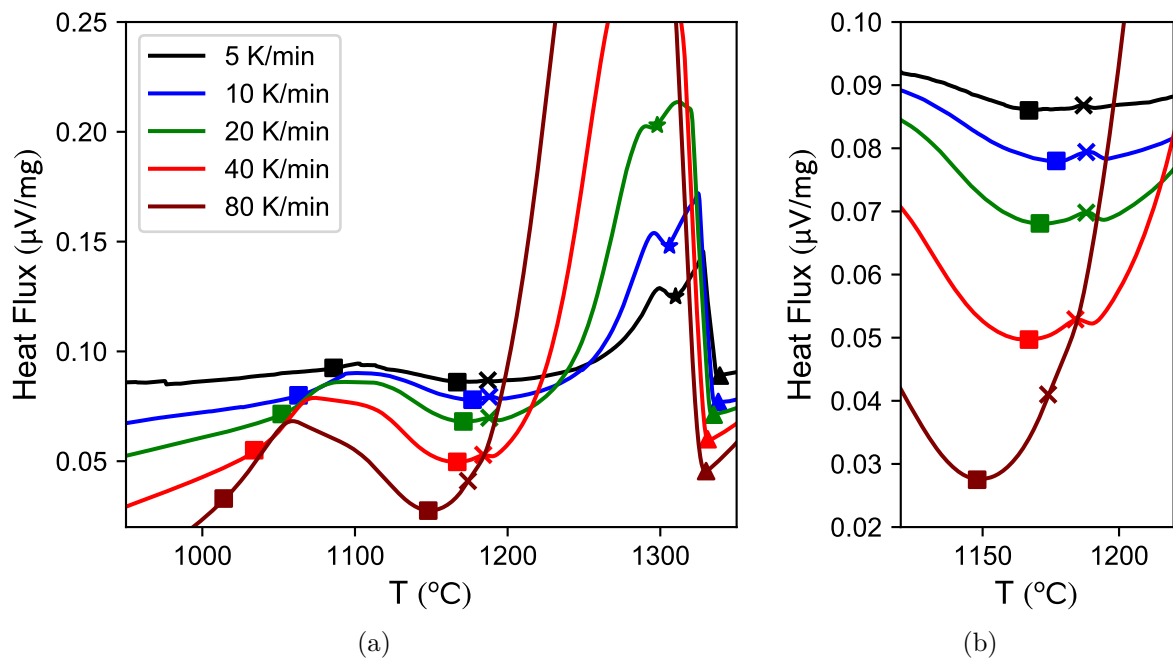


Figure 4.6 – Suivi par ATD de la solidification de l’Inconel 738 à différents taux de refroidissement : vue d’ensemble (a) et zoom sur la fin de solidification (b). Les symboles indiquent le début de solidification (\blacktriangle), l’apparition des carbures MC (\blackstar) et le pic de la formation de l’eutectique γ/γ' (\times). Les événements \blacksquare sont interprétés comme le début de la précipitation des précipités γ' , dans l’espace interdendritique puis au cœur des dendrites.

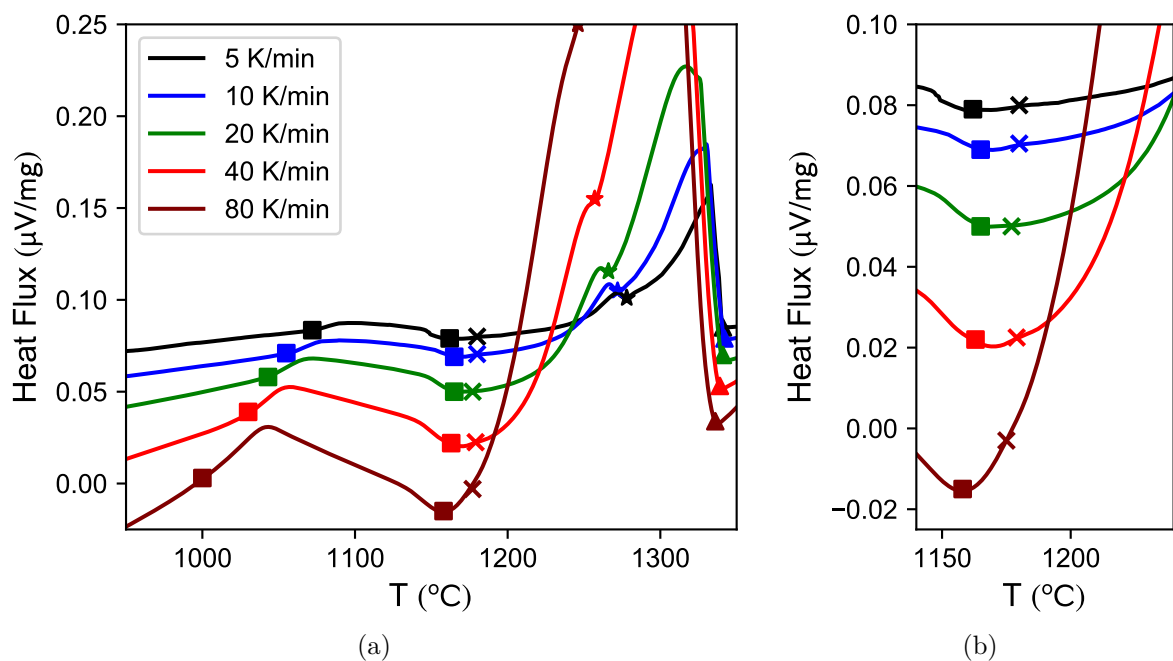


Figure 4.7 – Suivi par ATD de la solidification du René 77 à différents taux de refroidissement.

Le pic de la réaction eutectique est encore une fois bien visible pour l'Inconel 738 mais est peu visible pour le René 77, en raison d'une amplitude plus faible.

Les températures des évènements de solidification mesurés par ATD sont reportées sur la figure 4.8, en fonction du taux de refroidissement. Nous constatons que la température de formation des carbures diminue lors d'une augmentation du taux de refroidissement, alors que les températures de début de solidification et du pic eutectique restent sensiblement identiques. Nous pensons que cette variation de la température de formation des carbures avec la vitesse de refroidissement est bien réelle : elle n'est pas liée à l'inertie thermique de l'appareil (*thermal lag*) qui serait aussi visible sur la température de début de solidification. Sur la figure 4.8, l'extrapolation des points de transformation à l'équilibre ($\dot{T} = 0$) est également indiquée, ainsi que les résultats des calculs Thermocalc à l'équilibre (vitesse lente) et avec le modèle de Scheil-Gulliver (vitesse rapide).

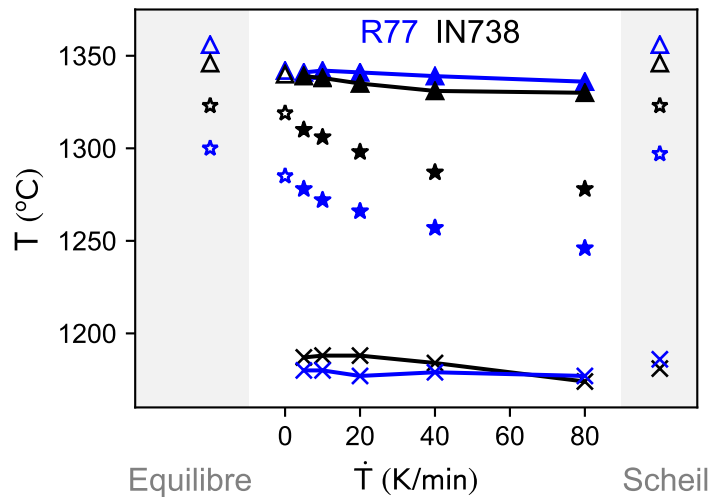


Figure 4.8 – Températures des évènements de solidification en fonction du taux de refroidissement : température de début de solidification (▲), apparition des carbures MC (★) et pic de la réaction eutectique γ/γ' (×). Les valeurs à l'équilibre ($\dot{T} = 0$) sont une extrapolation des valeurs expérimentales en $\dot{T} = 5, 10, 20 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Les valeurs prédites par les calculs thermodynamiques à l'équilibre (bras de levier) et par le modèle de Scheil-Gulliver sont également indiquées.

Les températures caractéristiques de la solidification mesurées par ATD sont plus ou moins bien prédites par Thermocalc : à l'équilibre ($\dot{T} = 0$), la température de liquidus T_{liq} est correctement prédite pour l'Inconel 738 mais un peu surestimée pour le René 77. Pour la température de formation des carbures, c'est le contraire. Les calculs à l'équilibre ne prédisent pas de formation d'un eutectique γ/γ' , car les alliages ont une composition *hypo-eutectiques*. La solidification hors équilibre à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ et les calculs hors équilibre de Scheil-Gulliver indiquent tous les deux la formation d'un eutectique γ/γ' . La température de formation de l'eutectique est relativement bien prédite par le modèle hors-équilibre de Scheil-Gulliver.

Nous constatons également que la diminution de la température de formation des carbures avec la vitesse de refroidissement, observée expérimentalement, n'est pas prédite par le modèle de Scheil-Gulliver. Nous supposons qu'elle est moins liée à la ségrégation chimique qu'à une surfusion de germination de la phase MC, ce dernier phénomène n'étant pas modélisé par les calculs thermodynamiques.

Il n'est pas possible de déduire la température de fin de solidification en LBM à partir des mesures ou des calculs, car les taux de refroidissement ne sont pas du même ordre de grandeur, aussi bien en ATD qu'avec le modèle de Scheil-Gulliver.

Nous pouvons tout de même observer, qu'à des vitesses de refroidissement typiques de la fonderie et du soudage, l'intervalle de température entre le début de solidification et le pic eutectique $T_{liq} - T_{eut,\gamma/\gamma'}$ est identique pour l'Inconel 738 et le René 77. Cet intervalle évolue peu en fonction du taux de refroidissement, car la température de formation de l'eutectique est relativement constante. En revanche, l'amplitude du pic eutectique dépend significativement de l'alliage et du taux de refroidissement. L'amplitude du pic eutectique est plus grande pour l'Inconel 738 et augmente avec le taux de refroidissement.

Fractions de phases et ségrégation chimique dans le liquide

L'enthalpie des différents pics a été estimée pour le refroidissement à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, par calcul des aires présentées en figure 4.9. Les valeurs sont données au tableau 4.1. L'enthalpie de formation des carbures MC de l'Inconel 738 est proche de la valeur trouvée par Lecomte-Beckers (1988) pour l'IN100. L'énergie de formation des carbures du René 77 est quant à elle trois fois inférieure à celle de l'Inconel 738. Malgré la petite amplitude des pics eutectiques γ/γ' , nous avons estimé les énergies associées. Pour l'Inconel 738, celle-ci est de $0,65 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$, soit 0.2% de l'enthalpie de solidification. Pour le René 77, l'énergie est trois fois plus faible ($0,19 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$).

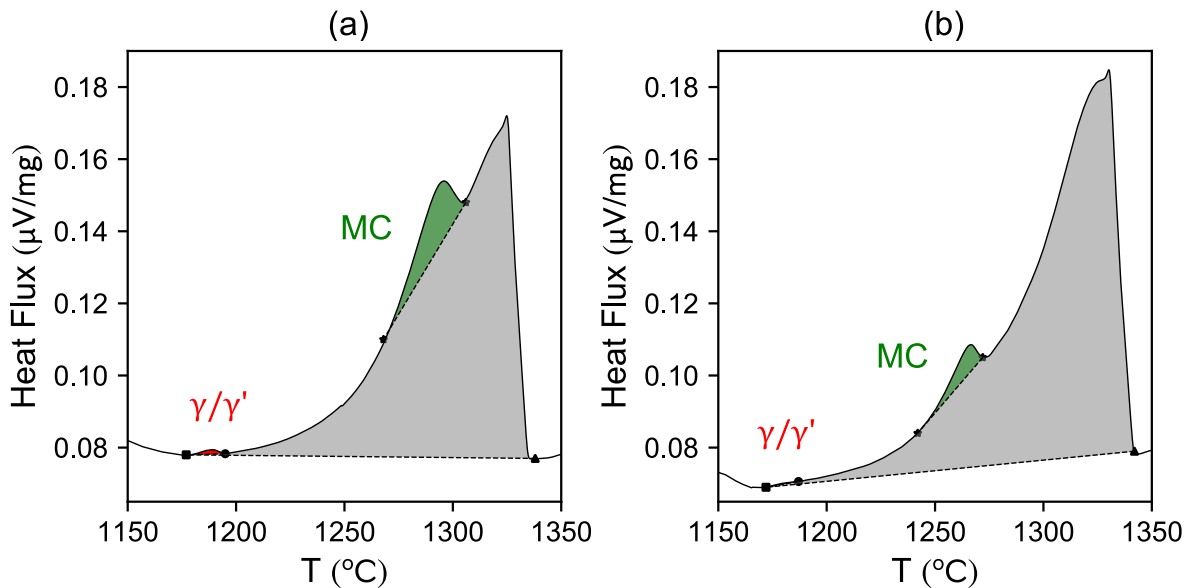


Figure 4.9 – Intégration des pics du signal ATD pour le calcul des énergies de transformation à $-10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$: (a) Inconel 738 et (b) René 77. L'enthalpie de solidification correspond à la somme des trois pics.

L'intégration des pics peut être aussi utilisée pour évaluer l'évolution de la fraction solide avec la température. C'est une donnée d'intérêt pour la compréhension de la fissuration à la solidification : selon les critères employés, la sensibilité à ce défaut augmente avec l'intervalle de température fragile (*BTR*) $\Delta T_{BTR} = T_{fs2} - T_{fs1}$ ou lorsque la pente df_s/dT est faible en fin de solidification (cf. annexe A.7). Nous avons estimé l'évolution de la fraction solide avec la température lors d'un refroidissement à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Cette estimation suppose que la fin de solidification correspond à la fin du pic eutectique visible sur le signal ATD, repéré sur la figure 4.9.

| | IN738 | | R77 | |
|---|--------------------------------|--------------------|--------------------------------|--------------------|
| | $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ | calg^{-1} | $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ | calg^{-1} |
| Solidification : L_s | 325 | 78 | 341 | 82 |
| Carbures MC : Δh_{MC} | 20.5 | 4.9 | 6.3 | 1.5 |
| Eutectique γ/γ' : $\Delta h_{\gamma/\gamma'}$ | 0.65 | 0.15 | 0.19 | 0.05 |

Tableau 4.1 – Enthalpies spécifiques de formation des phases à la solidification mesurées par ATD à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$.

L'évolution de la fraction solide en fonction de la température est donnée en figure 4.10(a). Nous avons obtenu des courbes très proches pour l'Inconel 738 et le René 77. En particulier, les courbes semblent confondues entre les bornes couramment admises de l'intervalle de température fragile, $f_{s1} = 90\%$ et $f_{s2} = 99\%$. D'après cette estimation, la pente df_s/dT serait par conséquent identique entre les deux alliages. En se focalisant sur la toute fin de solidification ($f_s > 99\%$, figure 4.10(b)), la seule différence qui apparaît concerne les derniers 0.2%, en raison du pic eutectique plus élevé pour l'Inconel 738.

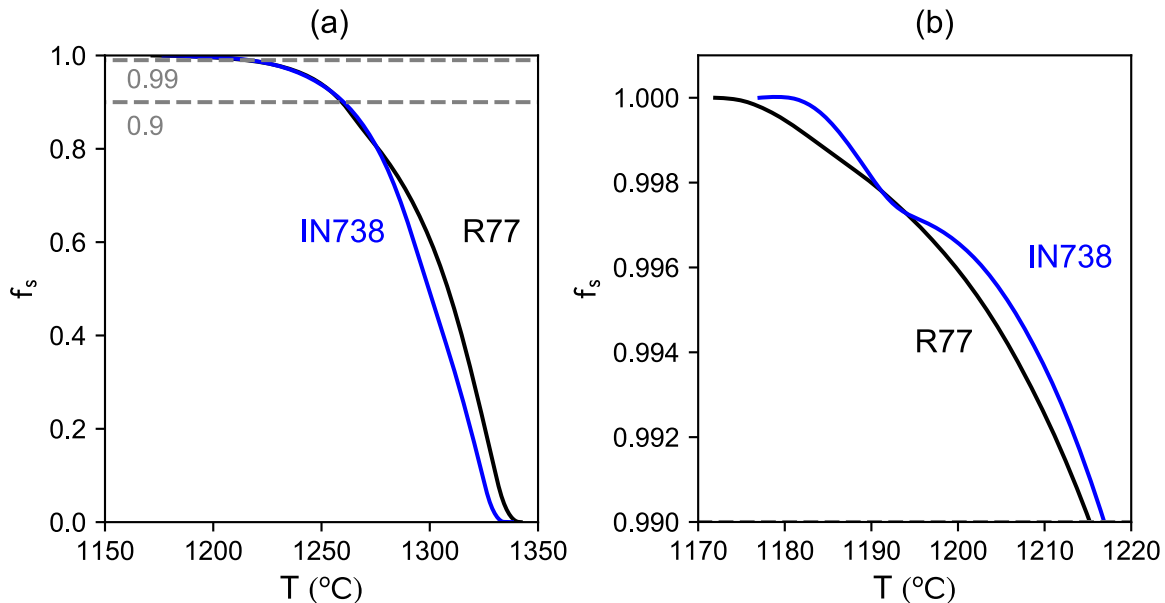


Figure 4.10 – Évolution de la fraction solide estimée à partir des mesures ATD, en supposant que la fin de solidification correspond avec la fin visible du pic eutectique.

Nous étudions maintenant les prédictions du modèle de Scheil-Gulliver sur la formation des phases pendant la solidification. La figure 4.11(a) indique l'évolution des fractions massiques de phases en fonction de la température, pour les deux alliages. Les fractions en fin de solidification sont données aux tableaux 4.2 et 4.3.

- La fraction massique de carbures MC est de 0.49% pour l'Inconel 738 et de 0.26% pour le René 77.
- La fraction massique de γ' eutectique est quant à elle de 5.7% pour l'Inconel 738 et de 3.4% pour le René 77.

Le rapport des fractions de carbures prédites par le calcul pour les deux matériaux ($\times 2$) diffère de celui obtenu par estimation expérimentale des énergies ($\times 3$). Nous ne pouvons pas savoir si cet écart provient d'une erreur de mesure dans les énergies de transformation ou de l'écart entre une solidification à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ et une solidification de type Scheil-Gulliver.

En dépit de cette différence, mesures et calculs s'accordent à dire que l'Inconel 738 comporte significativement plus de carbures MC et d'eutectique γ/γ' que le René 77. La plus grande quantité d'eutectique au niveau des joints de grains de l'Inconel 738 mis en forme en LBM a été observée au chapitre 3, en figure 3.13. D'après les calculs, le René 77 comporte quant à lui plus de borures.

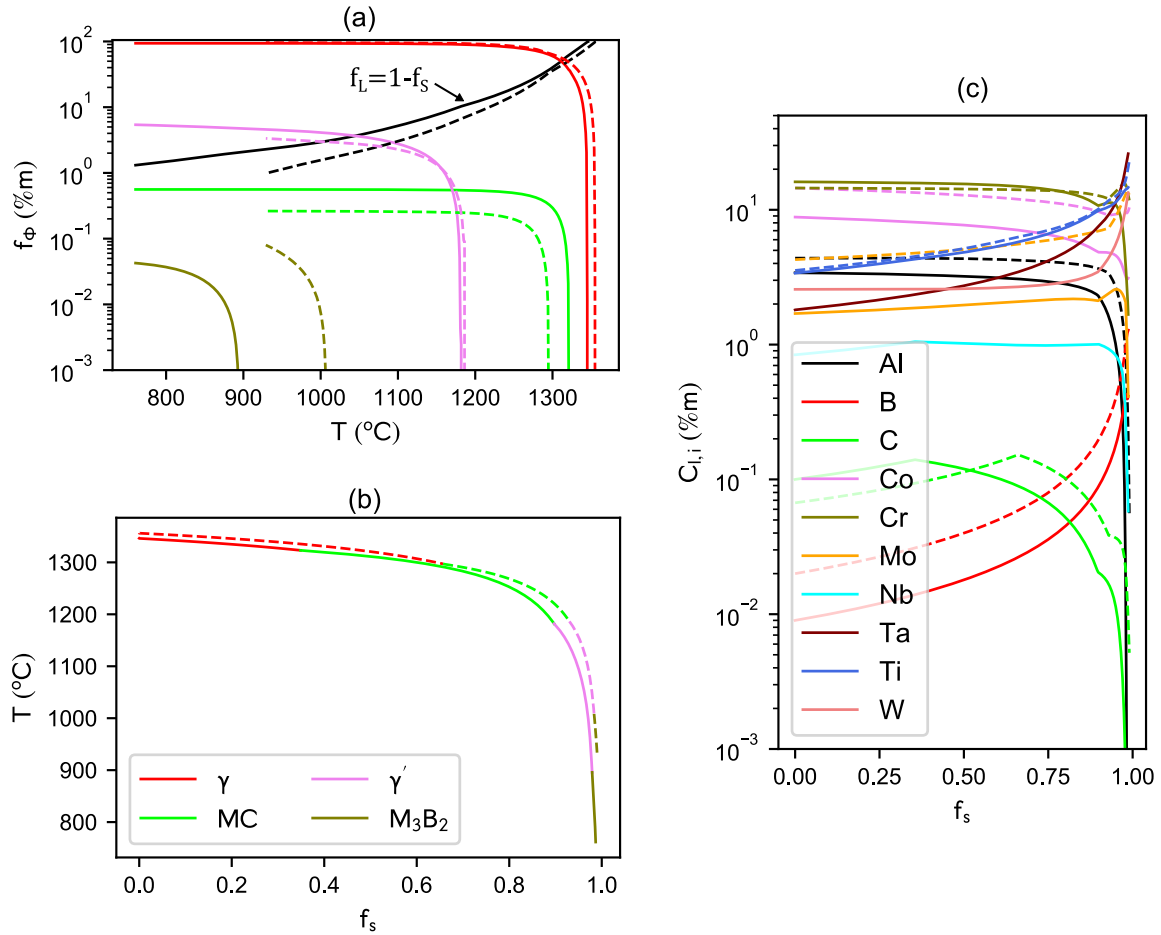


Figure 4.11 – Fractions de phases (a), fraction solide (b) et composition du liquide (c) prédites par le modèle de Scheil-Gulliver. Les courbes de l'Inconel 738 sont représentées par des traits continus (—) et celles du René 77 par des traits pointillés (- - -). En figure (b), un changement de couleur indique l'apparition d'une nouvelle phase, s'ajoutant aux phases apparues précédemment.

Nous relierons à présent la composition chimique et les phases en présence, en commençant par l'Inconel 738 (tableau 4.2). Les compositions massiques et atomiques des alliages sont détaillées en annexe A.5.

- Les carbures MC ont une stœchiométrie $(Nb_{0.4}Ti_{0.6})C$: ils consomment tous le C et respectivement 30% et 6% du Nb et du Ti de l'alliage. La composition prédite diffère sensiblement de celle mesurée par Bieber et Mihalisin (1970), cette dernière contenant aussi du Ta (voir équation 1.3 en section 1.1.3).
- La phase γ' de l'eutectique est quant à elle significativement enrichie en Ti et Ta par rapport à la matrice γ et récupère également le Nb qui n'a pas été consommé par les carbures. La phase γ' eutectique n'est en revanche pas enrichie en Al, alors que cet élément est aussi un constituant privilégié, avec le Ti, le Ta et le Nb, des précipités γ' se formant à l'état solide.

La situation est légèrement différente dans le cas du René 77 (tableau 4.3) :

- en l'absence de Nb et de Ta, les carbures MC ont une stœchiométrie TiC et ne consomment que 8% du Ti. La moindre quantité de carbures dans le René 77 s'explique simplement par une teneur plus faible en C ;
- Similairement à l'Inconel 738, la phase γ' de l'eutectique du René 77 est enrichie en Ti, mais pas en Al, alors que les éléments Ta et Nb sont absents de cet alliage.

La différence de ségrégation entre l'Al et les autres éléments γ' -gènes explique la différence de quantité d'eutectique entre les deux matériaux. Malgré une fraction atomique d'éléments γ' -gènes Al+Ti+Ta+Nb identique au René 77, l'Inconel 738 a une fraction de γ' eutectique bien plus élevée, car il a une teneur atomique en Al plus faible et une teneur atomique en Ti+Ta+Nb plus élevée (cf. annexe A.5).

| ϕ | γ | | MC | | γ' | | M_3B_2 | |
|---------------|----------|-------|-------|-------|-----------|-------|----------|-------|
| $f_\phi(m\%)$ | 93,60 | | 0,49 | | 5,73 | | 0,05 | |
| Comp. | m% | at% | m% | at% | m% | at% | m% | at% |
| Ni | 61,76 | 59,51 | | | 70,11 | 68,89 | 0,01 | 0,01 |
| Cr | 17,09 | 18,60 | 0,14 | 0,11 | 2,62 | 2,89 | 21,25 | 21,44 |
| Mo | 1,77 | 1,04 | 0,43 | 0,18 | 0,36 | 0,22 | 70,50 | 38,55 |
| Co | 8,97 | 8,61 | | | 2,83 | 2,77 | | |
| W | 2,44 | 0,75 | 0,91 | 0,20 | 1,09 | 0,36 | | |
| Al | 3,58 | 7,50 | | | 3,31 | 6,96 | | |
| Nb | 0,59 | 0,35 | 46,09 | 20,37 | 1,37 | 0,85 | | |
| Ta | 1,11 | 0,35 | 2,93 | 0,66 | 5,81 | 1,88 | | |
| Ti | 2,65 | 3,12 | 35,39 | 30,31 | 12,51 | 15,18 | | |
| B | | | | | | | 8,24 | 40 |
| C | 0,04 | 0,17 | 14,10 | 48,16 | | | | |

Tableau 4.2 – Fractions massiques et compositions des phases de l'Inconel 738 à l'issue de la solidification, calculées par Thermocalc avec le modèle de Scheil-Gulliver. La phase γ' est associée à l'eutectique γ/γ' .

| ϕ | γ | | MC | | γ' | | M_3B_2 | |
|---------------|----------|-------|-------|-------|-----------|-------|----------|-------|
| $f_\phi(m\%)$ | 95,94 | | 0,26 | | 3,35 | | 0,08 | |
| Comp. | m% | at% | m% | at% | m% | at% | m% | at% |
| Ni | 58,63 | 55,22 | 0,01 | | 70,91 | 65,16 | 0,01 | 0,01 |
| Cr | 14,97 | 15,94 | 0,35 | 0,22 | 2,73 | 2,83 | 20,71 | 20,98 |
| Mo | 4,25 | 2,45 | 4,90 | 1,64 | 0,76 | 0,43 | 71,07 | 39,01 |
| Co | 14,85 | 13,93 | 0,02 | 0,01 | 6,80 | 6,23 | | |
| Al | 4,42 | 9,06 | | | 4,79 | 9,54 | | |
| Ti | 2,85 | 3,26 | 77,35 | 51,78 | 14,00 | 15,80 | | |
| B | | | | | | | 8,21 | 40,00 |
| C | 0,04 | 0,14 | 17,37 | 46,35 | | 0,01 | | |

Tableau 4.3 – Fractions massiques et compositions des phases du René 77 à l'issue de la solidification, calculées par Thermocalc avec le modèle de Scheil-Gulliver. La phase γ' est associée à l'eutectique γ/γ' .

La figure 4.11(b) présente l'évolution de la fraction solide en fonction de la température prédite par le modèle de Scheil-Gulliver. Nous constatons que la température de fin de solidification prédite pour l'Inconel 738 est bien inférieure à celle du René 77. Cependant, cette température de fin de solidification n'est pas représentative de celle rencontrée en LBM, ni lors des expériences d'ATD. Une deuxième réserve provient du fait que la composition, lors de la fin de solidification décrite par le modèle de Scheil-Gulliver, est très différente de la composition des alliages utilisés pour alimenter la base de données thermodynamiques. En conséquence, le rapport entre la fraction solide et la température en fin de solidification ne correspond pas à une réalité physique. Finalement, la courbe nous renseigne peu et nous ne la commentons donc pas davantage.

Les calculs renseignent cependant sur l'enrichissement du liquide en éléments d'alliages au cours de la solidification (figure 4.11(c)). Dans le cas de l'Inconel 738 :

- la ségrégation positive est élevée pour le Ti et très élevée pour le Ta ;
- le Nb ségrège aussi positivement en début de solidification mais est ensuite consommé par les carbures MC ;
- la ségrégation de l'Al n'est au contraire pas élevée.

Ces observations sont conformes aux mesures de microségrégation faites par Pospisilova et al. (2006) sur un Inconel 738 solidifié par fonderie. Il est ainsi compréhensible que parmi les éléments γ' -gènes, le Ti et le Ta vont être particulièrement présents dans la phase γ' eutectique, car leur teneur est très élevée dans le liquide en fin de solidification. Le Nb qui n'est pas consommé par les carbures se retrouve aussi dans la phase γ' eutectique.

Ainsi, la participation contrastée des éléments γ' -gènes dans le γ' eutectique s'explique par des coefficients de ségrégation différents lors de la solidification. L'Al présente une bonne solubilité dans la matrice, à la différence des éléments Ti, Ta et Nb qui sont rejetés dans le liquide. Ces derniers se retrouvent par conséquent dans l'eutectique γ/γ' formé en fin de solidification.

4.1.4 Influence des éléments traces sur la fin de solidification

Nous avons réalisé un nouveau calcul de solidification de type Scheil-Gulliver en incluant les éléments traces Cu, Fe, Si et Zr mesurés sur les lots d'Inconel 738 et René 77. L'objectif est de souligner les éléments mineurs qui ségrègent fortement dans le liquide et retardent la fin de solidification. La figure 4.12 montre que le B et le Zr sont les éléments mineurs dont la ségrégation positive est la plus forte. La ségrégation est notable pour les deux compositions, mais le Zr atteint une concentration particulièrement élevée dans le liquide pour l'Inconel 738 (jusqu'à 5 m%) en raison de sa plus forte concentration initiale.

Conformément aux études citées en section 4.1.1, nous accordons aux éléments B et Zr la responsabilité de points de transformation à basse température. Le coefficient de ségrégation de ces éléments en solidification rapide n'est pas connu, mais nous pouvons être sûrs qu'ils abaissent la température de fin de solidification.

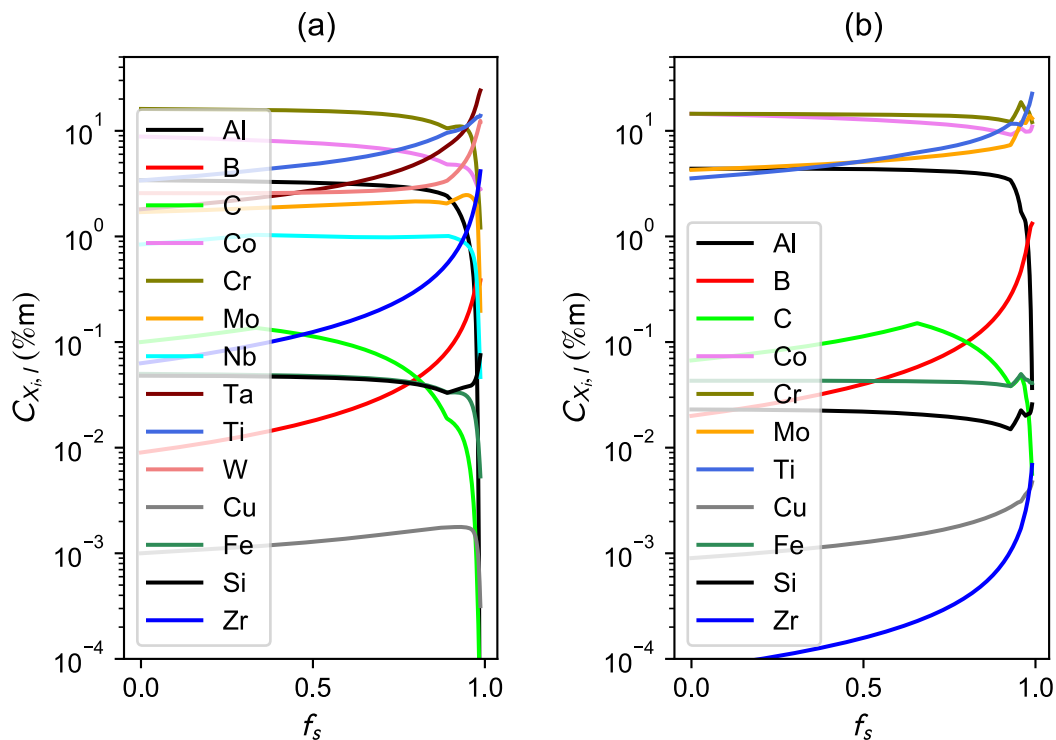


Figure 4.12 – Ségrégation des éléments traces dans le liquide : composition du liquide au cours de la solidification, prédites par Thermocalc (Scheil-Gulliver) avec les compositions incluant les éléments traces. La figure (a) correspond à l'Inconel 738 et la figure (b) au René 77.

Est-il possible de déterminer expérimentalement la température de fin de solidification en LBM ? Il est tentant d'observer minutieusement la courbe ATD lors d'un premier chauffage des échantillons bruts de LBM. En effet, les phases qui fondent à basse température sont également les dernières solidifiées : la détection d'une fusion marginale (*incipient melting*) à basse température pourrait correspondre à une fin de solidification du matériau précédemment formé par LBM. Nous avons détecté un pic endothermique entre 1050 °C et 1100 °C lors du premier chauffage de l'Inconel 738 et du René 77 bruts de LBM, visible en figure 4.13(a). Ce pic endothermique n'a pas d'équivalent lors du refroidissement des échantillons, ni lors d'un deuxième chauffage : il est donc représentatif d'un retour à l'équilibre du matériau brut de LBM lors du premier chauffage.

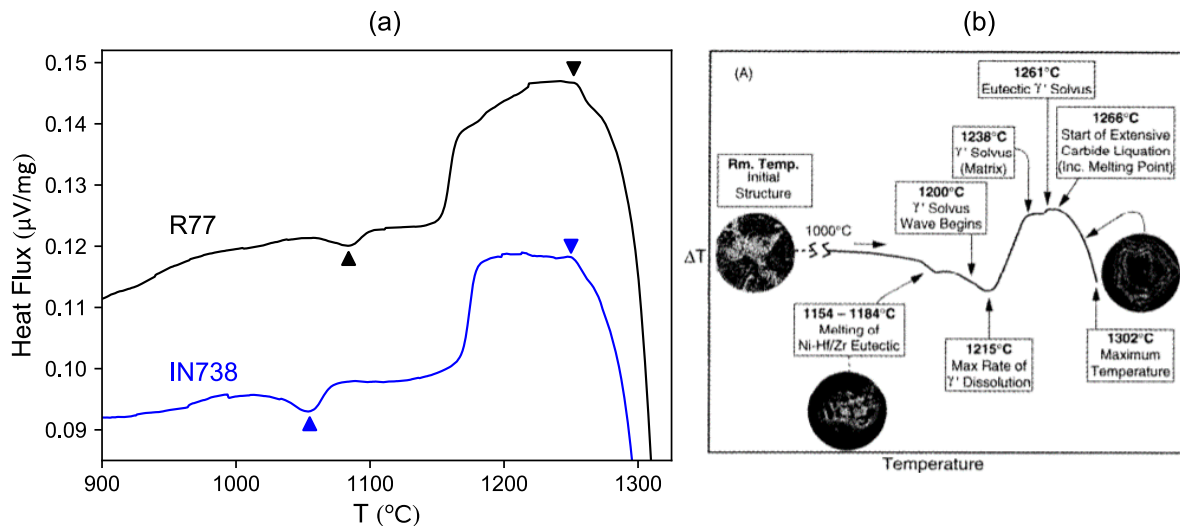


Figure 4.13 – (a) Pic endothermique entre 1050 °C et 1100 °C (▲) et début de fusion (▼) observés lors du premier réchauffage des échantillons bruts de LBM à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ sous argon ; (b) mise en évidence d’un eutectique riche en Zr et Hf dans un alliage Marm247 + Hf, par ATD et analyse microstructurale (Sponseller, 1996).

Le pic endothermique de la figure 4.13(a) ressemble au pic endothermique observé par Sponseller (1996) lors du chauffage d’un alliage Marm246 + Hf précédemment solidifié par fonderie (figure 4.13(b)). Sponseller a déterminé, par trempe des échantillons et par observation microstructurale, que ce pic endothermique était causé par la fusion de poches eutectiques riches en éléments traces, en particulier en Hf et Zr. Même si la composition en Zr est faible dans les alliages de notre étude, il est possible que la solidification rapide induise une ségrégation importante et par conséquent une présence de liquide résiduel à basse température, sous forme de poche ou de film.

Le pic observé en figure 4.13(a) pourrait-il alors correspondre à la fusion d’un eutectique Ni–Zr ou d’un eutectique γ/γ' enrichi en Zr, formé en solidification rapide ? Nous ne le pensons pas :

- étant donné la finesse des microstructures de LBM ($\lambda_1 < 1 \mu\text{m}$), il est probable qu’un tel eutectique aurait eu le temps de s’homogénéiser sans fondre lors d’un chauffage lent. La température de début de fusion en figure 4.13(a) (notée ▼) est d’ailleurs quasiment égale au solidus de l’alliage, ce qui signifie que le matériau a eu le temps de s’homogénéiser lors du chauffage ;
- par ailleurs, Messé et al. (2018) formulent une autre hypothèse pour expliquer la présence de ce pic. Selon eux, il s’agit de la dissolution des carbures M_{23}C_6 apparus précédemment lors du chauffage. D’après les calculs à l’équilibre, le solvus des carbures M_{23}C_6 de l’Inconel 738 et du René 77 est respectivement de 946 °C et 1020 °C. Leur dissolution dans la matrice entre 50 °C et 100 °C au-dessus du solvus pourrait être expliqué par la lente diffusion à l’état solide. Par ailleurs, l’amplitude des pics de la figure 4.13 est compatible avec la plus forte teneur en C de l’Inconel 738.

Finalement, une origine du pic endothermique liée à la dissolution des carbures secondaires nous semble plus vraisemblable qu’une origine liée à un eutectique à bas point de fusion. Une précipitation particulièrement importante des carbures M_{23}C_6 lors du retour à l’équilibre pourrait être induite par la précipitation massive de la phase γ' , selon la réaction décrite par l’équation 3.1.

En définitive, l'observation du signal ATD lors du chauffage du matériau brut de LBM n'a pas permis de mettre en évidence un point de fusion à basse température. Il est possible qu'un tel point de fusion à basse température existe mais qu'il ne soit pas détecté, en raison de l'homogénéisation du matériau lors du chauffage. Nous n'avons donc pas d'information expérimentale sur la température de fin de solidification lors du procédé LBM. En dépit de cette tentative avortée, nous avons pu grâce aux calculs de Thermocalc confirmer l'effet significatif des éléments B et Zr sur la température de fin de solidification.

4.1.5 Discussion : explication de la différence entre l'Inconel 738 et le René 77

Vers un critère de sensibilité à la fissuration lors de la solidification en LBM ?

Nous avons relevé de nombreuses similitudes entre l'Inconel 738 et le René 77. Ils ont un intervalle de solidification à l'équilibre très similaire. Hors équilibre, l'intervalle de température entre le liquidus et le pic eutectique est le même. Quant à l'intervalle de température entre le liquidus et la fin de solidification, il est difficilement quantifiable. Cela provient d'une difficulté à observer la fin de solidification. D'abord, il n'est pas garanti que les derniers pourcents de solidification soient observables en ATD, même pour les vitesses de solidification les plus lentes ($5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$). Ensuite, avec les calculs de type Scheil-Gulliver, l'évolution de la fraction solide $f_s(T)$ en fin de solidification n'est pas non plus fiable, en raison d'une accumulation d'éléments mineurs dans le liquide. Enfin, ni l'ATD ni les calculs de Scheil-Gulliver ne sont représentatifs de la solidification rapide. Pour ces raisons, les critères de fissuration à la solidification fondés sur l'évolution de la fraction solide $f_s(T)$ ne permettent pas d'expliquer la différence entre les matériaux. Ces critères sont néanmoins très utiles pour appréhender les mécanismes contributeurs de la fissuration à la solidification et pour interpréter l'effet des éléments chimiques, comme l'a fait Lecomte-Beckers (1988).

La différence la plus notable sur la fin de solidification des deux matériaux concerne la quantité d'eutectique γ/γ' . Elle a été mise en évidence expérimentalement et reproduite par calcul : l'Inconel 738 a une plus grande propension à former de l'eutectique que le René 77, indépendamment des éléments traces. Cette différence avec le René 77 s'explique bien par sa composition chimique. Bien qu'il ait la même fraction atomique d'éléments γ' -gènes, la teneur en Ti+Ta+Nb est plus importante pour l'Inconel 738. Ces éléments ségrègent plus dans le liquide que l'Al. Avant solidification, l'eutectique peut se présenter sous la forme de poches ou de films liquides enrichis en Ti, Ta et Nb. La littérature montre que ces poches ou films peuvent conférer à l'alliage une sensibilité à la fissuration lors de la solidification.

Si nous raisonnons à teneur constante en éléments γ' -gènes, nous pouvons donc suggérer de diminuer le ratio atomique $(\text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb})/\text{Al}$ (recommandation 1).

Au-delà de la spécification de l'alliage, les éléments traces jouent un rôle majeur. Parmi les éléments mentionnés dans les études de la section 4.1.1, le Zr et le B ont montré une ségrégation positive très forte dans les calculs thermodynamiques. Cette

ségrégation est accentuée par la vitesse de solidification élevée. Outre la sensibilité intrinsèque de la spécification de l'Inconel 738, la plus grande teneur en Zr du lot étudié par rapport à la teneur en Zr du lot de René 77 participe certainement à la sensibilité à la fissuration. Le Zr pourrait participer à disperser le liquide enrichi au niveau des joints de grains avant la solidification de l'eutectique γ/γ' . Cette thèse est évoquée en section 4.1.1 et nous en avons observé un aspect au chapitre 3. Nous avons en effet relevé en figures 3.13 et 3.22 un film et des structures eutectiques au niveau des joints de grains de l'Inconel 738, alors qu'ils sont absents pour le René 77. Une caractérisation de ce film et de ces structures au MET ou par sonde atomique serait nécessaire pour valider notre hypothèse.

En l'état des recherches, nous recommandons de minimiser Zr et maintenir B dans le bas de la spécification (recommandation 2).

Pour finir, nous citons d'autres contributions possibles de la sensibilité à la fissuration lors de la solidification, décrites dans la littérature en fonderie ou soudage, mais dont nous n'avons pas eu d'indice particulier.

D'abord l'Inconel 738 présente plus de carbures MC qui se forment dès le début de la solidification. Il a été évoqué en fonderie que les carbures primaires pouvaient entraver la circulation du liquide dans l'espace interdendritique en fin de solidification.

Ensuite, le Ti contribue d'après Lecomte-Beckers (1988) à une plus grande tortuosité des dendrites que l'Al. Il est possible que les éléments à fort coefficient de ségrégation (Ti, Ta, Nb) participent à une plus grande tortuosité du réseau interdendritique et donc à une circulation plus difficile du liquide en fin de solidification. Selon Lecomte-Beckers et surtout Flemings (1974), la tortuosité du réseau dendritique est visible par ATD. Un pic de solidification plus haut en début de solidification réfère à une croissance dendritique plus importante. Un pic moins haut, plus en aval dans la solidification, réfère plutôt au grossissement (*coarsening*) des dendrites et est donc le signe d'une plus grande tortuosité. En effet, nous avons observé que l'Inconel 738 avait un pic moins haut et plus large, qui pourrait être le signe d'une plus grande tortuosité du réseau dendritique en raison des éléments Ti, Ta et Nb.

Perspectives

Cette étude a mis en avant un besoin d'outils théoriques et expérimentaux pour mieux comprendre les conditions thermodynamiques et cinétiques de la solidification rapide en LBM, notamment la microségrégation et la formation des phases.

Une telle compréhension nécessite l'emploi du MET ou de la sonde atomique. La température de fin de solidification est une donnée essentielle, mais il est compliqué de la mesurer de manière directe. Il ne semble en effet pas possible d'adapter des techniques expérimentales utilisées en soudage, comme un appareil *Gleeble* ou un appareil ATD de trempe, pour appliquer un cycle thermique représentatif du LBM. Une méthode indirecte pour déterminer la température de fin de solidification pourrait consister à calculer, grâce à Thermocalc, le *solidus* de la composition mesurée au MET ou à la sonde atomique dans l'espace interdendritique.

De telles études seront nécessaires pour mieux comprendre la ségrégation des éléments chimiques en LBM et par conséquent l'aptitude des alliages de fonderie à être mis en forme par ce procédé.

4.2 Sensibilité à la fissuration lors du traitement thermique

4.2.1 Réponse des alliages au traitement thermique

Fissuration

Dans le chapitre 3, nous avons montré que l’Inconel 738 fissure plus que le René 77 lors du traitement thermique. Cette différence n’est pas expliquée :

- ni par les diagrammes de *soudabilité* (Al, Ti), où les deux alliages ont une position très proche ;
- ni par le critère Al+Ti+Ta+Nb proposé par Rowe (2006) (cf. chapitre 2). Les deux alliages ont des valeurs très proches, à savoir 13,2 at% pour l’Inconel 738 et 13,4 at% pour le René 77 ;
- ni par la quantité de précipités γ' à l’équilibre. La quantité de précipités γ' à l’équilibre dépend au premier ordre du critère Al+Ti+Ta+Nb. Paintendre, Bienvenu, et Ducrocq (1986) ont proposé une formule pour prédire plus précisément leur fraction volumique $f_{\gamma'}^v$:

$$f_{\gamma'}^v = 5.5 - 0.63X_{Cr} + 3.5X_{Al} + 4.3X_{Ti} + 4.9(X_{Nb} + X_{Ta} + X_{Hf}) \text{ en } (\%) \quad (4.3)$$

où X_i (en at%) est la fraction atomique en élément i . La fraction volumique est prédite à 45,9 vol% pour l’Inconel 738, soit très proche des 45,6 vol% du René 77. Les fractions massiques de γ' à l’équilibre prédites par Thermocalc sont également très similaires : respectivement 45,5 m% et 46,2 m% pour l’Inconel 738 et le René 77, à 850 °C.

Nous concluons que la différence de fissuration au traitement thermique ne s’explique pas simplement avec la composition ou avec les propriétés à l’équilibre des alliages. Il est pertinent de préciser le rôle de la cinétique de précipitation. Nous avons en effet observé un comportement *diffusif* de la fissuration avec une équivalence temps-température (figure 3.15). L’équivalence temps-température évoque les diagrammes transformation-temps-température utilisés en soudage pour relier la fissuration et la précipitation de la phase γ' (figure 1.29).

Durcissement

La seconde différence constatée entre les deux matériaux concerne le durcissement plus rapide de l’Inconel 738 lors du TTH. Elle peut être liée à une fraction volumique plus élevée de γ' lors du chauffage, c’est-à-dire à une différence de cinétique de croissance. Cette différence de cinétique pourrait être due soit à une différence du nombre de germes dans le matériau brut de LBM, soit à une différence de croissance de ces germes, conditionnée par la diffusion des éléments γ' -gènes. La différence de dureté peut aussi être liée à la composition de la phase γ' . Augustins-Lecallier (2011) décrit une augmentation de la dureté des précipités γ' — et donc du matériau global — lorsque le ratio (Ti+Ta+Nb)/Al augmente. Il est par ailleurs connu que le *misfit* influence la dureté (Gleiter et Hornbogen, 1968).

Changement de volume

Nous avons observé sur la courbe dilatométrique du matériau brut de LBM une transformation caractérisée par une réduction de volume par rapport à la courbe de base, autour de 500 °C (figure 3.18). Cette transformation a été interprétée comme la précipitation de la phase γ' . L'interprétation demande cependant de confirmer que les paramètres de maille des phases γ et γ' conduisent bien à une réduction du volume moyen du matériau lors de la précipitation γ' .

L'absence d'explication évidente de la différence Inconel 738 / René 77 et les observations sur la dureté et les changements de volume nous motivent à comparer le *misfit* et la cinétique de précipitation des deux matériaux.

4.2.2 Estimation du désaccord paramétrique

Le *misfit* est une propriété délicate à manipuler, car il dépend à la fois de la composition des alliages et de l'histoire thermomécanique. Il est pourtant important : il conditionne le comportement mécanique à haute température. Le *misfit* de l'Inconel 738 a été mesuré par Strunz, Petrenec, Davydov, Polák, et Beran (2013) par diffraction de neutrons, sur un échantillon de fonderie après un traitement thermique standard. Le résultat des mesures est donné en figure 4.14. La diminution du *misfit* avec la température est une propriété générale des superalliages (Reed, 2006), en raison d'un coefficient de dilatation de l'intermétallique γ' plus faible que celui de la solution solide γ . Souvent, les études comparent le *misfit* à température ambiante pour différents matériaux. Strunz et al. mesurent des paramètres de maille respectifs de $a_\gamma = 3,58611 \text{ \AA}$ et $a_{\gamma'} = 3,58857 \text{ \AA}$, soit un *misfit* $\delta = 2(a_{\gamma'} - a_\gamma)/(a_{\gamma'} + a_\gamma) = 6,9 \times 10^{-4}$.

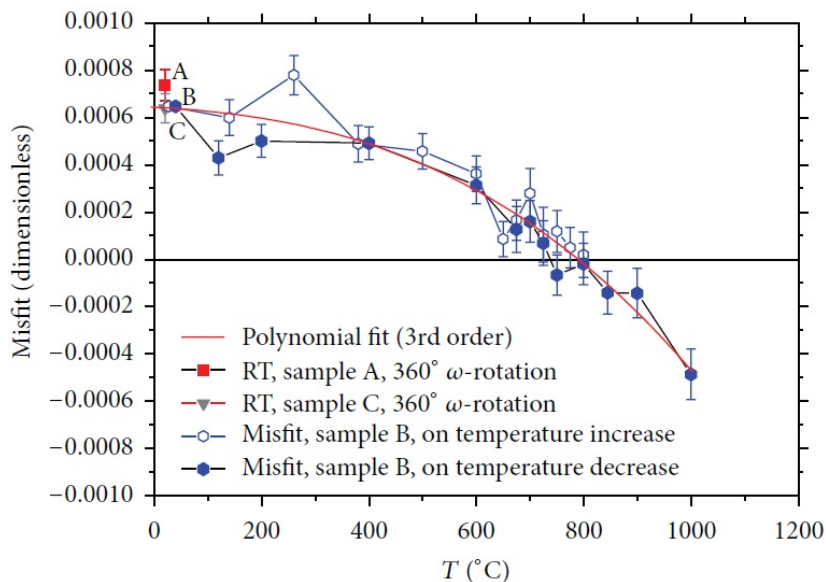


Figure 4.14 – *Misfit* de l'Inconel 738 en fonction de la température, mesuré par Strunz et al. (2013) sur l'Inconel 738, après un traitement thermique standard (2h à 1120 °C+ trempe à l'air, 24h à 845 °C + trempe à l'air).

Selon Watanabe et Kuno (1976), les paramètres de maille des phases γ et γ' dans le matériau à température ambiante et non-contraint s'expriment en fonction de la composition chimique :

$$a_\gamma = a_{\text{Ni}} + \sum V_i X_{\gamma,i} \text{ et } a_{\gamma'} = a_{\text{Ni}_3\text{Al}} + \sum V'_i X_{\gamma',i} \quad (4.4)$$

où a_{Ni} et $a_{\text{Ni}_3\text{Al}}$ sont les paramètres de maille du nickel pur de l'intermétallique Ni_3Al , $X_{\gamma,i}$ et $X_{\gamma',i}$ sont les compositions atomiques des phases γ et γ' en élément i et V_i et V'_i sont les coefficients de Vegard. Le tableau 4.4 indique les coefficients de Vegard proposés par Caron (2000) et Kablov et Petrushin (2008).

Nous proposons d'estimer les paramètres de maille dans deux configurations :

1. Cas d'une solution solide sursaturée : schématiquement l'état du matériau brut de LBM.
2. Cas du matériau à l'équilibre : l'état vers lequel le matériau tend lors de la montée en température du traitement thermique.

Dans le premier cas, la composition de la phase γ est tout simplement la composition de l'alliage, car la phase γ' est inexistante. Dans le second cas, nous estimons la composition atomique de la phase γ ($X_{\gamma,i}$) et de la phase γ' ($X_{\gamma',i}$) avec les coefficients de partage $k_{\gamma',i}$ utilisés dans la thèse de Augustins-Lecallier (2011) (équation 4.5). Le tableau 4.5 donne les valeurs expérimentales des coefficients de partage $k_{\gamma',i}$, issues des travaux de Wlodek, Kelly, et Alden (1996). L'équation 4.6 permet alors d'évaluer les compositions atomiques, avec $f_{\gamma'}^v$ la fraction volumique de γ' obtenue à l'aide de l'équation 4.3².

$$k_{\gamma',i} = \frac{X_{\gamma',i}}{X_{\gamma,i}} \quad (4.5)$$

$$X_i = (1 - f_{\gamma'}^v) X_{\gamma,i} + f_{\gamma'}^v X_{\gamma',i} \quad (4.6)$$

| | $a_\gamma(\text{\AA})$ | | $a_{\gamma'}(\text{\AA})$ | |
|----|------------------------|--------|---------------------------|--------|
| | Caron | Kablov | Caron | Kablov |
| a | 3,524 | 3,5219 | 3,57 | 3,5691 |
| Al | 0,179 | 0,221 | 0 | 0 |
| Co | 0,0196 | 0,059 | -0,0042 | -0,002 |
| Cr | 0,11 | 0,122 | -0,004 | 0,014 |
| Hf | 1 | 1,559 | 0,7 | 1,339 |
| Mo | 0,478 | 0,412 | 0,208 | 0,097 |
| Nb | 0,7 | 0,595 | 0,46 | 0,275 |
| Re | 0,441 | 0,382 | 0,262 | -0,504 |
| Ru | 0,3125 | 0,303 | 0,1335 | 0,083 |
| Ta | 0,7 | 0,693 | 0,5 | 0,398 |
| Ti | 0,422 | 0,302 | 0,258 | 0,149 |
| W | 0,444 | 0,435 | 0,194 | 0,151 |

Tableau 4.4 – Coefficients de Vegard d'après Caron (2000) et Kablov et Petrushin (2008).

2. L'équation 4.6 fait l'approximation que les fractions molaires des phases γ et γ' sont égales aux fractions volumiques, ce qui revient à assimiler, au premier ordre, les paramètres de maille a_γ et $a_{\gamma'}$.

| | Ni | Cr | Co | Mo | W | Al | Ti | Nb | Ta | Hf |
|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|-----|
| Wlodek | 1,415 | 0,091 | 0,28 | 0,19 | 0,808 | 5,442 | 12,244 | 5,079 | 7 (*) | 100 |
| Duquenne | 1,280 | 0,133 | 0,345 | 0,314 | 0,833 | 4,060 | 10,310 | 20 | | 20 |

Tableau 4.5 – Coefficients de partage $k_{\gamma',i}$ entre la phase γ et la matrice γ' , sur le René 88 d'après Wlodek et al. (1996) et sur trois alliages expérimentaux d'après Duquenne, Lautridou, Marty, Soucail, et Walder (1998). Ces valeurs sont reprises par Augustins-Lecallier (2011). La valeur du Ta (*) provient de l'AM1.

Dans le cas (1) de la matrice γ sursaturée, les paramètres de maille pour l'Inconel 738 avec les coefficients proposés par Caron et Kablov sont respectivement de $a_\gamma = 3,59169 \text{ \AA}$ et $a_{\gamma'} = 3,59205 \text{ \AA}$. Pour le René 77, ils sont respectivement de $a_\gamma = 3,58826 \text{ \AA}$ et $a_{\gamma'} = 3,59144 \text{ \AA}$. Dans le cas (2) des phases γ et γ' à l'équilibre thermodynamique, les paramètres de maille ainsi que le *misfit* sont donnés au tableau 4.6. Les paramètres a_γ et $a_{\gamma'}$ prédits dans le cas (2) sont inférieurs au paramètre de maille a_γ dans le cas (1). Plus précisément, le paramètre de maille moyen dans le cas (2) est inférieur au paramètre de maille dans le cas (1). La précipitation de γ' dans γ doit donc s'accompagner d'une réduction globale de volume du matériau. Une réduction du volume lors de la croissance de la phase γ' est conforme à l'observation faite au chapitre 3. Le *misfit* prédit pour l'Inconel 738 est qualitativement supérieur à celui du René 77. D'un point de vue quantitatif, la prédiction des paramètres de maille et du *misfit* pour l'Inconel 738 est assez différente des mesures de Strunz.

Les éléments Ti, Ta et Nb participent à l'augmentation du *misfit*. Ces éléments ségrègent fortement dans la phase γ' . Ils augmentent également le paramètre de maille $a_{\gamma'}$, à la différence de l'Al. Le taux de substitution à l'aluminium (Ti+Ta+Nb)/Al joue donc un rôle important sur le *misfit*.

| | a_γ (Å) | | $a_{\gamma'}$ (Å) | | δ | |
|-------------|----------------|---------|-------------------|---------|-----------------------|------------------------|
| | Caron | Kablov | Caron | Kablov | Caron | Kablov |
| René 77 | 3.58343 | 3.59080 | 3.59047 | 3.58117 | $1,96 \times 10^{-3}$ | $-2,68 \times 10^{-3}$ |
| Inconel 738 | 3.58009 | 3.58531 | 3.60181 | 3.58928 | $6,04 \times 10^{-3}$ | $1,11 \times 10^{-3}$ |

Tableau 4.6 – Paramètres de maille à l'équilibre et *misfit* prédits avec les coefficients de Vegard.

4.2.3 Scénario de rupture lors du traitement thermique

Après cette comparaison entre les deux alliages, nous revenons sur le scénario de la rupture lors du traitement thermique avancé au chapitre 3. Nous avons évoqué que la précipitation de la phase γ' lors du chauffage induit des contraintes supplémentaires, venant s'ajouter aux contraintes résiduelles. L'estimation des *misfits* permet de préciser le chargement imposé au matériau, avec des contraintes de cohérence subies par la matrice γ . Si le niveau de contraintes total est trop élevé, il peut conduire à une rupture au niveau des joints de grains.

Contraintes de cohérence

L'effet du *misfit* sur les contraintes de cohérence est bien connu (Reed, 2006). Un *misfit* négatif provoque des contraintes de compression dans la matrice, tandis qu'un *misfit* positif provoque des contraintes de traction (figure 4.15). Une précipitation à basse température — quand le *misfit* est positif — conduit donc à des contraintes de traction dans la matrice. Lors du traitement thermique post-LBM, la précipitation massive à basse température est donc très défavorable.

L'intensité des contraintes de cohérence dépend de la composition. La composition chimique influe sur :

1. **la fraction volumique de γ'** : les fractions volumiques à l'équilibre de l'Inconel 738 et du René 77 sont identiques. Hors équilibre, une différence de fraction volumique s'explique par la cinétique de précipitation lors du chauffage. Les éléments Ta et Nb diffusent moins vite dans la matrice γ que le Ti et surtout que l'Al. En ce sens, ils devraient ralentir la cinétique de précipitation, conformément à la loi de croissance de l'équation 1.5. En même temps, ces éléments augmentent probablement le nombre de germes. Un nombre élevé de germes accélère la cinétique. L'influence du Ti, Ta et Nb sur la fraction volumique de précipités γ' est donc ambivalente. Au chapitre 3, nous n'avons pas constaté de différence de fraction volumique de précipités γ' lors du chauffage (voir figure 3.23).
2. **le *misfit*** : plus le *misfit* augmente — i.e. devient positif, plus la matrice est mise en traction. L'estimation du *misfit* effectuée précédemment indique que cet effet est accentué pour l'Inconel 738. La substitution élevée des éléments Ti/Ta/Nb à l'Al lui est défavorable.
3. **la taille des précipités** : en présence de précipités γ' de petite taille, les dislocations ne peuvent pas se former à l'interface γ/γ' . La déformation est donc essentiellement élastique. Des précipités de taille élevée permettent au contraire une accommodation du matériau, par le développement de dislocations à l'interface γ/γ' . Une structure *hyperfine* de précipités conduit donc à un matériau peu ductile (Durand-Charre, 1998). La taille des précipités lors du chauffage post-LBM dépend du nombre de germes et de la cinétique de croissance. Encore une fois, l'observation des échantillons d'Inconel 738 et de René 77 après une rampe de chauffage à $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ jusqu'à 850°C n'a pas mis en évidence de différence de taille des précipités γ' (figure 3.23).

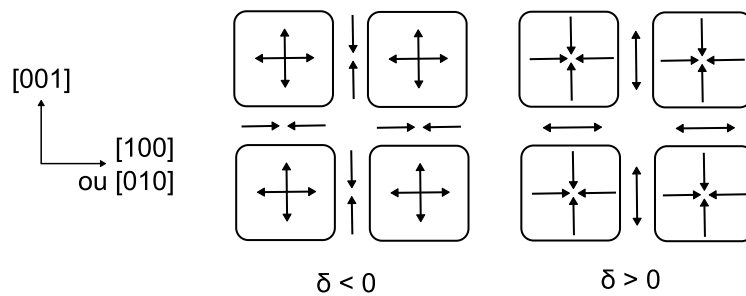


Figure 4.15 – Représentation schématique des contraintes de cohérence attendues dans un superalliage, quand le *misfit* δ est négatif ou positif, d’après Reed (2006).

Résistance des joints de grains

Les carbures $M_{23}C_6$ affectent sans doute la résistance à rupture du matériau. Comme mentionné dans la revue de littérature, la présence continue de cette phase au niveau des joints de grains les fragilisent. Messé et al. (2018) montrent que la précipitation massive de la phase γ' accélère l’apparition des carbures $M_{23}C_6$ (équation 3.1). Les mesures ATD suggèrent une quantité de carbures secondaires supérieure au sein d’Inconel 738. Les différentes observations expérimentales sont donc compatibles avec un rôle significatif des carbures $M_{23}C_6$ dans la rupture. La plus grande teneur en carbone dans l’Inconel 738 par rapport au René 77 est sans doute défavorable pour la résistance à rupture. Enfin, certains éléments traces peuvent affecter la cohésion des joints de grains. Doghri (2019) a attribué un rôle au soufre dans la fissuration par chute de ductilité de l’Inconel 738, pendant sa mise en forme par LMD. Le lot d’Inconel 738 a une teneur en soufre supérieure à celle du lot de René 77 (cf. tableau 2.1). Un rôle de cet élément dans la différence de comportement entre les deux alliages lors du traitement thermique n’est donc pas exclu.

4.3 Conclusion

Diagramme d'aptitude à la mise en forme

Les diagrammes de *soudabilité* sont pratiques pour comparer — de manière approchée — l'aptitude à la mise en forme de différents alliages. Ils sont également utilisés pour les procédés de fabrication additive par laser. Nous proposons ici une variante d'un diagramme connu pour rendre compte des observations faites dans ce chapitre. Le diagramme (Ti, Al) présenté au chapitre 2 est très fréquemment utilisé, mais il ne prend pas en compte les compositions en Ta et Nb. Le critère $\text{Al} + \text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb}$ prend en compte tous les éléments γ' -gènes mais n'est pas non plus satisfaisant. Il ne distingue pas le rôle de l'Al et des éléments Ti/Ta/Nb, pourtant très différent lors de la solidification et de la croissance des précipités. Nous avons constaté que cette distinction était nécessaire pour expliquer le comportement contrasté de l'Inconel 738 et du René 77.

Le diagramme proposé en figure 4.16 utilise un repère (Al, Ti + Ta + Nb). Les lignes obliques indiquent la quantité totale d'éléments γ' -gènes, tandis qu'un déplacement parallèle à ces lignes indique un changement du taux de substitution à l'aluminium : $(\text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb})/\text{Al}$. La mise en forme devient plus difficile soit parce que la quantité totale d'éléments γ' -gènes augmente, soit parce que le taux de substitution augmente. Cette représentation met en évidence la différence entre l'Inconel 738 et le René 77.

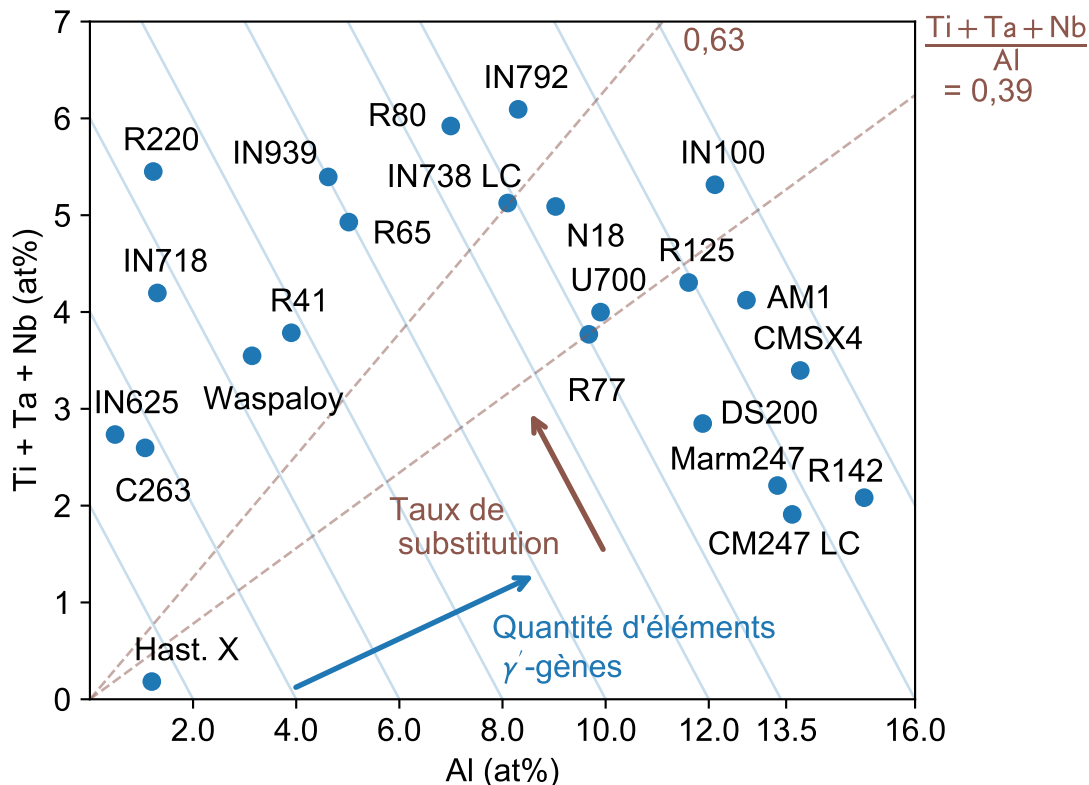


Figure 4.16 – Proposition de diagramme d'aptitude à la mise en forme par LBM, à partir de la composition en éléments γ' -gènes³.

3. Bien que l'IN718 et l'IN625 soient représentés sur ce diagramme, il convient de les distinguer des autres alliages, car ils comportent un renforcement par la phase γ'' .

Le rôle majeur des éléments traces

Il est important de garder à l'esprit qu'une estimation de la mise en forme à partir des seuls éléments majeurs risque d'être trompeuse. En effet, les éléments traces ne peuvent pas être mis de côté. Nous illustrons cette idée en figure 4.17 avec l'exemple des alliages Inconel 738, René 77, C263 et Hastelloy X. Nous avons avancé en section 4.1 que l'écart entre les lots d'Inconel 738 et de René 77 provient d'une part des éléments γ' -gènes et d'autre part des éléments traces comme le Zr. L'alliage C263 est peu chargé en éléments γ' -gènes et il est connu pour sa facilité de mise en œuvre par le procédé LBM. Malgré une très faible fraction volumique de précipités γ' , l'Hastelloy X est sensible à la fissuration en raison d'une teneur élevée en Si (1m%) et Mn (1m%). Tomus et al. (2017) et Engeli et al. (2016) ont souligné que l'aptitude à la mise en forme des alliages Hastelloy X et Inconel 738 varie grandement pour différents lots. Une dispersion élevée du comportement en fonction des lots d'un même alliage n'est pas souhaitable. Il semble donc nécessaire de resserrer les fourchettes de composition des éléments traces, afin qu'une spécification d'alliage corresponde à un comportement bien défini.

Ces différentes questions encouragent une poursuite des travaux sur l'influence de la composition vis-à-vis de l'aptitude à la mise en forme par LBM. En l'état des recherches, une synthèse des effets des éléments chimiques mentionnés dans ce chapitre est proposée en annexe A.9.

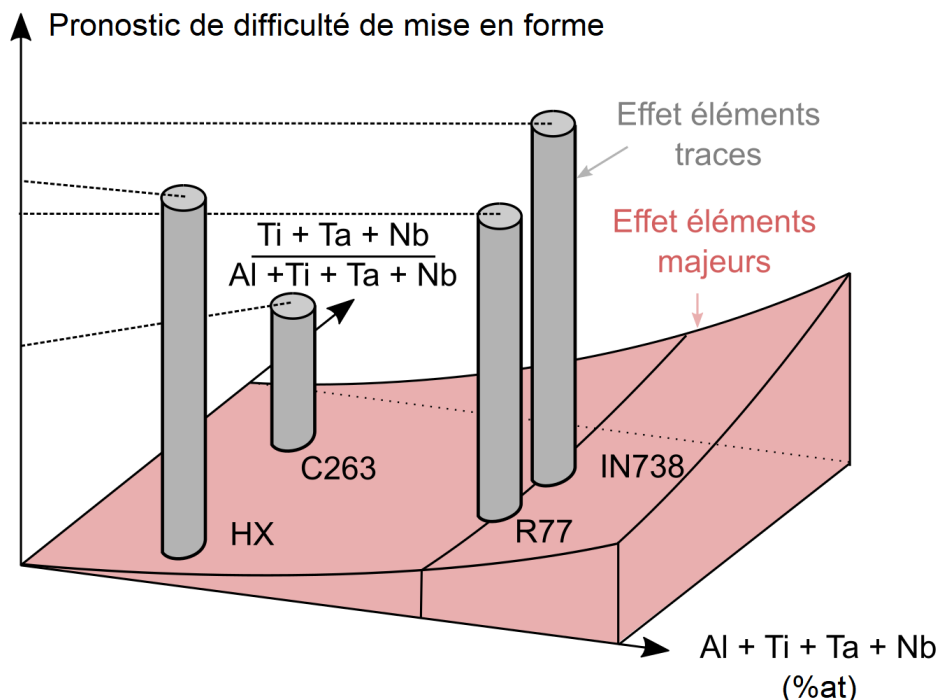


Figure 4.17 – Illustration de l'influence des éléments majeurs et des éléments mineurs sur l'aptitude à la mise en forme par LBM. Le rapport $y = (\text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb}) / (\text{Al} + \text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb})$ est une fonction croissante du taux de substitution $x = (\text{Ti} + \text{Ta} + \text{Nb}) / \text{Al}$, avec $y = x / (1 + x)$; le rapport y permet de mieux séparer les différentes compositions sur le diagramme.

Chapitre 5

Utilisation d'une double source laser

Sommaire

| | | |
|------------|--|------------|
| 5.1 | Bibliographie : méthodes de réduction <i>in situ</i> de la fissuration et des contraintes | 158 |
| 5.1.1 | Double source laser en soudage | 158 |
| 5.1.2 | Adaptations du procédé LBM | 159 |
| 5.2 | Voie 1 - Préchauffage local avec une source coaxiale : démarche expérimentale | 162 |
| 5.2.1 | Choix d'une configuration de travail | 162 |
| 5.2.2 | Instrumentation thermique | 163 |
| 5.2.3 | Synchronisation des faisceaux laser | 167 |
| 5.2.4 | Recherche de paramètres de fabrication | 168 |
| 5.3 | Réalisation de cordons avec un préchauffage local | 171 |
| 5.3.1 | Chauffage du lit de poudre | 171 |
| 5.3.2 | Modification de la stabilité du bain de fusion | 172 |
| 5.3.3 | Modification du champ thermique au voisinage du bain de fusion | 174 |
| 5.3.4 | Modification de la géométrie du bain de fusion | 178 |
| 5.4 | Réalisation de draps avec un préchauffage local | 183 |
| 5.4.1 | Modification du champ thermique au voisinage du bain | 183 |
| 5.4.2 | Densité de fissures | 184 |
| 5.5 | Voie 2 - Chauffage global et traitement de relaxation <i>in situ</i> | 185 |
| 5.5.1 | Pertinence et possibilité d'un chauffage uniforme | 185 |
| 5.5.2 | Stratégie de balayage pour un chauffage uniforme | 186 |
| 5.5.3 | Modalité du chauffage | 188 |
| 5.5.4 | Démonstration de principe d'un détensionnement <i>in situ</i> | 190 |
| 5.6 | Conclusion | 194 |

Dans les chapitres 2 à 4, nous avons étudié deux leviers pour permettre la mise en forme de superalliages réfractaires par fusion laser : i. une optimisation des paramètres du procédé existant et ii. une adaptation de la composition chimique. Dans ce dernier chapitre, nous proposons une modification du procédé de fusion laser afin de le rendre compatible avec les matériaux sensibles à la fissuration. Avec l'usage innovant d'une double source laser, nous espérons modifier significativement le gradient thermique et

l'histoire thermique au cours de la fabrication, afin de réduire les contraintes mécaniques s'exerçant sur la matériau.

5.1 Bibliographie : méthodes de réduction *in situ* de la fissuration et des contraintes

5.1.1 Double source laser en soudage

L'emploi d'une double source de chaleur a fait ses preuves dans le domaine du soudage. Drezet, Lima, Wagniere, Rappaz, et Kurz (2008) sont parvenus à supprimer la fissuration à chaud lors du soudage de plaques en alliage AA6016 en plaçant une seconde source (laser Nd-YAG pulsé) à une position précise derrière la source primaire (laser CO₂). La figure 5.1(a) présente la configuration employée. Les figures 5.1(b) et (c) montrent la fissuration longitudinale observée avec une source unique ainsi que sa suppression grâce à la seconde source. Drezet et al. expliquent la dispersion de la fissuration à la solidification par :

1. La transition colonnaire-équiaxe : le placement d'un faisceau laser pulsé en arrière dans le bain de fusion favorise la formation de grains équiaxes, visibles en figure 5.1(c). Des grains équiaxes augmentent la ductilité du matériau dans la BRT. La zone pâteuse est en effet plus perméable et peut donc supporter une plus grande déformation, conformément au critère RDG (Rappaz et al., 1999). En présence de grains équiaxes, la localisation de la déformation au niveau de films liquides résiduels est moins importante que pour une structure colonnaire. Cette déformation est répartie entre les joints de grains, présents en plus grand nombre.
2. Une déformation plus faible dans l'intervalle de température fragile : Drezet et al. relient le taux de déformation dans la zone pâteuse au taux de refroidissement. Ils montrent par des calculs thermiques que la seconde source laser ralentit le refroidissement dans la BRT, ce qu'ils relient à une baisse du taux de déformation.

Sur ce second point, Drezet et al. remarquent que le chargement mécanique de la zone pâteuse dépend fortement du bridage de la pièce. À ce titre, le chargement mécanique dans le cas d'une plaque mince soudée pourrait être très différent de celui rencontré en LBM, qui s'apparente plutôt à une plaque d'épaisseur infinie. Nous avons précisé au chapitre 2 que les contraintes dans la zone pâteuse n'étaient pas seulement liées à la déformation de la zone pâteuse, mais également à la déformation de la zone affectée thermiquement. En conséquence, le ralentissement du refroidissement n'implique pas nécessairement un niveau de contraintes plus faible dans la zone pâteuse.

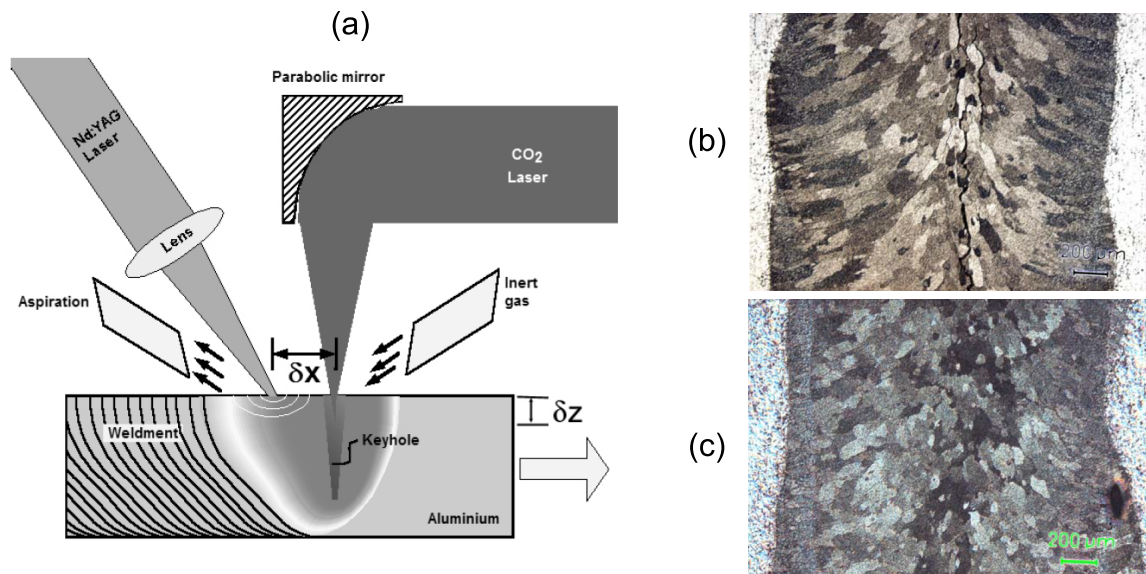


Figure 5.1 – Suppression de la fissuration à chaud lors du soudage de l’aluminium AA6016 par un dispositif de double source laser, d’après Drezet et al. (2008) : (a) dispositif avec la double source ($\text{CO}_2 + \text{Nd-YAG}$ pulsé). Les plaques ont une épaisseur de 1 mm. La vitesse de soudage est de $60 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et le laser CO_2 a une puissance de 1,7 kW, un diamètre de 0,6 mm. Le laser secondaire délivre des impulsions de 3 J, avec un temps d’impulsion de 2 ms et à une fréquence de 150 Hz. Le décalage entre les deux sources est de 3 mm ; (b) fissure à chaud sur une soudure avec la seule source CO_2 (vue du dessus) ; (c) soudure non fissurée avec la double source.

5.1.2 Adaptations du procédé LBM

Différentes adaptations du procédé LBM ont été étudiées par des équipes de recherche, afin de réduire *in situ* les contraintes résiduelles et la fissuration de pièces.

Chauffage du plateau

Le chauffage du plateau de fabrication est une solution courante pour diminuer le gradient thermique, afin de réduire les contraintes résiduelles dans les pièces (Kruth et al., 2010). Hagedorn et al. (2013) ont chauffé par induction le plateau de fabrication jusqu’à $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ pour fabriquer des éprouvettes — parallélépipèdes de côté 10 mm et de hauteur 5 mm — en Marm 247 sans fissure. Un refroidissement latéral de la chambre de fabrication par un circuit d’eau a été nécessaire pour éviter une surchauffe. Avec un tel dispositif, il est néanmoins difficile de chauffer des pièces de taille importante sur de grandes hauteurs, sans chauffer excessivement les zones proches du plateau.

Laser pulsé et mise en forme du faisceau (*beam shaping*)

Une autre approche consiste à modifier la source d’énergie délivrée par le faisceau laser, soit par un changement de la densité de puissance, soit par l’emploi d’un laser pulsé. Tian et al. (2017) ont remarqué sur l’Inconel 718 que l’emploi d’un laser pulsé permettait de disperser le film liquide en fin de solidification, ce qui supprime la fissuration à chaud. Cette approche est également appliquée à l’Inconel 738 par Muniz-Lerma et al. (2019).

Cloots et al. (2016b) ont comparé une densité d'énergie gaussienne (diamètre $D4\sigma$ ¹ de 100 μm) et une densité d'énergie en anneau (*doughnut*, diamètre $D4\sigma$ de 140 μm) pour la mise en forme de l'Inconel 738. Le changement de la forme de la source n'a pas modifié significativement la densité de fissures. Shi et al. (2020) ont étudié numériquement l'effet d'une source elliptique sur la croissance épitaxiale de grains pendant la fabrication de monocordons. Avec une source elliptique transverse, plus large que la source gaussienne, leur modèle a prédit une plus grande quantité de grains équiaxes. Ils soulignent un intérêt à concevoir des formes de sources plus complexes en mettant à profit la simulation numérique, pour maîtriser la structure de grains.

Chauffage par diodes

Roehling et al. (2019) ont chauffé uniformément la dernière couche de fabrication pendant ou après le balayage laser, en l'illuminant avec une nappe de diodes laser dont la forme est choisie par un masque. Le masque semble être une plaque contenant un orifice rectangulaire, permettant de chauffer toute la surface supérieure d'une éprouvette. Ils ont estimé indirectement la réduction de contraintes sur des éprouvettes en acier 316L en forme d'arche, par mesure de la déformation après découpe. La réduction de la contrainte a été estimée à 90%, soit du même ordre de grandeur que celle d'un traitement thermique.

Second balayage laser en phase solide (*post-scanning*)

Mercelis et Kruth (2006) ont réalisé des éprouvettes en acier 316L et mesuré les contraintes par la méthode *crack compliance* et par DRX. Ils ont évalué l'effet d'un second balayage du faisceau laser, à chaque couche de fabrication. Ils n'ont pas relevé de diminution des contraintes dans le cas d'un second balayage avec une énergie linéique identique au premier balayage (refusion). Une diminution de la contrainte maximale σ_{xx} de $120 \pm 7\text{MPa}$ à $84 \pm 11\text{MPa}$ a en revanche été relevée dans le cas d'un second balayage avec une énergie linéique diminuée de moitié (sans refusion).

Balayage simultané avec un double faisceau laser

Zimmermann, Wegener, et Heeling (2016) ont utilisé deux faisceaux laser pour réduire les contraintes résiduelles de pièces en LBM. Dans les machines industrielles, un deuxième faisceau est habituellement utilisé pour augmenter la vitesse de fabrication. Zimmermann et al. (2016) ont au contraire utilisé le deuxième faisceau pour mieux maîtriser le champ thermique, comme proposé dans notre étude. Les deux faisceaux ont un diamètre de 90 μm et le matériau utilisé est un acier 316L. Ils distinguent deux configurations de balayage simultané du double faisceau laser (figure 5.2) :

1. **balayage synchrone avec décalage (*offset*)** : les deux faisceaux ont un vecteur vitesse identique à chaque instant du balayage. Le second faisceau laser suit ou précède le faisceau laser de fusion, avec un décalage en position Δx . Il assure un contrôle local du gradient thermique au chauffage, à la solidification ou au refroidissement.
2. **balayage asynchrone** : le second faisceau laser balaye la pièce à une vitesse élevée par rapport au faisceau laser de fusion. Le balayage des deux faisceaux

1. Cette méthode normée définit le diamètre comme 4 fois l'écart type de la distribution de puissance. Pour une distribution gaussienne, le diamètre $D4\sigma$ correspond au diamètre $1/e^2$.

est simultanément. La couche de fabrication est alors préchauffée dans sa globalité, ce qui s'apparente au préchauffage du procédé EBM.

Avec un balayage synchrone (1), ils ont pu obtenir différentes conditions de refroidissement malgré un diamètre identique pour les deux faisceaux, en faisant varier le décalage du laser de chauffage entre $\Delta x = -\phi_L$ et $-0.25\phi_L$ (source de chauffage derrière la source de fusion). Ils ont mesuré la déformation d'éprouvettes *cantilever* après découpe, fabriquées soit avec un faisceau laser, soit avec les deux faisceaux en balayage synchrone ou asynchrone. Une réduction de la déflexion de 7% a pu être obtenue avec le balayage synchrone et une réduction de 17% avec le balayage asynchrone. Les paramètres ayant permis cette faible diminution sont indiqués au tableau 5.1. Ils ont également relevé une difficulté à maintenir la synchronisation de deux faisceaux laser indépendants, en raison de l'échauffement des systèmes optiques au cours de la fabrication.

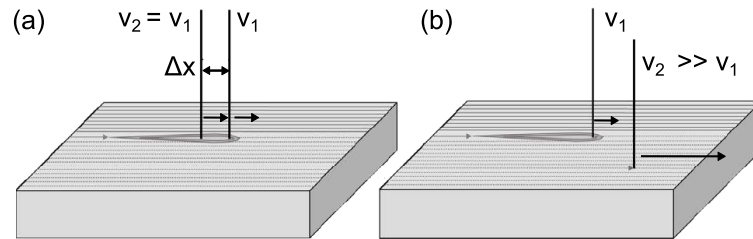


Figure 5.2 – Configurations de balayage avec un double faisceau laser pour la diminution des contraintes résiduelles (Zimmermann et al., 2016) : (a) stratégie de balayage dite *offset* avec un pré-chauffage local ; (b) stratégie de balayage avec un pré-chauffage global de la pièce.

| | Laser de fusion | | Laser de chauffage | | | Déflexion |
|-----------------|--------------------------------------|-------|---------------------------------------|-------------|-------------|-----------|
| | v_L | P_L | \bar{v}_L | \bar{P}_L | Δx | |
| 1L (réf.) | $850 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | 200 W | - | - | - | réf. |
| 2L - offset | $850 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | 50 W | $\bar{v}_L = v_L$ | 50 W | $0.5\phi_L$ | -7% |
| 2L - asynchrone | $850 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | 200 W | $6000 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | 50 W | - | -17% |

Tableau 5.1 – Paramètres opératoires utilisés par Zimmermann et al. (2016). Le diamètre des deux faisceaux est de $\phi_L = 90 \mu\text{m}$ et l'écart vecteur est de $90 \mu\text{m}$.

Dans une étude complémentaire sur le chauffage synchrone, Heeling et Wegener (2018) maintiennent le diamètre du faisceau laser de fusion fixe ($\phi_L = 90 \mu\text{m}$), augmentent le diamètre du faisceau laser de chauffage ($\bar{\phi}_L = 270/380 \mu\text{m}$) et font varier le décalage Δx entre -270 à $+450 \mu\text{m}$. Ils précisent le rôle du laser de chauffage en fonction du signe de Δx (figure 5.3) :

- préchauffage quand $\Delta x > 0$: un laser de chauffage positionné devant le laser de fusion préchauffe l'entourage du bain de fusion et peut fondre une petite quantité de poudre. Les auteurs ont constaté sur les échantillons un élargissement du bain de fusion, c'est-à-dire une augmentation du rapport largeur / profondeur.
- régulation du refroidissement quand $\Delta x < 0$: un laser de chauffage positionné derrière le laser de fusion homogénéise la température à l'arrière du bain de fusion et ralentit le refroidissement. Si le décalage Δx est inférieur à la taille du bain de fusion, ce dernier est élargi comme dans le cas d'un préchauffage. Si le décalage est supérieur à la taille du bain de fusion, un second bain de fusion indépendant du premier peut être formé.

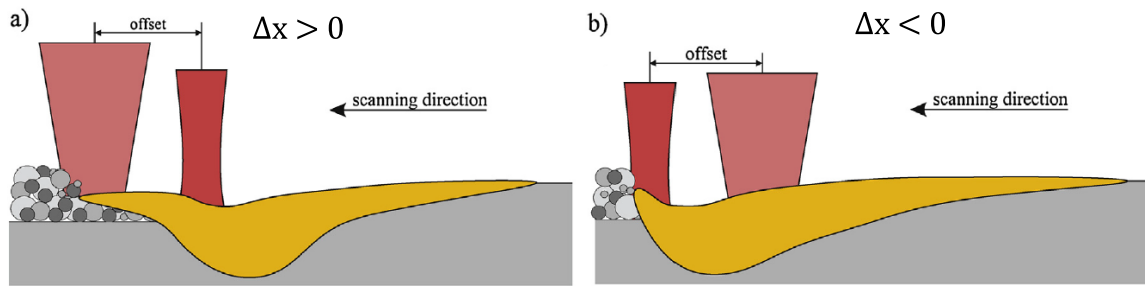


Figure 5.3 – Illustration d'un préchauffage (a) et d'un post-chauffage (b) avec un diamètre du laser chauffage supérieur au diamètre du laser de fusion, d'après Heeling et Wegener (2018).

5.2 Voie 1 - Préchauffage local avec une source coaxiale : démarche expérimentale

Dans le cadre de cette thèse, il est prévu d'étudier l'apport d'une deuxième source laser avec un balayage synchrone. L'ajout d'une seconde source vise d'une part à supprimer la fissuration à la solidification, d'autre part à diminuer les contraintes résiduelles, sans altérer par ailleurs la stabilité des bains de fusion ni générer d'autres défauts.

5.2.1 Choix d'une configuration de travail

La revue bibliographique a mis en évidence différentes configurations de travail possibles pour deux sources laser avec un balayage synchrone. La position relative des deux faisceaux et leur diamètre doivent donc être définis. Le choix d'une configuration de travail et de paramètres de fabrication doit respecter les trois critères suivants :

1. **Réduction des contraintes** : par un contrôle accru de l'histoire thermique, la source auxiliaire doit limiter les contraintes mécaniques à la solidification et/ou au refroidissement. Elle peut aussi modifier favorablement les conditions de solidification.
2. **Absence de fusion de la poudre et du substrat** : la source auxiliaire ne doit pas provoquer de fusion du substrat ou de la poudre environnante. La formation du bain de fusion revient à la source primaire.
3. **Conservation de la stabilité du bain de fusion** : la source auxiliaire ne doit pas altérer la stabilité du bain de fusion.

La figure 5.4 présente les différentes configurations de travail possibles. Le rôle du faisceau auxiliaire change littéralement en fonction du choix du diamètre $\bar{\phi}_L$ et du décalage Δx .

Quand le faisceau auxiliaire est devant ou au niveau du bain de fusion (configurations a, b, c et d), il affecte aussi bien la fusion que la solidification et le refroidissement. Le gradient thermique lors de ces trois étapes est diminué. Nous pouvons espérer une diminution des contraintes à la fois lors de la solidification et lors du refroidissement (critère 1). Cette approche a été optée par Drezet et al. (c) et par Heeling et Wegener (c et d).

Quand le faisceau auxiliaire est derrière (configurations e et f), il n'affecte pas la fusion ni la solidification. Il s'apparente plutôt à une source de relaxation des contraintes.

Cette configuration se rapproche du second balayage (*post-scanning*) proposé par Merceles et Kruth (2006). Elle ne peut en ce pendant pas supprimer la fissuration à la solidification.

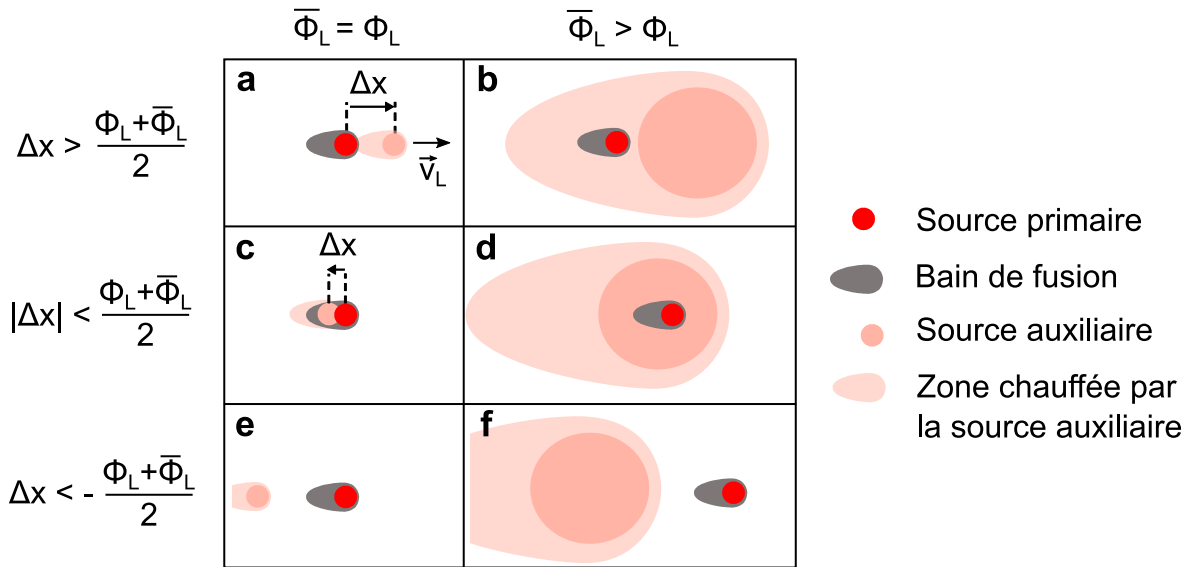


Figure 5.4 – Double source laser à balayage synchrone : différentes configurations de travail possibles.

Le choix du rayon de la source auxiliaire $\bar{\phi}_L$ est également déterminant. Un rayon identique à celui de la source primaire est préférable si l'objectif est de chauffer exclusivement le bain de fusion, comme dans l'étude de Drezet et al. (configuration c). Pour chauffer non seulement le bain mais aussi son environnement, un plus grand rayon de la source auxiliaire est préférable. Il permet de chauffer davantage sans fondre le substrat ou la poudre (critère 2). De ce point de vue, le cas b est préférable au cas a et le cas f est préférable au cas e.

Concernant le critère de stabilité du bain de fusion, Zimmermann et al. (2016) ont noté qu'un positionnement précis et stable des deux sources pouvait être difficile avec deux faisceaux laser indépendants. Dans la configuration c, de faibles variations du décalage Δx sont susceptibles d'affecter fortement la dynamique du bain de fusion et donc sa stabilité. Pour adapter l'approche de Drezet et al. (configuration c) au LBM, une utilisation du *beam shaping* serait sans doute préférable. Avec l'équipement utilisé, la configuration d est certainement la plus robuste face à des variations du décalage Δx .

Compte tenu des autres études, des objectifs visés et de l'équipement utilisé, nous optons pour un chauffage avec un faisceau laser auxiliaire dans la configuration d.

5.2.2 Instrumentation thermique

Principe

Pour observer la modification du champ thermique à proximité du bain de fusion sous l'effet de la source auxiliaire, nous avons utilisé une caméra thermique infrarouge avec un montage coaxial. Ce dispositif a été développé initialement sur une machine Phénix PM-100 dans le cadre des travaux de Vilaro (2011) et Vinson (2015), sous l'encadrement de Jean-Dominique Bartout et de Christophe Colin. L'instrumentation

de la machine Concept Laser M2 a été réalisée par Fosse (2021). La caméra utilisée permet un enregistrement dans le domaine proche infrarouge (1300-1400 nm) jusqu'à une fréquence de 5000 Hz avec une résolution de $160 \times 112 = 17920$ pixels. Les émissions infrarouges du bain de fusion empruntent le même chemin optique que le faisceau laser (1) de la machine, dans le sens inverse (lentille $f - \theta \rightarrow$ miroirs du scanner), puis sont redirigées vers la caméra à l'aide d'une lame semi-réfléchissante.

Un schéma de principe de l'instrumentation est donné en figure 5.5(a). Une surface élémentaire dS du bain de fusion émet un rayonnement infrarouge dans toutes les directions. Une partie de ce rayonnement est captée par le système optique SO, qui projette une image de la surface dS sur un pixel du capteur. Les détails du système optique ne sont pas donnés : il est simplement représenté par un rendement r et une plage de longueur d'onde transmise $\lambda \pm \Delta\lambda$. Dans notre cas, un filtre permet de sélectionner la plage de longueur d'onde $\lambda = 1400 \pm 50$ nm. Il est important que la chaîne optique filtre la longueur d'onde du laser (1070 nm) pour éviter un endommagement de la caméra par d'éventuelles réflexions du faisceau. Le capteur enregistre des images avec un temps d'exposition t_e à une fréquence f . Les émissions du bain étant considérées comme isotropes, l'énergie reçue sur un pixel de la caméra dépend de l'angle solide $d\Omega$ occupé par ce pixel, à travers la chaîne optique. Pour plus de précisions sur le montage, le lecteur pourra se référer aux thèses citées plus haut.

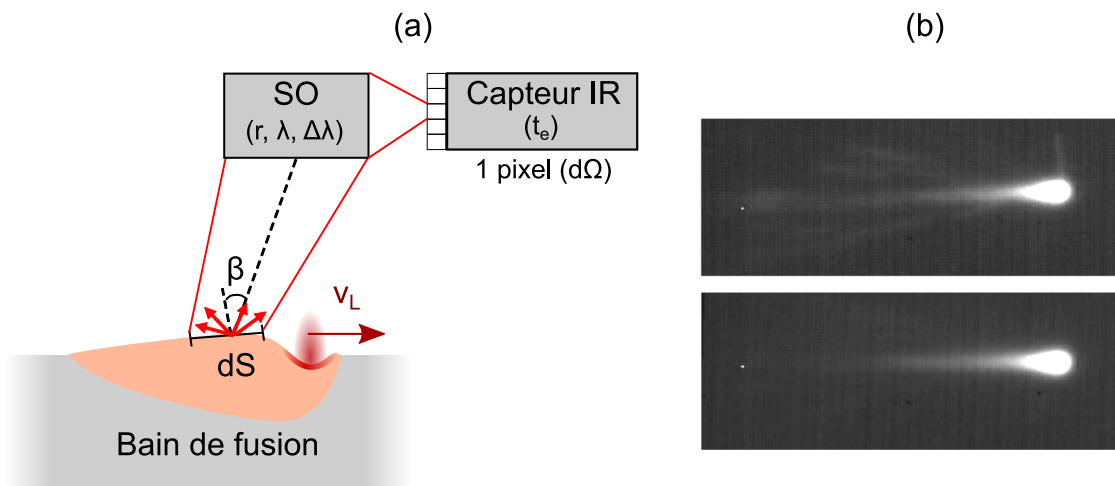


Figure 5.5 – Instrumentation thermique coaxiale du bain de fusion : (a) schéma de principe du bain de fusion ; (b) images prises lors du balayage sur un lit de poudre d'épaisseur $\Delta Z_{poudre} = 40 \mu\text{m}$ ($P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $t_e = 150 \mu\text{s}$). L'image du haut est un cliché brut et l'image du bas est la moyenne des différents clichés pris tout au long du balayage. Cette seconde image a également été très légèrement redressée pour aligner la direction de balayage avec l'horizontale.

La figure 5.5(b) montre une image prise lors d'un balayage par le faisceau primaire sur un lit de poudre d'Inconel 738 d'épaisseur $\Delta Z_{poudre} = 40 \mu\text{m}$ avec une puissance $P_L = 230 \text{ W}$ et une vitesse de balayage $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ($t_e = 150 \mu\text{s}$, $f = 1500 \text{ Hz}$). Grâce au montage coaxial, la position du bain de fusion reste identique sur l'image tout au long du balayage. L'image du haut est un cliché sans traitement : le bain de fusion, est bien identifiable. Les traînées à gauche du bain correspondent à des particules de matière chaude éjectées depuis le bain de fusion (*spatters*). L'image du bas est l'image moyenne des 25 clichés pris pendant le balayage du cordon. Ce traitement fait disparaître les effets instationnaires et conserve les émissions moyennes.

Calibration

Pour relier les clichés acquis par la caméra à des champs de température, une calibration est nécessaire. Les émissions du bain dépendent de la luminance énergétique spectrale $L_{\Omega,\lambda}^0(\lambda, T)$ (en $\text{W} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{sr}^{-1}$), définie comme le flux énergétique émis par la surface dS , par unité d'aire de la surface projetée, par unité d'angle solide et par unité de longueur d'onde. Pour un corps noir, elle est donnée par la loi de Planck :

$$L_{\Omega,\lambda}^0(\lambda, T) = \frac{2h_P c^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{h_P c / (\lambda k_B T)} - 1} \quad (5.1)$$

où λ est la longueur d'onde, h_P la constante de Planck, T la température en K, k_B la constante de Boltzmann et c la vitesse de la lumière dans le vide. En considérant le bain de fusion comme un corps gris d'émissivité ϵ_λ , le flux énergétique ϕ (en W) reçu sur un pixel de la caméra s'écrit :

$$\phi = L_{\Omega,\lambda}^0 \times dS \cos(\beta) \times \epsilon_\lambda \times r \times \Delta\lambda \times d\Omega \quad (5.2)$$

où dS est la surface élémentaire d'émission portant son image sur un pixel de la caméra, $d\Omega$ l'angle solide élémentaire occupé par ce pixel à travers le chemin optique, r le rendement du système optique, ϵ_λ l'émissivité à la longueur d'onde $\lambda = 1400$ nm, $\Delta\lambda$ la fenêtre de longueur d'onde dans laquelle le rayonnement est mesuré (100 nm avec le montage utilisé) et β l'angle entre la surface élémentaire d'émission et l'axe optique de la lentille $f - \theta$. Pour une caméra fonctionnant dans le domaine linéaire, le niveau de gris ou *digital level* (DL) obtenu sur un pixel vaut :

$$\mathbf{DL} = A \cdot \phi \cdot t_e + B(t_e) \quad (5.3)$$

où t_e est le temps d'exposition et $B(t_e)$ le bruit. On obtient donc :

$$\mathbf{DL} = A \cdot t_e \cdot r \cdot dS \cdot d\Omega \cdot \epsilon_\lambda \cdot \Delta\lambda \cdot \cos(\beta) \cdot \frac{2h_P c^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{h_P c / (\lambda k_B T)} - 1} + B(t_e) \quad (5.4)$$

Plusieurs termes de cette expression sont difficiles à quantifier. Premièrement, l'émissivité ϵ_λ dépend de la température et de l'état du matériau : poudre, solide dense ou liquide (Cagran et al., 2009; Bramson, 1968). Ensuite, l'angle β , provenant de la courbure du bain de fusion, n'est pas non plus connu. Enfin, le panache de métal gazeux (*plume*) et les fumées sont susceptibles d'affecter le signal, soit en émettant des radiations, soit en atténuant les radiations du bain. Pour ces raisons, une calibration précise du champ de température est très délicate. Moylan et al. (2014) soulignent que la détermination quantitative du champ de température n'est pas encore un problème résolu et que ce dernier fait l'objet de recherches actives. Selon les auteurs de cette étude, l'instrumentation est cependant un outil puissant pour le développement du procédé, même si elle n'est pas complètement quantitative. Nous partageons ce point de vue. Pour étudier l'effet d'une double source laser, nous souhaitons utiliser une estimation du champ de température, malgré les imperfections de la calibration. Pour cela, nous faisons les approximations suivantes :

- l'émissivité ϵ_λ est supposée uniforme. Nous négligeons les variations de l'émissivité entre la phase solide et la phase liquide ;
- l'effet de l'angle entre la surface dS et l'axe optique est négligé : $\cos(\beta) \sim 1$;
- l'éventuelle modification du signal par la plume de vapeur ou les fumées est négligée.

Sous ces conditions, le lien entre le niveau de gris et la température s'écrit :

$$\mathbf{DL} = A(t_e) \times \frac{hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{hc/(\lambda kT)} - 1} + B(t_e) \quad (5.5)$$

où $A(t_e) = A_0 \cdot \epsilon_\lambda \cdot t_e$ est fonction linéaire de l'émissivité et du temps d'exposition et où le bruit $B(t_e)$ est une fonction affine du temps d'exposition. De manière pratique, le bruit est déterminé en relevant le niveau de gris moyen à distance de la tâche de fusion. La relation entre le niveau de gris et la température a été vérifiée avec un étalon en platine d'émissivité connue, chauffé par effet joule et instrumenté avec un thermocouple, conformément au protocole défini par Vinson (2015). Dans le cas du bain de fusion, l'émissivité diffère de celle du platine et peut difficilement être estimée. Nous avons donc utilisé une méthode de calibration utilisant la largeur du bain de fusion, mesurée après essai. Ainsi, le coefficient $A(t_e = 150 \mu\text{s}) = 18 \times 10^7$ a été fixé de sorte que la largeur de l'isotherme de fusion T_{liq} sur l'image moyenne correspond à la largeur moyenne du cordon. En effet, le cordon correspond à la zone dans laquelle la matière a été chauffée au-delà de la température de liquidus T_{liq} . La figure 5.6 montre le champ de température calibré. Les courbes donnent les profils de température longitudinal et transversal, c'est-à-dire la température le long des lignes directrices du bain indiquées en pointillé. La largeur de l'isotherme de fusion $T_{liq} = 1342^\circ\text{C}$ est de $131 \mu\text{m}$, soit la largeur moyenne de la zone fondue. La deuxième température choisie pour décrire la solidification est la température de formation de l'eutectique à l'équilibre : $T_{eut,\gamma/\gamma'} = 1185^\circ\text{C}$.

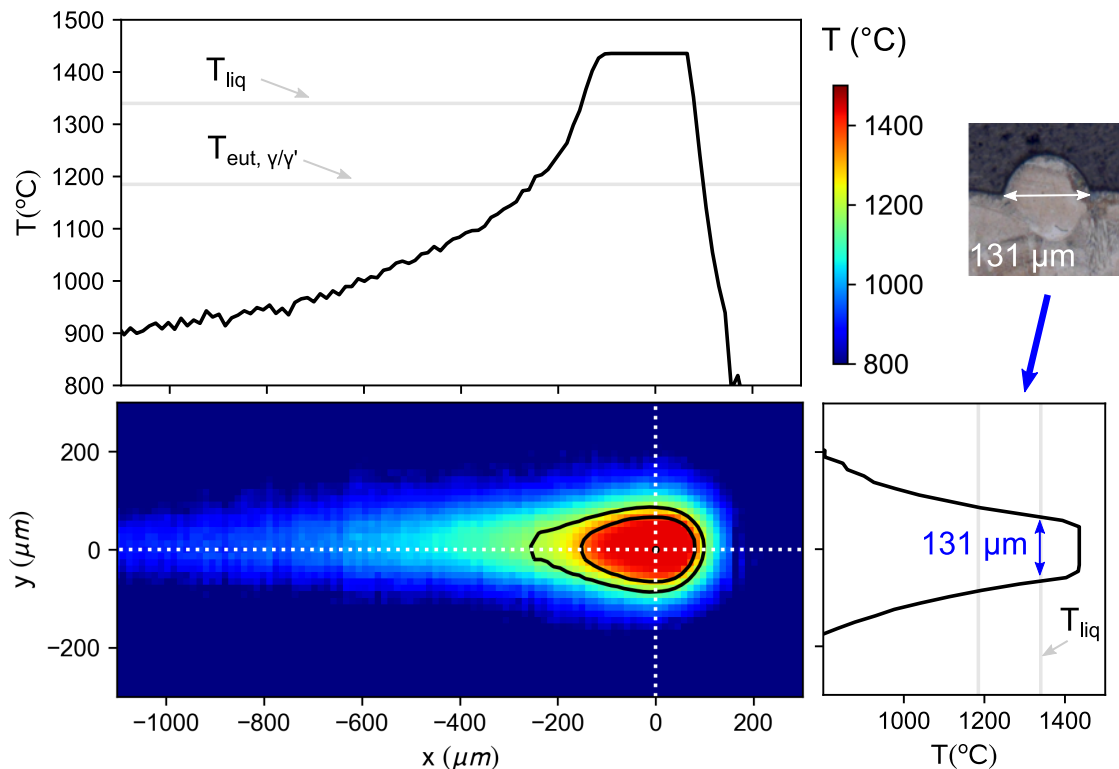


Figure 5.6 – Calibration de l'instrumentation thermique : l'image couleur représente le champ de température obtenu à partir de l'image moyenne de la figure 5.5 ($P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$). Les contours noirs correspondent à l'isotherme de fusion $T_f = 1342^\circ\text{C}$ et à l'isotherme de la formation de l'eutectique à l'équilibre $T_{eut,\gamma/\gamma'} = 1185^\circ\text{C}$. Les deux courbes correspondent aux profils de température le long des lignes directrices en pointillés blanc sur l'image couleur. La largeur de l'isotherme de fusion T_{liq} correspond à la largeur moyenne du cordon, obtenue à partir de mesures sur trois coupes (cf. section suivante).

Évaluation de la calibration

Il convient de vérifier la correspondance entre la largeur de l'isotherme de fusion T_f et la largeur moyenne de cordon pour d'autres conditions expérimentales. La figure 5.7 montre une bonne correspondance de la largeur de bain obtenue par l'instrumentation calibrée et par les mesures sur des coupes métallographiques, pour six jeux de paramètres de fabrication différents. Plus de détails sur ces expériences seront donnés en section 5.2.4.

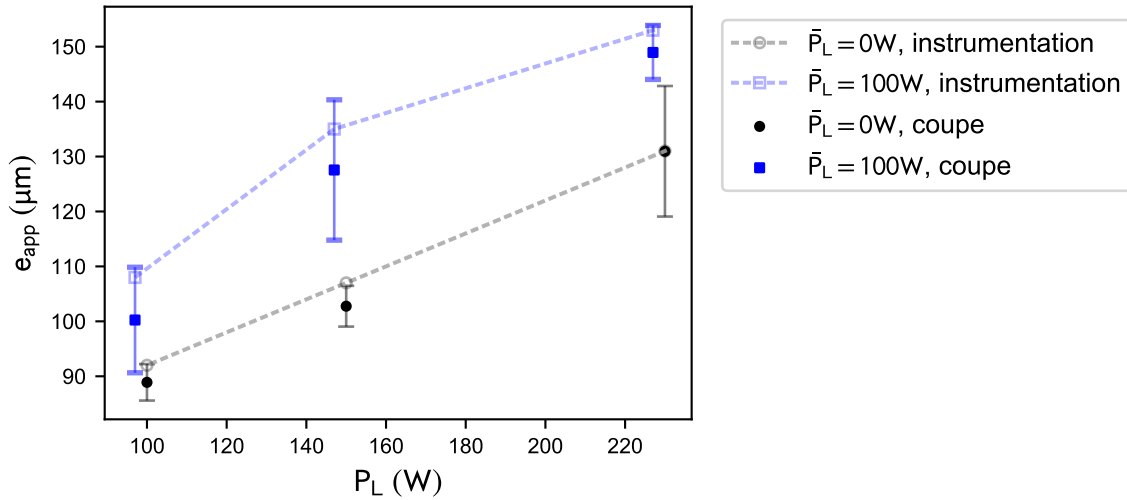


Figure 5.7 – Vérification de la calibration : la largeur de bain obtenue avec l'instrumentation calibrée est comparée aux largeurs de bains mesurées pour différentes conditions expérimentales, sur trois coupes représentatives de cordons. Les points notés $\bar{P}_L = 0\text{ W}$ correspondent au cas où seule la source primaire est active ($\phi_L = 100\ \mu\text{m}$, P_L variable). Les points $\bar{P}_L = 100\text{ W}$ correspondent à une source auxiliaire concentrique ($\phi_L = 500\ \mu\text{m}$) d'une puissance de $\bar{P}_L = 100\text{ W}$. Les barres d'erreur correspondent aux écarts types des largeurs mesurées sur trois coupes.

5.2.3 Synchronisation des faisceaux laser

Dans ce travail, nous avons dû faire face à une difficulté à aligner les faisceaux de manière précise et stable. La machine Concept Laser M2 est initialement conçue pour faire fonctionner les deux faisceaux de manière indépendante afin d'augmenter la vitesse de fabrication. Aussi un alignement parfait et un balayage parfaitement simultané des deux sources ne sont-ils pas nécessaire pour une utilisation classique de la machine. Le contrôle précis de l'alignement et de la temporalité du balayage aurait nécessité un accès complet au code de la machine. Sans cet accès, il nous a été possible de programmer les trajectoires et de changer les paramètres avancés, mais pas de maîtriser l'instant exact de démarrage du balayage de chaque source.

Plus précisément, il a été constaté que le balayage des deux faisceaux laser ne débutait pas exactement au même instant. Le balayage du faisceau laser (2) de la machine (dédié au chauffage dans notre travail) débute après le balayage du faisceau laser (1) (dédié à la fusion), avec un retard temporel Δt . Le problème rencontré est que le retard Δt n'est pas constant mais aléatoire lors de la répétition des mêmes conditions expérimentales, sans que la raison ait pu être fournie par le fabricant. La figure 5.8 montre des clichés obtenus lors de six répétitions des mêmes conditions expérimentales avec $\phi_L = 100\ \mu\text{m}$

et $\bar{\phi}_L = 500 \mu\text{m}$, après alignement des deux faisceaux. Sur les différents clichés, la tâche du faisceau laser primaire est toujours au centre de l'image, car la caméra est montée sur la chaîne optique du laser (1). En revanche, la position de la tâche du laser auxiliaire varie : dans le cas #1, la source auxiliaire est légèrement en avance sur la source primaire. Dans le cas #2, la tâche de la source auxiliaire n'est pas visible, car elle est très en retard sur la source primaire. Dans le cas #3, la source auxiliaire est très en avance. Dans le cas #4, elle est à nouveau légèrement en avance, et légèrement en retard dans le cas #5. Dans le cas #6, elle semble enfin coaxiale. La variation du retard Δt est souvent comprise entre $-0,5 \text{ ms}$ et $0,5 \text{ ms}$, mais en raison de la vitesse de balayage élevée $v_L \simeq 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, cette variation est suffisante pour créer un décalage aléatoire d'amplitude importante $\Delta x = v_L \Delta t \sim 500 \mu\text{m}$, de l'ordre du diamètre du faisceau de chauffage.

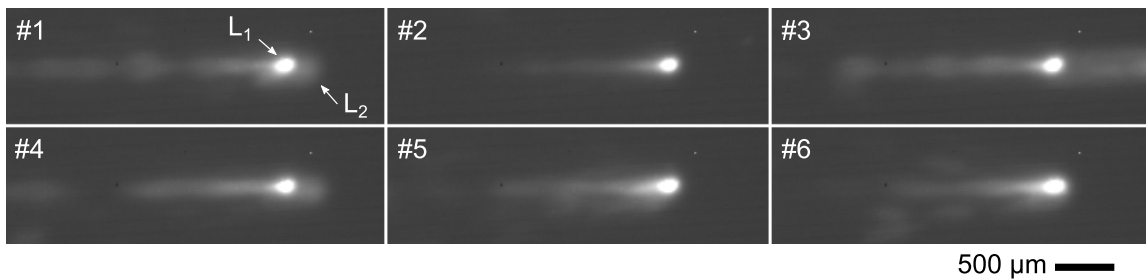


Figure 5.8 – Illustration de la difficulté de synchronisation des deux sources : la position relative de la source auxiliaire L_2 par rapport à la source primaire L_1 varie lors de six répétitions des mêmes conditions expérimentales ($v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, $P_L = 150 \text{ W}$, $\phi_L = 100 \mu\text{m}$, $\bar{P}_L = 100 \text{ W}$, $\bar{\phi}_L = 500 \mu\text{m}$).

Le caractère aléatoire du retard Δt a fortement compliqué les expériences avec le double faisceau laser. Pour la réalisation de cordons avec un balayage concentrique, chaque condition expérimentale a dû être répétée, jusqu'à obtention de la concentricité. Pour la réalisation de draps avec un balayage concentrique, la même méthode a pu être appliquée, car le retard Δt reste identique pour tous les vecteurs d'une même couche de fabrication. Il nous a été malheureusement impossible de réaliser une pièce tridimensionnelle avec un balayage concentrique, car le retard Δt change à chaque couche de fabrication.

Pour une meilleure maîtrise de la concentricité, différentes solutions sont envisageables : un asservissement de la source auxiliaire à la source primaire (fonctionnement maître-esclave), une utilisation de deux sources empruntant le même chemin optique ou la génération d'une double source par mise en forme d'un faisceau unique.

5.2.4 Recherche de paramètres de fabrication

Méthode

Compte tenu du nombre de paramètres possibles avec deux faisceaux et de la complexité des expériences, il n'est pas envisageable d'explorer par une méthode statistique l'ensemble de l'espace paramétrique. Il paraît plus pertinent de choisir comme point de départ un jeu de paramètres optimisé avec une seule source laser, puis d'étudier par une analyse locale l'influence d'une source auxiliaire de chauffage.

La recherche de paramètres de fabrication avec la double source utilise comme point de référence les paramètres suivants avec une seule source : $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et $P_L = 230 \text{ W}$. La source auxiliaire a une vitesse de balayage identique $\bar{v}_L = v_L$ et

un diamètre $\bar{\phi}_L = 500 \mu\text{m}$, soit le diamètre maximal possible avec la machine Concept Laser M2.

Une première étape consiste à identifier un domaine d'utilisation de la source auxiliaire pour chauffer le lit de poudre sans le fondre (critère 2). Nous fabriquons ensuite des cordons avec différents couples de puissances des deux sources (P_L , \bar{P}_L). Ces fabrications ont pour objectif d'étudier l'influence de la source auxiliaire sur la stabilité du bain de fusion (critère 3), sur sa géométrie et sur le champ thermique environnant. Afin d'évaluer l'apport du laser auxiliaire pour supprimer la fissuration, nous fabriquons une juxtaposition latérale de cordons (drap). Cette construction permet un comptage statistiquement représentatif du nombre de fissures. En raison des difficultés évoquées précédemment, nous n'avons pas eu la possibilité de fabriquer une éprouvette tridimensionnelle avec une utilisation coaxiale des deux faisceaux. Le tableau 5.2 donne une vue d'ensemble des paramètres de fabrication utilisés.

| Laser primaire (L1) | | | | Laser auxiliaire (L2) | | | |
|--|-------------------------------------|-----|-----|--|-----------|------|------|
| $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | | | | $\bar{v}_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ | | | |
| $\phi_L = 100 \mu\text{m}$ | | | | $\bar{\phi}_L = 500 \mu\text{m}$ | | | |
| Essais de chauffage : L2 seul | | | | Essais de chauffage et fusion : L1+L2 | | | |
| \bar{P}_L (W) | \bar{v}_L (mm · s ⁻¹) | | | \bar{P}_L (W) | P_L (W) | | |
| | 250 | 500 | 960 | | 100 | 150 | 230 |
| 0 | | | | 0 | c | c, d | c, d |
| 50 | x | x | x | 50 | | c | c |
| 100 | | x | x | 100 | c | c, d | c, d |
| 150 | | x | x | 150 | | | |

Tableau 5.2 – Paramètres utilisés pour les essais de chauffage du lit de poudre et les essais de chauffage et fusion : les lettres c et d désignent une utilisation du jeu de paramètres pour fabriquer respectivement des cordons et des draps. Pour les draps, un écart vecteur $e_V = 105 \mu\text{m}$ et une épaisseur de couche $\Delta Z = 40 \mu\text{m}$ ont été utilisés.

Protocole de réalisation de cordons

Pour la réalisation de cordons, un protocole similaire à celui du chapitre 2 a été utilisé. Un lit de poudre a été déposé sur un substrat en forme de disque ($d = 30 \text{ mm}$, $h = 10 \text{ mm}$). Deux épaisseurs de lit de poudre ont été employées : $\Delta Z_{\text{poudre}} = 40 \mu\text{m}$ et $100 \mu\text{m}$.

Lors d'essais de chauffage préalables, seule la source auxiliaire a été activée. Pour la réalisation des cordons, les deux sources ont été activées. En raison du départ différé du faisceau L_2 de la machine avec un retard Δt , le vecteur de consigne pour la source auxiliaire (faisceau L_2) a été décalé de $v_L \Delta t$ par rapport au vecteur de consigne pour la source primaire (faisceau L_1). Le décalage est illustré en figure 5.9. La taille du substrat laisse la place pour réaliser 16 cordons espacés de 2 mm les uns des autres. Pour chaque condition expérimentale, seule la source primaire est active sur la première portion du cordon, d'une longueur d'environ 5 mm. Sur la deuxième portion du cordon, d'une longueur de 15 mm, les deux sources sont actives. Compte tenu des difficultés de synchronisation des faisceaux, chaque condition expérimentale du tableau 5.2 a dû être répétée pour plusieurs cordons successifs, jusqu'à obtention d'un balayage

concentrique. Pendant le balayage, l'instrumentation thermique a été utilisée avec les mêmes paramètres d'acquisition que lors de l'étape de calibration.

Après la réalisation des cordons, le substrat a été scanné avec le profilomètre optique, avant et après dépoudrage, selon le protocole décrit au chapitre 2. Les mesures profilométriques servent à observer la portion de lit de poudre dénudée de part et d'autre du cordon et à apprécier stabilité du cordon. Les substrats ont également été observés avec un microscope optique Keyence.

La géométrie des cordons a été étudiée par une observation de coupes transverses au microscope optique. Trois coupes ont été réalisées dans la portion balayée seulement avec la source primaire et trois coupes dans la portion balayée par la source primaire et la source auxiliaire.

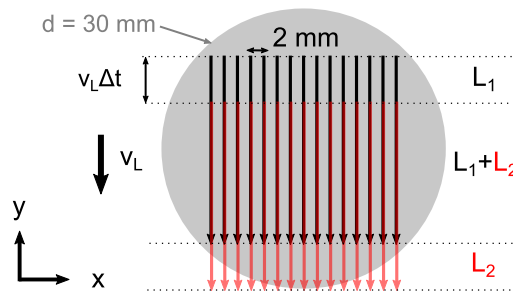


Figure 5.9 – Représentation schématique des trajectoires des faisceaux laser sur le substrat en forme de disque.

Protocole de réalisation de draps

Des draps (juxtaposition latérale de cordons, cf. figure 1.18(b) au chapitre 1) ont été réalisés avec un balayage coaxial des deux faisceaux, en utilisant le même décalage $v_L \Delta t$ que pour les cordons. L'épaisseur de poudre est maintenue à $40 \mu\text{m}$. La pastille, fabriquée précédemment par LBM avec la poudre d'Inconel 738, a une taille suffisante pour réaliser 5 draps de 2,5 mm de large, espacés de 2 mm. Pour chaque drap, la zone de recouvrement des deux faisceaux a une longueur de 15 mm. En raison du caractère aléatoire de l'alignement des faisceaux, nous avons dû réitérer l'expérience à trois reprises. Par chance, les quatre conditions indiquées au tableau 5.2 ont pu être réalisées sur la même pastille, à la troisième répétition.

Les draps sont utilisés pour mesurer l'effet du faisceau de préchauffage sur la fissuration à la solidification. La densité de fissures est mesurée sur une surface de zone fondue suffisamment grande pour être statistiquement représentative. Après la fusion, la plupart des fissures présentes dans les cordons du drap ne sont pas débouchantes. Pour les révéler, nous avons réalisé un polissage de surface, comme illustré en figure 5.10(a). La figure 5.10(b) présente une vue du dessus du drap avec le faisceau de fusion seul ($P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$) après le polissage de surface. Les interfaces entre les cordons sont visibles, ainsi que des microfissures, essentiellement transversales aux cordons. La densité de fissures a été comptée par un marquage individuel de chaque fissure sur les différents draps (logiciel ImageJ).

Pour le cas $P_L = 230 \text{ W}$ / $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, des mesures sur deux draps distincts ont donné une densité de fissures répétable, mais inférieure à celle mesurée sur un cube : $0,14 \text{ mm}/\text{mm}^2$ et $0,19 \text{ mm}/\text{mm}^2$ pour les draps, contre $1,28 \text{ mm}/\text{mm}^2$ sur un cube. La

différence de densité de fissures peut avoir différentes explications. Dans les cubes, l'accumulation des couches provoque une augmentation des contraintes mécaniques. De plus, la structure de grains, qui dépend de la croissance épitaxiale sur plusieurs couches, affecte la fissuration. Enfin, le protocole d'observation est différent entre les draps et les cubes. Dans le cas des draps, les fissures sont observées du dessus, après un polissage de surface. Il est possible que certaines fissures restent non débouchantes et ne soient donc pas révélées, comme indiqué en figure 5.10(a). Dans le cas du cube, le grand nombre de couches permet un comptage des fissures sur une observation en coupe d'un grand nombre de bords.

En conséquence, la densité de fissures mesurée dans les draps est utile pour comparer différentes conditions de fabrication, mais n'est pas représentative de la densité de fissures dans des pièces tridimensionnelles.

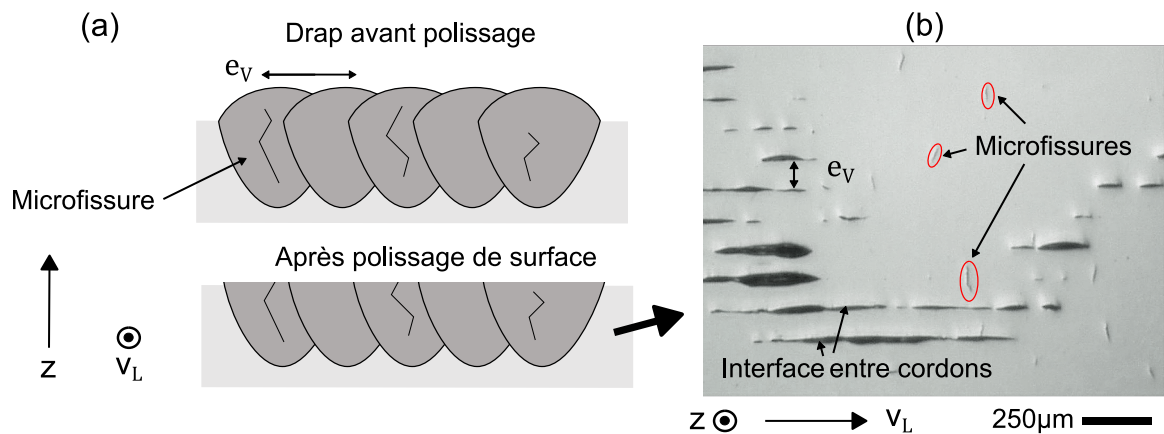


Figure 5.10 – Protocole d'observation des draps : (a) polissage de surface du drap, (b) observation avec un microscope optique Keyence des microfissures pour un drap avec la source de fusion seule ($P_L = 230 \text{ W}$, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$).

5.3 Réalisation de cordons avec un préchauffage local

Dans cette section, nous décrivons et analysons les résultats de la démarche expérimentale expliquée en section 5.2.4.

5.3.1 Chauffage du lit de poudre

Nous souhaitons identifier un domaine d'utilisation de la source auxiliaire pour chauffer le lit de poudre au maximum tout en restant à l'état solide. Une fusion des particules pourrait altérer la régularité du lit de poudre, ce qui serait dommageable pour la stabilité du bain de fusion. Pour cela, nous avons balayé un lit de poudre d'épaisseur $\Delta Z_{poudre} = 100 \mu\text{m}$ avec le faisceau auxiliaire et les paramètres indiqués au tableau 5.2.

La figure 5.11 montre l'état du lit de poudre après le passage de la source auxiliaire, en fonction de la puissance \bar{P}_L et de la vitesse de balayage \bar{v}_L (microscope Keyence). À partir d'une énergie linéique de $0,1 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-1}$, un début de fusion des particules de

poudre a été constaté, dans une bande de largeur de $250\ \mu\text{m}$ environ autour de la trajectoire du centre du faisceau. Une telle observation a été faite pour les traits laser avec les paramètres $\bar{v}_L = 500\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1} / \bar{P}_L = 50\ \text{W}$ et $\bar{v}_L = 960\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1} / \bar{P}_L = 100\ \text{W}$. Cette fusion partielle de particules n'est que très légèrement visible sur les images Keyence, car elle ne modifie quasiment pas la topographie du lit de poudre. Les agglomérats de poudre ont en revanche pu être récupérés par tamisage du lit de poudre, comme montré sur la partie droite de la figure 5.11. Nous voyons que les particules de poudre ont été partiellement fondues et sont liées les unes aux autres. Ces agglomérats de poudre ne sont pas attachés au substrat, qui ne présente aucune trace de fusion. Les agglomérats sont donc flottants sur le lit de poudre : ils indiquent que le début de fusion n'a pas eu lieu dans toute l'épaisseur mais seulement en surface, comme indiqué sur le schéma. À des énergies linéiques plus élevées, la fusion est plus importante. Les particules de poudre fondues s'agglomèrent sous forme de billes adhérentes ou non au substrat, entraînant parfois une dénudation importante du lit de poudre. Ces régimes ne nous intéressent pas pour la présente étude, car ils altèrent significativement la régularité du lit de poudre.

Nous concluons qu'une énergie linéique de $0,1\ \text{J} \cdot \text{mm}^{-1}$ ne doit pas être dépassée pour la source auxiliaire, pour éviter une altération du lit de poudre par fusion (critère 2).

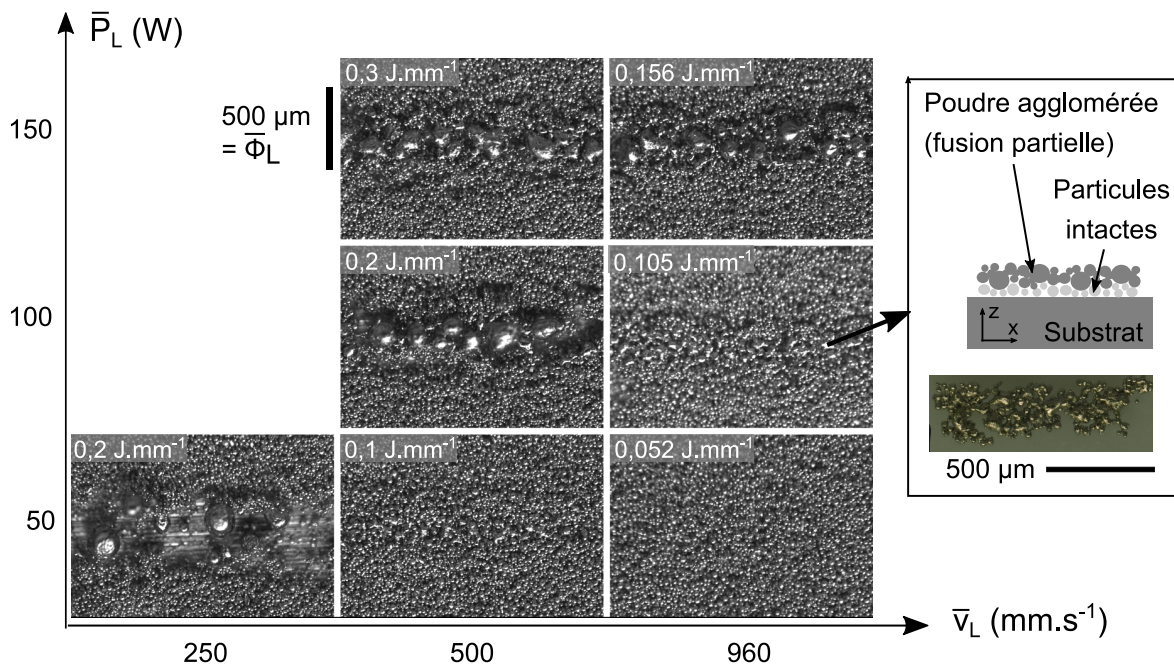


Figure 5.11 – Chauffage du lit de poudre par la source auxiliaire : observation de la modification du lit de poudre au microscope optique Keyence.

5.3.2 Modification de la stabilité du bain de fusion

Les essais de chauffage du lit de poudre nous conduisent à retenir une puissance de la source auxiliaire entre $\bar{P}_L = 50\ \text{W}$ et $100\ \text{W}$. Lors des essais de chauffage et de fusion simultanée, nous souhaitons obtenir un bain de fusion de taille similaire à celle obtenue avec les paramètres de référence et un faisceau laser unique. En raison de l'ajout d'une source de chauffage de puissance \bar{P}_L , nous choisissons donc des puissances de la source

primaire inférieures à la valeur utilisée avec un faisceau unique : $P_L = 100, 150$ ou 230 W (tableau 5.2).

Les cordons ont été réalisés selon le protocole précédemment décrit, d'abord avec une épaisseur de poudre $\Delta Z_{poudre} = 100 \mu\text{m}$. Avec cette épaisseur de lit de poudre, nous avons observé une diminution importante de la stabilité du bain avec l'ajout de la source auxiliaire.

La figure 5.12(a) présente le profil de hauteur d'un cordon avec les conditions $P_L = 150$ W et $\bar{P}_L = 100$ W (notées $P_L150\bar{P}_L100$). La partie noire de la courbe indique la portion du cordon dans laquelle la source auxiliaire n'était pas active et la partie bleue la portion dans laquelle la source auxiliaire était active. Pour ce cordon, les images de l'instrumentation montraient que les deux sources étaient concentriques (figure 5.8, image #6). Une dégradation de la stabilité du cordon est visible dans la portion où le faisceau auxiliaire est actif. La hauteur de cordon fluctue plus largement et s'annule régulièrement, correspondant aux discontinuités du cordon visibles sur les images prises au microscope. La seconde source a fait basculer le cordon dans le régime de *balling*. La figure 5.12(b) correspond à un cordon réalisé avec les mêmes paramètres et une source auxiliaire fortement en avance sur la source primaire (figure 5.8, image #3). La dégradation de la stabilité du bain est encore plus importante dans ce second cas.

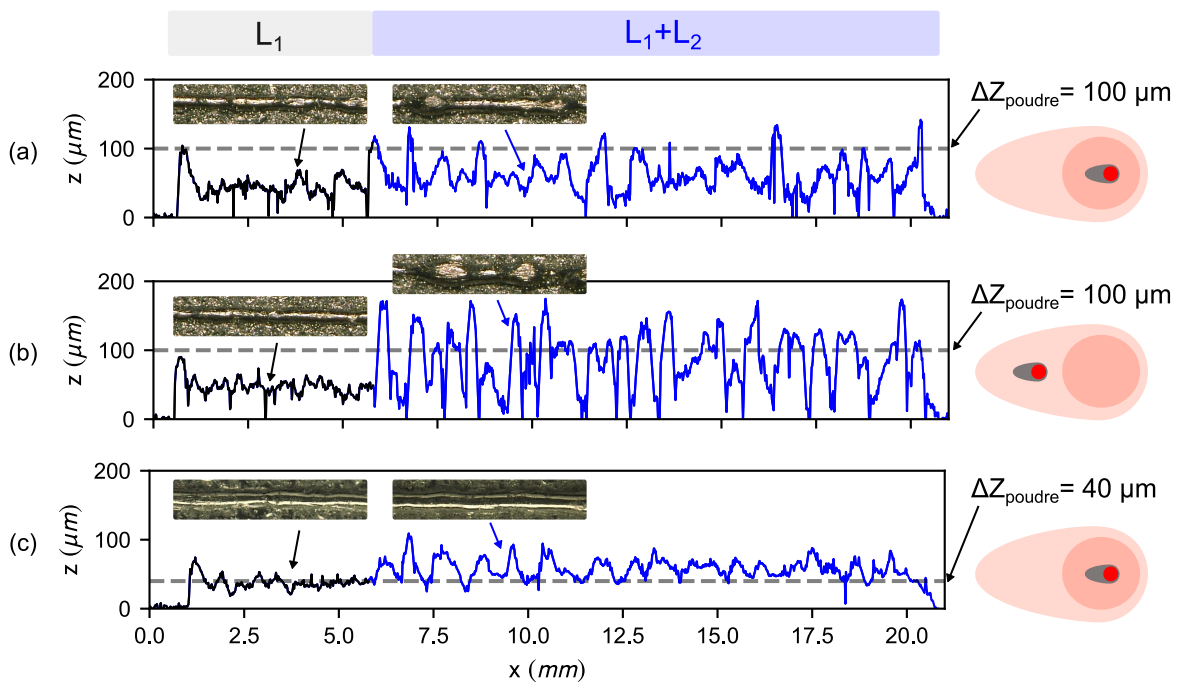


Figure 5.12 – Diminution de la stabilité des cordons en présence d'une source auxiliaire, avec $P_L = 150$ W et $\bar{P}_L = 100$ W : (a) $\Delta Z_{poudre} = 100 \mu\text{m}$, balayage concentrique ; (b) $\Delta Z_{poudre} = 100 \mu\text{m}$, source auxiliaire en avance ; (c) $\Delta Z_{poudre} = 40 \mu\text{m}$, balayage concentrique. Les dessins à droite réfèrent aux configurations de deux sources laser illustrées en figure 5.4.

La baisse de la stabilité sous l'effet de la source auxiliaire a été constatée pour tous les cordons. Elle ne semble pas être due à la fusion partielle — précédemment observée — des particules de poudre par le faisceau auxiliaire. En effet, la baisse de stabilité est aussi présente pour une puissance de la source auxiliaire de 50 W, pour laquelle il n'y a pas de fusion partielle de particules de poudres. Nous reviendrons plus tard sur son origine. De manière pratique, les cordons fabriqués avec la double source sont trop instables pour que nous puissions en étudier les caractéristiques géométriques.

Nous avons donc choisi de répéter l'expérience avec une épaisseur plus faible de poudre : $\Delta Z_{poudre} = 40 \mu\text{m}$. Une diminution de l'épaisseur de poudre améliore la stabilité du bain, comme mentionné au chapitre 1 (section 1.2.3). La figure 5.12(c) présente le profil de hauteur du cordon formé dans la même condition que celle de la figure 5.12(a). Comme attendu, la stabilité du cordon est fortement améliorée, à la fois sur la portion du cordon avec une source et sur la portion avec les deux sources. La source auxiliaire dégrade toujours la stabilité, mais le cordon reste continu. La stabilité est à présent suffisante pour étudier les caractéristiques géométriques des cordons. Nous retenons donc cette deuxième expérience pour la suite de l'étude.

5.3.3 Modification du champ thermique au voisinage du bain de fusion

La source auxiliaire a vocation à modifier le champ thermique au voisinage du bain de fusion. La figure 5.13 présente l'influence de la puissance de la source primaire P_L et auxiliaire \bar{P}_L sur ce champ thermique, lors d'un balayage concentrique. Les contours noirs correspondent par ordre décroissant de la température à l'isotherme de fusion $T_f = 1342^\circ\text{C}$, à l'isotherme de la formation de l'eutectique à l'équilibre $T_{eut,\gamma/\gamma'} = 1185^\circ\text{C}$ et à l'isotherme $T = 1000^\circ\text{C}$. Cette troisième isotherme, dont la valeur est arbitraire, permet de repérer la zone chaude entourant le bain de fusion.

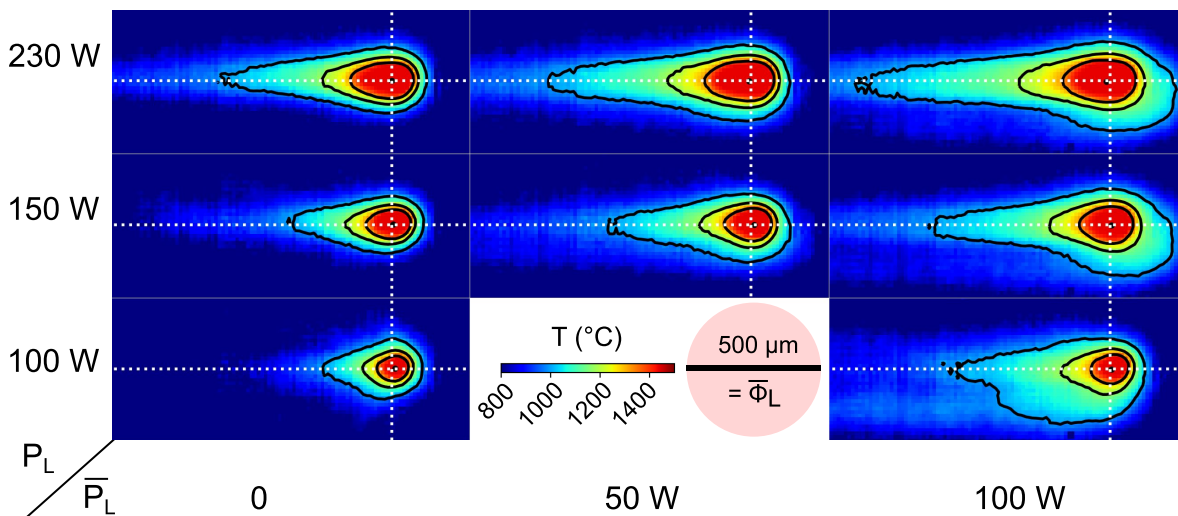


Figure 5.13 – Influence la puissance de la source primaire P_L et auxiliaire \bar{P}_L sur le champ thermique au voisinage du bain de fusion. Dans tous les cas avec $\bar{P}_L > 0$, les deux sources sont concentriques. Les contours noirs correspondent par ordre décroissant de la température à l'isotherme de fusion $T_f = 1342^\circ\text{C}$, l'isotherme de la formation de l'eutectique à l'équilibre $T_{eut,\gamma/\gamma'} = 1185^\circ\text{C}$ et à l'isotherme $T = 1000^\circ\text{C}$.

Comme attendu, la taille du bain de fusion augmente aussi bien lors d'une augmentation de la puissance de la source primaire P_L que d'une augmentation de la source auxiliaire \bar{P}_L . Nous constatons une asymétrie des bains pour $\bar{P}_L = 100 \text{ W}$, due à un léger décentrage latéral de la source auxiliaire, de l'ordre de $100 \mu\text{m}$, soulignant une forte sensibilité du champ thermique à l'alignement des deux sources.

Il est intéressant de comparer le cas $P_L 230 \bar{P}_L 0$ et le cas $P_L 150 \bar{P}_L 100$. Ces deux cas ont en effet une puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ proche. Qualitativement, ces deux cas ont un bain de fusion de taille équivalente. Néanmoins, dans le second cas, le gradient latéral

est plus faible, avec des isothermes plus espacées. De plus, le bain est entouré d'une plus large zone chaude à $T > 1000^\circ\text{C}$. Les mêmes comparaisons qualitatives peuvent être faites entre les cas $P_L 150 \bar{P}_L 50$ et $P_L 100 \bar{P}_L 100$ ($P_L + \bar{P}_L = 200\text{ W}$).

Nous avons regardé l'influence de la source auxiliaire sur le profil de température longitudinal et transversal. Cette influence est considérée, d'une part lors d'une augmentation de la puissance de la source auxiliaire \bar{P}_L à puissance de la source primaire P_L constante, d'autre part lors d'une augmentation de \bar{P}_L à puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ constante.

- **Augmentation de \bar{P}_L à $P_L + \bar{P}_L$ constante** : la figure 5.14 présente l'influence de la source auxiliaire sur le profil de température latéral et transversal, à P_L constante. La figure 5.14(a) compare le cas $P_L 230 \bar{P}_L 0$ et le cas $P_L 230 \bar{P}_L 100$ avec un recentrage plus précis de la source auxiliaire. La figure 5.14(b) compare le cas $P_L 100 \bar{P}_L 0$ et le cas $P_L 100 \bar{P}_L 100$. L'ajout de la source auxiliaire ralentit significativement le refroidissement à l'arrière du bain. En particulier, le gradient thermique longitudinal est diminué dans l'intervalle de solidification. La source auxiliaire permet également de diminuer très légèrement le gradient thermique transversal.
- **Augmentation de \bar{P}_L à $P_L + \bar{P}_L$ constante** : les observations sont différentes si l'on raisonne à puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ constante. La figure 5.15(a) compare le cas $P_L 230 \bar{P}_L 0$ et le cas $P_L 150 \bar{P}_L 100$. La figure 5.15(b) compare le cas $P_L 150 \bar{P}_L 50$ et le cas $P_L 100 \bar{P}_L 100$. L'ajout de la source auxiliaire à $P_L + \bar{P}_L$ constant ne modifie quasiment pas le profil de température longitudinal. Cela signifie que le profil de température longitudinal en surface est affecté indifféremment par une augmentation de P_L ou de \bar{P}_L . Au contraire, l'ajout de la source auxiliaire à $P_L + \bar{P}_L$ constante diminue très légèrement le gradient thermique transversal, tout comme l'ajout de la source auxiliaire à P_L constante.

L'instrumentation thermique donne une information sur le champ thermique de surface. Nous avons montré que le profil de température longitudinal dépendait principalement de la puissance totale, indépendamment des valeurs de la puissance attribuée à la source primaire et à la source auxiliaire. Le gradient thermique transversal est diminué, modérément, par la source auxiliaire. Pour diminuer plus significativement ce gradient, il faudrait augmenter la puissance de la source auxiliaire, mais cela impliquerait une fusion indésirable de la matière. Une seconde possibilité serait d'opter pour un diamètre de faisceau encore plus large ou une densité de puissance uniforme (*top-hat*) au lieu d'une densité gaussienne pour la source auxiliaire, afin de chauffer une zone plus large sans fondre la matière en son centre.

Que pouvons nous conclure à ce stade sur l'apport d'une source auxiliaire coaxiale pour diminuer la microfissuration lors de la solidification ? Nous avons vu au chapitre 2 que la fissuration ne dépendait pas seulement du gradient thermique au sein du bain de fusion, mais aussi de la structure de grains et des contraintes mécaniques. Dans le cas d'une seule source laser, une augmentation de la puissance occasionne une diminution du gradient thermique longitudinal, et malgré tout, une augmentation de la fissuration à la solidification (figure 2.24), en raison des contraintes induites par l'environnement du bain. Par conséquent, nous ne pouvons pas déduire du champ thermique seul l'efficacité de la source de chauffage pour diminuer la fissuration à la solidification. Une estimation de la densité de fissures semble indispensable. L'instrumentation thermique pourra

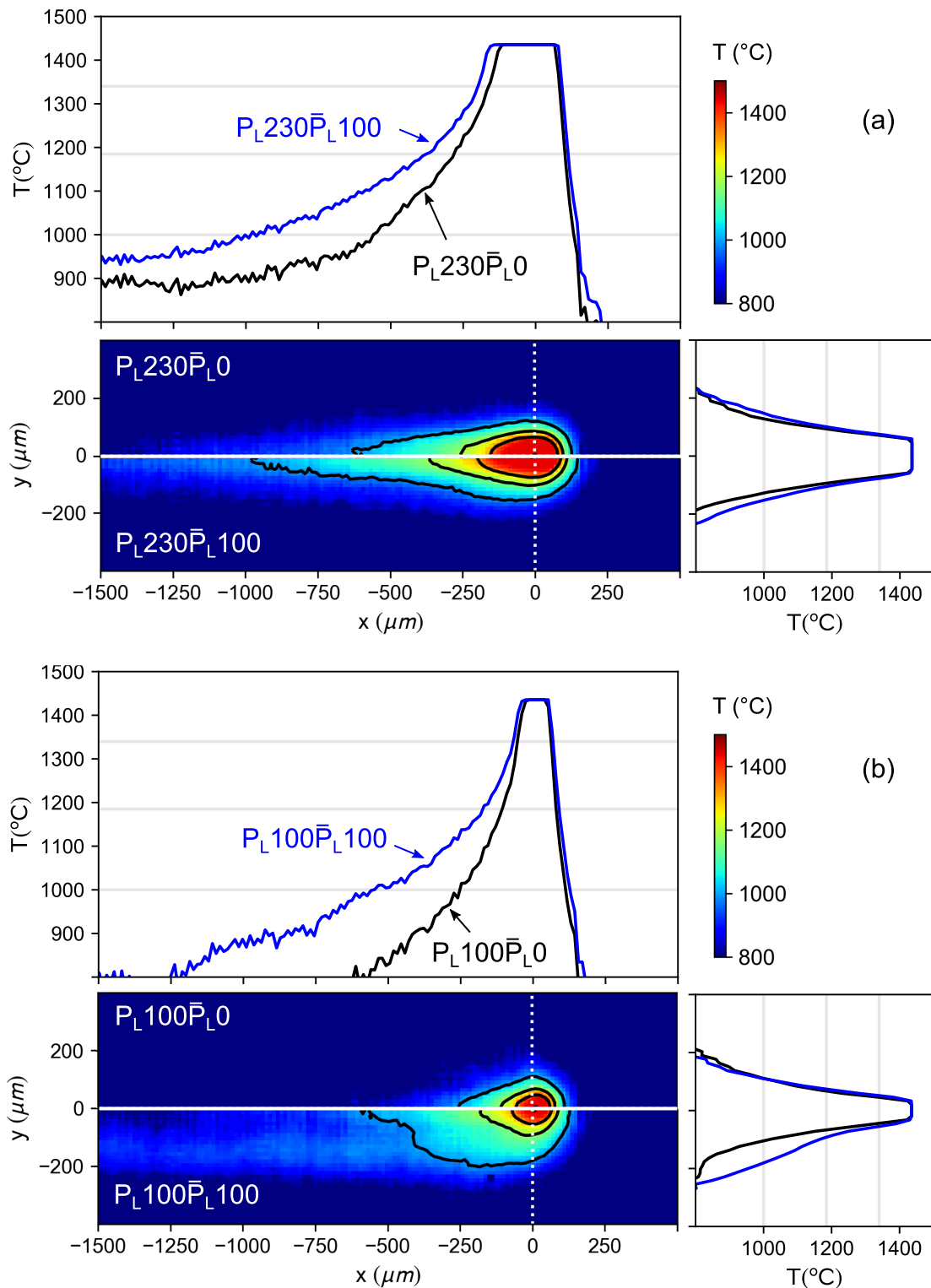


Figure 5.14 – Influence de la source auxiliaire sur le champ thermique au voisinage du bain à puissance de la source primaire P_L constante : (a) comparaison du cas $P_L 230 \bar{P}_L 0$ et du cas $P_L 230 \bar{P}_L 100$; (b) comparaison du cas $P_L 100 \bar{P}_L 0$ et du cas $P_L 100 \bar{P}_L 100$. La carte du champ thermique est divisée longitudinalement en deux, à raison d'une moitié par cas. Les profils de température longitudinaux et transversaux sont présentés dans les deux cas.

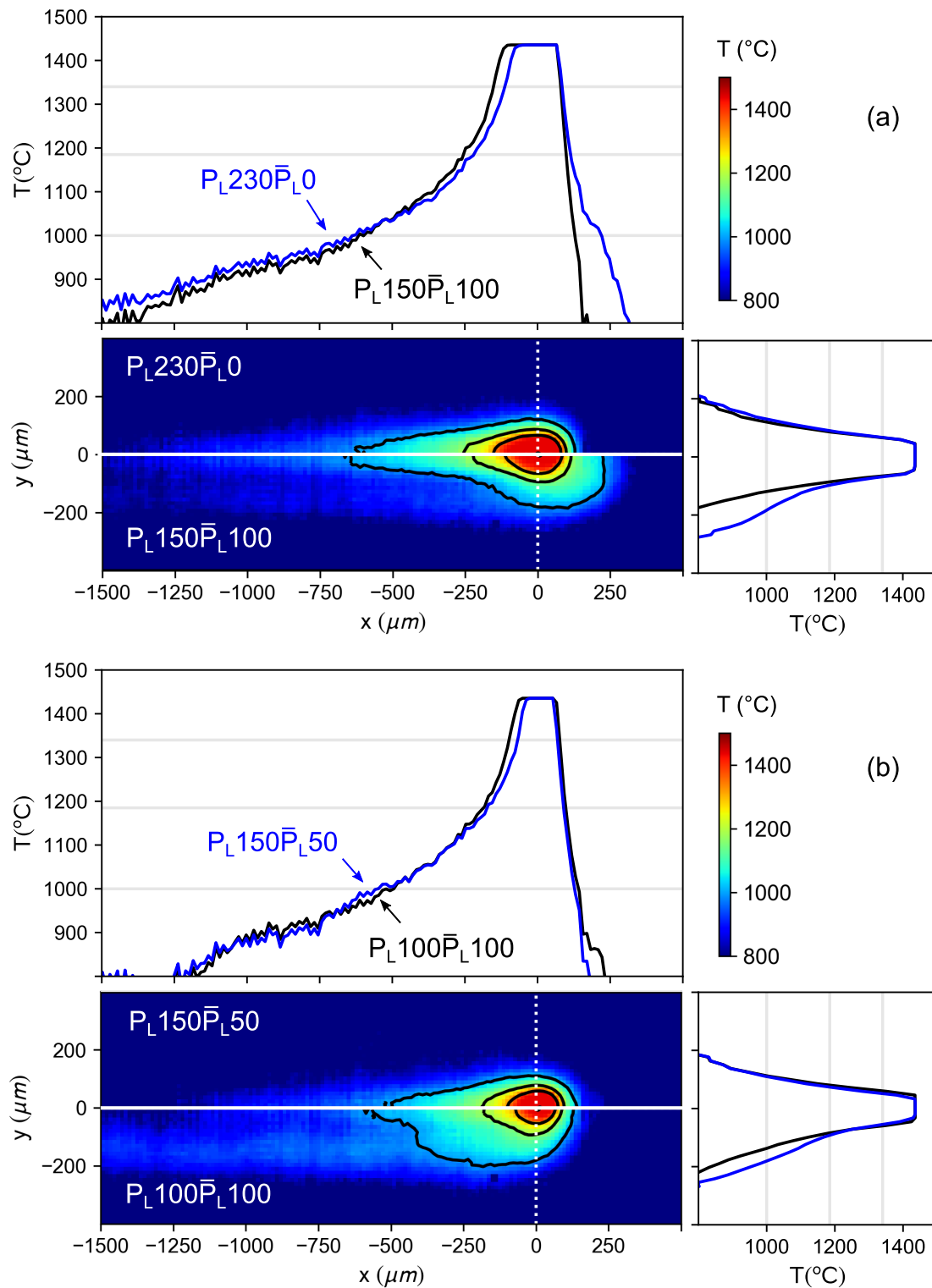


Figure 5.15 – Influence de la source auxiliaire sur le champ thermique au voisinage du bain à puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ constante : (a) comparaison du cas $P_L 230 \bar{P}_L 0$ et du cas $P_L 150 \bar{P}_L 100$ ($P_L + \bar{P}_L$ conservée approximativement) ; (b) comparaison du cas $P_L 150 \bar{P}_L 50$ et du cas $P_L 100 \bar{P}_L 100$ ($P_L + \bar{P}_L$ conservée).

servir à interpréter une éventuelle diminution de la fissuration, mais elle ne peut pas la prédire. De plus, l'observation du champ thermique en surface ne permet pas de connaître l'effet de la source auxiliaire dans la profondeur.

Pour apprécier l'effet de la source auxiliaire sur le bain de fusion en profondeur, nous devons nous fonder sur une observation en coupe des cordons.

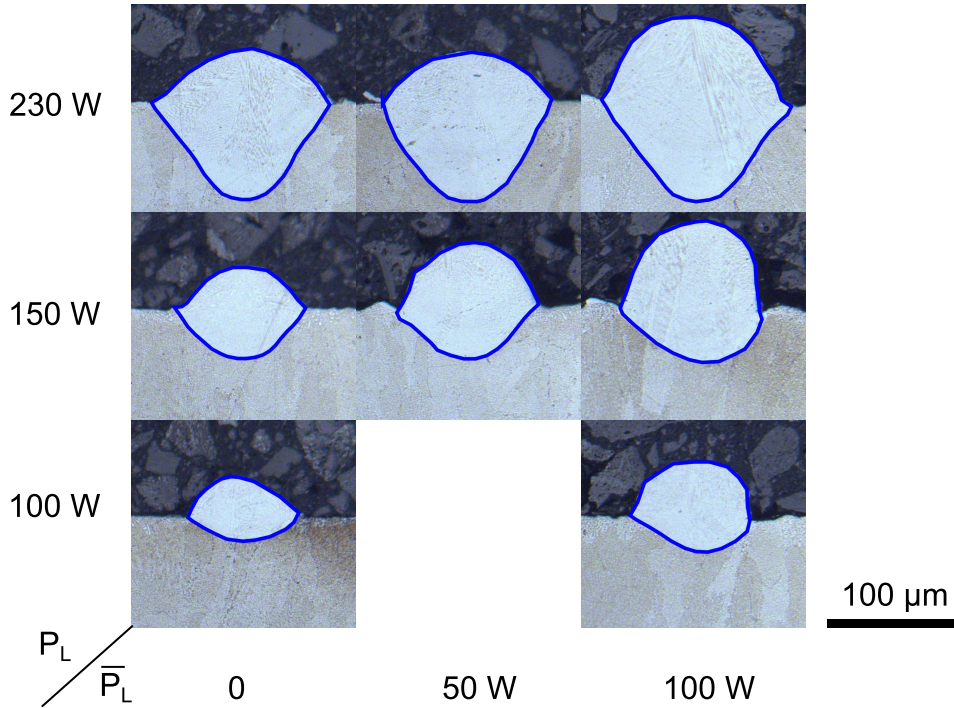


Figure 5.16 – Sections transverses représentatives des cordons fabriqués avec les deux sources concentriques, en fonction de P_L et \bar{P}_L (pour rappel, $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$).

5.3.4 Modification de la géométrie du bain de fusion

La figure 5.16 présente l'évolution de la section transverse des cordons en fonction de P_L et \bar{P}_L , dans le cas d'un balayage concentrique. En parcourant les lignes $P_L = 100 \text{ W}$, $P_L = 150 \text{ W}$ et $P_L = 230 \text{ W}$, nous constatons que l'augmentation de la puissance de la source auxiliaire \bar{P}_L semble affecter davantage la partie apparente du cordon que la zone refondue. La partie apparente du cordon est de plus en plus volumineuse lors d'une augmentation de \bar{P}_L . Ces observations qualitatives peuvent être précisées par une mesure des dimensions caractéristiques des cordons.

Augmentation de la quantité de poudre agglomérée

L'évolution des dimensions en fonction de P_L et \bar{P}_L est donnée en figure 5.17(a). La largeur de bain e_{app} augmente à la fois avec P_L et \bar{P}_L , comme déjà montré en figure 5.7. La hauteur de cordon H_{app} augmente surtout en fonction de \bar{P}_L . Les mesures profilométriques de la figure 5.18 montrent en particulier que la hauteur de cordon dépasse significativement la hauteur de poudre quand $\bar{P}_L = 100 \text{ W}$. En conséquence de l'évolution de e_{app} et H_{app} , la section apparente du cordon S_{app} augmente principalement avec \bar{P}_L , ce qui est visible en figure 5.17(b).

Les figures 5.16 et 5.17 montrent donc que la source auxiliaire augmente la quantité de poudre consolidée. Le fait qu'une plus grande quantité de poudre soit consolidée

peut certainement être expliqué par le préchauffage d'un plus grand volume de lit de poudre par la source auxiliaire. La bande de poudre préchauffée autour de la source primaire est ainsi plus facilement consolidée et dirigée vers le bain de fusion.

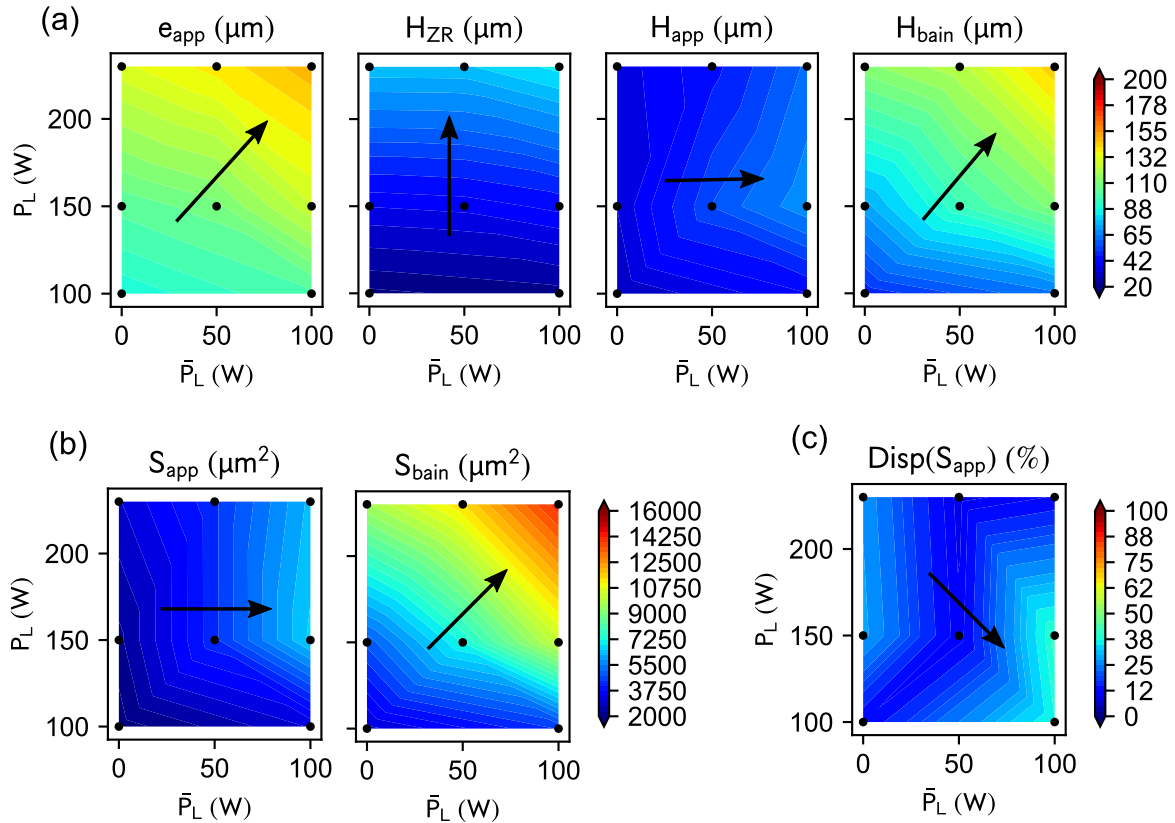


Figure 5.17 – Géométrie des cordons fabriqués avec les deux sources concentriques, en fonction de P_L et \bar{P}_L : (a) dimensions caractéristiques, (b) sections caractéristiques, (c) dispersion de la section S_{app} .

Une profondeur de zone refondue inchangée

Concernant la zone refondue, la figure 5.17(a) confirme que la profondeur de la zone refondue H_{ZR} n'évolue qu'en fonction de la puissance du laser primaire P_L . La source auxiliaire augmente la largeur de zone refondue, mais pas sa profondeur.

La figure 5.19 présente les dimensions des cordons et les aires des sections caractéristiques, d'une part en fonction de P_L (a) et d'autre part en fonction de $P_L + \bar{P}_L$ (b). À la lecture des graphiques de la figure 5.19, il est évident que la profondeur de la zone refondue H_{ZR} dépend exclusivement de P_L et pas de \bar{P}_L . Nous proposons une explication de cette observation. La source primaire a une distribution d'énergie bien plus concentrée, avec un diamètre de $100\ \mu\text{m}$ contre $500\ \mu\text{m}$ pour la source auxiliaire. Par conséquent, la source primaire conditionne au premier ordre la température maximale du bain, ou température de pic. Comme expliqué au chapitre 1 (Hann et al., 2011) et observé au chapitre 2, la profondeur de la zone refondue est affectée au premier ordre par la pression de recul, qui dépend de la température de pic au centre du faisceau. Ceci explique sans doute l'impact limité de la source auxiliaire sur la profondeur de la zone refondue.

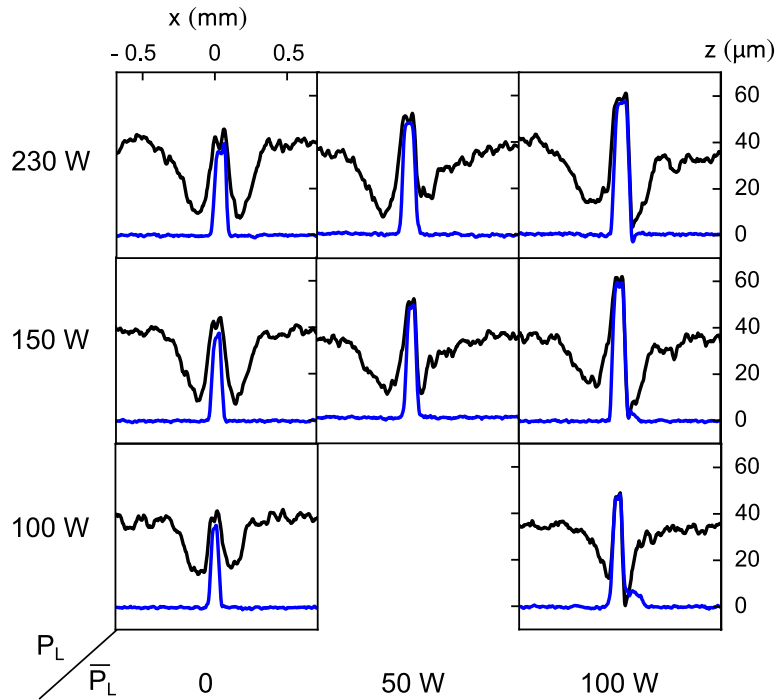


Figure 5.18 – Profils transverses de cordons avec les deux sources concentriques, avant et après dépoudrage (profilométrie optique).

Section totale de bain

Au contraire, la section totale de bain S_{bain} dépend de la puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ (figure 5.19(b)). Au chapitre 2, nous avons relié la puissance à la section de bain grâce à un bilan d'énergie, pour un faisceau unique (équation 2.1). Il serait intéressant d'étendre ce modèle à une double source laser. Lors d'une telle extension, nous pouvons nous attendre à une absorptivité différente pour les deux sources. En effet, la source primaire irradie principalement le bain de fusion ($\phi_L \sim e_{app}$), alors que la source auxiliaire irradie principalement le lit de poudre ($\bar{\phi}_L > e_{app}$).

Origine de la déstabilisation du bain

Les mesures permettent également de confirmer la déstabilisation du bain de fusion par la source auxiliaire. La figure 5.17(c) montre que la dispersion de la section S_{app} diminue avec P_L — en cohérence avec le chapitre 2 — et augmente avec \bar{P}_L : il s'agit bien d'une perte de stabilité. Comment expliquer cette perte de stabilité, sous l'effet de la source auxiliaire ?

Rappelons que le phénomène du *balling* intervient pour des cordons peu mouillants avec une faible pénétration dans le substrat, quand la section de la zone refondue est trop faible par rapport à la section de la partie apparente du cordon, c'est-à-dire quand S_{app}/S_{zr} est trop élevé. En augmentant la quantité de matière consolidée, la source auxiliaire forme des cordons plus massifs, sans affecter la zone refondue. Il s'ensuit une augmentation du ratio S_{app}/S_{zr} sous l'effet de la source auxiliaire, à l'origine de la diminution de la stabilité des cordons.

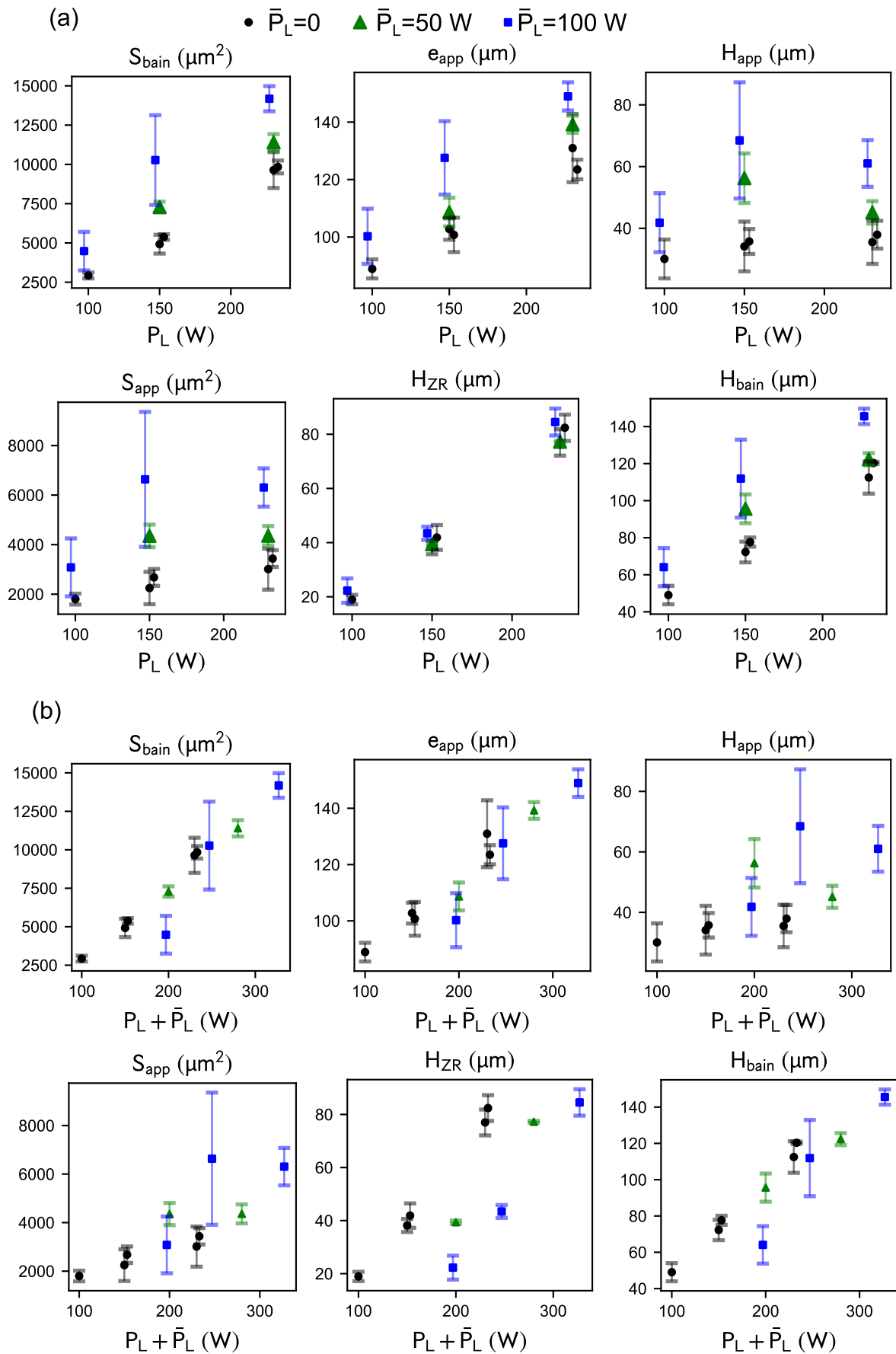


Figure 5.19 – Évolution des dimensions et des aires caractéristique du bain de fusion en fonction de la puissance de fusion et de la puissance de chauffage : (a) Influence de la source de chauffage à puissance de fusion P_L fixe ; (b) à puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ fixe.

Synthèse

Nous avons vu que la source secondaire augmente fortement la quantité de poudre consolidée, mais qu'elle modifie peu la profondeur de la zone refondue. Ces observations nous conduisent à penser que l'énergie de la source auxiliaire est absorbée principalement par le lit de poudre, alors que l'absorption par le substrat semble faible. La figure 5.20 synthétise l'interprétation que nous proposons pour expliquer les rôles distincts de la source primaire et de la source auxiliaire sur la forme du bain de fusion :

- la source primaire irradie principalement le bain de fusion. Elle influence fortement la température de pic, et par conséquent la pression de recul. La source primaire détermine donc le creusement du capillaire, dont dépend la profondeur de la zone refondue ;
- pour la source auxiliaire, la puissance est bien plus répartie. La source irradie principalement le lit de poudre, dont elle augmente la consolidation. Sa faible influence sur la zone refondue, laisse penser, que la profondeur de pénétration dans le substrat de l'énergie apportée par la source secondaire est faible devant la profondeur de la zone refondue. Cela pourrait être expliqué par un transport d'énergie dans le substrat, par diffusion, plus lent que le transport dans le bain, par convection.

Cette interprétation n'est pas favorable à l'usage que nous souhaitons faire de la source secondaire. Il serait en effet préférable que la source secondaire ne chauffe pas seulement le lit de poudre, mais également le substrat, avec une profondeur suffisante pour réduire les contraintes mécaniques dans le bain de fusion.

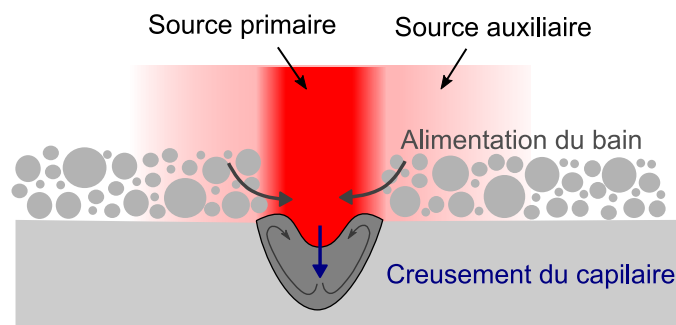


Figure 5.20 – Interprétation de l'influence des deux sources laser.

Les observations du champ thermique et de la forme des cordons ne permettent pas de conclure sur l'efficacité d'une source auxiliaire pour diminuer les contraintes exercées au cours de la solidification. Les contraintes appliquées au bain de fusion sont complexes et ne peuvent pas être déduites à partir du seul champ thermique, comme nous l'avons évoqué au chapitre 2. Une quantification des fissures sur des draps s'avère donc nécessaire pour évaluer l'effet de la source auxiliaire.

5.4 Réalisation de draps avec un préchauffage local

Pour la réalisation de draps, nous avons retenu deux valeurs de la puissance de chauffage — $\bar{P}_L = 0$ et 100 W — et deux valeurs de la puissance de fusion — $P_L = 150$ et 230 W . Les deux valeurs de \bar{P}_L mettront en évidence la différence entre un chauffage nul et un chauffage marqué. Les deux valeurs de la puissance de fusion serviront à étudier l'ajout d'une source de chauffage, à puissance de fusion fixe ou à puissance totale fixe.

5.4.1 Modification du champ thermique au voisinage du bain

La figure 5.21 présente le champ thermique lors de la formation du premier cordon du drap et du deuxième cordon, pour chaque condition de fabrication. Conformément à la revue de la littérature, le champ thermique n'est pas le même lors du balayage du second cordon que lors du balayage du premier, car la présence du premier cordon modifie les transferts thermiques.

Pompage thermique

Sans le faisceau de chauffage ($\bar{P}_L = 0$), la différence de champ thermique entre le premier cordon et le deuxième est peu visible. En présence du laser de chauffage ($\bar{P}_L = 100 \text{ W}$), le champ thermique est au contraire significativement différent entre le premier et le deuxième cordon. Pour le deuxième cordon, une asymétrie du champ thermique au voisinage du bain est visible. Cette asymétrie est facilement explicable : le faisceau de chauffage irradie d'un côté la matière dense du premier cordon, dont la conductivité thermique est élevée, et de l'autre côté le lit de poudre, dont la conductivité thermique est bien plus faible. Le premier cordon joue un rôle de pompage thermique. Par conséquent, le refroidissement est plus rapide lors de la formation du deuxième cordon, avec des isothermes plus resserrées du côté du premier cordon.

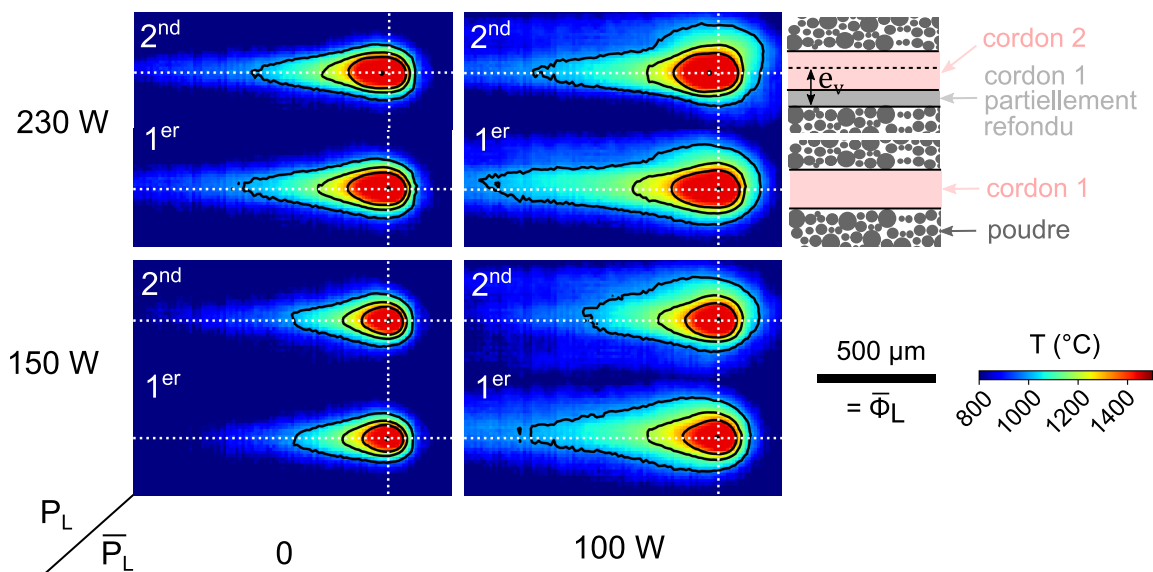


Figure 5.21 – Champ thermique lors de la réalisation de draps. Dans chaque condition, le champ thermique moyen est relevé sur le premier cordon du drap et sur le second cordon.

Une modification du champ thermique limitée

Le phénomène de pompage limite l'effet de la source laser auxiliaire. La source auxiliaire a vocation à réduire le gradient thermique longitudinal et transversal. Cette réduction, qui était notable sur les cordons uniques, est fortement limitée à partir du deuxième cordon du drap. Pour le deuxième cordon, le champ thermique de la moitié du bain du côté du premier cordon n'est pas très différent du champ thermique sans source de chauffage. Or, cette portion du champ thermique est la plus importante, car elle correspond à la partie du cordon qui ne sera pas refondue pas la suite et qui ne doit donc pas contenir de fissure. Pour modifier davantage le champ thermique de ce côté du bain, il faudrait augmenter la puissance du faisceau de chauffage. Malheureusement, cela induirait alors une fusion indésirable de la poudre, de l'autre côté du bain.

5.4.2 Densité de fissures

La figure 5.22 présente la densité de fissures des draps fabriqués avec les différentes conditions. Une fois de plus, les données sont présentées en fonction de la puissance de la source de fusion et de la puissance totale.

Dans le cas sans source auxiliaire de chauffage ($\bar{P}_L = 0$), la densité de fissures est croissante en fonction de la puissance de fusion, conformément au chapitre 2. Le graphique met en évidence l'effet de la source de chauffage sur la densité de fissures. Pour une puissance du laser de fusion P_L fixée, l'ajout d'une source de chauffage de puissance $\bar{P}_L = 100$ W augmente significativement la densité de fissures, d'un facteur 2 environ (figure 5.22(a)).

La conclusion est à nouveau différente si l'on raisonne à puissance totale constante. À puissance totale $P_L + \bar{P}_L$ constante, un transfert de puissance de la source de fusion à la source de chauffage ne semble pas affecter la densité de fissures (figure 5.22(b)). Contrairement à l'effet attendu, l'ajout de la source de chauffage n'a pas diminué la densité de fissures.

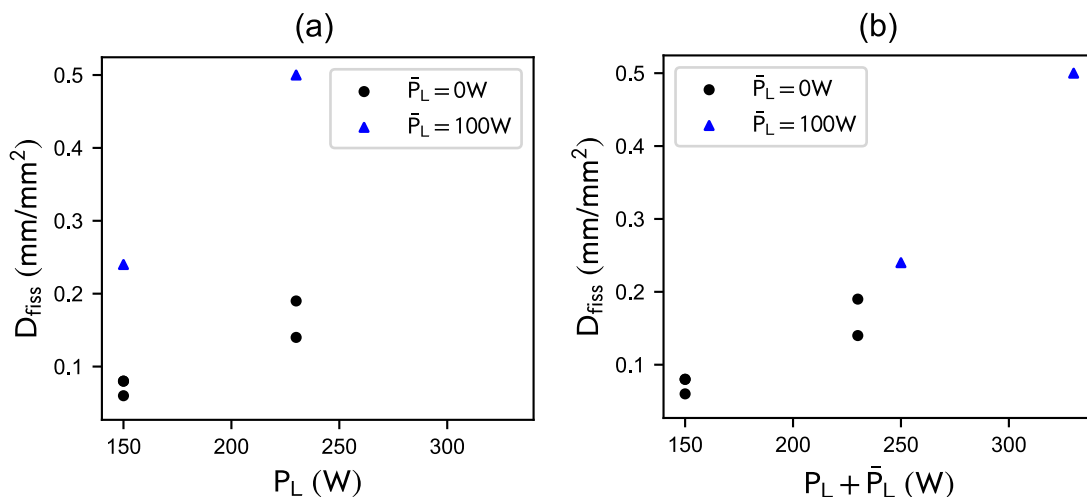


Figure 5.22 – Influence de la puissance de fusion P_L et de la puissance de chauffage \bar{P}_L sur la densité de fissures dans des draps.

Plusieurs explications de cette observation sont plausibles :

- Il est possible que l'effet de la taille de bain soit prédominant sur l'effet des contraintes mécaniques. La source de chauffage a pour objectif de diminuer les

contraintes mécaniques subies par le bain. En présence de cette seconde source, la diminution du gradient thermique a également pour effet d'augmenter la taille de la zone pâteuse. Nous rappelons que la fissuration à la solidification diminue avec une baisse des contraintes mécaniques mais augmente avec la taille de la zone pâteuse.

- Il est également possible que la modification du champ thermique ne soit pas suffisante pour diminuer les contraintes mécaniques. Nous avons en effet observé que la diminution du gradient transversal était limitée avec la source auxiliaire de diamètre $\phi_L = 500 \mu\text{m}$. Il est possible qu'une zone plus étendue autour du bain de fusion ait besoin d'être chauffée pour diminuer substantiellement les contraintes mécaniques.
- Enfin, il est possible que le chauffage du substrat par la source secondaire s'étende sur une zone suffisamment large, mais qu'il soit trop superficiel pour diminuer les contraintes exercées sur le bain de fusion, comme évoqué en section 5.3.4.

Il est difficile de statuer entre ces explications sans une simulation thermomécanique du procédé. La poursuite du travail initié avec le CEMEF en ce sens semble indispensable pour mieux comprendre l'impact du champ thermique sur la fissuration à la solidification et ainsi guider la conception d'une source de chauffage coaxial optimale.

5.5 Voie 2 - Chauffage global et traitement de relaxation *in situ*

En fin de thèse, nous avons eu l'idée d'expérimenter un chauffage uniforme d'une couche de fabrication, voire d'une pièce, à l'aide d'un balayage dit de *chauffage global*. L'idée a germé suite au constat qu'une seconde source laser coaxiale d'un diamètre de $500 \mu\text{m}$ n'était peut-être pas assez large pour diminuer les contraintes. Un détensionnement par couche avec une source surfacique par diodes s'est montré efficace dans les travaux de Roehling et al. (2019). Il n'existe pas encore de démonstration en LBM d'un chauffage uniforme substantiel avec le balayage d'un faisceau laser. Cette voie nous semble intéressante.

Il nous a été possible d'expérimenter la voie d'un préchauffage global jusqu'à une démonstration de principe. Une étude approfondie fera partie des perspectives de ces travaux de thèse.

5.5.1 Pertinence et possibilité d'un chauffage uniforme

Dans les travaux de Roehling et al. (2019), un chauffage uniforme de la dernière couche de fabrication par un système de diodes — sur un banc expérimental — a permis de réduire les contraintes résiduelles d'un acier 316L de 90% (voir section 5.1.2). Cette réduction est comparable à celle d'un traitement thermique. Le caractère uniforme du chauffage est un avantage certain pour diminuer le niveau de contraintes résiduelles, alors qu'un gradient thermique bien plus important subsiste lors d'un chauffage localisé. De plus, une irradiation de la dernière couche de fabrication est particulièrement pertinente car elle est souvent la couche la plus contrainte mécaniquement (cf. chapitre 1). Dans les travaux de Roehling et al. (2019), le chauffage intervient soit simultanément, soit postérieurement à la solidification. Un chauffage global de la pièce évoque le procédé EBM.

À quel point est-il possible de chauffer une pièce uniformément en LBM, avec un balayage d'un faisceau ponctuel? Zimmermann et al. (2016) ont tenté de répondre à cette question par le préchauffage global d'éprouvettes en acier 316L, avec une vitesse de balayage jusqu'à $v_L = 9000 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, un diamètre de faisceau de $90 \mu\text{m}$ et un écart vecteur jusqu'à $180 \mu\text{m}$. Ils indiquent qu'une puissance maximale $P_L = 50 \text{ W}$ est nécessaire pour éviter l'évaporation du matériau, mais ne précisent pas le nombre de balayages successifs. Dans leur étude, il n'y a pas d'information sur la température atteinte au sein de la pièce. Ils jugent l'efficacité du chauffage à la déformation d'éprouvettes après la découpe du plateau. Le préchauffage global réalisé par Zimmermann et al. (2016) ne permet pas de diminuer la déformation des éprouvettes : son apport n'est donc pas démontré.

Néanmoins, il nous semble que des conditions plus optimales peuvent être utilisées pour chauffer uniformément une couche de fabrication ou une pièce. Premièrement, l'emploi d'un faisceau avec un diamètre maximal de $500 \mu\text{m}$ permet d'apporter plus d'énergie sans fondre la matière. Deuxièmement, un écart vecteur plus grand pourrait être utilisé, pour balayer plus rapidement la surface. Enfin, un nombre n de balayages successifs constitue une troisième variable pour ajuster les modalités du chauffage en fonction de l'objectif recherché.

5.5.2 Stratégie de balayage pour un chauffage uniforme

L'efficacité d'un balayage laser destiné à chauffer uniformément une pièce réside dans la capacité à apporter une puissance la plus élevée possible², la mieux répartie possible, sans pour autant fondre la matière. La fusion de la matière peut être reliée en première approche à la densité d'énergie incidente maximale, sur l'axe du trajet du faisceau. Pour un faisceau gaussien, la densité d'énergie incidente maximale E_{max} (en $\text{J} \cdot \text{mm}^{-2}$) est donnée par :

$$E_{max} = \frac{1}{v_L} \int_{-\infty}^{\infty} I(r) dr = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{P_L}{r_L v_L} \quad (5.6)$$

où $I(r)$ est la densité surfacique de puissance incidente, définie en équation 1.9. La densité d'énergie incidente maximale peut être reliée à la quantité VED (*volume energy density*) couramment utilisée (Gunenthiram, 2018) :

$$E_{max} = r_L \sqrt{2\pi} \times \text{VED}, \text{ avec } \text{VED} = \frac{P_L}{\pi r_L^2 v_L} \quad (5.7)$$

Le tableau 5.3 indique les valeurs de VED et de E_{max} pour les paramètres de fusion de référence de notre étude, pour les paramètres de chauffage utilisés par Zimmermann et al. (2016) et pour les paramètres de chauffage envisagés. Grâce à l'élargissement du faisceau d'un facteur 5, un chauffage avec une puissance 8 fois plus élevée est possible, tout en maintenant au centre du faisceau une densité d'énergie moins de 2 fois plus élevée que celle de Zimmermann et al. (2016). Un faisceau large est donc un atout certain pour chauffer une pièce de manière uniforme tout en évitant une fusion de la matière par le faisceau de chauffage.

Ensuite, le balayage doit permettre de répartir au mieux l'énergie sur la surface à chauffer. Pour cela, nous avons choisi un écart vecteur de 1 mm , soit un ordre de

2. Soit une énergie la plus élevée possible, pour un temps de chauffage donné.

| | Fusion | Zimmermann | Chauffage |
|---|---|---|--|
| Paramètres | $P_L = 230 \text{ W}$ $v_L = 960 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ $\phi_L = 100 \mu\text{m}$ $e_V = 0,105 \text{ mm}$ | $P_L = 50 \text{ W}$ $v_L = 9000 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ $\phi_L = 90 \mu\text{m}$ $e_V = 0,18 \text{ mm}$ | $P_L = 400 \text{ W}$ $v_L = 7000 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ $\phi_L = 500 \mu\text{m}$ $e_V = 1 \text{ mm}$ |
| VED ($\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$) | 95 | 2,7 | 0,9 |
| E_{max} ($\text{J} \cdot \text{mm}^{-2}$) | 3,8 | 1,0 | 1,8 |
| $t_{balayage}(10 \times 10 \text{ mm}^2)$ | 0,95 | 0,06 | 0,014 |

Tableau 5.3 – Paramètres d’un balayage de fusion et d’un balayage de chauffage. La colonne *fusion* désigne les paramètres de fusion de référence dans notre étude. Les colonnes *Zimmermann* et *Chauffage* désignent respectivement les paramètres de chauffage utilisés par Zimmermann et al. (2016) pour un balayage de chauffage et les paramètres envisagés dans notre étude. La densité d’énergie incidente maximale E_{max} de chaque jeu de paramètres ainsi que le temps de balayage d’un carré de $10 \times 10 \text{ mm}^2$.

grandeur au-dessus des valeurs typiques de l’écart vecteur en LBM. Pour un cube de côté $a = 10 \text{ mm}^2$, le temps d’un balayage bidirectionnel vaut $t_{balayage}(10 \times 10 \text{ mm}) = a^2/(v_L e_V)$, en négligeant les accélérations et les décélérations du faisceau. Avec les paramètres choisis, une itération du balayage dure $1,4 \times 10^{-2} \text{ s}$, contre $0,95 \text{ s}$ pour un balayage de fusion.

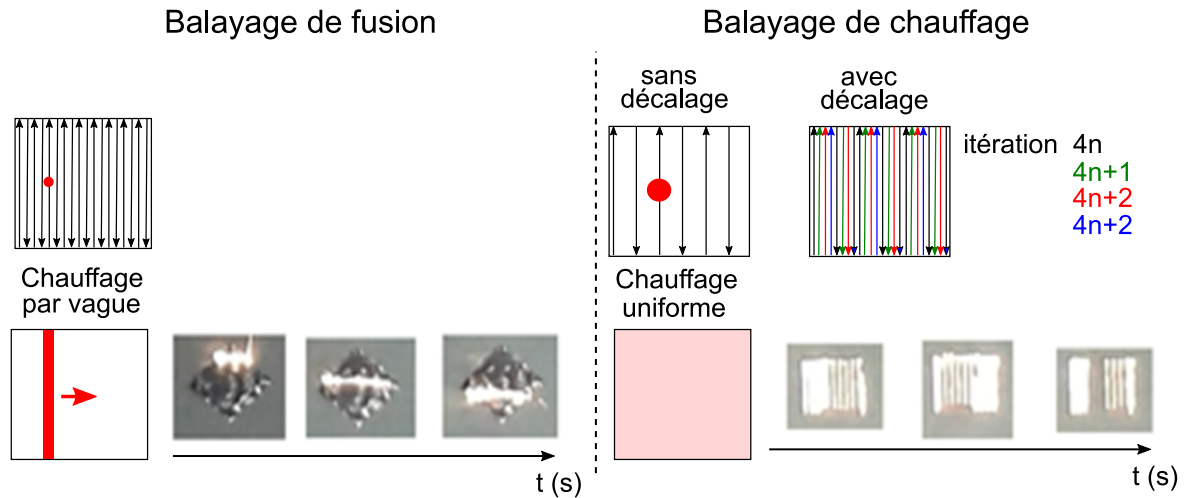


Figure 5.23 – Balayage de fusion et de chauffage : trajectoires du faisceau laser, représentation schématique du champ de température résultant et photographies d’une surface de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ balayée sur une plaque en IN625.

La figure 5.23 représente schématiquement les trajectoires du faisceau laser lors d’un balayage de fusion et d’un balayage de chauffage ainsi que les champs thermiques résultants. Dans le cas d’un balayage de fusion, une vague de chaleur se propage de bout en bout de la surface balayée. Cette vague de chaleur est illustrée avec trois photos successives prises à $0,3 \text{ s}$ d’intervalle. Avec un balayage de chauffage, la surface est irradiée par de multiples itérations du balayage, à raison de 60 balayages par seconde environ. Au bout de quelques secondes, la source de chaleur est équivalente à une source de chaleur homogène. En effet, le temps caractéristique de diffusion est de l’ordre de $t_{diff} = e_V^2/\alpha \sim 0,4 \text{ s}$, avec $\alpha \sim 2,5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ la diffusivité thermique. Pour un temps de balayage de quelques secondes, la température a donc le temps de s’homogénéiser au sein de la couche de fabrication.

Il est possible de répartir encore mieux l'apport de chaleur avec un balayage en quatre temps. À chaque itération du balayage, les vecteurs de consigne de la trajectoire du faisceau sont décalés de $0.5e_V$, puis $0.25e_V$, puis $0.75e_V$. Nous avons constaté que cette variante permettait d'augmenter la puissance de chauffage, sans observer d'éjection de matière à travers le hublot de la machine, signe d'une fusion de la matière. Cette variante limite donc les risques de fondre la matière par un balayage trop fréquent au même endroit.

5.5.3 Modalité du chauffage

Après une réflexion sur les paramètres du balayage de chauffage, nous pouvons envisager différentes manières de chauffer une pièce (figure 5.24) :

1. Chauffage par couche : chaque couche de fabrication est chauffée uniformément. Le chauffage peut avoir lieu simultanément au balayage de fusion, pour limiter les contraintes mécaniques au cours de la fabrication. Il peut aussi avoir lieu après le balayage de fusion, pour relaxer les contraintes résiduelles.
2. Chauffage par zone : une zone soumise à des contraintes résiduelles élevées est chauffée, pour relaxer les contraintes. La température et la profondeur de la zone chauffée peuvent être ajustées par la puissance et le temps de chauffage. L'épaisseur de la zone chauffée peut varier de quelques couches à quelques centimètres.
3. Chauffage global : la pièce est chauffée dans sa globalité, en fin de fabrication.

Nous avons tenté un chauffage de détensionnement en fin de fabrication, pour éviter la fissuration lors du traitement thermique. Étant donné le temps limité en fin de thèse, nous sommes partis d'éprouvettes *pince à linge* précédemment fabriquées. Un jeu d'éprouvettes déjà réalisées a été déposé sur une plaque en IN625 et placé dans la machine. Ce traitement revient à chauffer des pièces en fin de fabrication après dépoudrage. L'absence de poudre donne l'avantage de visualiser le chauffage de la pièce.

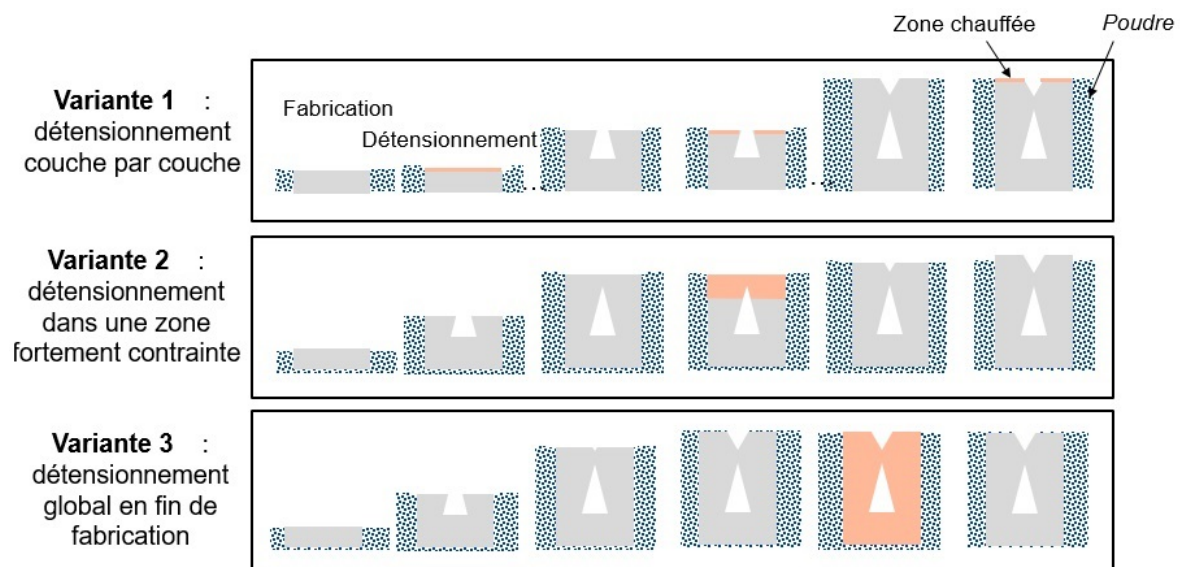


Figure 5.24 – Différentes modalités d'un chauffage uniforme pour la relaxation *in situ* des contraintes résiduelles.

La figure 5.25 est une démonstration d'un cycle de chauffage et de refroidissement qu'il est possible d'imposer grâce au balayage de chauffage. Une puissance de chauffage de 800 W a été imposée pendant 30 s, avec 2 000 balayages successifs. Une telle puissance a nécessité l'emploi des deux faisceaux laser, dont la puissance maximale est de 400 W. Nous avons utilisé une stratégie de balayage bidirectionnelle, si bien que chaque faisceau laser est éteint la moitié du temps. La puissance effective totale n'est donc que de 400 W. Nous aurions ainsi pu atteindre le même résultat avec un seul faisceau et un balayage bidirectionnel.

Le couple puissance/temps de chauffage a permis d'élever la température de la zone à concentration de contraintes suffisamment pour qu'elle émette un rayonnement important dans le visible (métal rougeoyant). La température atteinte est sans doute de l'ordre de 1000 °C au moins. Il n'a pas été observé d'éjection de matière : cela signifie que le chauffage s'effectue à l'état solide. Lors de cette phase, la vitesse de chauffage est de l'ordre de $\dot{T} \sim 2000 \text{ °C/min}$, soit plus de 60 fois la vitesse de chauffage maximale dans un four de traitement thermique ($\dot{T} = 30 \text{ °C/min}$). Cette vitesse de chauffage est très faible par rapport à la vitesse de chauffage induite par le faisceau de fusion ($\dot{T} \sim 10^7 \text{ °C/min}$), mais très élevée devant la vitesse de chauffage lors du traitement thermique ($\dot{T} \sim 10^1 \text{ °C/min}$). Nous avons donc permis une vitesse de chauffage d'un ordre de grandeur intermédiaire, entre la fusion et le traitement thermique. Selon le cycle de démonstration, la phase de chauffage est suivie d'une phase de maintien (15 s à 500W), puis d'une phase de 15s à 150W pour un refroidissement contrôlé.

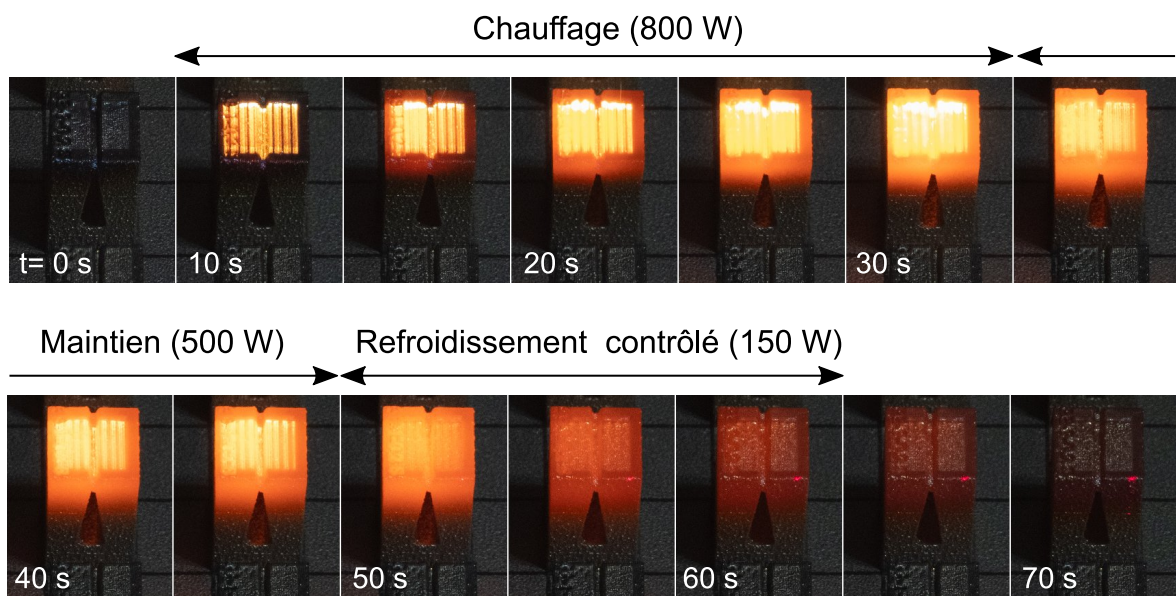


Figure 5.25 – Cycle de chauffage et de refroidissement d'une éprouvette *pince à linges* grâce à un balayage de chauffage.

La vitesse de chauffage permise par le préchauffage global est très intéressante pour relaxer les contraintes résiduelles élevées tout en évitant la précipitation de la phase γ' . En effet, il a été montré au chapitre 3 que la précipitation de la phase γ' en présence de contraintes résiduelles était la cause des microfissures. Nous avons aussi vu qu'un détensionnement à basse température, dans le four de traitement thermique, n'était pas possible. Avec un chauffage rapide, tel que celui réalisé avec le balayage de chauffage, il sera probablement possible d'atteindre une plage de température adéquate pour la relaxation des contraintes, avant de former des précipités γ' , comme illustré en figure 5.26(a). Idéalement, le détensionnement devrait avoir lieu à une température

proche du solvus $T_{\gamma'}$, voire au-dessus. Après la relaxation des contraintes résiduelles, la précipitation de la phase γ' , au cours du refroidissement, n'est plus dommageable pour le matériau.

Les premiers essais démontrent la capacité du balayage de chauffage à imposer à une portion de pièce des cycles thermiques particulièrement intéressants. Nous pouvons parler d'un traitement de relaxation *in situ* dans la machine de fabrication.

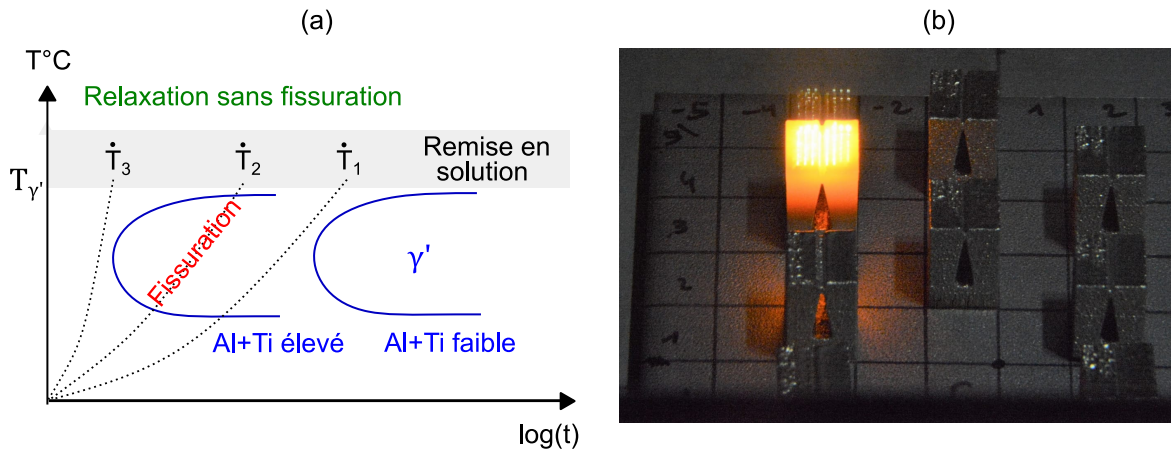


Figure 5.26 – Chauffage à 800 W (400 W effectif) pendant 60s : (a) représentation schématique de l'intérêt d'un chauffage rapide pour supprimer la fissuration lors du traitement thermique ; (b) état de la pièce en fin de chauffage, observé à travers le hublot de la machine.

5.5.4 Démonstration de principe d'un détensionnement *in situ*

Nous avons évalué l'intérêt d'un cycle de relaxation des contraintes pour supprimer la fissuration lors du traitement thermique de l'Inconel 738. Des conditions de chauffage plus simples ont été choisies : la condition 1 consiste en un chauffage à 800 W pendant 30s. La condition 2 consiste en un chauffage à 800 W pendant 60s. La condition 1 se rapproche d'un chauffage localisé dans la zone à concentration de contraintes, tandis que la condition 2 se rapproche d'un chauffage global de la pièce. La figure 5.26(b) montre l'état de la pièce à la fin du chauffage dans la condition 2.

Après le traitement de relaxation *in situ*, les éprouvettes ont été traitées thermiquement dans le four, conformément au protocole décrit au chapitre 3. Une température d'arrêt $T_{stop} = 1150\text{ °C}$ a été utilisée. La fissuration des éprouvettes est comparée aux résultats obtenus au chapitre 3, en figure 5.27. Avec la condition 1, le taux de fissuration de l'éprouvette est de 15%, contre 55% sans le traitement de relaxation *in situ*. Avec la condition 2, le taux de fissuration est descendu jusqu'à 5%. Ces taux de fissuration sont clairement en deçà de la plage de dispersion du taux de fissuration sans traitement de relaxation *in situ*. L'influence du traitement de relaxation *in situ* sur la diminution de la fissuration après le traitement thermique dans le four semble donc de premier ordre.

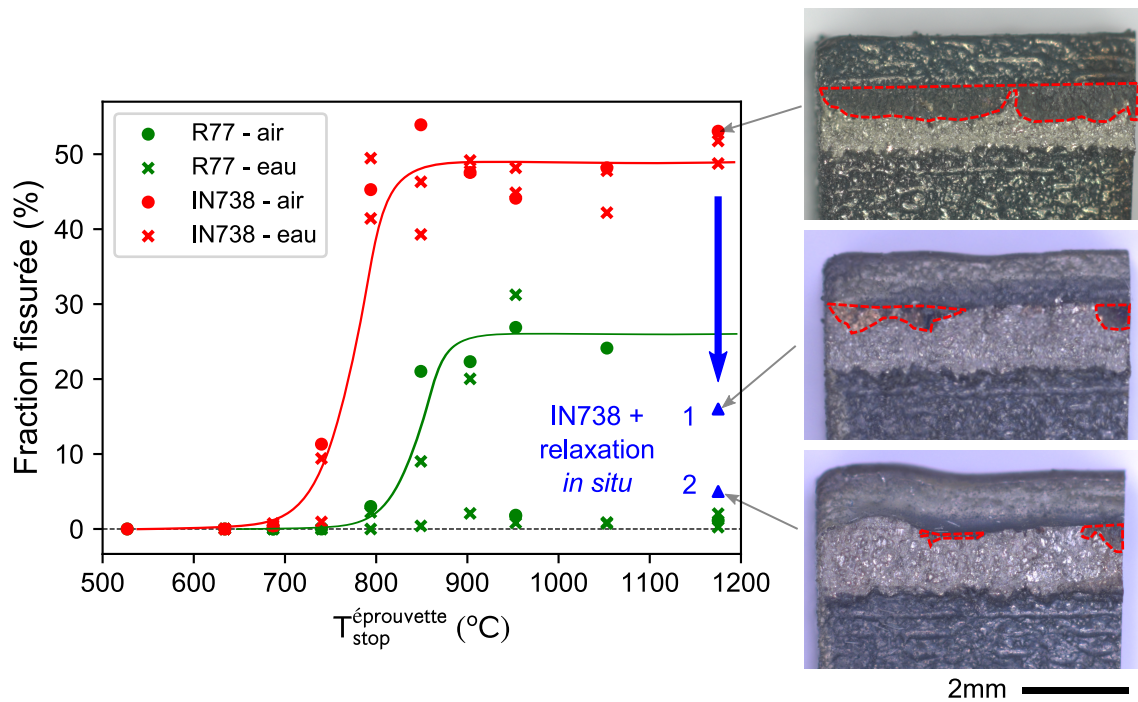


Figure 5.27 – Effet d’un traitement de relaxation *in situ* sur le taux de fissuration d’une éprouvette *pince à linge* en Inconel 738.

Nous rappelons que la fissuration de l’éprouvette ne préfigure pas forcément de la fissuration de pièces industrielles. L’éprouvette *pince à linge* comporte volontairement une concentration importante de contraintes. Les éprouvettes en René 77 présentent ainsi un taux de fissuration de l’ordre de 25% (sans le traitement de relaxation *in situ*), alors que des pièces industrielles ont pu être fabriquées sans fissure avec ce matériau. L’obtention d’un taux de fissuration inférieur à 25% avec l’Inconel 738 est donc un résultat très encourageant.

Les contraintes résiduelles après le traitement de relaxation *in situ* ont été mesurées par DRX, au point B de l’éprouvette. Le point B et le repère des mesures ont été définis en figure 3.6. Les mesures ont été réalisées en surface, ainsi qu’à une profondeur de 0,5 mm et 5 mm, à raison de trois mesures par condition de traitement de relaxation *in situ* et par profondeur. Les mêmes mesures ont également été répétées sur trois éprouvettes brutes de LBM.

La figure 5.28 présente le profil des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} en fonction de la profondeur. Nous notons que le profil de contraintes des éprouvettes brutes de LBM diffère assez significativement du profil mesuré au chapitre 3. Au lieu d’être constante à 600 MPa dans les premiers 0,5 mm de profondeur, la contrainte σ_{yy} vaut 800 MPa en surface, puis descend jusqu’à 300 MPa à une profondeur de 0,5 mm. Cette différence n’a pas pu être expliquée. Il faudrait réitérer les mesures sur d’autres éprouvettes pour en déterminer la cause.

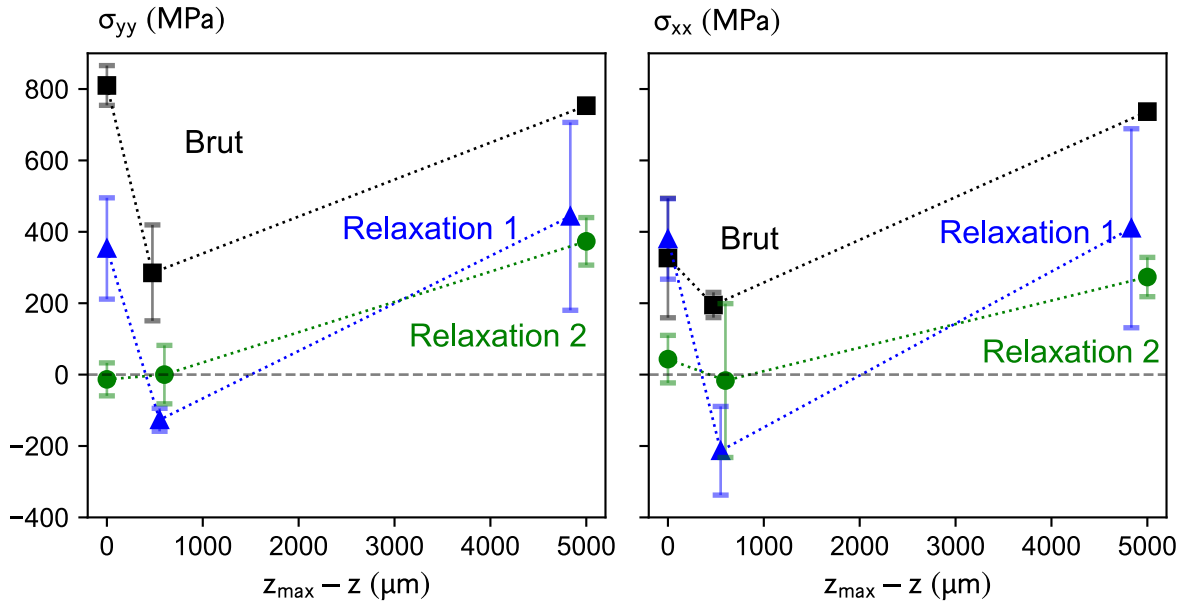


Figure 5.28 – Profils de contraintes résiduelles (DRX) au point B (voir figure 3.6) de l'éprouvette *pince à linge* brute de LBM et après les traitements de relaxation *in situ* 1 (400 W effectifs pendant 30s) et 2 (400 W effectifs pendant 60s).

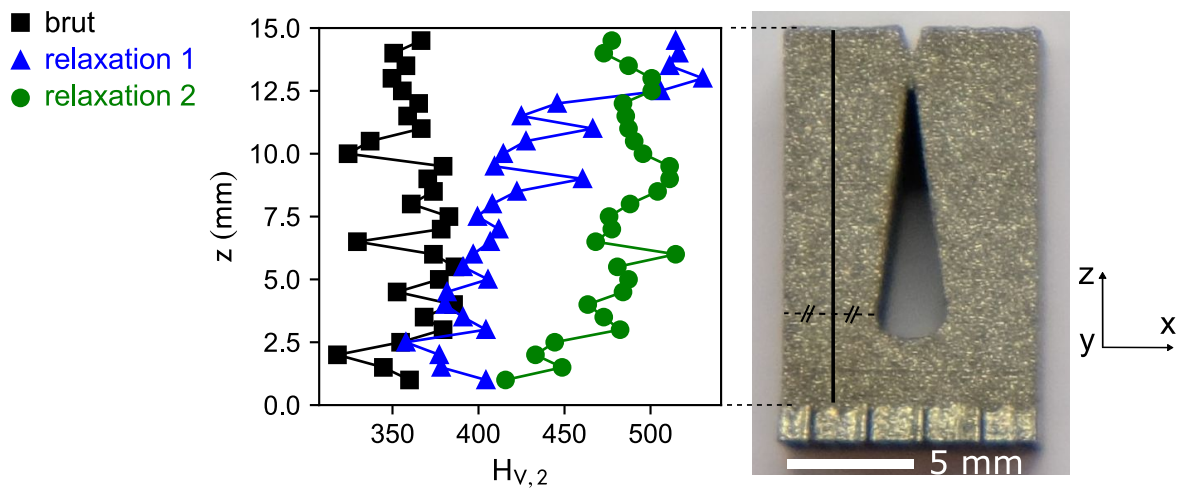


Figure 5.29 – Profils de microdureté $H_{V,2}$ d'éprouvettes *pinces à linge* après les traitements de relaxation *in situ* 1 (400 W effectifs pendant 30s) et 2 (400 W effectifs pendant 60s). Le profil a été réalisé sur une section médiane de l'éprouvette, sur une ligne au centre d'un des deux piliers.

Les mesures DRX montrent une diminution significative des contraintes avec les traitements de relaxation *in situ*. Avec le traitement de relaxation *in situ* 1 (400 W effectifs pendant 30s), la contrainte de surface σ_{yy} est divisée par deux, alors que celle à 0,5 mm est légèrement négative. L'existence de zones en traction et en compression autour de la zone chauffée, puis refroidie, n'est pas étonnante. Des répartitions des contraintes similaires sont fréquentes en soudage, comme illustré en figure 1.24. Après le traitement de relaxation *in situ* 2 (400 W effectifs pendant 60s), la contrainte de surface et la contrainte à 0,5 mm de profondeur sont toutes les deux nulles. Nous remarquons qu'à une profondeur de 5 mm, le niveau de contrainte reste inchangé. Le traitement de relaxation *in situ* a donc permis une diminution des contraintes à l'endroit où elles étaient les plus élevées. Une telle diminution explique la forte baisse du taux de fissuration dans le four de traitement thermique.

La figure 5.29 présente le profil de microdureté $H_{V,2}$ des éprouvette *pincées à linge* après les traitements de relaxation 1 et 2. Les profils ont été mesurés sur une section médiane, sur une ligne verticale au centre d'un des piliers de l'éprouvette (voir figure). La dureté de l'éprouvette brute de LBM sans relaxation *in situ* est relativement homogène dans la hauteur, autour de $350H_{V,2}$, en adéquation avec les mesures du chapitre 3. Certaines fluctuations de la dureté correspondent à des empreintes réalisées à proximité d'une microfissure. Après le traitement de relaxation 1 (400 W effectifs pendant 30s), la dureté est peu modifiée dans la partie basse de l'éprouvette, mais augmente au-dessus de $500H_{V,2}$ dans la partie haute. Cette dureté est proche de la dureté maximale observée lors du chauffage du traitement thermique conventionnel dans le four ($540H_{V,2}$, voir figure 3.19). Le durcissement après le traitement de relaxation *in situ* est le signe d'une précipitation γ' significative. Si le durcissement est cantonné à la partie haute de l'éprouvette pour le traitement de relaxation 1, il a lieu dans une majeure partie de l'éprouvette après le traitement de relaxation 2 (400 W effectifs pendant 60s). Un balayage pendant 60s induit un chauffage plus uniforme de l'éprouvette, conduisant certainement à une précipitation également plus uniforme, à l'exception des 3 mm inférieurs. En haut de l'éprouvette, le durcissement est légèrement plus faible que lors du traitement de relaxation 1. Il est possible que la fraction de précipités γ' en haut de l'éprouvette soit plus faible après le traitement de relaxation 2 qu'après le traitement 1, en raison d'un chauffage jusqu'à une température proche du solvus $T_{\gamma'}$. Il est également possible que les précipités γ' soient moins fins après le traitement de relaxation 2, en raison du temps de traitement plus élevé (début de mûrissement).

D'autres analyses seront nécessaires pour compléter cette première démonstration de principe. Notamment, une analyse métallurgique des éprouvettes (état de précipitation, signes de fusion en surface) sera utile. Nous remarquons d'ores et déjà que le chauffage dans la condition 2 est sans doute excessif. Nous avons en effet constaté une ondulation de la surface supérieure de l'entaille, visible sur la figure 5.28. Cette ondulation laisse penser que la matière était proche de l'état pâteux. Le cycle de chauffage gagnera certainement à être optimisé suite aux analyses métallurgiques.

5.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'effet d'un second laser de chauffage pour réduire la fissuration au cours du procédé. Deux voies ont été considérées : un préchauffage local, prévu initialement dans les travaux, puis un préchauffage global, expérimenté en fin de thèse.

Préchauffage local

Nous avons construit une méthodologie fondée sur l'instrumentation thermique pour étudier l'effet d'un laser coaxial de chauffage. Cette méthodologie a permis d'étudier la modification du champ thermique au voisinage du bain. Un laser de chauffage coaxial d'un rayon de 500 μm modifie principalement le gradient thermique longitudinal. Cependant, cette diminution du gradient est identique à celle issue d'une augmentation de puissance avec un faisceau de fusion seul. Nous avons montré que le gradient thermique transversal n'était que très faiblement diminué lors de la formation de draps et de cordons. La diminution du gradient transversal est limitée si l'on exige que le faisceau de chauffage ne fonde pas la poudre. Pour diminuer davantage le gradient thermique transversal, il faudrait un faisceau laser plus large avec une puissance plus élevée (par exemple $\bar{\phi}_L = 1 \text{ mm}$ et $\bar{P}_L = 200 \text{ W}$). La géométrie des cordons en présence d'une source de chauffage coaxiale a été étudiée. Nous avons montré que la source de chauffage augmente la consolidation de poudre et forme des cordons avec une partie apparente plus massive. Des mesures de la densité de fissures sur des draps indiquent qu'un faisceau laser coaxial d'un diamètre de 500 μm ne diminue pas la fissuration à la solidification. Nous avons évoqué deux causes possibles : (1) un effet prédominant de la taille de la zone pâteuse, (2) une modification insuffisante du champ thermique pour diminuer les contraintes exercées sur la zone pâteuse. Des calculs thermomécaniques du procédé seront nécessaires pour conclure.

Des perspectives se dégagent des travaux sur la double source coaxiale. Nous pourrions utiliser un faisceau de chauffage plus large ou avec une distribution d'énergie uniforme, afin de chauffer plus efficacement une zone plus large sans fondre la matière. Il serait également possible de décaler le faisceau de chauffage, soit vers l'arrière du bain, soit sur le côté du cordon qui n'est pas refondu par le cordon suivant. La méconnaissance du champ thermique optimal est sans doute le frein principal pour identifier la configuration idéale. Une prochaine étape pertinente serait de construire et valider un modèle thermomécanique de la fissuration à la solidification, pour guider la conception de sources de chaleur avancées ou multiples. D'un point de vue technologique, la difficulté à aligner les deux faisceaux est un verrou fort. Des pistes envisageables seraient d'utiliser le même chemin optique pour les deux faisceaux, d'asservir le second faisceau au premier ou de modifier la forme du faisceau (*beam shaping*).

Préchauffage global

En plus de l'utilisation coaxiale des deux faisceaux prévue à l'origine dans la thèse pour supprimer la fissuration à la solidification, nous avons initié une seconde voie. Il s'agit d'un chauffage global d'une couche de fabrication, voire d'une portion de pièce avec un balayage de chauffage. Avec un choix judicieux de paramètres, nous avons démontré qu'il est possible de chauffer rapidement une portion de pièce à l'état solide.

Un traitement de relaxation *in situ*, dans l'imprimante, a permis de réduire efficacement la fissuration ultérieure d'éprouvettes en Inconel 738 dans le four de traitement thermique, ce que ne permettait pas une relaxation dans le four. À la différence du balayage coaxial, le balayage de chauffage global ne nécessite pas de synchronisation des deux sources laser.

Cette seconde voie offre des perspectives très intéressantes. Le chauffage peut être effectué par couche, soit pendant la solidification afin de supprimer les microfissures, soit après la solidification pour détensionner la couche de fabrication. Un chauffage de détensionnement peut également être réalisé dans une zone spécifique d'une pièce. Il faudra réaliser des essais sur de plus grandes pièces, afin de démontrer la capacité à relaxer les contraintes de manière localisée sans engendrer de nouveau défaut (fusion, déformations excessives). Si cette étape est franchie, le balayage de chauffage pourrait devenir un nouveau moyen de relaxation des contraintes résiduelles *in situ* dans la machine LBM, quand une relaxation postérieure n'est pas possible. Pour un traitement de relaxation *in situ* de grandes pièces, il serait également intéressant de reproduire des cycles thermiques similaires, avec des sources de chaleur surfaciques, comme des diodes.

Conclusions et perspectives

Dans cette thèse, nous avons œuvré à la compréhension de la fissuration au cours du procédé de fusion laser, à laquelle sont sujets les superalliages base nickel à durcissement structural. Notre travail de recherche est orienté vers un objectif industriel : la mise en place de solutions pour mettre en forme par LBM des superalliages dotés d'une résistance élevée à haute température. Nous proposons ici une vue d'ensemble sur les résultats obtenus, ainsi que des perspectives de recherche et d'applications industrielles.

Mécanismes de fissuration et optimisation des paramètres de fabrication

Au chapitre 2, nous avons mis en évidence les mécanismes à l'origine des microfissures apparaissant lors de la solidification. L'originalité de notre approche a été de relier la fissuration (amorçage/propagation) aux bords de fusion, à leur forme et à leurs positions respectives. Cette approche complète celle retrouvée majoritairement dans les autres études sur le sujet : elles vont généralement plus loin dans la caractérisation métallurgique, mais ne mettent pas autant en avant le rôle joué par les bords de fusion. Une première étude statistique a eu pour objet de nous guider dans la recherche de tendances, révélant une microfissuration minimale pour des bords de fusion de petite taille avec un recouvrement élevé. Nous avons mis en exergue l'existence d'au moins quatre mécanismes contributeurs : une taille de zone pâteuse (1) et des contraintes mécaniques supérieures (2) pour des bords de grande taille, un effet bénéfique sur la fissuration d'une structure de grains fine (3) ainsi qu'un rôle bénéfique de la refusion de matière pour limiter la propagation des fissures (4). La compréhension de ces mécanismes permet d'optimiser les conditions de fabrication pour un alliage donné. Pour l'Inconel 738, les paramètres optimaux tendent toutefois vers les limites du procédé, avec la nécessité d'employer des couches de fabrication très fines.

Plusieurs perspectives de recherche s'ouvrent, suite à nos travaux sur les mécanismes d'amorçage et de propagation des microfissures. Une simulation thermomécanique à l'échelle du bord de fusion apparaît nécessaire pour établir un critère d'amorçage d'une microfissure. Ce travail a été initié en collaboration avec le CEMEF, avec la validation d'une simulation thermohydraulique à l'échelle du bord. L'identification d'un critère thermomécanique tel que celui exposé en équation 1.18 nécessitera de valider la prédiction de l'épaisseur de la zone pâteuse à l'arrière du bord, potentiellement grâce à une visualisation *in situ* par radiographie X. Pour préciser les conditions de propagation des fissures dans les différentes couches de fabrication, une prédiction de la structure de grains à l'échelle de la pièce est souhaitable, par exemple par automates cellulaires - éléments finis (*CAFE*). Ces deux directions de recherche sont certainement intéressantes pour améliorer la compréhension fondamentale des mécanismes. Elles permettront peut-être également de diminuer encore le risque de fissuration à composition chimique fixée, même si une suppression totale avec la composition de l'Inconel 738 et un faisceau laser unique semble difficile.

Pour étudier la fissuration lors du traitement thermique, nous avons établi un protocole s'inspirant des essais *auto-constraints* en soudage et d'une éprouvette conçue par Germain (2015). Ce protocole, ne trouvant pas d'équivalent publié en fabrication additive, a révélé les conditions de la fissuration lors du traitement thermique après la fabrication LBM. Lors du traitement de remise en solution, une fissure macroscopique peut apparaître progressivement au cours du chauffage, dans une zone fortement contrainte. Avec les éprouvettes technologiques utilisées, les fissures apparaissent autour de 700 °C pour l'Inconel 738 et autour de 800 °C pour le René 77. Le protocole a également permis une comparaison de la sensibilité des deux alliages : l'Inconel 738 est bien plus sensible à la fissuration lors du traitement thermique, avec une fraction de ligament fissurée de 50%, contre seulement 25% pour le René 77. Une suppression de ces fissures macroscopiques ne semble pas possible avec une optimisation du cycle de chauffage. Premièrement, la vitesse de chauffage dans le four de traitement thermique ne peut pas être augmentée suffisamment pour éviter la croissance d'une structure hyperfine de précipités γ' , à l'origine de la fissuration. Deuxièmement, un détensionnement du matériau à basse température n'est pas non plus possible. Lors d'un palier de température isotherme, la fissuration intervient dès 600 °C, température à laquelle la relaxation des contraintes est encore négligeable.

Une perspective se dégage de ces travaux, avec un intérêt fondamental aussi bien qu'applicatif. Après avoir révélé dans cette thèse les circonstances de la fissuration, il pourrait être envisagé de relier plus précisément le niveau de contraintes, l'état métallurgique du matériau (structure de grains, phases) et l'occurrence d'une fissure. Une adaptation des éprouvettes serait souhaitable, pour être en capacité de mesurer les contraintes en fond d'entaille avant le traitement thermique, voire pendant le traitement thermique grâce à une mesure *in situ*. Une mesure simultanée au traitement thermique semble ardue, au regard du temps de mesure par DRX (> 20 min) et du temps caractéristique de croissance de la fissure au cours du chauffage (< 20 min). D'un point de vue applicatif, un tel travail serait intéressant pour alimenter des modèles thermomécaniques afin de guider la conception de pièces industrielles.

Optimisation de la composition chimique des alliages

Aux chapitres 2 et 3, nous avons démontré que la sensibilité à la fissuration de l'Inconel 738 est supérieure à celle du René 77, tant lors de la solidification que du traitement thermique. Nous avons mis en évidence des pistes sérieuses pour expliquer la différence constatée entre les deux alliages. Si les deux matériaux comportent une même fraction de phase γ' , sa composition diffère : les précipités γ' de l'Inconel 738 sont moins riches en Al et sont plus riches en Ti, Ta, Nb. Cette différence de composition influe sur le comportement du matériau, tant lors de la solidification que lors du traitement thermique. Lors de la solidification, le Ti, le Ta et le Nb ségrègent plus fortement que l'Al dans la phase liquide. Par conséquent ces trois premiers éléments favorisent la subsistance d'un liquide ségrégré aux joints de grains en fin de solidification. Lors du traitement thermique, ces éléments favorisent un désaccord paramétrique plus élevé entre la matrice γ et les précipités γ' . Nous avons attribué au désaccord paramétrique un rôle dans la mise sous tension de la matrice lors de la croissance des précipités.

La fissuration à la solidification est intergranulaire, comme celle apparaissant lors du traitement thermique. Ces deux modes de fissuration dépendent donc des éléments chimiques présents au niveau des joints de grains. Pour la fissuration lors de la solidification, nous avons évoqué un rôle très probable des éléments traces, notamment du B et du Zr. Une influence néfaste de ces éléments, dont la ségrégation dans le liquide

est très élevée, est conforme à la littérature sur la fonderie et les procédés additifs. Ces deux éléments chimiques diminuent certainement la température de fin de solidification et le Zr disperse sans doute le liquide précurseur de l'eutectique γ/γ' au niveau des joints de grains. Lors du traitement thermique, les phases au niveau des joints affectent leur cohésion. Nous avons évoqué un rôle très probable des carbures $M_{23}C_6$. Ces carbures secondaires précipitent lors du chauffage et sont connus pour leur rôle fragilisant. Une teneur en C plus élevée dans l'Inconel expliquerait une cohésion possiblement plus faible des joints de grains. Par ailleurs, les microfissures présentes dans l'Inconel 738 sont très certainement néfastes, avec un rôle d'amorçage de fissures plus grandes lors du traitement thermique.

Ces pistes encouragent une poursuite des recherches sur l'influence de la composition chimique. L'originalité de notre travail est de prétendre tirer des conclusions sur l'influence de la composition chimique sans utiliser d'outil de caractérisation des phases de très petite taille ($<1\ \mu\text{m}$). Cela a été possible en croisant plusieurs modes d'analyse, en s'appuyant sur une étude de la solidification lente des alliages — par ATD — ainsi que sur la littérature. Pour la suite des travaux, l'emploi d'outils de caractérisation des phases fines comme le MET ou la sonde atomique, semble cependant incontournable. Une caractérisation de la micro (ou plutôt nano) ségrégation devra s'accompagner d'une construction d'un outil de modélisation thermodynamique et cinétique, afin de mieux caractériser la solidification rapide à l'œuvre dans le procédé LBM. Une caractérisation de l'apparition des carbures secondaires $M_{23}C_6$ lors du chauffage sera également utile. Une poursuite des recherches dans cette direction sera nécessaire pour mieux adapter la composition des alliages à la métallurgie spécifique du procédé.

L'optimisation de la composition chimique doit considérer deux objectifs : une bonne aptitude à la mise en forme ainsi que des propriétés mécaniques performantes à haute température. L'étude d'un plus grand nombre de compositions chimiques nécessaire pour séparer l'effet des différents éléments d'alliage. Il serait intéressant de profiter de la rapidité de fabrication permise par le procédé pour itérer de manière plus rapide entre des essais de mise en forme et des essais mécaniques. Une optimisation de la composition chimique pourra considérer différentes directions :

1. un choix judicieux de la composition des précipités γ' , offrant un bon compromis entre l'aptitude à la mise en forme et la stabilité des précipités à haute température ;
2. une *ingénierie des joints de grains* : il est très probable que la quantité de C dans les alliages ne soit pas optimale, tant pour la mise en forme que pour les propriétés mécaniques. La ségrégation de cet élément et la forme des joints de grains à renforcer sont très différentes par rapport au matériau mis en forme par fonderie. Une étude de la variation de la teneur en C semble judicieuse, à teneur égale pour les autres éléments chimiques ;
3. une meilleure compréhension du rôle des éléments traces. Leur ségrégation et leur influence sur la fin de la solidification rapide doivent être mieux comprises. Une telle compréhension sera nécessaire pour resserrer les fourchettes de spécification au juste besoin, pour améliorer l'aptitude à la mise en forme sans toutefois augmenter excessivement le coût d'élaboration des alliages.

Une fois les mécanismes spécifiques à la fusion laser bien cernés, des méthodes numériques pourront être employées pour optimiser la composition chimique, comme

pour les superalliages mis en forme par fonderie (voir par exemple l'étude de Menou, Rame, Desgranges, Ramstein, et Tancrét (2019)).

Contrôle de l'histoire thermique par une modification du procédé

La limite du procédé LBM avec une seule source laser semble atteinte pour les superalliages base nickel réfractaires. L'ajout d'une source laser auxiliaire pour modifier substantiellement le gradient thermique apparaît donc comme une évolution pertinente du procédé. Le cadrage initial de la thèse proposait d'utiliser une seconde source coaxiale avec une distribution de puissance gaussienne et un diamètre $\phi_L = 500 \mu\text{m}$. Nous avons construit une méthodologie pour évaluer l'influence d'une telle source sur le champ thermique et sur la formation du bain de fusion. Une consolidation plus importante de matière a été relevée avec l'utilisation d'une telle source. Cependant, nous n'avons pas noté de diminution de la quantité de microfissures à la solidification.

Plusieurs pistes apparaissent pour rendre plus efficace l'usage d'une seconde source coaxiale, pour éviter la fissuration. Il serait pertinent d'étudier un chauffage local avec une source plus large, ainsi qu'un positionnement sur le côté ou derrière la source principale. Pour identifier une configuration optimale, une meilleure caractérisation des conditions thermomécaniques de la microfissuration est nécessaire. Une simulation thermomécanique à l'échelle du bain permettrait de relier le champ thermique aux contraintes mécaniques dans la zone pâteuse, afin de déterminer le champ thermique idéal. Une telle simulation serait un outil efficace pour concevoir des sources de chaleur avancées ou multiples, adaptées aux matériaux sensibles à la fissuration.

En fin de thèse, une deuxième voie a été initiée pour modifier l'histoire thermique du matériau à l'aide d'une seconde source laser. Nous avons démontré la possibilité de chauffer uniformément et rapidement une portion de pièce, grâce à un balayage dit de *chauffage uniforme*. Sur des éprouvettes technologiques, nous avons démontré la capacité d'un tel chauffage à diminuer très significativement la fissuration lors du traitement thermique. Grâce à un chauffage rapide, la plage de température de relaxation des contraintes peut être atteinte avant la précipitation de la phase γ' , ce qui n'était pas possible dans un four de traitement thermique. Le chauffage de détensionnement peut également être réalisé régulièrement au cours de la fabrication pour éviter l'accumulation des contraintes, voire couche par couche, ce que ne permet pas un détensionnement postérieur à la fabrication.

Une telle voie représente une innovation significative sur le procédé. Elle offre la possibilité de fusionner partiellement les deux étapes conventionnelles de mise en forme par fusion laser (1) et de traitement thermique (2). Les contraintes résiduelles constituent l'un des inconvénients principaux du procédé LBM et engendrent des problématiques diverses sur de nombreux matériaux. Une relaxation des contraintes au cours de la fabrication permettrait d'éviter leur accumulation et ainsi d'éviter diverses difficultés : fissuration à chaud, fissuration à froid, déformations... D'un point de vue du matériau, le *traitement de relaxation in situ* représente un cycle de température à un taux de chauffage d'un ordre de grandeur intermédiaire, assurant ainsi une liaison entre le refroidissement très rapide lors de la fabrication et le chauffage lent lors du traitement thermique. Un traitement *in situ* des pièces semble être une voie prometteuse pour la mise en forme de superalliages réfractaires. Il faudra réaliser des essais sur des pièces, pour démontrer la capacité à chauffer une portion de pièce sensible à la fissuration. Pour de grandes pièces, des sources de chaleur surfaciques, telles que des nappes de

diodes, pourraient être particulièrement adaptées au chauffage de larges zones. Le développement de tels dispositifs et leur intégration à des machines LBM industrielles est une perspective intéressante.

Lors de ce travail de trois ans, nous avons construit différents leviers pour permettre la fabrication additive par fusion laser des superalliages adaptés aux très hautes températures. Notre étude participe à l'élargissement de la gamme des matériaux utilisables avec ce procédé de fabrication novateur.

Annexes

A.1 Caractéristiques de la machine Concept Laser M2

| Catégorie | Caractéristique | Concept Laser M2 Cusing - Gen 3 |
|---|--|---|
| Laser et balayage | Nombre de laser | 2 |
| | Type de laser | YAG - fibre (Yb) - 1070nm (marque IPG) |
| | Diamètre de faisceau | 50-500 μm (temps de réaction $\sim 1\text{ms}$) |
| | Puissance | 400W |
| | Vitesse de balayage | jusqu'à 7000 $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ |
| | Tête scanner Lentille | 2 miroirs Galvanométriques (Inteliscan 30) f-theta lens |
| Chambre de travail et système de mise en couche | Variation du diamètre de faisceau | Dynamic Focus (VarioScan40). |
| | Carte d'interface | 2 cartes RTC5 |
| | Enveloppe de travail | 250 x 250 x 280mm |
| | Système de mise en couche | Racleur (acier ou caoutchouc ou plastique) |
| Atmosphère et filtration des fumées | Granulométrie de poudre recommandée | 20 – 60 μm |
| | Épaisseur de couche recommandée | 20 – 80 μm |
| | Atmosphère | Température libre, sous argon |
| | Teneur en oxygène | 0.4% |
| Métrologie | Filtration fumées | Module de filtration amovible |
| | Melt pool monitoring | Système MeltPool |
| | Power bed monitoring Vue d'ensemble | Non Espace de logement d'une caméra thermique |

Tableau A.1 – Caractéristiques de la machine Concept Laser M2 Cusing (Gen3).

A.2 Paramètres de fabrication et propriétés des cordons et cubes

| v_L (mm · s ⁻¹) | P_L (W) | E_L (J · mm ⁻¹) | e_V (mm) | E_{vol} (J · mm ⁻³) | Cordon | Cube | Keyhole | Instabilités | D_{fiss} (mm ⁻¹) | T_{poro} (-) | TR (-) | S_{cub}^{bain} (mm ²) | ΔS_{cub}^{bain} (mm ²) | e_{cub}^{adv} (mm) | Δe_{cub}^{adv} (mm) | H_{cub}^{cnb} (mm) | ΔH_{cub}^{cnb} (mm) | H_{cub}^{ZH} (mm) | ΔH_{cub}^{ZH} (mm) | e_{cor}^{adv} (mm) | Δe_{cor}^{adv} (mm) | H_{cor}^{ZH} (mm) | ΔH_{cor}^{ZH} (mm) | H_{cor}^{ddv} (mm) | ΔH_{cor}^{ddv} (mm) | H_{cor}^{uvq} (mm) | ΔH_{cor}^{uvq} (mm) | S_{cor}^{bain} (mm ²) | ΔS_{cor}^{bain} (mm ²) | | | | | |
|-------------------------------|-----------|-------------------------------|------------|-----------------------------------|--------|------|---------|--------------|--------------------------------|----------------|----------|-------------------------------------|--|----------------------|-----------------------------|----------------------|-----------------------------|---------------------|----------------------------|----------------------|-----------------------------|---------------------|----------------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|-----------------------------|-------------------------------------|--|-------|------|--|--|--|
| 223 | 93 | 0,42 | 0,15 | 69 | x | x | | | 1,5 | 0,19 | 0,33 | 29332 | 28832 | 224 | 13 | 103 | 17 | 63 | 21 | 135 | 9 | 135 | 9 | 64 | 23 | 85 | 22 | 149 | 42 | 14665 | 3348 | | | |
| 246 | 216 | 0,88 | 0,155 | 143 | x | x | | | 0,83 | 0,6 | 0,14 | 8653 | 741 | 152 | 11 | 79 | 9 | 39 | 22 | 224 | 12 | 224 | 12 | 309 | 21 | 87 | 8 | 396 | 27 | 46530 | 4129 | | | |
| 300 | 140 | 0,47 | 0,120 | 97 | x | x | x | | 2,03 | 0,05 | 0,4 | 19458 | 2412 | 219 | 19 | 125 | 17 | 85 | 82 | 162 | 5 | 162 | 5 | 92 | 21 | 81 | 10 | 173 | 30 | 18891 | 3207 | | | |
| 300 | 90 | 0,3 | 0,13 | 58 | x | x | | | 2,42 | 0,28 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 315 | 116 | 0,37 | 0,13 | 70 | x | x | | | 3,42 | 0,58 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 360 | 230 | 0,64 | 0,195 | 82 | x | x | x | | 2,82 | 0,37 | 0,6 | 52804 | 3790 | 390 | 20 | 254 | 13 | 214 | 82 | 137 | 14 | 137 | 14 | 123 | 82 | 68 | 12 | 191 | 93 | 14958 | 3885 | | | |
| 360 | 230 | 0,64 | 0,175 | 91 | x | x | x | | 2,3 | 1,13 | 0,58 | 52735 | 3487 | 327 | 20 | 292 | 23 | 252 | 18 | 184 | 11 | 184 | 11 | 241 | 18 | 87 | 3 | 328 | 17 | 34074 | 1854 | | | |
| 360 | 230 | 0,64 | 0,135 | 117 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 360 | 85 | 0,24 | 0,090 | 64 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 360 | 85 | 0,24 | 0,08 | 73 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 360 | 85 | 0,24 | 0,07 | 86 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 360 | 85 | 0,24 | 0,06 | 102 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 380 | 85 | 0,22 | 0,09 | 61 | x | x | x | x | 0,31 | 2,42 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 384 | 264 | 0,69 | 0,175 | 98 | x | x | x | | 2,94 | 1,25 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 430 | 124 | 0,29 | 0,11 | 67 | x | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 453 | 384 | 0,85 | 0,145 | 146 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 499 | 311 | 0,62 | 0,125 | 124 | x | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 568 | 118 | 0,21 | 0,11 | 47 | x | x | x | | 0,86 | 0,44 | 0,36 | 10895 | 2305 | 171 | 10 | 96 | 18 | 56 | 17 | 105 | 10 | 105 | 10 | 36 | 17 | 65 | 20 | 101 | 18 | 7985 | 2393 | | | |
| 683 | 207 | 0,3 | 0,115 | 66 | x | x | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 729 | 338 | 0,46 | 0,155 | 75 | 1 | x | | | 1,5 | 0,02 | 0,58 | 58847 | 5570 | 368 | 19 | 245 | 10 | 205 | 7 | 148 | 15 | 148 | 15 | 191 | 7 | 77 | 2 | 268 | 6 | 25867 | 1650 | | | |

Tableau A.2 – Paramètres de fabrication et propriétés des cordons et cubes (1/2). Les paramètres sont classés par ordre croissant de la vitesse de balayage. Les caractéristiques géométriques des bords de fusion des cordons et des cubes sont repérées par les indications *cor* et *cub*.

A.3 Observations complémentaires de microfissures à la solidification

Les figures ci-dessous fournissent au lecteur intéressé des observations complémentaires des microfissures à la solidification, au sein de divers cubes en Inconel 738.

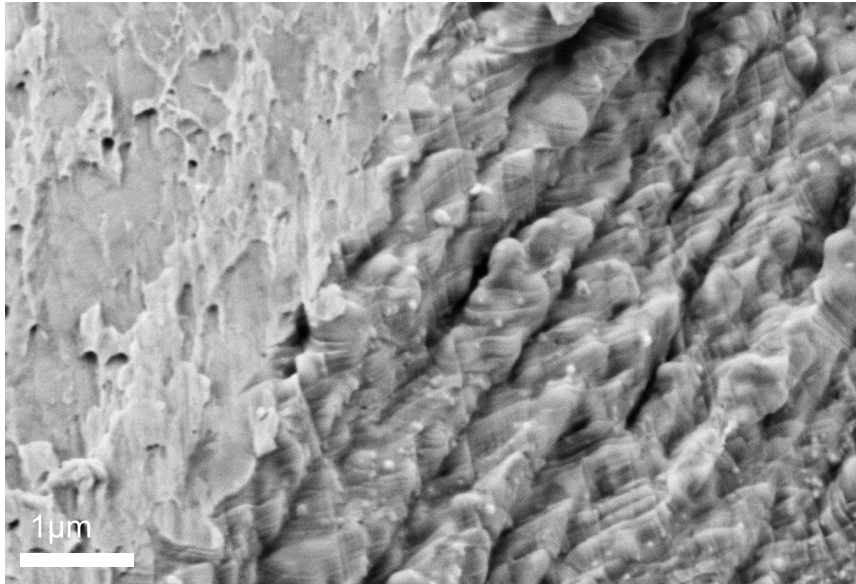


Figure A.1 – Faciès de rupture révélé par pliage jusqu'à rupture d'une fine lame de matière prélevée dans le cube $v_L960P_L230e_V105$ (1/2). La partie droite laisse apparaître la microstructure dendritique (faciès typique d'une fissuration à la solidification) tandis que la partie gauche correspond à la propagation de la fissure à l'état solide, lors du pliage. Conditions d'observation : MEB, capteur ES In-Lens.

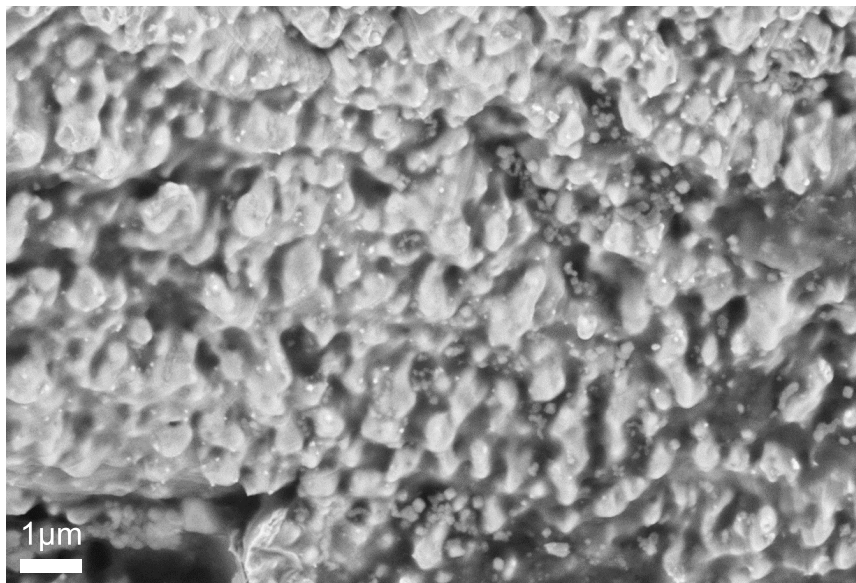


Figure A.2 – Faciès de rupture révélé par pliage jusqu'à rupture d'une fine lame de matière prélevée dans le cube $v_L960P_L230e_V105$ (2/2).

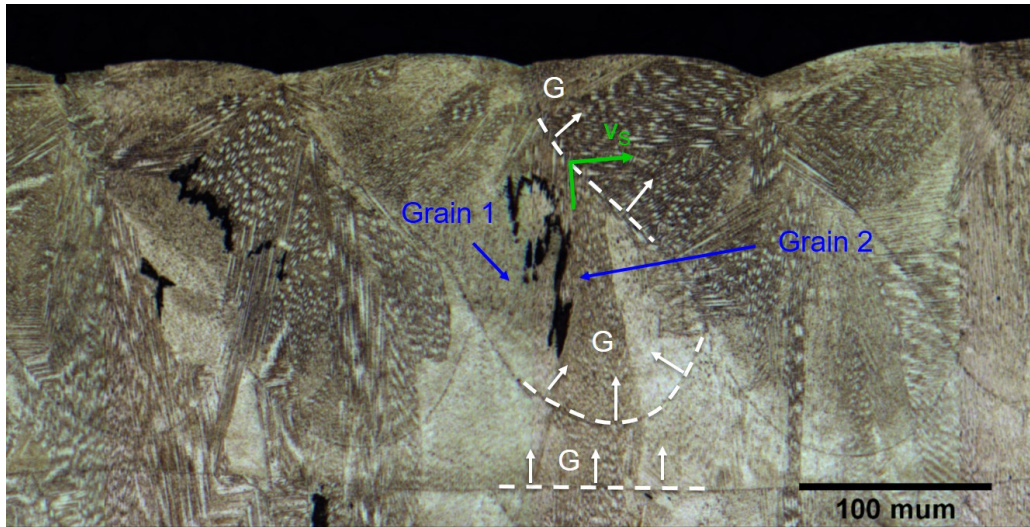


Figure A.3 – Vue au microscope optique d’une microfissure dans la dernière couche de fabrication du cube $v_L1000P_L370e_V120$. L’aspect tortueux de la fissure indique une surface de rupture parallèle au plan de coupe (cf. section 2.4.1), soit transverse par rapport aux cordons de la dernière couche de fabrication. Les conditions d’attaque chimique sont précisées en section 2.1.

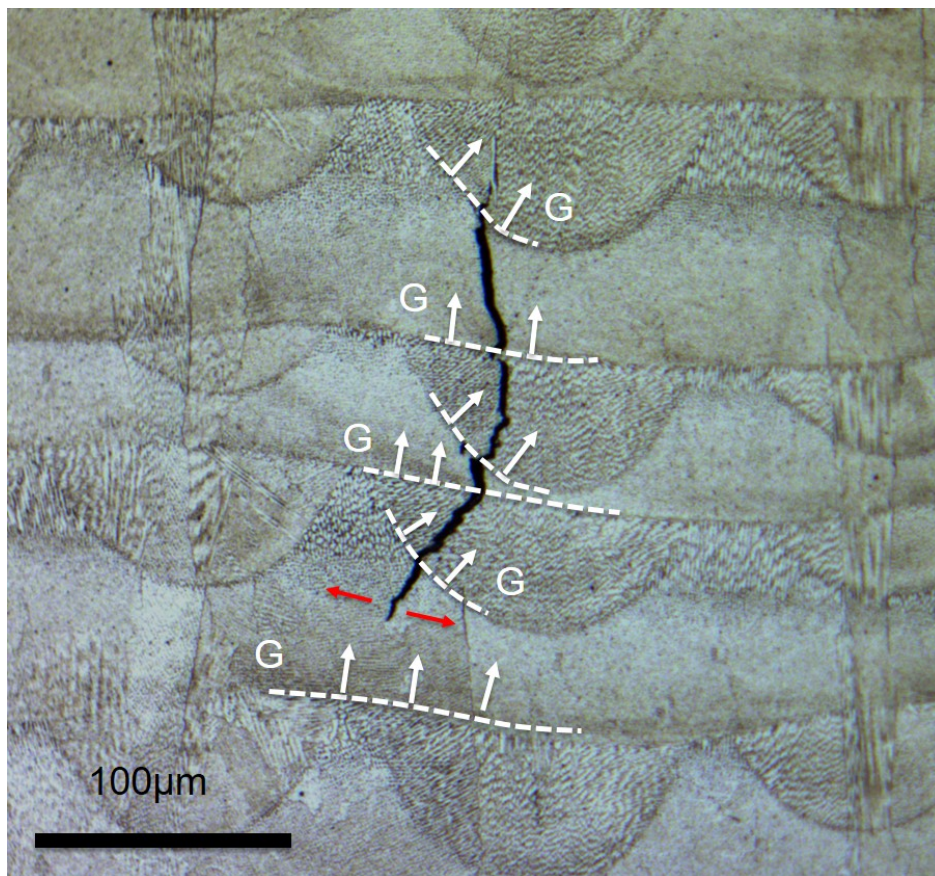


Figure A.4 – Vue au microscope optique d’une microfissure au sein du cube $v_L1000P_L370e_V135$. L’aspect rectiligne de la fissure indique une surface de rupture perpendiculaire au plan de coupe (cf. section 2.4.1), soit transverse par rapport au cordon dans lequel la fissure s’est amorcée (flèches rouges). Il est visible que la fissure suit, lors de sa propagation dans les différentes couches de fabrication, la direction du gradient local de température.

A.4 Calibration de l'ATD

Une calibration sur toute la plage de température nécessite d'employer plusieurs corps purs de température de fusion différentes (Al, Ni, ...). Nous nous sommes contentés dans cette étude d'une calibration avec le nickel pur, car la plage de température étudiée est proche du point de fusion du nickel. La fusion du matériau observée sur la courbe de chauffage à $5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ s'opère à $1453 \text{ }^\circ\text{C}$ (figure A.5), soit très proche de la valeur théorique de $1455 \text{ }^\circ\text{C}$. L'appareil est donc bien calibré en température.

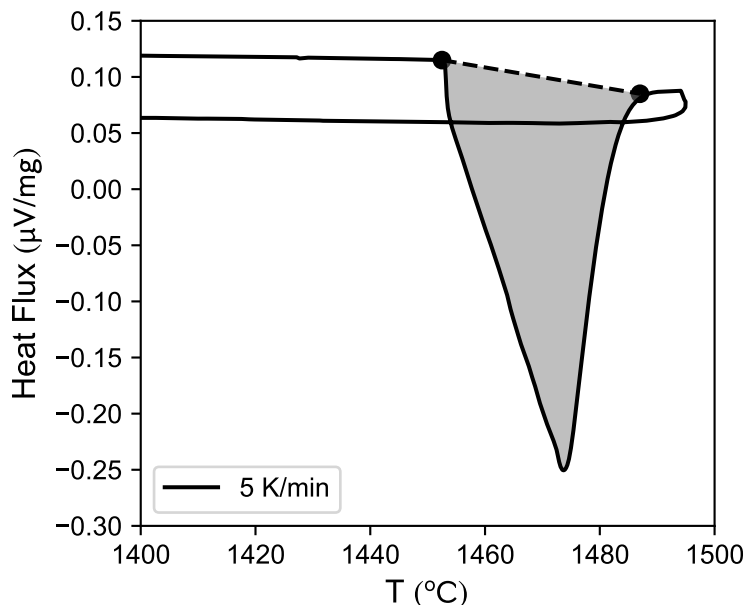


Figure A.5 – Signal ATD au chauffage d'un échantillon en nickel pur, utilisé pour la calibration en température.

Pour la calibration en énergie, nous avons utilisé une vitesse de chauffage de $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, identique à la vitesse de refroidissement pour laquelle les énergies de transformation ont été évaluées. La calibration en énergie des mesures ATD est destinée à faire le lien entre le flux mesuré par l'appareil et les énergies de transformation. L'aire du pic de fusion à $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ a été mesurée (équivalent de l'aire grise) pour l'échantillon de masse $m_{Ni} = 498,8 \text{ mg}$. La sensibilité S de l'appareil est alors évaluée :

$$S = \frac{\Delta h_{Ni}}{\frac{1}{m_{Ni}} \int_{T_1}^{T_2} s(T) dT} = \frac{\Delta h_{Ni}}{\int_{T_1}^{T_2} \tilde{s}(T) dT} \quad (8)$$

où $s(T)$ est le signal en μV et $\tilde{s}(T)$ le signal par unité de masse de l'échantillon en $\mu\text{V} \cdot \text{mg}^{-1}$ et Δh_{Ni} l'enthalpie de fusion du nickel. Avec $\Delta h_{Ni} = 0,298 \text{ J} \cdot \text{mg}^{-1}$ et une aire de fusion de $\int \tilde{s} = 4,6 \mu\text{V} \cdot \text{mg}^{-1}$, nous obtenons une sensibilité $S = 6,48 \times 10^{-2} \text{ J} \cdot \mu\text{V}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Pour un pic relevé sur un échantillon d'étude de masse m_{ech} , l'enthalpie de transformation massique Δh_{ech} s'exprime :

$$\Delta h_{ech} = \frac{S}{m_{ech}} \int_{T_1}^{T_2} s(T) dT = S \int_{T_1}^{T_2} \tilde{s}(T) dT \quad (9)$$

en $\text{J} \cdot \text{mg}^{-1}$. A une constante près, la chaleur spécifique apparente est donnée par :

$$c_P^{app} = \frac{dh_{ech}}{dT} = S \cdot \tilde{s} \quad (10)$$

A.5 Compositions chimiques des alliages

| m% | Ni | Cr | Co | Mo | W | Nb | Ta | Ti | Al | C | B | Zr | Hf | Fe |
|----------|------|------|-----|------|-----|-----|-----|------|------|------|-------|------|-----|----|
| R77 | Bal. | 14.6 | 15 | 4.2 | | | | 3.3 | 4.3 | 0.07 | 0.015 | 0.04 | | |
| IN738 LC | Bal. | 16 | 8.5 | 1.7 | 2.5 | 0.8 | 1.7 | 3.5 | 3.5 | 0.09 | 0.01 | 0.05 | | |
| R220 | Bal. | 18 | 12 | 3 | | 5 | 3 | 1 | 0.5 | 0.02 | 0.01 | | | |
| IN718 | Bal. | 19 | | 3 | | 5 | | 0.9 | 0.55 | 0.05 | 0.005 | | | 18 |
| Marm247 | Bal. | 8.2 | 10 | 0.6 | 10 | | 3 | 1 | 5.5 | 0.16 | 0.015 | 0.05 | 1.5 | |
| R41 | Bal. | 19 | 11 | 9.75 | | | | 3.15 | 1.65 | 0.09 | 0.005 | | | |
| CM247 LC | Bal. | 8 | 9 | 0.5 | 10 | | 3.2 | 0.7 | 5.6 | 0.07 | 0.015 | 0.01 | 1.4 | |
| R125 | Bal. | 9 | 10 | 2 | 7 | | 3.8 | 2.5 | 4.8 | 0.11 | 0.017 | 0.05 | 1.5 | |

Tableau A.4 – Compositions massiques de superalliages base nickel polycristallins.

| at% | Ni | Cr | Co | Mo | W | Nb | Ta | Ti | Al | C | B | Zr | Hf | Fe |
|----------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|-------|
| R77 | Bal. | 15.35 | 13.92 | 2.39 | | | | 3.77 | 9.67 | 0.32 | 0.08 | 0.02 | | |
| IN738 LC | Bal. | 17.31 | 8.11 | 1 | 0.76 | 0.48 | 0.53 | 4.11 | 8.1 | 0.42 | 0.05 | 0.03 | | |
| R220 | Bal. | 20.67 | 12.16 | 1.87 | | 3.21 | 0.99 | 1.25 | 1.23 | 0.1 | 0.06 | | | |
| IN718 | Bal. | 21.12 | | 1.81 | | 3.11 | | 1.09 | 1.31 | 0.24 | 0.03 | | | 18.63 |
| Marm247 | Bal. | 9.29 | 10 | 0.37 | 3.2 | | 0.98 | 1.23 | 13.33 | 0.78 | 0.08 | 0.03 | 0.5 | |
| R41 | Bal. | 21.02 | 10.74 | 5.84 | | | | 3.79 | 3.91 | 0.43 | 0.03 | | | |
| CM247 LC | Bal. | 9.09 | 9.03 | 0.31 | 3.21 | | 1.05 | 0.86 | 13.62 | 0.34 | 0.08 | 0.01 | 0.46 | |
| R125 | Bal. | 10.18 | 9.97 | 1.23 | 2.24 | | 1.23 | 3.07 | 11.61 | 0.54 | 0.09 | 0.03 | 0.49 | |

Tableau A.5 – Compositions atomiques de superalliages base nickel polycristallins.

A.6 Points de transformation de l'Inconel 738 et du René 77

| IN738 LC | | René 77 | |
|---------------------------------|------------------------------------|-----------------------|-------------------|
| | Source, condition | $T(^{\circ}\text{C})$ | Source, condition |
| Liquidus | ATD, -0K/min | 1340 | ATD - 0K |
| T_{liq} | TC, Équilibre | 1346 | TC, Équilibre |
| | TC, Scheil | 1346 | TC, Scheil |
| Solvus des carbures primaires | ATD, -0K/min | 1319 | ATD - 0K |
| T_{MC} | TC, Équilibre | 1323 | TC, Équilibre |
| | TC, Scheil | 1323 | TC, Scheil |
| Solidus (sens thermodynamique) | ATD, +10K/min | 1254 | ATD +10K |
| T_{sol} | TC, Équilibre | 1223 | TC, Équilibre |
| Eutectique | ATD, -0K/min | 1185 | ATD, -0K/min |
| $T_{eut, \gamma/\gamma'}$ | TC, Équilibre | - | TC, Équilibre |
| | TC, Scheil | 1181 | TC, Scheil |
| Solvus des précipités γ' | TC, Équilibre | 1140 | TC, Équilibre |
| $T_{\gamma'}$ | ATD, -10K/min | 1162 | ATD, -10K/min |
| | ATD, +10K/min | 1187 | ATD, +10K/min |
| | Messé et al. (2018) - DSC +10K/min | 1175 | |
| Solvus des borures | TC, Scheil | 895 | TC, Scheil |
| $T_{M_3B_2}$ | TC, Équilibre | - | TC, Équilibre |
| Solvus des carbures secondaires | TC, Équilibre | 946 | TC, Équilibre |
| $T_{M_{23}C_6}$ | Messé et al. (2018) - DSC +10K/min | 1050 | TC, Équilibre |

Tableau A.6 – Températures de transformation de l'Inconel 738 et du René 77 : TC désigne des calculs Thermocalc (base TCNI9) avec la composition nominale des alliages; pour les mesures DSC et ATD, la vitesse indiquée est positive pour des mesures au chauffage et négative pour des mesures au refroidissement. Une vitesse nulle signifie que la valeur du point de transformation a été prolongée à partir de mesures à 5, 10, 20 et 40 K · min⁻¹

A.7 Modèles de microporosité et fissuration à la solidification

Pertes de charges dans la zone pâteuse

Les critères de perte de charge du liquide dans la zone pâteuse sont principalement dérivés du critère de Niyama. Le critère de Niyama propose une description monodimensionnelle du flux de liquide dans la zone pâteuse (Niyama, 1982). Nous reprenons ici le développement proposé par Dantzig et Rappaz (2009).

Un flux de métal liquide est nécessaire pour compenser la contraction qui survient lors de la solidification. Les masses volumiques des phases liquide et solide sont notées ρ_l et ρ_s . En notant $\beta_{th} = (\rho_s - \rho_l)/\rho_l$ la contraction volumique relative et en appliquant la condition de conservation de matière à l'interface, il apparaît que le déplacement de l'interface à une vitesse v_S nécessite un flux de métal liquide à une vitesse $-\beta_{th}v_S$ (figure A.6) pour compenser la contraction.

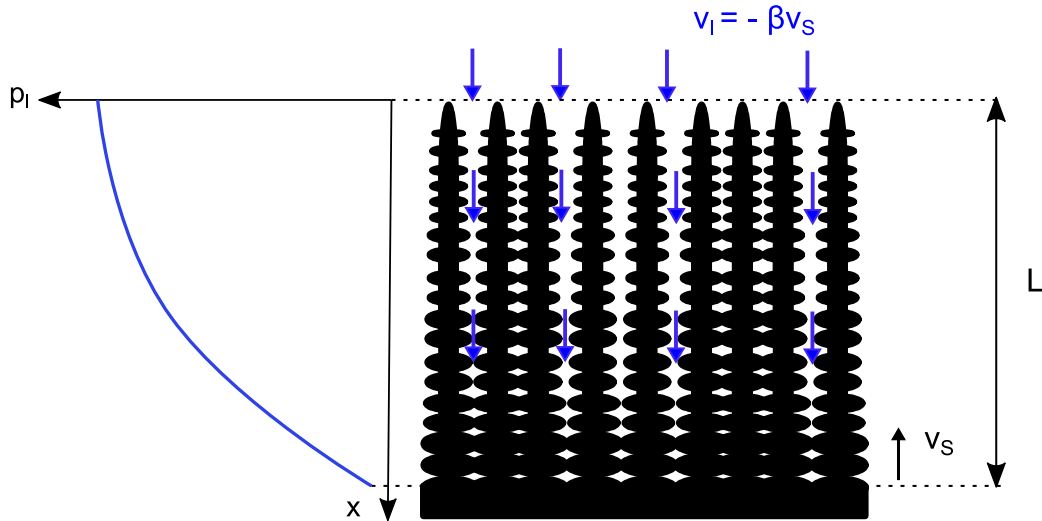


Figure A.6 – Schéma expliquant la chute de pression dans le métal liquide à son passage dans l'espace interdendritique.

Nous considérons le cas d'une solidification dirigée dans la direction e_x , avec une vitesse de déplacement des isothermes de v_S . La masse volumique ρ_l , la vitesse du liquide v_l et la fraction volumique de liquide f_l^v sont des fonctions de la coordonnée x . L'équation de conservation de la masse s'écrit dans ce cas :

$$\frac{\partial \langle \rho_0 \rangle}{\partial t} + \frac{\partial f_l^v \rho_l \langle v \rangle_{lx}}{\partial x} = 0, \quad (11)$$

soit, en se plaçant dans le repère lié à l'interface se déplaçant à vitesse v_S :

$$-v_S \frac{\partial \langle \rho_0 \rangle}{\partial x} + \frac{\partial f_l^v \rho_l \langle v \rangle_{lx}}{\partial z} = 0 \Rightarrow -v_S \langle \rho_0 \rangle + f_l^v \rho_l \langle v \rangle_{lx} = cst. \quad (12)$$

En supposant que la masse volumique du liquide et du solide à proximité de l'interface est constante, nous obtenons $\langle v \rangle_{lx} = -\beta_{th}v_S, \forall f_l^v$. Le résultat est intéressant : la vitesse du fluide est uniforme dans la zone pâteuse. Le principe du critère de Niyama est d'estimer la perte de pression dans le liquide, lors de son passage dans le milieu poreux qu'est la zone pâteuse. Un tel milieu est caractérisé par une perméabilité K , qui relie la vitesse à une perte de pression :

$$\frac{dp_l}{dx} = \frac{\mu_l}{K(x)} v_l(x) \quad (13)$$

où μ_l est la viscosité du métal liquide (en Pa · s). La perméabilité dépend de la fraction liquide : plus la fraction liquide est faible et plus la perméabilité est faible. La perte de charge totale dans la zone pâteuse $\Delta p_l^{\beta_{th}}$ liée à la contraction β_{th} du liquide dans la zone pâteuse, s'écrit donc :

$$\Delta p_l^{\beta_{th}} = v_S \beta_{th} \mu_l \int_0^L \frac{f_l^v(x)}{K(x)} dx \quad (14)$$

où L est la profondeur de la zone pâteuse. Rappaz, Drezet, et Gremaud (1999) ont développé un critère de fissuration à la solidification en intégrant les pertes de charges liées à la déformation du réseau dendritique, sous l'effet de contraintes mécaniques. Elles s'écrivent alors :

$$\Delta p_l = \Delta p_l^{\epsilon_s} + \Delta p_l^{\beta_{th}} = (1 + \beta_{th}) \int_0^L \frac{\dot{E}(x)}{K} dx + v_S \beta_{th} \mu_l \int_0^L \frac{f_l^v}{K} dx \quad (15)$$

où $\dot{E}(x)$ est le taux de déformation solide défini comme $\dot{E}(x) = \int_0^x f_s^v \dot{\epsilon}_{s,yy}$, $\dot{\epsilon}_{s,yy}$ est le taux de déformation solide dans la direction y et $f_s^v = 1 - f_l^v$ est la fraction volumique de la phase solide. Les pertes de charges ont alors deux contribution : la déformation du réseau solide (terme $\Delta p_l^{\epsilon_s}$) et flux de métal liquide dans l'espace interdendritique (terme $\Delta p_l^{\beta_{th}}$). Le modèle stipule qu'une fissure apparaît si la perte de charge totale dépasse une certaine valeur. Ainsi, les alliages sensibles à la microporosité sont également sensibles à la fissuration à la solidification.

Développement avec une perméabilité de type Carman-Kozeny

Carman-Kozeny a proposé une expression de la perméabilité de la zone pâteuse d'alliages métallique : $K(f_l^v) = (f_l^v)^3 / c (S_V^{sl})^2 \tau^2$, où c est une constante, S_V^{sl} est la surface spécifique de l'interface solide / liquide et où τ est la tortuosité de la zone pâteuse, qui caractérise le chemin moyen parcouru par une particule liquide pour aller d'un point à un autre. Avec l'estimation $c\tau^2 = 5(1 - f_l^v)^2$, on obtient :

$$K = \frac{(f_l^v)^3}{5 (S_V^{sl})^2 (1 - f_l^v)^2} \quad (16)$$

Le terme $\Delta p_l^{\beta_{th}}$ peut être développé en utilisant 16 et 14 :

$$\Delta p_l^{\beta_{th}} = 5 v_S \beta_{th} \mu_l (S_V^{sl})^2 \int_0^L \frac{(1 - f_l^v)^2}{(f_l^v)^2} dx \quad (17)$$

L'intégrale peut s'exprimer en fonction de la fraction volumique de solide :

$$dx = \frac{dT}{G} = \frac{1}{G} \frac{dT}{df_s^v} df_s^v \quad (18)$$

$$\Delta p_l^{\beta_{th}} = \frac{5 v_S \beta_{th} \mu_l (S_V^{sl})^2}{G} \int_0^1 \frac{(f_s^v)^2}{(1 - f_s^v)^2} \frac{dT}{df_s^v} df_s^v \quad (19)$$

Cette expression montre que la valeur de df_s^v/dT en fin de solidification ($f_s^v \rightarrow 1$) influe beaucoup sur les pertes de charges. Enfin, l'intégrale peut être exprimée en fonction de la température :

$$\Delta p_l^{\beta_{th}} = \frac{5v_S\beta_{th}\mu_l(S_V^{sl})^2}{G} \int_{T_s}^{T_l} \frac{(f_s^v)^2}{(1-f_s^v)^2} dT \quad (20)$$

Développement de Lecomte Beckers

Lecomte-Beckers (1988) calcule la pression du liquide en prenant en compte les pertes de charges ainsi que la pression métallostatique, ce qui a du sens dans le procédé de fonderie :

$$p_l = \rho_l g(h+x) - \Delta p_l^{\beta_{th}} \quad (21)$$

Une expression différente de la perméabilité est utilisée : $K(x) = c(f_l^v)^2(x)$, avec $c = 1/(24\pi n\tau^3)$, où n (en m^{-2}) est la densité surface de dendrites et τ la tortuosité de l'espace interdendritique.

$$\Delta p_l^{\beta_{th}} = \frac{\beta_{th}\mu_l v_S}{c} \int_0^x \frac{1}{f_l^v(x)} dx \quad (22)$$

L'auteur fait ensuite les approximations suivantes : $f_l^v(x) = 1 - \frac{x}{L}$ et

$$\int_0^x \frac{1}{f_l^v(x)} dx = \int_0^x \frac{1}{1-x/L} dx = -L \ln(1 - \frac{x}{L}) \approx L \cdot \frac{x}{L} \quad (23)$$

Nous remarquons que cette dernière approximation est fautive, car l'intégrale diverge quand $x = L$. Cela équivaut à dire qu'avec ce modèle, les pertes de charge tendent vers l'infini. Pour que l'intégrale converge, il faudrait une évolution du type $f_l^v = 1 - (x/L)^{1/2}$. Dans ce cas, les pertes de charges Δp_l sont multipliées par un facteur deux par rapport à l'expression de l'auteur. On continue néanmoins avec l'expression de l'auteur :

$$\Delta p_l^{\beta_{th}}(x=L) = \frac{\beta_{th}\mu_l v_S}{c} L \quad (24)$$

En injectant dans l'équation 21, on obtient que la pression reste positive partout dans la zone pâteuse si :

$$\Delta P^* = \frac{\beta_{th}\mu_l v_S}{c\rho_l g} L < h + L \quad (25)$$

P^* est homogène à une longueur. C'est la hauteur minimale de métal au-dessus de la zone pâteuse garantissant une pression supérieure à zéro. Les pertes de charges valent quant à elles $\Delta p_l = \rho_l g \Delta P^*$. Les pertes de charges sont plus pertinentes dans le cas de la fabrication additive, car la pression métallostatique est négligeable. L'expression de ΔP^* peut se ré-écrire en utilisant :

$$L = \frac{\Delta T_0}{G}; v_S = \frac{\dot{T}}{G} \approx \frac{\Delta T_0}{G} \frac{df_s^v}{dt} \quad (26)$$

Nous obtenons :

$$\Delta P^* = \frac{24\pi\mu_l\beta_{th}n\tau^3}{\rho_l g} \left(\frac{\Delta T_0}{G}\right)^2 \left(\frac{df_s^v}{dt}\right) \quad (27)$$

Les pertes de charges s'expriment :

$$\Delta p_l = 24\pi\mu_l\beta_{th}n\tau^3 \left(\frac{\Delta T_0}{G}\right)^2 \left(\frac{df_s^{fv}}{dt}\right) = 24\pi\mu_l\beta_{th}n\tau^3 v_S \left(\frac{\Delta T_0}{G}\right) \quad (28)$$

A.8 Phénomènes physiques impliqués dans la fissuration à la solidification

| Mechanism | Suggested and developed by* | Ref.** |
|--|---|--------------------------|
| <i>Cause of hot tearing</i> | | |
| Thermal contraction | Heine (1935); Pellini (1952); Dobatkin (1948) | [18, 2, 19] |
| Liquid film distribution | Verö (1936) | [20] |
| Liquid pressure drop | Prokhorov (1962); Niyama (1977) | [37, 39] |
| Vacancy supersaturation | Fredriksson et al. (2005) | [21] |
| <i>Nucleation</i> | | |
| Liquid film or pore as stress concentrator | Patterson et al. (1953, 1967); Niyama (1977); Rappaz et al. (1999); Braccini et al. (2000); Suyitno et al. (2002) | [44, 22, 39, 38, 23, 48] |
| Oxide bi-film entrained in the mush | Campbell (1991) | [8] |
| Vacancy clusters at a grain boundary or solid/liquid interface | Fredriksson et al. (2005) | [21] |
| <i>Propagation</i> | | |
| Through liquid film by sliding | Patterson (1953); Williams & Singer (1960, 1966); Novikov & Novik (1963) | [44, 24, 25] |
| By liquid film rupture | Pellini (1952); Patterson (1953); Saveiko (1961); Dickhaus (1994) | [2, 44, 26, 27] |
| By liquid metal embrittlement | Novikov (1966); Sigworth (1996) | [9, 10] |
| Through liquid film or solid phase depending on the temperature range | Güven & Hunt (1988) | [28] |
| Diffusion of vacancies from the solid to the crack | Fredriksson et al. (2005) | [21] |
| <i>Conditions</i> | | |
| Thermal strain cannot be accommodated by liquid flow and mush ductility | Pellini (1952); Prokhorov (1962); Novikov (1966); Magnin et al. (1996) | [2, 37, 9, 29] |
| Pressure drop over the mush reaches a critical value for cavity nucleation | Niyama (1977); Güven & Hunt (1988); Rappaz et al. (1999); Farup & Mo (2000) | [39, 28, 38, 41] |
| Strain rate reaches a critical value that cannot be compensated by liquid feeding and mush ductility | Pellini (1952); Prokhorov (1962); Rappaz et al. (1999); Braccini et al. (2000) | [2, 37, 38, 23] |
| Thermal stress exceed rupture or local critical stress | Lees (1946); Langlais & Grizleski, (2000); Lahaie & Bauchard (2001); Suyitno et al. (2002) | [30, 31, 32, 48] |
| Stresses and insufficient feeding in the vulnerable temperature range | Bochvar (1942); Lees (1946); Pumphrey & Lyons (1948); Clyne & Davies (1975); Feurer (1977); Katgerman (1982) | [33, 30, 34, 35, 40, 36] |
| Thermal stress exceeds rupture stress of the liquid film | Saveiko (1961) | [26] |

Tableau A.7 – Résumé des mécanismes liés à la fissuration à la solidification (Böllinghaus et al., 2008).

A.9 Synthèse des effets des éléments

| | Effet | IN738 | R77 |
|---------------------------|--|-------|---------|
| Al+Ti+Ta+Nb (%at) | Quantité de phase γ' à l'équilibre | 13,2 | 13,4 |
| (Ti+Ta+Nb)/Al (%at / %at) | Quantité d'eutectique γ/γ' | 0,63 | 0,39 |
| | Augmentation du désaccord paramétrique γ/γ' | | |
| C (%m) | Quantité de carbures primaires (solidification) et secondaires (TTh) | 0,1 | 0,067 |
| | Ségrégation à la solidification | | |
| | Diminue la perméabilité de la zone pâteuse | | |
| Zr (%m) | Ségrégation à la solidification | 0,063 | 0,00008 |
| | Répond le liquide pré-eutectique aux joints de grains | | |
| B (%m) | Ségrégation à la solidification | 0,01 | 0,02 |
| S (%m) | Fragilisation des joints de grains | 0,001 | 0,00041 |

Tableau A.8 – Synthèse des effets des éléments chimiques influant sur la fissuration lors du procédé.

Bibliographie

- H. B. Aaron, D. Fainstein, and G. R. Kotler. Diffusion-Limited Phase Transformations : A Comparison and Critical Evaluation of the Mathematical Approximations. *Journal of Applied Physics*, 41(11) :4404–4410, Oct. 1970. ISSN 0021-8979, 1089-7550. doi : 10.1063/1.1658474. URL <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1658474>. 14
- J. Anderson. Weldability of Ni-Based Superalloys. pages p. 249–62. The Minerals, Metals and Materials Society, 2014. 39
- E. Andrieu and A. Pineau. Study of the coupled phenomena involved in the oxidation assisted intergranular cracking of Ni based superalloys. *Le Journal de Physique IV*, 9(PR9) :Pr9–3, 1999. 107
- I. Augustins-Lecallier. *Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines*. phdthesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Dec. 2011. URL <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00710579/document>. 8, 10, 148, 150, 151
- S. D. Bagg, L. M. Sochalski-Kolbus, and J. R. Bunn. The Effect of Laser Scan Strategy on Distortion and Residual Stresses of Arches Made With Selective Laser Melting. 2016. 42, 43
- H. Ben Hamouda. *Modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1*. These de doctorat, Paris, ENMP, Sept. 2012. 12
- P. Bidare, I. Bitharas, R. M. Ward, M. M. Attallah, and A. J. Moore. Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion. *Acta Materialia*, 142 :107–120, Jan. 2018. ISSN 1359-6454. doi : 10.1016/j.actamat.2017.09.051. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645417308170>. Reporter : Acta Materialia. 22, 27, 61, 63
- C. Bieber and R. Decker. The melting of malleable nickel and nickel alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 221(3) :629–636, 1961. 36
- G. Bieber and R. Mihalisin. 2nd Int. Conf. on "The strength of metals and alloys". volume Vol. IV, page 1031, Asilomar, 1970. ASM. 13, 14, 141
- T. Böllinghaus, H. Herold, C. E. Cross, and J. C. Lippold, editors. *Hot Cracking Phenomena in Welds II*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2008. ISBN 978-3-540-78627-6 978-3-540-78628-3. doi : 10.1007/978-3-540-78628-3. URL <http://link.springer.com/10.1007/978-3-540-78628-3>. 32, 35, 39, 40, 44, 83, 215

- W. J. Boettinger, U. R. Kattner, K.-W. Moon, and J. H. Perepezko. DTA AND HEAT-FLUX DSC MEASUREMENTS OF ALLOY MELTING AND FREEZING. In *Methods for Phase Diagram Determination*, pages 151–221. Elsevier, 2007. ISBN 978-0-08-044629-5. doi : 10.1016/B978-008044629-5/50005-7. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080446295500057>. 132
- J. H. Boswell, D. Clark, W. Li, and M. M. Attallah. Cracking during thermal post-processing of laser powder bed fabricated CM247LC Ni-superalloy. *Materials & Design*, 174 :107793, July 2019. ISSN 02641275. doi : 10.1016/j.matdes.2019.107793. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0264127519302308>. 95, 96, 97, 98, 116
- L. Bouffier. *Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600*. phdthesis, Université de Grenoble, Nov. 2013. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01202620/document>. 34, 35
- R. R. Bowman and S. D. Antolovich. Microstructure and stability of melt spun INCONEL 713 LC. *Metallurgical Transactions A*, 17(2) :173–180, Feb. 1986. ISSN 0360-2133, 1543-1940. doi : 10.1007/BF02643892. URL <http://link.springer.com/10.1007/BF02643892>. 18, 118
- M. A. Bramson. *Infrared Radiation : A Handbook for Applications*. Plenum Press, 1968. 165
- D. Bäuerle. *Laser Processing and Chemistry*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011. ISBN 978-3-642-17612-8 978-3-642-17613-5. doi : 10.1007/978-3-642-17613-5. URL <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-17613-5>. 24
- C. Cagran, H. Reschab, R. Tanzer, W. Schützenhöfer, A. Graf, and G. Pottlacher. Normal Spectral Emissivity of the Industrially Used Alloys NiCr20TiAl, Inconel 718, X2CrNiMo18-14-3, and Another Austenitic Steel at 684.5 nm. *International Journal of Thermophysics*, 30(4) :1300–1309, Aug. 2009. ISSN 0195-928X, 1572-9567. doi : 10.1007/s10765-009-0604-4. URL <http://link.springer.com/10.1007/s10765-009-0604-4>. 165
- P. Caron. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications. pages pp. 737–746. Materials Society, 2000. xvii, 150
- L. N. Carter, C. Martin, P. J. Withers, and M. M. Attallah. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 615(Supplement C) :338–347, Dec. 2014. ISSN 0925-8388. doi : 10.1016/j.jallcom.2014.06.172. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092583881401528X>. 43, 45, 87
- E. Chauvet, P. Kontis, E. A. Jäggle, B. Gault, D. Raabe, C. Tassin, J.-J. Blandin, R. Dendievel, B. Vayre, S. Abed, and G. Martin. Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting. *Acta Materialia*, 142(Supplement C) :82–94, Jan. 2018. ISSN 1359-6454. doi : 10.1016/j.actamat.2017.09.047. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645417308133>. 43, 74, 82, 85, 130, 133

- Q. Chen, G. Guillemot, C.-A. Gandin, and M. Bellet. Three-dimensional finite element thermomechanical modeling of additive manufacturing by selective laser melting for ceramic materials. *Additive Manufacturing*, 16 :124–137, Aug. 2017. ISSN 2214-8604. doi : 10.1016/j.addma.2017.02.005. 25
- S. Chen, G. Guillemot, and C.-A. Gandin. Three-dimensional cellular automaton-finite element modeling of solidification grain structures for arc-welding processes. *Acta materialia*, 115 :448–467, 2016. Publisher : Elsevier. 88
- M. Cloots, K. Kunze, P. J. Uggowitzer, and K. Wegener. Microstructural characteristics of the nickel-based alloy IN738LC and the cobalt-based alloy Mar-M509 produced by selective laser melting. *Materials Science and Engineering : A*, 658 : 68–76, Mar. 2016a. ISSN 09215093. doi : 10.1016/j.msea.2016.01.058. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509316300612>. 97
- M. Cloots, P. J. Uggowitzer, and K. Wegener. Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles. *Materials & Design*, 89 :770–784, 2016b. 30, 31, 43, 44, 45, 46, 70, 81, 82, 83, 85, 130, 131, 133, 160
- T. Clyne and G. Davies. Influence of composition on solidification cracking susceptibility in binary alloy systems. *British Foundryman*, 74 :65–73, 1981. 25
- C. Colin, J.-F. Fromentin, and S. Gérard. Procédé de fusion de poudre avec chauffage de la zone adjacente au bain, June 2014. 4
- R. Cunningham, C. Zhao, N. Parab, C. Kantzos, J. Pauza, K. Fezzaa, T. Sun, and A. D. Rollett. Keyhole threshold and morphology in laser melting revealed by ultrahigh-speed x-ray imaging. *Science*, 363(6429) :849–852, Feb. 2019. ISSN 0036-8075, 1095-9203. doi : 10.1126/science.aav4687. URL <https://science.sciencemag.org/content/363/6429/849>. Number : 6429 Reporter : Science. 60
- Y. Danis. *Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en éléments durcissants titane et aluminium : l'inconel 738*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2008. 15, 103
- Y. Danis, E. Lacoste, and C. Arvieu. Numerical modeling of inconel 738LC deposition welding : Prediction of residual stress induced cracking. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(14) :2053–2061, Nov. 2010. ISSN 0924-0136. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2010.07.027. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092401361000227X>. 39
- J. A. Dantzig and M. Rappaz. *Solidification*. EPFL press, 2009. 11, 12, 17, 33, 34, 84, 211
- V. Divya, R. Muñoz-Moreno, O. Messé, J. Barnard, S. Baker, T. Illston, and H. Stone. Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment. *Materials Characterization*, 114 :62–74, Apr. 2016. ISSN 10445803. doi : 10.1016/j.matchar.2016.02.004. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580316300298>. 98, 99

- J. Dobrowska, S. Zla, F. Kavicka, B. Smetana, and V. Vodarek. Study of Thermo-Physical Properties of Selected Nickel-Based Superalloys With Use of DTA Method. In *Volume 3 : Advanced Composite Materials and Processing ; Robotics ; Information Management and PLM ; Design Engineering*, pages 101–105, Nantes, France, July 2012. American Society of Mechanical Engineers. ISBN 978-0-7918-4486-1. doi : 10.1115/ESDA2012-82975. URL <https://asmedigitalcollection.asme.org/ESDA/proceedings/ESDA2012/44861/101/231450>. 134
- A. Doghri. *Vers une maîtrise de la réparation par le procédé CLAD de pièces aéronautiques en Inconel 738 LC : compréhension des mécanismes de fissuration et modélisations associées*. phdthesis, Université de Lorraine, June 2019. URL <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02397949>. 153
- M. J. Donachie and S. J. Donachie. *Superalloys : A Technical Guide, 2nd Edition*. ASM International, 2002. ISBN 978-1-61503-064-4. 3, 37, 38, 39, 97
- J. Drezet, M. Lima, J. Wagniere, M. Rappaz, and W. Kurz. Crack-free aluminium alloy welds using a twin laser process. In *Proceedings of the Inter. Institute of Welding Conference, edited by P. Mayr, G. Posch, H. Cerjak*, pages 87–94, 2008. 158, 159, 162, 163
- C. Duquenne, J. C. H. Lautridou, M. Marty, M. Soucail, and A. Walder. *Nickel-based superalloys with high temperature stability*. Google Patents, Sept. 1998. 151
- M. Durand-Charre. *The Microstructure of Superalloys*. CRC Press, Feb. 1998. ISBN 978-90-5699-097-8. Google-Books-ID : UzOmTCSZ8aAC. 6, 10, 18, 117, 118, 152
- D. Dye, O. Hunziker, and R. Reed. Numerical analysis of the weldability of superalloys. *Acta Materialia*, 49(4) :683–697, Feb. 2001. ISSN 13596454. doi : 10.1016/S1359-6454(00)00361-X. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S135964540000361X>. 84
- R. Engeli, T. Etter, S. Hövel, and K. Wegener. Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 229(Supplement C) :484–491, Mar. 2016. ISSN 0924-0136. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.046. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013615301527>. 43, 130, 155
- T. Etter, R. Engeli, and A. Kuenzler. Method for post-built heat treatment of additively manufactured components made of gamma-prime strengthened superalloys, 2015. 95, 96, 97, 100
- R. W. P. Fawley. Evaluating the resistance of Rene 41 to strain-age cracking. *p. ADEMIE DES SCIENCES*, May 1970. URL <https://ntrs.nasa.gov/search.jsp?R=19700060407>. 40
- M. C. Flemings. Solidification processing. *Metallurgical Transactions*, 5(10) :2121–2134, Oct. 1974. ISSN 0360-2133, 1543-1916. doi : 10.1007/BF02643923. URL <http://link.springer.com/10.1007/BF02643923>. 147
- B. Fosse. *Détection et caractérisation des défauts de fabrication par Laser Beam Melting : Impact sur les propriétés mécaniques*. PhD thesis, PSL Research University, 2021. URL <http://www.theses.fr/s207273>. Publication Title : <http://www.theses.fr>. 164

- J. E. Franklin and W. F. Savage. Stress relaxation and strain-age cracking in Rene 41 weldments. *Weld. J. (N.Y.)*, 53(9) :380–387, 1974. URL http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:6165053. 37, 123, 124, 125
- M. Fransen. Eigenstrain reconstruction of residual stresses induced by selective laser melting. 2016. 41, 42
- A. Germain. Fissuration de pièces aéronautiques en superalliages : étude de l'influence paramétrique du procédé de Fusion sélective par laser (SLM). Technical report, Safran Helicopter Engines, Bordes, 2015. 3, 94, 101, 198
- H. Gleiter and E. Hornbogen. Precipitation hardening by coherent particles. *Materials Science and Engineering*, 2(6) :285–302, Mar. 1968. ISSN 00255416. doi : 10.1016/0025-5416(68)90047-5. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0025541668900475>. 148
- J. Gordine. Some problems in welding Inconel 718. *WELD J*, 50(11) :480, 1971. 40
- D. Grange, A. Queva, G. Guillemot, M. Bellet, J.-D. Bartout, and C. Colin. 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*, sous presse. 63
- V. Gunenthiram. *Study of the porosity formation by the additive manufacturing (LBM). Experimental analysis of laser - powder bed - melt pool interaction*. Theses, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, July 2018. URL <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02025457>. Issue : 2018ENAM0028. 24, 186
- Q. Guo, C. Zhao, L. I. Escano, Z. Young, L. Xiong, K. Fezzaa, W. Everhart, B. Brown, T. Sun, and L. Chen. Transient dynamics of powder spattering in laser powder bed fusion additive manufacturing process revealed by in-situ high-speed high-energy x-ray imaging. *Acta Materialia*, 151 :169–180, June 2018. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2018.03.036. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645418302349>. 21
- Y. Hagedorn, J. Risse, W. Meiners, N. Pirch, K. Wissenbach, and R. Poprawe. Processing of nickel based superalloy MAR M-247 by means of High Temperature – Selective Laser Melting (HT – SLM). In *High Value Manufacturing : Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping*, pages 291–295. CRC Press, Sept. 2013. ISBN 978-1-138-00137-4 978-1-315-81741-5. doi : 10.1201/b15961-54. URL <http://www.crcnetbase.com/doi/abs/10.1201/b15961-54>. 159
- D. B. Hann, J. Iammi, and J. Folkes. A simple methodology for predicting laser-weld properties from material and laser parameters. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 44(44) :445401, Nov. 2011. ISSN 0022-3727, 1361-6463. doi : 10.1088/0022-3727/44/44/445401. URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/44/i=44/a=445401?key=crossref.d18565b770e2f17c32062c0afe54683a>. 24, 179
- F. Hanning and J. H. Andersson. A Review of Strain Age Cracking in Nickel Based Superalloys. *7th Swedish Production Symposium 25.-27.10.2016 Lund*, 2016. URL <https://research.chalmers.se/publication/245766>. 40

- N. J. Harrison, I. Todd, and K. Mumtaz. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting : A fundamental alloy design approach. *Acta Materialia*, 94 :59–68, Aug. 2015. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2015.04.035. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645415002876>. 43
- T. Heeling and K. Wegener. The effect of multi-beam strategies on selective laser melting of stainless steel 316L. *Additive Manufacturing*, 22 :334–342, Aug. 2018. ISSN 22148604. doi : 10.1016/j.addma.2018.05.026. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214860417303822>. 161, 162
- M. B. Henderson, D. Arrell, R. Larsson, M. Heobel, and G. Marchant. Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications. *Science and Technology of Welding and Joining*, Dec. 2013. doi : 10.1179/136217104225017099. URL <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1179/136217104225017099>. 38, 41
- D. Heydari, A. S. Fard, A. Bakhshi, and J.-M. Drezet. Hot tearing in polycrystalline Ni-based IN738LC superalloy : Influence of Zr content. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(3) :681–687, 2014. 129, 130
- W. Höffelner, L. E. Kny, R. Stickler, and W. J. McCall. Effects of aging treatments on the Microstructure of the Ni-base superalloy IN-738. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 10(3) :84–92, Mar. 1979. ISSN 1521-4052. doi : 10.1002/mawe.19790100307. URL <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/mawe.19790100307/abstract>. 10
- R. R. Jensen and J. K. Tien. Temperature and strain rate dependence of stress-strain behavior in a nickel-base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 16(6) : 1049–1068, 1985. ISSN 0360-2133, 1543-1940. doi : 10.1007/BF02811675. URL <http://link.springer.com/10.1007/BF02811675>. 36
- E. A. Jäggle, Z. Sheng, L. Wu, L. Lu, J. Risse, A. Weisheit, and D. Raabe. Precipitation Reactions in Age-Hardenable Alloys During Laser Additive Manufacturing. *JOM*, 68(3) :943–949, Mar. 2016. ISSN 1047-4838, 1543-1851. doi : 10.1007/s11837-015-1764-2. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11837-015-1764-2>. 98, 99
- E. Kablov and N. Petrushin. Designing of high-rhenium single crystal Ni-base superalloy for gas turbine blades. *Reed R.C., Green K.A., Caron P, Gabb TP, Fahrman M.G., Huron E S, Woodard S A. Superalloys*, pages 901–908, 2008. xvii, 150
- S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik, and W. E. King. Laser powder-bed fusion additive manufacturing : Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones. *Acta Materialia*, 108 :36–45, Apr. 2016. ISSN 1359-6454. doi : 10.1016/j.actamat.2016.02.014. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964541630088X>. Reporter : *Acta Materialia*. 25
- W. E. King, H. D. Barth, V. M. Castillo, G. F. Gallegos, J. W. Gibbs, D. E. Hahn, C. Kamath, and A. M. Rubenchik. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(12) :2915–2925, Dec. 2014. ISSN 09240136.

- doi : 10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013614002283>. 24, 57, 80
- P. Kontis, E. Chauvet, Z. Peng, J. He, A. K. da Silva, D. Raabe, C. Tassin, J.-J. Blandin, S. Abed, R. Dendievel, B. Gault, and G. Martin. Atomic-scale grain boundary engineering to overcome hot-cracking in additively-manufactured superalloys. *Acta Materialia*, 177 :209–221, Sept. 2019. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2019.07.041. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645419304896>. 43, 44, 45, 86, 87, 130
- J.-P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers. Selective laser melting of iron-based powder. *Journal of materials processing technology*, 149(1-3) :616–622, 2004. 42
- J.-P. Kruth, M. Badrossamay, E. Yasa, J. Deckers, L. Thijs, and J. Van Humbeeck. Part and material properties in selective laser melting of metals. In *Proceedings of the 16th international symposium on electromachining*, 2010. 26, 42, 159
- K. Kunze, T. Etter, J. Grässlin, and V. Shklover. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM). *Materials Science and Engineering : A*, 620(Supplement C) : 213–222, Jan. 2015. ISSN 0921-5093. doi : 10.1016/j.msea.2014.10.003. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509314012362>. 43
- J. Lecomte-Beckers. Study of microporosity formation in nickel-base superalloys. *Metallurgical Transactions A*, 19(9) :2341–2348, 1988. 128, 129, 130, 134, 139, 146, 147, 213
- Y. Lee. *Simulation of Laser Additive Manufacturing and its Applications*. PhD thesis, The Ohio State University, 2015. URL https://etd.ohiolink.edu/pg_10?0::NO:10:P10_ETD_SUBID:106806. 27, 28
- J. Li and H. M. Wang. Microstructure and mechanical properties of rapid directionally solidified Ni-base superalloy René 41 by laser melting deposition manufacturing. *Materials Science and Engineering : A*, 527(18) :4823–4829, July 2010. ISSN 0921-5093. doi : 10.1016/j.msea.2010.04.062. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509310004594>. 97
- I. Lifshitz and V. Slyozov. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19(1-2) :35–50, Apr. 1961. ISSN 00223697. doi : 10.1016/0022-3697(61)90054-3. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022369761900543>. 14
- J. C. Lippold, S. D. Kiser, and J. N. DuPont. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*. John Wiley & Sons, Sept. 2011. ISBN 978-1-118-21003-1. Google-Books-ID : eOYGZaZMIhcC. 40
- Y. Liu, Y. Yang, and D. Wang. A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 87(1-4) :647–656, 2016. 42

- I. Lopez-Galilea, S. Huth, S. G. Fries, N. Warnken, I. Steinbach, and W. Theisen. Microsegregation and Secondary Phase Formation During Directional Solidification of the Single-Crystal Ni-Based Superalloy LEK94. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(13) :5153–5164, Dec. 2012. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-012-1327-x. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-012-1327-x>. 133
- J. Maisonneuve, C. Colin, Y. Bienvenu, and P. Aubry. Etude des phénomènes thermiques associés à la fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser. In *Matériaux 2006*, page 12 p., Dijon, France, 2006. xx. URL <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00144488>. 29
- G. Marion. Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautique et spatiales en TA6V par projection et fusion sélective d’un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique, Oct. 2016. URL <http://www.theses.fr/s157511>. 29
- Y. A. Mayi, M. Dal, P. Peyre, M. Bellet, C. Metton, C. Moriconi, and R. Fabbro. Laser-induced plume investigated by finite element modelling and scaling of particle entrainment in laser powder bed fusion. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 53(7) :075306, Feb. 2020. ISSN 0022-3727, 1361-6463. doi : 10.1088/1361-6463/ab5900. URL <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1361-6463/ab5900>. 27
- R. Mehrabian. Rapid Solidification Processing - Principles and Technologies III : Proceedings of the Third Conference on Rapid Solidification Processing Held at the National Bureau of Standards Principles and Technologies III : Proceedings of the Third Conference on Rapid Solidification Processing Held at the National Bureau of Standards. Gaithersburg, Maryland, U.S.A, Dec. 1982. URL https://books.google.com/books/about/Rapid_Solidification_Processing.html?hl=fr&id=Fjn2MAAACAAJ. 12
- E. Menou, J. Rame, C. Desgranges, G. Ramstein, and F. Tancret. Computational design of a single crystal nickel-based superalloy with improved specific creep endurance at high temperature. *Computational Materials Science*, 170 :109194, Dec. 2019. ISSN 09270256. doi : 10.1016/j.commatsci.2019.109194. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927025619304938>. 200
- P. Mercelis and J.-P. Kruth. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid prototyping journal*, 12(5) :254–265, 2006. 32, 33, 41, 42, 160, 163
- O. Messé, R. Muñoz-Moreno, T. Illston, S. Baker, and H. Stone. Metastable carbides and their impact on recrystallisation in IN738LC processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 22 :394–404, Aug. 2018. ISSN 22148604. doi : 10.1016/j.addma.2018.05.030. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214860417300556>. 97, 98, 99, 145, 153
- C. Metton, D. Missoum-Benziane, M. Mazière, G. Marion, and B. Macquaire. Création d’un outil numérique pour simuler les contraintes en fabrication additive. Technical report, Ecole des Mines ParisTech, Evry, 2016. 29
- D. Metzler. A Gleeble-based method for ranking the strain-age cracking susceptibility of Ni-based superalloys. *Welding Journal*, 87(10), 2008. 40

- A. Michel. Pièces mécaniques soudées Traitements thermiques et mécaniques. *Techniques de l'ingénieur Assemblages et fixations mécaniques*, base documentaire : TIB177DUO.(ref. article : bm5190), 2007. URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/assemblages-et-fixations-mecaniques-42177210/pieces-mecaniques-soudees-bm5190/>. 32, 33
- L. Moniz, Q. Chen, G. Guillemot, M. Bellet, C.-A. Gandin, C. Colin, J.-D. Bartout, and M.-H. Berger. Additive manufacturing of an oxide ceramic by laser beam melting—Comparison between finite element simulation and experimental results. *Journal of Materials Processing Technology*, 270 :106–117, Aug. 2019. ISSN 09240136. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2019.02.004. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013619300445>. 25, 57
- M. Mousavi, C. Cross, and . Grong. Effect of scandium and titanium–boron on grain refinement and hot cracking of aluminium alloy 7108. *Science and Technology of Welding and Joining*, 4(6) :381–388, Dec. 1999. ISSN 1362-1718, 1743-2936. doi : 10.1179/136217199101538030. URL <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/136217199101538030>. 86
- S. Moylan, E. Whinton, B. Lane, and J. Slotwinski. Infrared thermography for laser-based powder bed fusion additive manufacturing processes. pages 1191–1196, Baltimore, Maryland, USA, 2014. doi : 10.1063/1.4864956. URL <http://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.4864956>. 165
- J. A. Muniz-Lerma, Y. Tian, X. Wang, R. Gauvin, and M. Brochu. Microstructure evolution of Inconel 738 fabricated by pulsed laser powder bed fusion. *Progress in Additive Manufacturing*, 4(2) :97–107, June 2019. ISSN 2363-9512, 2363-9520. doi : 10.1007/s40964-018-0062-2. URL <http://link.springer.com/10.1007/s40964-018-0062-2>. 159
- F. Nematzadeh, M. R. Akbarpour, S. Parvizi, A. H. Kokabi, and S. K. Sadrnezhad. Effect of welding parameters on microstructure, mechanical properties and hot cracking phenomenon in Udimet 520 superalloy. *Materials & Design (1980-2015)*, 36 :94–99, Apr. 2012. ISSN 02613069. doi : 10.1016/j.matdes.2011.10.020. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306911007229>. 40
- E. Niyama. A Method of Shrinkage Prediction and Its Application to Steel Casting Practice. In *49th International Foundry Congress, 1982*, 1982. 211
- O. A. Ojo, N. L. Richards, and M. C. Chaturvedi. Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy. *Scripta Materialia*, 50(5) :641–646, Mar. 2004a. ISSN 1359-6462. doi : 10.1016/j.scriptamat.2003.11.025. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646203007474>. 35, 36
- O. A. Ojo, N. L. Richards, and M. C. Chaturvedi. On incipient melting during high temperature heat treatment of cast Inconel 738 superalloy. *Journal of Materials Science*, 39(24) :7401–7404, Dec. 2004b. ISSN 0022-2461, 1573-4803. doi : 10.1023/B:JMSP.0000048761.32712.eb. URL <https://link.springer.com/article/10.1023/B:JMSP.0000048761.32712.eb>. 133

- O. A. Ojo, N. L. Richards, and M. C. Chaturvedi. Study of the fusion zone and heat-affected zone microstructures in tungsten inert gas-welded INCONEL 738LC superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(2) :421–433, Feb. 2006. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-006-0013-2. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-006-0013-2>. 13, 14
- B. Paintendre, Y. Bienvenu, and C. Ducrocq. The Influence of gamma' Forming Elements on the Properties of a Nickel Base Superalloy Produced by Powder Metallurgy. *High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Applications, 1986. II*, pages 867–875, 1986. 8, 148
- L. Parry, I. Ashcroft, and R. D. Wildman. Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation. *Additive Manufacturing*, 12 :1–15, 2016. 42
- T. M. Pollock and S. Tin. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power*, 22 (2) :361–374, Mar. 2006. ISSN 0748-4658, 1533-3876. doi : 10.2514/1.18239. URL <http://arc.aiaa.org/doi/10.2514/1.18239>. 5, 7
- D. A. Porter, K. E. Easterling, M. Y. A. Sherif, K. E. Easterling, and M. Y. A. Sherif. *Phase Transformations in Metals and Alloys (Revised Reprint)*. CRC Press, Feb. 2009. ISBN 978-1-4398-8357-0. doi : 10.1201/9781439883570. URL <https://www.taylorfrancis.com/books/9781439883570>. 7
- S. Pospisilova, T. Podrabsky, K. Stransky, and J. Dobrovska. Heterogeneity of Inconel 713 LC and Inconel 738 LC. 2006. 143
- P. N. Quested, R. F. Brooks, L. Chapman, R. Morrell, Y. Youssef, and K. C. Mills. Measurement and estimation of thermophysical properties of nickel based superalloys. *Materials Science and Technology*, 25(2) :154–162, Feb. 2009. ISSN 0267-0836, 1743-2847. doi : 10.1179/174328408X361454. URL <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/174328408X361454>. 82
- A. Queva, G. Guillemot, C. Moriconi, C. Metton, and M. Bellet. Numerical study of the impact of vaporisation on melt pool dynamics in Laser Powder Bed Fusion - Application to IN718 and Ti-6Al-4V. *Additive Manufacturing*, 35 :101249, Oct. 2020. ISSN 22148604. doi : 10.1016/j.addma.2020.101249. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214860420306217>. 25, 63
- A. J. Ramirez and J. C. Lippold. High temperature behavior of Ni-base weld metal : Part II – Insight into the mechanism for ductility dip cracking. *Materials Science and Engineering : A*, 380(1) :245 – 258, 2004. ISSN 0921-5093. doi : <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.03.075>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509304004290>. 37
- M. Rappaz, J. M. Drezet, and M. Gremaud. A new hot-tearing criterion. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(2) :449–455, Feb. 1999. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-999-0334-z. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-999-0334-z>. 34, 82, 128, 158, 212

- M. Rappaz, A. Jacot, and W. J. Boettinger. Last-stage solidification of alloys : Theoretical model of dendrite-arm and grain coalescence. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(3) :467–479, Mar. 2003. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-003-0083-3. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-003-0083-3>. 84
- R. C. Reed. *The Superalloys : Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, 2006. ISBN 978-0-511-54128-5 978-0-521-85904-2 978-0-521-07011-9. doi : 10.1017/CBO9780511541285. URL <http://ebooks.cambridge.org/ref/id/CBO9780511541285>. 2, 6, 122, 149, 152, 153
- N. L. Richards, R. Nakkalil, and M. C. Chaturvedi. The influence of electron-beam welding parameters on heat-affected-zone microfissuring in INCOLOY 903. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25(8) :1733–1745, Aug. 1994. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/BF02668538. URL <http://link.springer.com/10.1007/BF02668538>. 40
- J. D. Roehling, W. L. Smith, T. T. Roehling, B. Vrancken, G. M. Guss, J. T. McKeown, M. R. Hill, and M. J. Matthews. Reducing residual stress by selective large-area diode surface heating during laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, page S2214860419300867, May 2019. ISSN 22148604. doi : 10.1016/j.addma.2019.05.009. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214860419300867>. 160, 185
- D. Rosenthal. The theory of moving sources of heat and its application of metal treatments. *Transactions of ASME*, 68 :849–866, 1946. 25
- R. Rosenthal and D. R. F. West. Continuous γ' precipitation in directionally solidified IN738 LC alloy. *Materials Science and Technology*, 15(12) :1387–1394, Dec. 1999. ISSN 0267-0836. doi : 10.1179/026708399101505518. URL <http://dx.doi.org/10.1179/026708399101505518>. 13
- L. Rougier. *Simulation de la formation des microstructures dans les superalliages à base de nickel de type AM1 durant la solidification et les traitements thermiques*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2013. URL <http://infoscience.epfl.ch/record/190803>. 14
- M. Rowe. Ranking the resistance of wrought superalloys to strain-age cracking. *Welding journal*, 85(2) :27–33, 2006. 40, 148
- F. Royer. *Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective : Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques*. PhD thesis, ENMP, 2008. 13, 14, 122, 133
- T. Sanviemvongsak, D. Monceau, and B. Macquaire. High temperature oxidation of IN 718 manufactured by laser beam melting and electron beam melting : Effect of surface topography. *Corrosion Science*, 141 :127–145, Aug. 2018. ISSN 0010938X. doi : 10.1016/j.corsci.2018.07.005. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0010938X18300702>. 105
- M. Saunders. X marks the spot - find ideal process parameters for your metal AM parts, 2017. URL <https://www.linkedin.com/pulse/>

- x-marks-spot-find-ideal-process-parameters-your-metal-marc-saunders/. 26, 29
- J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, and others. Fiji : an open-source platform for biological-image analysis. *Nature methods*, 9(7) :676–682, 2012. Publisher : Nature Publishing Group. 55
- M. Schmidt, M. Merklein, D. Bourell, D. Dimitrov, T. Hausotte, K. Wegener, L. Overmeyer, F. Vollertsen, and G. N. Levy. Laser based additive manufacturing in industry and academia. *CIRP Annals*, 66(2) :561–583, 2017. ISSN 00078506. doi : 10.1016/j.cirp.2017.05.011. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0007850617301506>. 19
- R. Shi, S. A. Khairallah, T. T. Roehling, T. W. Heo, J. T. McKeown, and M. J. Matthews. Microstructural control in metal laser powder bed fusion additive manufacturing using laser beam shaping strategy. *Acta Materialia*, 184 :284–305, Feb. 2020. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2019.11.053. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645419307931>. 160
- W. Shifeng, L. Shuai, W. Qingsong, C. Yan, Z. Sheng, and S. Yusheng. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(11) :2660–2667, Nov. 2014. ISSN 09240136. doi : 10.1016/j.jmatprotec.2014.06.002. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013614002258>. 30, 31
- R. K. Sidhu, O. A. Ojo, and M. C. Chaturvedi. Microstructural Analysis of Laser-Beam-Welded Directionally Solidified INCONEL 738. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38(4) :858–870, Apr. 2007. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-006-9063-8. URL <https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-006-9063-8>. 11, 12, 35, 36, 133
- C. T. Sims, N. S. Stoloff, and W. C. Hagel. *Superalloys II*. Wiley New York, 1987. 9
- D. Sponseller. Differential thermal analysis of nickel-base superalloys. *Superalloys*, 1996 :259e70, 1996. xiv, 129, 145
- R. A. Steven and P. E. J. Flewitt. Microstructural changes which occur during isochronal heat treatment of the nickel-base superalloy IN-738. *Journal of Materials Science*, 13(2) :367–376, Feb. 1978. ISSN 0022-2461, 1573-4803. doi : 10.1007/BF00647782. URL <https://link.springer.com/article/10.1007/BF00647782>. 13, 16, 97, 117
- P. Strunz, M. Petrenec, V. Davydov, J. Polák, and P. Beran. Misfit in Inconel-Type Superalloy. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013 :1–7, 2013. ISSN 1687-8434, 1687-8442. doi : 10.1155/2013/408347. URL <http://www.hindawi.com/journals/amse/2013/408347/>. 149
- F. Tancret. Thermo-Calc and Dictra simulation of constitutional liquation of gamma prime (γ') during welding of Ni base superalloys. *Computational Materials Science*, 41(1) :13–19, Nov. 2007. ISSN 09270256. doi : 10.1016/j.commatsci.2007.02.008. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927025607000584>. 35

- Y. T. Tang, C. Panwisawas, J. N. Ghossoub, Y. Gong, J. Clark, A. Németh, D. G. McCartney, and R. C. Reed. Alloys-By-Design : Application to New Superalloys for Additive Manufacturing. *Acta Materialia*, page S1359645420307175, Sept. 2020. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2020.09.023. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645420307175>. 120
- R. Thamburaj, J. Goldak, and W. Wallace. INFLUENCE OF CHEMICAL COMPOSITION ON POST-WELD HEAT TREATMENT CRACKING IN RENE 41. *SAMPE Q*, 10(4) :6–12, 1979. URL <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0018492512&partnerID=40&md5=b4bd0837675723f0337d4e54615301f9>. 38
- L. Thijs, K. Kempen, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Materialia*, 61(5) :1809–1819, Mar. 2013. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2012.11.052. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645412008592>. 31, 84
- Y. Tian, J. Muniz-Lerma, and M. Brochu. Nickel-based superalloy microstructure obtained by pulsed laser powder bed fusion. *Materials Characterization*, 131 :306–315, 2017. 17, 159
- D. Tomus, P. A. Rometsch, M. Heilmaier, and X. Wu. Effect of minor alloying elements on crack-formation characteristics of Hastelloy-X manufactured by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 16(Supplement C) :65–72, Aug. 2017. ISSN 2214-8604. doi : 10.1016/j.addma.2017.05.006. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860416301105>. 43, 82, 130, 155
- J. Trapp, A. M. Rubenchik, G. Guss, and M. J. Matthews. In situ absorptivity measurements of metallic powders during laser powder-bed fusion additive manufacturing. *Applied Materials Today*, 9 :341–349, Dec. 2017. ISSN 2352-9407. doi : 10.1016/j.apmt.2017.08.006. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352940717302123>. Reporter : Applied Materials Today. 24, 60, 64, 65
- T. Vilaro. *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*. PhD thesis, Ecole des Mines ParisTech, Evry, 2011. 22, 122, 163
- T. Vilaro, C. Colin, and J. D. Bartout. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(10) :3190–3199, Oct. 2011. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-011-0731-y. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-011-0731-y>. 20
- P. Vinson. *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*. PhD thesis, ENSMP, Evry, 2015. 23, 26, 27, 28, 29, 52, 163, 166
- S. D. Vito. *Influence de la composition chimique et des conditions de refroidissement sur la fissuration à chaud d'alliages de nickel*. thesis, Vandoeuvre-les-Nancy,

- INPL, Jan. 2000. URL <http://www.theses.fr/2000INPL094N>. Publication Title : <http://www.theses.fr>. 40
- B. Vrancken. *Study of Residual Stresses in Selective Laser Melting*. PhD thesis, KU Leuven, Leuven, 2016. 42
- N. Wang, S. Mokadem, M. Rappaz, and W. Kurz. Solidification cracking of superalloy single- and bi-crystals. *Acta Materialia*, 52(11) :3173–3182, June 2004. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2004.03.047. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645404001478>. 35, 84
- X. Wang, L. N. Carter, B. Pang, M. M. Attallah, and M. H. Loretto. Microstructure and yield strength of SLM-fabricated CM247LC Ni-Superalloy. *Acta Materialia*, 128 :87–95, Apr. 2017. ISSN 13596454. doi : 10.1016/j.actamat.2017.02.007. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645417300988>. 98, 99
- R. Watanabe and T. Kuno. Alloy design of nickel-base precipitation hardened superalloys. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 16(8) :437–446, 1976. Publisher : The Iron and Steel Institute of Japan. 150
- X. Wei, Q. Wang, M. Zhang, C. Yu, J. Chen, J. Chen, H. Lu, and J. Xu. Effect of microtextures on the intermediate temperature fracture behavior of additive-manufactured Ni-based overlay. *Journal of Alloys and Compounds*, 795 :103–113, July 2019. ISSN 09258388. doi : 10.1016/j.jallcom.2019.05.007. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838819316652>. 96
- S. Wlodek, M. Kelly, and D. Alden. The structure of Rene 88 DT. *Superalloys*, 1996 : 129–136, 1996. Publisher : New York. 150, 151
- J. Xu, X. Lin, P. Guo, H. Dong, X. Wen, Q. Li, L. Xue, and W. Huang. The initiation and propagation mechanism of the overlapping zone cracking during laser solid forming of IN-738LC superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 749 : 859–870, June 2018. ISSN 09258388. doi : 10.1016/j.jallcom.2018.03.366. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092583881831243X>. 43, 44, 45, 82, 85, 133
- I. Yadroitsev and I. Smurov. Selective laser melting technology : From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. *Physics Procedia*, 5 : 551–560, Jan. 2010. ISSN 1875-3892. doi : 10.1016/j.phpro.2010.08.083. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1875389210005092>. 22, 27
- J. Zhang. Effect of Ti and Ta on hot cracking susceptibility of directionally solidified Ni-based superalloy IN792. *Scripta Materialia*, 48(6) :677–681, Mar. 2003. ISSN 13596462. doi : 10.1016/S1359-6462(02)00559-6. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646202005596>. 129
- J. Zhang and R. F. Singer. Effect of Zr and B on castability of Ni-based superalloy IN792. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(4) :1337–1342, Apr. 2004. ISSN 1073-5623, 1543-1940. doi : 10.1007/s11661-004-0308-0. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11661-004-0308-0>. 130

- L. Zheng, G. Schmitz, Y. Meng, R. Chellali, and R. Schlesiger. Mechanism of Intermediate Temperature Embrittlement of Ni and Ni-based Superalloys. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 37(3) :181–214, July 2012. ISSN 1040-8436, 1547-6561. doi : 10.1080/10408436.2011.613492. URL <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10408436.2011.613492>. 36
- L. Zimmermann, K. Wegener, and T. Heeling. Multi-Beam Strategies for the Optimization of the Selective Laser Melting Process. 2016. doi : 10.3929/ethz-a-010803938. URL <http://hdl.handle.net/20.500.11850/122550>. xvii, 160, 161, 163, 186, 187

RÉSUMÉ

La fusion laser sélective sur lit de poudres (LBM) ouvre de nouvelles opportunités pour la fabrication d'équipements aéronautiques. Elle accroît la liberté de conception et permet des itérations plus rapides, du prototype jusqu'à la pièce finale. L'Inconel 738 et le René 77 sont des superalliages base nickel à durcissement structural : les précipités γ' – dont la fraction atteint 45 vol% – confèrent aux matériaux une tenue au fluage élevée au-dessus de 900 °C, mais rend leur mise en forme par LBM plus complexe. Soumis à des gradients thermiques importants lors du passage du faisceau laser, les pièces en Inconel 738 peuvent se fissurer pendant la fabrication. À l'instar de l'Inconel 738, certains superalliages difficilement soudables ne sont aujourd'hui pas éligibles à une mise en forme par LBM. Notre travail cherche à mieux comprendre les mécanismes de fissuration et à proposer une méthode de fabrication adaptée à ces matériaux. Nous confirmons l'apparition de fissures microscopiques lors de la solidification, juste après la fusion laser. Une fissuration minimale du matériau est obtenue avec des bains de fusion de petite taille et un fort recouvrement entre deux bains adjacents. Ce résultat est interprété grâce à la théorie de la solidification. Nous révélons ensuite une fissuration macroscopique lors du traitement thermique postérieur à la fusion laser, au cours de la première rampe de chauffage, à partir de 700 °C. Les macrofissures résultent de contraintes résiduelles élevées et d'une précipitation γ' hyperfine à basse température. L'Inconel 738 est plus sensible que le René 77 aux deux types de fissures, en raison d'une composition différente de la phase γ' et de la teneur en éléments traces. Enfin, un second laser de chauffage est utilisé pour contrôler le gradient thermique et la vitesse de refroidissement à proximité du bain de fusion. Nous démontrons l'intérêt d'un tel système pour la mise en forme de matériaux réfractaires.

MOTS CLÉS

Fabrication additive, fusion laser sélective sur lit de poudres, superalliages base nickel, fissuration, solidification, traitement thermique

ABSTRACT

Laser Beam Melting (LBM) opens up new opportunities for the manufacturing of aerospace equipment. This process increases design freedom and enables faster iterations from prototype to final part. Inconel 738 and René 77 are nickel-based superalloys with a precipitation hardening: the γ' precipitates - whose fraction reaches 45 vol% - provide a high resistance to creep over 900 °C, but make their shaping by LBM more complex. During the scanning of the laser beam, the materials are subjected to a high thermal gradient. Parts in Inconel 738 can therefore crack during the fabrication. Like Inconel 738, some non-weldable nickel-based superalloys are currently ineligible for a manufacturing by LBM. Our work seeks to make it possible to form such materials by LBM. We confirm the occurrence of microscopic cracks during solidification, just after laser fusion. Minimal cracking of the material is achieved with small melt pools and a high overlap between two adjacent pools. This result is discussed in the light of solidification theory. We then find evidence of macroscopic cracking during the heat treatment after the fabrication by LBM, more precisely during the first heating ramp of the solution heat treatment, starting from 700 °C. The cracking is the result of high residual stresses and of a hyperfine γ' precipitation at low temperature. Inconel 738 is more susceptible than René 77 to both types of cracking due to a different composition of the γ' phase and trace elements content. Finally, a second heating laser is used to control the thermal gradient and the cooling rate near the molten bath. We demonstrate the value of such a system for the shaping of refractory materials.

KEYWORDS

Additive manufacturing, laser beam melting, nickel-base superalloys, cracking, solidification, heat-treatment