Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres

Bo Song

▶ **To cite this version:**

Bo Song. Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres. Autre. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2014. Français. NNT : 2014BELF0228 . tel-01004824

HAL Id: tel-01004824

https://theses.hal.science/tel-01004824

Submitted on 11 Jun 2014

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.

SPIM

Thèse de Doctorat

école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres

BO SONG

SPIM

■ École doctorale SPIM - Université de Technologie Belfort-Montbéliard
F - 90010 Belfort Cedex ■ **tél. +33 (0)3 84 58 31 39**
■ **ed-spim@univ-fcomte.fr** ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr

utbm
université de technologie
Belfort-Montbéliard

N° d'ordre : 228 Année : 2014

Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Ecole Doctorale Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard en Sciences pour l'Ingénieur

par

Bo SONG

Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres

Soutenue publiquement le 29 janvier 2014 devant le jury composé de

Rapporteurs

Thierry GROSDIDIER, Professeur des Universités, Université de Lorraine-Metz
Pascal MOGNOL, Professeur des Universités, Ecole Normale Supérieure de Cachan

Examinateurs

Alain BERNARD, Professeur des Universités, Ecole Centrale de Nantes
Frédéric SCHUSTER, Directeur du Programme Matériaux Avancés du CEA, Saclay
Hanlin LIAO, Professeur des Universités, Université de Technologie de Belfort Montbéliard
Christian CODDET, Professeur des Universités, Université de Technologie de Belfort Montbéliard

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (IRTES-LERMPS) de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM) sous la direction de Monsieur le Professeur Christian CODDET, fondateur du laboratoire LERMPS.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur Ghislain MONTAVON, directeur de l'institut de recherche IRTES, et Madame Cécile LANGLADE**,** directrice du laboratoire IRTES-LERMPS, de m'avoir accueilli au sein de leur équipe et pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans d'excellentes conditions. Je leur suis reconnaissant de la confiance qu'ils m'ont accordée pour mener à bien mes recherches.

Cette thèse a été réalisée sous la direction de Monsieur le Professeur Christian CODDET qui m'a soutenu et conseillé tout au long de cette étude. En travaillant avec lui, j'ai appris beaucoup aussi bien sur le plan des connaissances scientifiques que sur le plan comportemental, ces deux aspects étant importants pour mes futurs projets. Je lui suis extrêmement reconnaissant de l'aide technique qu'il m'a apporté et toujours empreinte de gentillesse quotidienne.

Je remercie Monsieur le Professeur Alain BERNARD de m'avoir fait l'honneur de présider le jury, ainsi que Messieurs les Professeurs Thierry GROSDIDIER et Pascal MOGNOL pour avoir accepté de rapporter ce travail. Je remercie également Messieurs Frédéric SCHUSTER et Hanlin LIAO pour avoir participé au jury.

Je tiens à remercier spécialement ma femme Shujuan DONG pour son aide dans mes travaux et ma vie au cours de ces trois années. Je remercie Monsieur Pierre-Laurent CODDET pour sa lecture attentive de ma thèse. J'adresse enfin toute mon amitié aux collègues du laboratoire IRTES-LERMPS pour leurs encouragements.

Merci tout particulièrement à mes parents pour leur amour de chaque instant.

Sommaire

Glossaire **5**

Introduction **7**

Chapitre I. Contexte général de l'étude / Bibliographie **9**

I.1 Fusion sélective par laser (SLM) **10**

I.2 Matériaux et applications **12**

I.2.1 Métaux purs *12*

I.2.2 Alliages métalliques *16*

I.2.2.1 Alliages à base de Ti 16

I.2.2.2 Alliages à base de Ni 19

I.2.2.3 Alliages à base de Fe 20

I.2.2.4 Alliages à base d'Al 23

I.2.3 Matériaux composites *25*

I.3 Objectifs des travaux **26**

Références bibliographiques du chapitre I **28**

Chapitre II. Techniques expérimentales **37**

II.1 Matériaux **37**

II.1.1 Poudres de fer et d'aluminium *37*

II.1.2 Poudres d'alliages *38*

II.1.3 Poudres SiC *39*

II.2 Elaboration des éprouvettes par SLM **40**

II.2.1 La machine de fusion sélective par laser *40*

II.2.2 Choix des paramètres pour l'élaboration des cordons *41*

II.2.3 Elaboration d'éprouvettes *44*

II.3 Techniques de caractérisation **47**

II.3.1 Mesures granulométriques *47*

II.3.2 Diffraction des rayons X *47*

II.3.3 Attaques chimiques *48*

II.3.4 Caractérisation des morphologies par analyse d'images *48*

II.3.5 Mesure de la densité *49*

II.3.6 Rugosité et profil de surface *49*

II.4 Tests de caractérisation de propriétés des éprouvettes **49**

II.4.1 Microdureté Vickers *50*

II.4.2 Essais de traction *50*

II.4.3 Traitement thermique sous vide *51*

II.4.4 Calcul des contraintes résiduelles *52*

Références bibliographiques du chapitre II **53**

Chapitre III. Réalisation de pièces à partir de poudre de fer par fusion sélective par laser **55**

III.1 Caractéristiques des pièces en fer fabriquées par SLM **55**

III.1.1 Effet des paramètres sur la densité *55*

III.1.2 Effet des paramètres sur la porosité *57*

III.1.3 Effet des paramètres sur la nature des phases *58*

III.1.4 Effet des paramètres sur la morphologie de surface *59*

III.1.5 Examen de la microstructure *62*

III.1.5.1 Métallographie 62

III.1.5.2 Caractérisation MET 63

III.1.6 Propriétés mécaniques des pièces en fer fabriquées par SLM *66*

III.1.6.1 Comportement en traction 66

III.1.6.2 Morphologie des zones de fracture 67

III.1.7 Discussion sur les mécanismes d'auto-renforcement *68*

III.2 Effet d'un traitement thermique sous vide sur la microstructure, la nature des phases et les propriétés mécaniques de pièces en fer produites par SLM **70**

III.2.1 Identification des phases *71*

III.2.2 Évolution de la microstructure *73*

III.2.3 Comportement en traction *75*

III.2.4 Contraintes résiduelles *77*

III.3 Conclusion **81**

Références bibliographiques du chapitre III **83**

Chapitre IV. Réalisation de pièces à partir de poudres préalliées (Fe-Al) **89**

IV.1 Établissement des paramètres de fabrication à partir de l'étude de cordons 89

IV.2 Effet des paramètres sur la morphologie de surface 91

IV.3 Effet des paramètres sur la microstructure et la porosité 93

IV.4 Compositions des phases 94

IV.5 Microdureté 97

IV.6 Conclusion 98

Références bibliographiques du chapitre IV 99

Chapitre V. Réalisation d'alliages in-situ au cours de la fabrication par fusion sélective par laser à partir de mélanges de poudres (Fe et Al) 101

V.1 Introduction 101

V.2 Calcul de la vitesse critique de balayage du laser 103

V.3 Microstructure et analyse de phase d'échantillons Fe-Al réalisées par SLM 105

V.3.1 Effet des paramètres sur la morphologie de surface 106

V.3.2 Effet des paramètres sur la macrostructure 107

V.3.3 Effet des paramètres sur la composition des phases 108

V.3.3.1 Résultats de DRX 108

V.3.3.2 Distribution des éléments 110

V.3.4 Observations métallographiques 114

V.4 Effet d'un traitement thermique sous vide 115

V.4.1 Effet de la température du traitement thermique 115

V.4.2 Effet des durées de maintien du traitement thermique 116

V.4.3 Paramètres cristallins et degré d'ordre 118

V.5 Comportement mécanique 120

V.5.1 Microdureté 120

V.5.2 Propriétés en traction 122

V.6 Conclusion 126

Références bibliographiques du chapitre V 128

Chapitre VI. Fabrication de composites à matrice métallique par fusion sélective par laser 131

VI.1. Introduction 131

VI.2 Densité du composite et morphologie de surface 132

VI.3 Identification des phases 134

VI.4 Métallographie 136

VI.5 Distributions des particules de SiC 139

VI.6 Caractérisation par MET 142

VI.7 Comportement en traction et microdureté 144

VI.8 Conclusion 148

Références bibliographiques du chapitre VI 150

Conclusion Générale et Perspectives 155

Liste de publication 157

Glossaire

AM Additive Manufacturing

ANSI American National Standards Institute

APS Atmospheric Plasma Spraying

CAO Conception Assistée par Ordinateur / Computer-Aided Design

DMLS Direct Metal Laser Sintering

DRX Diffraction de Rayons X / X-Ray Diffraction

EDS Energy Dispersive Spectroscopy

GFA Glass Forming Ability

HIP Hot Isostatic Pressing

HP-SLM High Power Selective Laser Melting

HRC Rockwell Hardness Unit

HVOF High Velocity Oxy-Fuel

LMD Laser Metal Deposition

LRO Long-Range Order

MA Mechanical Alloying

MEB Microscope Electronique à Balayage / Scanning Electron Microscope

MET Microscopie Electronique en Transmission / Transmission Electron Microscopy

MMCs Metal Matrix Composites

MO Microscope Optique / Optical Microscope

PM Paramètres de Maille / Lattice Parameter

RP Rapid Prototyping

SAD Selected Area (Electron) Diffraction

SHS Self-Propagating High-temperature Synthesis

SLM Selective Laser Melting

SLS Selective Laser Sintering

SPS Spark Plasma Sintering

UTS Ultimate Tensile Strength

Introduction

Introduction

Depuis la fin des années 80, les techniques de la fabrication additive (AM) couche par couche à l'échelle microscopique sont disponibles et sont utilisées pour fabriquer des modèles et des prototypes. La fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM), l'une des technologies de fabrication additive (AM), permet une production rapide de pièces 3D de formes complexes directement à partir de poudres métalliques. Selon un mode "couche par couche", des pièces peuvent être construites en faisant sélectivement fondre certaines zones de couches minces de poudre à l'aide d'un faisceau laser. Chaque couche balayée représente une coupe transversale 2D de l'objet. La technique SLM présente plusieurs avantages significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication: (i) la possibilité de produire des pièces de formes extrêmement complexes; (ii) un processus de fabrication flexible (sans outillage spécifique); (iii) la capacité de fabriquer des pièces avec des structures évolutives selon les exigences de conception. Il reste toutefois difficile de fabriquer des pièces à partir de poudres métalliques à haut point de fusion ou de poudres céramiques.

Dans ce travail de thèse, plusieurs points ont été considérés en regard de cette nouvelle technique: (i) l'effet des paramètres, par exemple la puissance du laser et la vitesse de balayage, sur la densité, la microstructure, la composition des phases, les propriétés mécaniques de la pièce réalisée; (ii) le rôle du choix des poudres. Un mélange de particules permet à priori d'atteindre des structures originales de façon économique et également une homogénéité à une échelle plus fine que les procédés de fonderie. Ce travail a donc été largement consacré à l'étude de la réalisation d'alliage et de composites à partir de poudres élémentaires.

Six chapitres composent ce mémoire:

1. Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique du procédé de fabrication additive par fusion sélective de poudres par laser.

2. Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales: machines, paramètres, matériaux et moyens de caractérisation.

3. Le troisième chapitre s'intéresse à la réalisation de pièces à partir d'une poudre de fer élémentaire par fusion sélective par laser. Le métal élémentaire Fe a été choisi en raison de son caractère quasi universel comme base d'alliages métalliques. Les caractéristiques (la densité, la nature des phases, la microstructure et les propriétés mécaniques, etc.) des pièces en fer fabriquées par SLM ont été étudiées en fonction des paramètres d'élaboration. Un traitement thermique sous vide a aussi été effectué pour traiter la question des contraintes thermiques résiduelles et améliorer la microstructure des pièces.

4. Le quatrième chapitre présente la réalisation de pièces par fusion sélective par laser à partir de poudres préalliées. Les morphologies de surface, les microstructures et les propriétés mécaniques ont été considérées.

5. Le cinquième chapitre présente la réalisation d'alliages in situ par fusion sélective par laser d'un mélange de poudres de Fe et d'Al. La possibilité d'obtenir des alliages FeAl in-situ à partir d'un mélange de poudres (Fe et Al) a été étudiée. L'influence des paramètres de fabrication sur la densité, la composition des phases et les propriétés mécaniques a été étudiée. Un traitement thermique sous vide des pièces fabriquées a permis d'obtenir des phases FeAl intermétalliques ordonnées. L'influence de la température et de la durée de maintien sur les paramètres cristallins, le degré d'ordre et les propriétés mécaniques a été considérée.

6. Le sixième chapitre se concentre sur l'obtention de composites à matrice métallique par fusion sélective par laser. L'influence de la taille des particules de renforcement sur la microstructure et les propriétés a été considérée. Certaines caractéristiques des composites Fe/SiC comme la nature des phases, la distribution des particules de SiC, la microstructure (MET), la microdureté et le comportement en traction ont été étudiées et comparées avec celles de pièces en fer pur préparées avec des paramètres de fabrication identiques.

Chapitre I. Contexte général de l'étude / Bibliographie

Chapitre I. Contexte général de l'étude / Bibliographie

Ce premier chapitre présente les objectifs de la recherche et l'état de l'art dans le domaine de la technologie de fabrication additive par fusion sélective de poudres par laser (Selective Laser Melting, SLM). La question du choix des matériaux est aussi abordée.

La fabrication additive (AM) à l'origine considérée comme une technologie de prototypage (Rapid Prototyping, RP) est à présent devenue une technologie de fabrication avancée [1-3]. Le processus AM crée des pièces à l'aide d'un laser selon un mode couche par couche. Après avoir consolidé une couche correspondante à une coupe transversale de la pièce à fabriquer, une nouvelle couche de poudre est déposée et ce processus est répété.

Le développement de la technologie AM a commencé avec l'utilisation de résines polymérisables et d'autres matériaux non métalliques (polymères) possédant un faible point de fusion. Mais actuellement, la technologie AM ne se limite plus au prototypage et permet de fabriquer directement des pièces de formes complexes difficiles à réaliser par les méthodes traditionnelles. Les pièces peuvent être réalisées à partir de métaux [4-6] de polymères et même de céramiques [7-9], pour répondre aux besoins de l'aérospatial [10], du militaire [11, 12], de l'automobile [13, 14], de la mécanique [15, 16], de l'électronique [17-19], de la santé [20-21] et de nombreux autres domaines.

La fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM) est une technologie de fabrication additive qui permet la production de pièces de formes complexes à partir de poudres métalliques [22-26]. Le procédé SLM crée des pièces en faisant fondre des couches minces de poudre à l'aide d'un laser. Chaque couche balayée représente une section transversale 2D selon le modèle CAO de l'objet. En bref, la technique SLM présente quatre avantages significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication: (i) processus de fabrication flexible (sans outillage spécifique); (ii)

production de pièces de formes complexes; (iii) possibilité d'optimiser la géométrie des pièces; (iv) processus de solidification rapide permettant l'obtention de propriétés spécifiques.

I.1 Fusion sélective par laser (SLM)

Le principe du procédé SLM est basé sur la fusion/solidification complète du matériau. Au cours des dernières années, grâce à l'évolution des lasers (haute densité de puissance et réduction du diamètre du faisceau) et à la réduction de l'épaisseur d'épandage de la poudre, les particules ont pu être complètement fondues lors du processus de fabrication. Plusieurs auteurs [27, 28] ont montré que la durée de coexistence des états solide et liquide est faible et donc que le mécanisme de fusion/solidification dans le processus SLM est plus efficace pour obtenir une bonne qualité de microstructure par rapport aux techniques qui conservent plus longtemps un bain de fusion. Le schéma du procédé SLM est présenté dans la Figure I.1. Des morphologies comparatives de surface de pièces sont présentées dans les Figures I.2 et I.3. Les surfaces des pièces fabriquées par SLM (Figures I.2a et 3a) présentent par exemple une meilleure finition et une densité plus haute (Figures I.2b et 3b) que celles des pièces fabriquées par frittage (SLS).

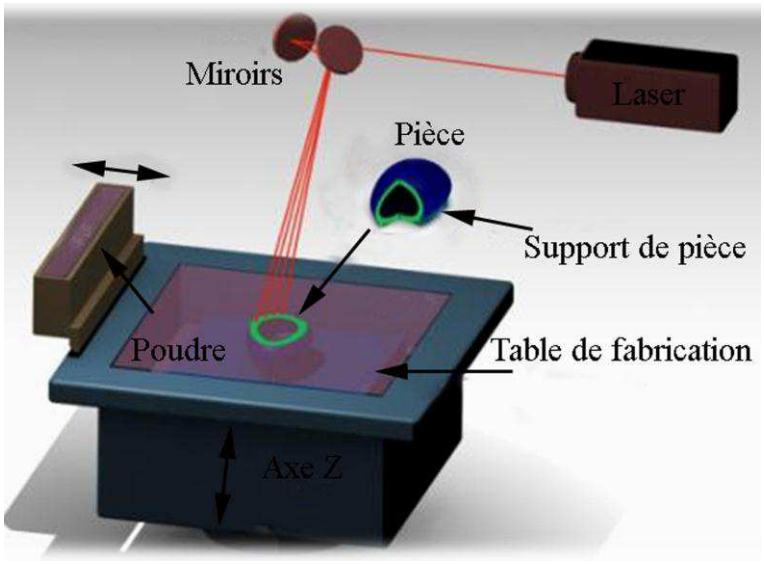


Figure I.1 Schéma du procédé SLM d'après Joguet [29].

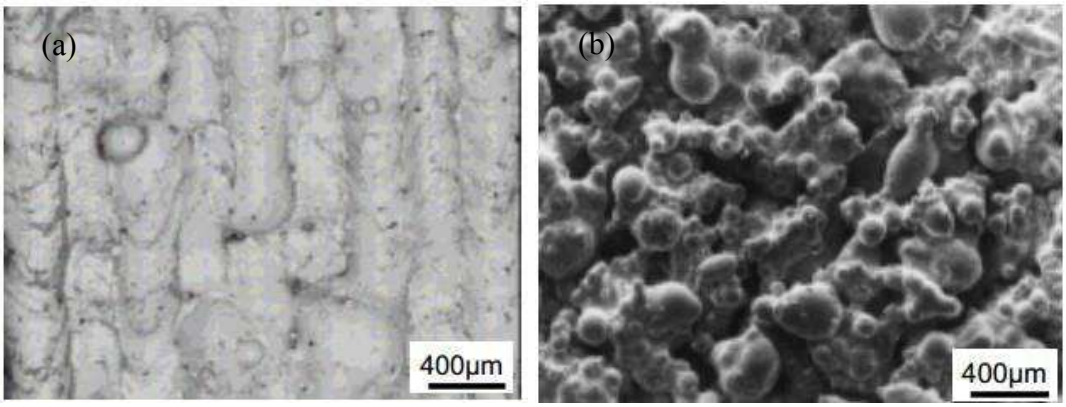


Figure I.2 Morphologies de la surface de pièces fabriquées à partir de poudre acier M2 (a) par SLM [30], (b) par SLS d'après Niu et Chang [31].

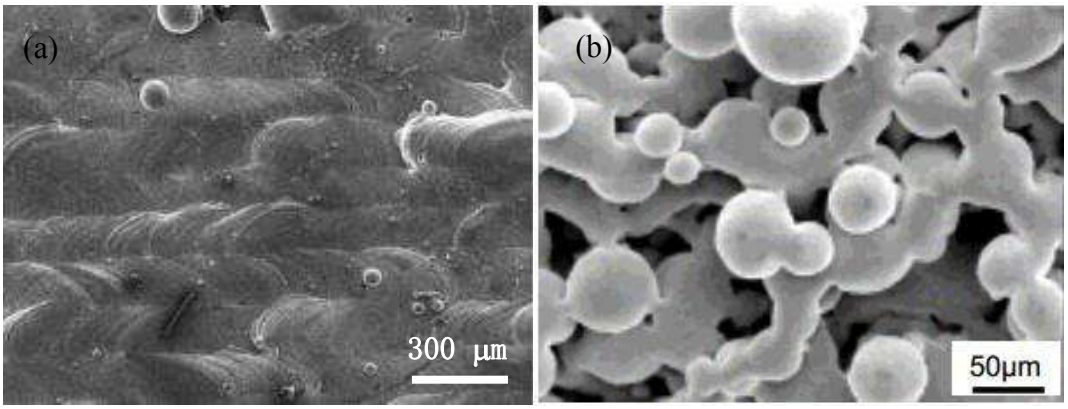


Figure I.3 Morphologies de la surface de pièces fabriquées à partir de poudre Ti (a) par SLM [24], (b) par DMLS [32].

Bien qu'une amélioration de la densité et de la rugosité de surface soient obtenue en SLM par rapport aux technologies de frittage (SLS), un retrait et une déformation apparaissent au cours de la transition entre solide et liquide, ce qui peut entraîner l'accumulation de contraintes thermiques au cours du processus de refroidissement. Ces contraintes peuvent causer une déformation voire une fissuration des pièces (Figure I.4) [33, 34]. Par conséquent, pour obtenir une bonne mise en forme, le contrôle des paramètres du laser (en particulier la puissance et la vitesse de balayage) et de l'épaisseur du lit de poudre sont nécessaires. Afin d'éliminer les contraintes résiduelles, des traitements thermiques peuvent aussi être utilisés.

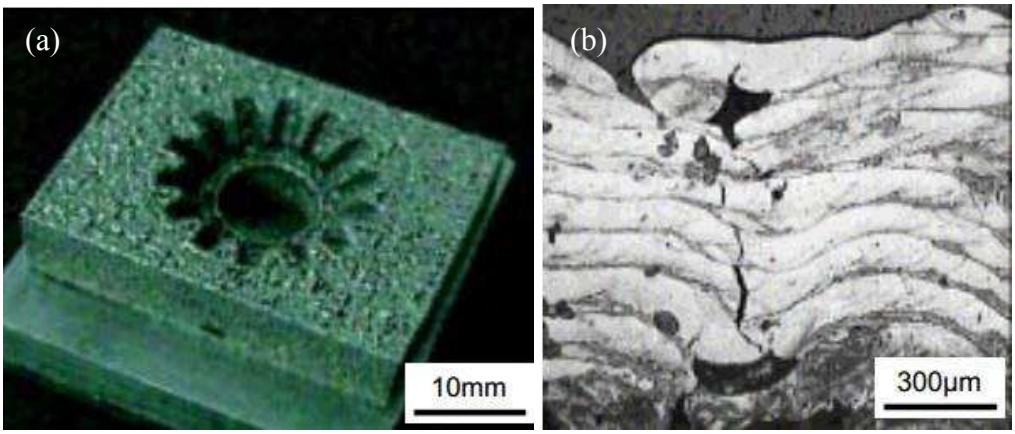


Figure I.4 Problèmes typiques de fabrication par SLM (a) haute porosité d'après Osakada *et al.* [33, 35], (b) fissures d'après Pogson *et al*. [34].

I.2 Matériaux et applications

Actuellement, quatre aspects de la fabrication des matériaux par SLM sont particulièrement étudiés: (i) la nature du matériau, (ii) la structure des pièces, (iii) les paramètres du laser, (iv) les propriétés. La nature des matériaux jouant un rôle essentiel, cet aspect est plus particulièrement considéré ci-après.

I.2.1 Métaux purs

Les métaux purs classiquement utilisés en SLM sont répertoriés dans le Tableau I.1. Les métaux purs présentent généralement des propriétés mécaniques limitées et des capacités de résistance à la corrosion faible. Cependant, certaines applications spécifiques peuvent être considérées. Par exemple, le Ti pur [36] (Tableau I.1) démontre un fort potentiel de production pour des implants poreux de forme complexe. Dans certain cas une puissance faible du laser est utilisée pour faire fondre partiellement la poudre métallique [37] et permettre l'obtention de structures particulières. Un exemple de pièce en Ti de forme complexe fabriquée par SLM est présenté dans la Figure I.5. La fragilité intrinsèque des matériaux poreux fabriqués par frittage classique peut être éliminée par SLM. Dans le cas du Ta (Figure I.6), grâce à l'absence de transition de phase, en contrôlant la stratégie de balayage du

laser, une texturation du matériau est obtenue selon la direction du gradient de température de bain de fusion. Cette texturation conduit à une grande anisotropie de la limite d'élasticité des pièces fabriquées par SLM [37]. Par conséquent, selon la stratégie de balayage, la direction de croissance du cristal et donc les propriétés mécaniques peuvent être "contrôlées". Kruth *et al*. [41] ont montré le rôle des paramètres d'élaboration sur la densité de pièces en fer fabriquées par SLM. L'optimisation des paramètres a permis l'obtention de pièces denses; toutefois l'influence des paramètres sur la nature des phases et la microstructure n'a pas été abordée.

Tableau I.1 Métaux purs utilisés en SLM.

Année	Métal	Remarques	Référence
2003	Cu	Tâtonnements pour produire des structures tridimensionnelles.	[40]
2004	Fe	Recherche de paramètres optimaux pour obtenir un matériau entièrement dense (Fe).	[42]
2004 2006	Ti	300 MPa (UTS), résistance à la fatigue en torsion 100 MPa. Microdureté 600-1000 HV (après nitruration avec le laser).	[20, 38]
2011	Ti	Contrôle de structures poreuses pour applications biomédicales.	[39, 36]
2012	Ti	Influence des paramètres du laser sur la densité et le taux de densification (99,5%), microdureté 3,89 GPa.	[24]
2012	Au	Porosité minimum 12,5%; microdureté maximale 29 HV.	[41]
2013	Ta	Obtention d'un matériau dense. Observation de textures, avec des propriétés mécaniques différentes selon les directions.	[37]

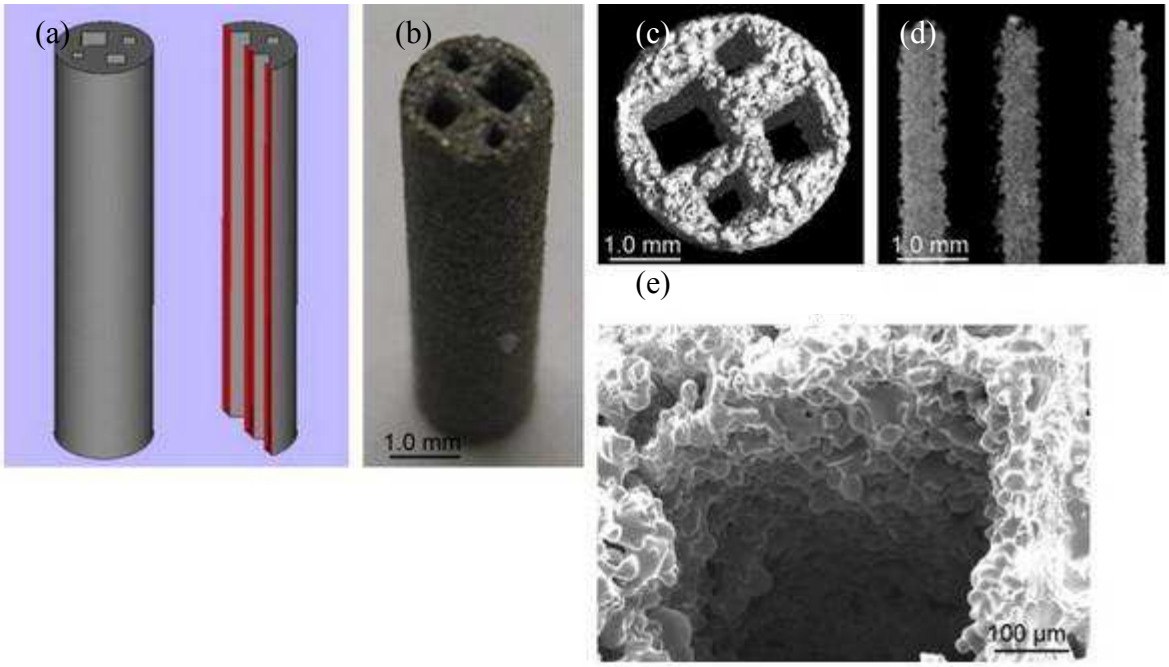


Figure I.5 (a) Conception assistée par ordinateur (CAO) d'un implant osseux avec quatre canaux carrés (diagonales 500, 600, 900, et 1200 µm), (b) implant correspondant en titane fabriqué par SLM, (c, d) microtomographies, (e) image MEB d'une coupe transversale après un traitement thermique à 1300°C; d'après Fukuda *et al*. [36].

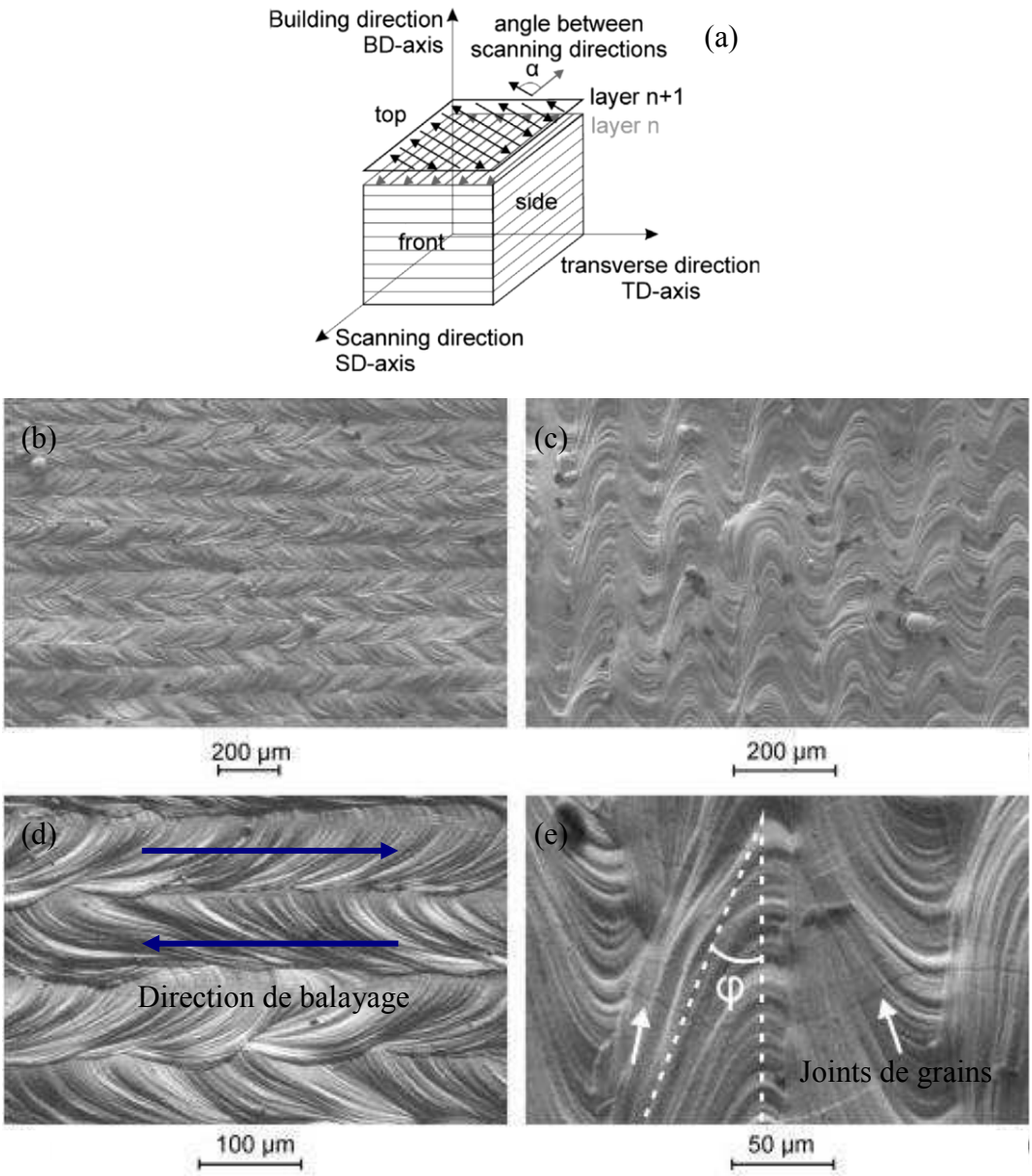


Figure I.6 (a) Stratégie de balayage du laser pour l'élaboration de cubes et photos MEB de la surface supérieure brute d'échantillons de Tantale élaborés avec différents angles de la direction de balayage entre les couches consécutives: (b et d) α=90°et (c et e) α=0°. Les joints de grains sont indiqués par des flèches blanches. On observe l'angle φ entre l'ondulation et la direction de balayage du laser (d); d'après Thijs *et al*. [37].

I.2.2 Alliages métalliques

De nombreux alliages ont déjà été considérés pour une mise ne forme par SLM. La majorité des efforts de recherche est axée sur les alliages à base de Ti, de Ni, de Fe et d'Al.

I.2.2.1 Alliages à base de Ti

Les alliages à base de Ti, principalement le Ti-6Al-4V, sont principalement utilisés dans les domaines de l'aéronautique [37, 43-45] et du médical [46, 47] en raison de leur faible densité, de leurs caractéristiques mécaniques ainsi que de leur biocompatibilité. Leur mise en forme par SLM est donc très étudiée (Tableau I.2). En raison de la formation de martensite hcp (Figures I.7a et 7c), la résistance à la traction des pièces fabriquées par SLM est plus élevée que celle de pièces fabriquées par les méthodes traditionnelles, mais la ductilité est plus faible. Un traitement thermique provoque la transformation de la martensite métastable en structure α-β biphasique (Figure I.7b et 7d), résultant en une augmentation de la ductilité et une réduction de la résistance du matériau.

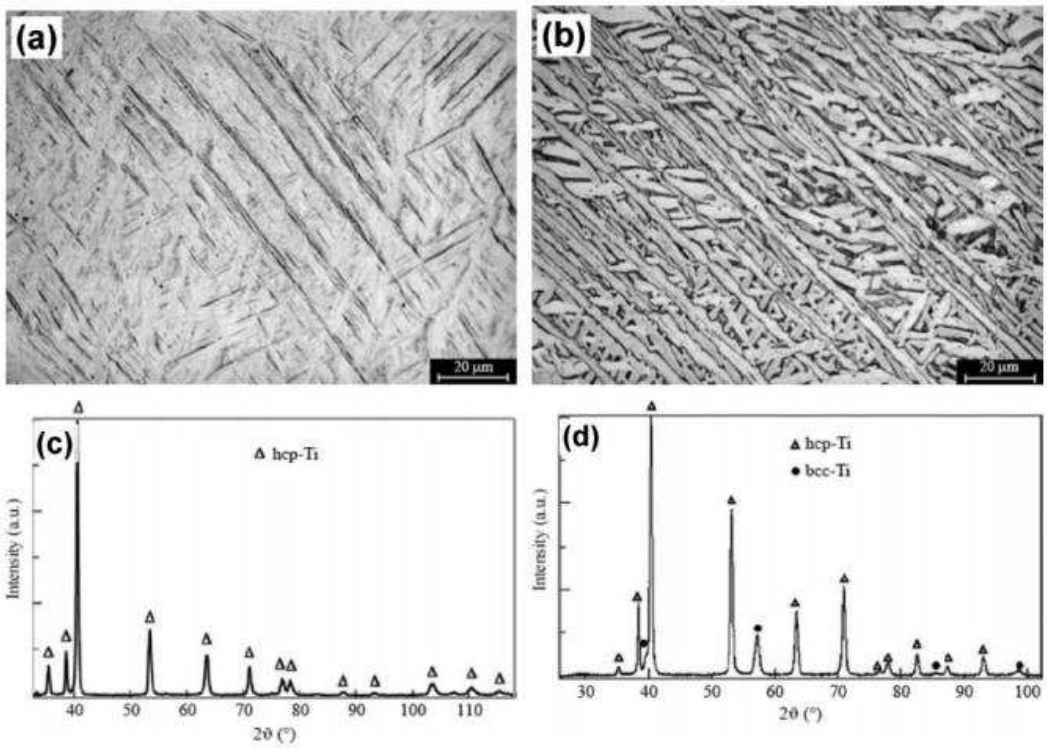


Figure I.7 (a, c) Martensite aciculaire (hcp) dans un alliage Ti-6Al-4V élaboré par SLM, (b, d) microstructure après traitement thermique; d'après Facchini *et al*. [48].

Tableau I.2 Alliages à base de Ti fabriqués par SLM.

Année	Alliage	Remarques	Référence
2011	Ti6Al7Nb	Taux de densification >99%, selon l'axe X: 1515 (UTS)-1440 MPa ($\sigma_{0,2}$); selon l'axe Z: 776 (UTS)-121 MPa ($\sigma_{0,2}$).	[58]
2011	Ti–24Nb–4Zr–8Sn	Taux de densification >99%, 563-53 MPa ($\sigma_{0,2}$).	[59]
2011-2013	Ti6Al4V	Contrôle des paramètres pour la fabrication de structures poreuses pour des composants biomédicaux.	[49-52]
2012	Ti6Al7Nb	Un recuit de la poudre Ti6Al7Nb est utilisé pour une modification de la structure.	[57]
2012	Ti6Al4V	Taux de densification >98%, 1267 MPa (UTS), 1110 MPa ($\sigma_{0,2}$). Après un traitement à 850°C pendant 2 heures, la ductilité passe de 7,36±1,32% à 12,84±1,36%.	[25]
2012	Ti6Al4V	Influence des paramètres du laser sur la distribution de la température et la profondeur du bain de fusion en utilisant la simulation.	[54]
2012	Ti6Al4V	Taux de densification 98% et micro-dureté 450 $HV_{0,3}$.	[55]
2013	Ti 6Al4V	Avec le recuit, la ductilité augmente et des pores sont éliminés par pressage isostatique à chaud (HIP). Le comportement à la propagation des fissures est principalement affecté par les contraintes résiduelles.	[56]
2013	Ti6Al4V	Tentative de préparation d'un matériau entièrement dense. Taux de densification >95% et micro-dureté 492 $HV_{0,2}$.	[53]

I.2.2.2 Alliages à base de Ni

Les superalliages à base de Ni, par exemple les Inconel 625 et 718, sont utilisés notamment pour fabriquer des pièces de moteurs d'avions et de turbines à gaz [60, 61]. Ces matériaux présentent des propriétés de résistance à la traction, de tolérance aux dommages, de résistance à la corrosion et à l'oxydation particulièrement intéressantes pour ces applications. Wang *et al.* [62] ont produit des pièces en alliages à base de Ni par LMD (Laser Metal Deposition) disposant de grains ultrafins et colonnaires (Figure I.8). Cependant, des fissures apparaissent au cours du processus. Comparativement, des pièces en Waspaloy® présentent une densité relative de 99,7% [63]. Des pièces en Inconel 718 (Figure I.9) présentent une texturation le long de la direction de construction [64].

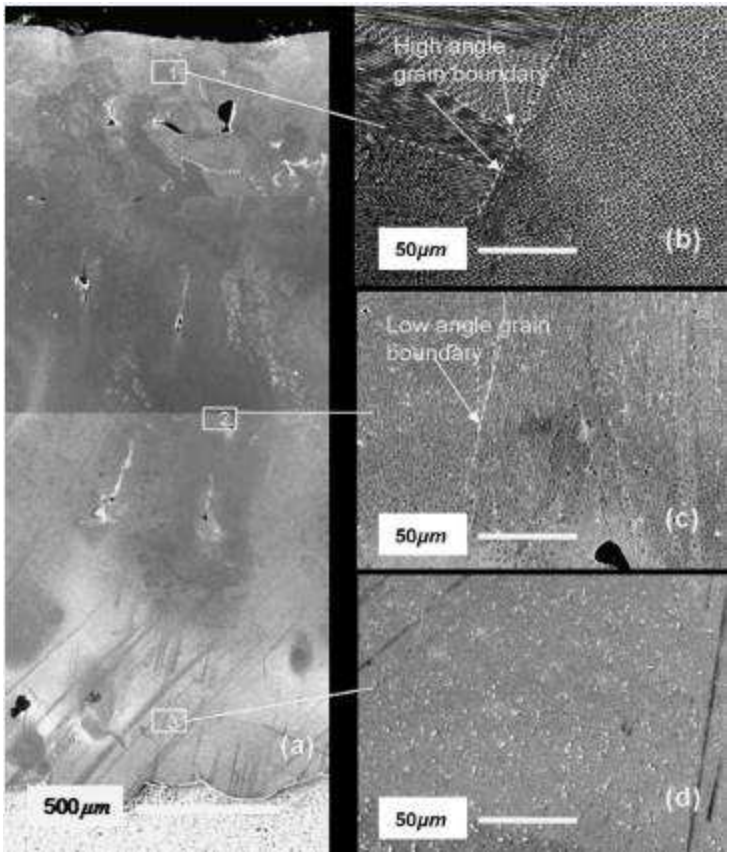


Figure I.8 (a-d) Micrographies caractéristiques de coupes transversales d'échantillons de Waspaloy® (superalliage durcissable à base de nickel) obtenus par SLM d'après Mumtaz *et al*. [63].

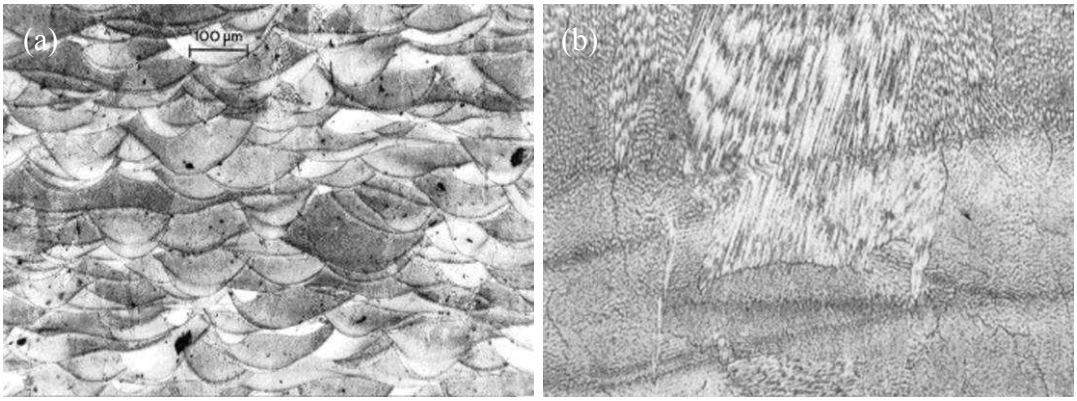


Figure I.9 Coupes transversales d'échantillons d'Inconel 718: (a) coupe perpendiculaire à la direction de construction, (b) vue agrandie montrant la structure à grains colonnaires; d'après Amato *et al*. [64].

Tableau I.3 Alliages à base de Ni fabriqués par SLM.

Année	Alliage	Remarques	Référence
2008	Waspaloy®	Taux de densification 99.7%.	[63]
2012	Ni718	Taux de densification 100%, 1137-1148 MPa (UTS), 889-997 MPa ($\sigma_{0,2}$). Après recuit, 1280-1358 MPa (UTS), 1102-1161 MPa ($\sigma_{0,2}$).	[62]
2012	Ni718	Texture (200), HIP + recuit, 1200 MPa (UTS).	[64]
2012	Nimonic 263	La stratégie de balayage conduit à des propriétés mécaniques différentes. Taux de densification 97%; après traitement à 1150°C/2h WQ+800C/8h AC, 1268 MPa (UTS)-848 MPa ($\sigma_{0,2}$).	[65]

I.2.2.3 Alliages à base de Fe

Les publications sur la fabrication de pièces en alliages à base de Fe par SLM sont présentées dans le Tableau I.4. Li *et al*. [66-69] ont montré qu'une puissance élevée

du laser, des vitesses faibles de balayage, un pas étroit entre chaque passage ainsi que une épaisseur faible de la couche de poudre permettent d'obtenir une surface plus lisse et une densification plus élevée. En utilisant des poudres atomisées aux gaz, il apparaît plus facile d'obtenir une meilleure densification par rapport à des poudres atomisé à l'eau, en raison de la plus faible teneur en oxygène. Parce que l'élément Fe est très réactif avec l'oxygène [66, 70], les phénomènes de bouletage ('balling') sont courants pendant le processus SLM et sont associés à la formation de pores (Figure 1.10). En général, l'optimisation des paramètres SLM et une atmosphère contrôlée permettent d'améliorer la densification des pièces. Guan *et al*. [71] ont étudié les effets de l'épaisseur de la couche de poudre et de la direction de construction sur les propriétés de pièces en acier inoxydable 304 fabriquées par SLM. Les éprouvettes fabriquées avec un angle de balayage du laser de 105^{o} présentent les meilleures propriétés avec une limite d'élasticité de 566-570 MPa et une résistance à la traction de 714-717 MPa. Liu *et al*. [72] ont étudié les effets des paramètres laser sur la structure cristalline. Feuerhahn *et al*. [73] ont produit des pièces en X110CrMoVAl 8-2 (acier à outils) par SLM. Après traitement thermique, ces pièces présentent une microstructure homogène avec des précipitations de carbure ultrafines et une dureté très élevée (765 HV). Kempen *et al*. [74] ont aussi montré l'intérêt de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de pièces en acier 18Ni-300 (Tableau I.4).

Tableau I.4 Alliages à base de Fe fabriquées par SLM et des résultats.

Année	Alliage	Remarques	Référence
2010, 2011	Acier inoxydable 316L	Porosité (1-2%). Mécanisme de génération de la porosité, oxydation, "balling" et microfissures.	[66, 69]
2011	Acier 18Ni-300	Après trempe/vieillissement 480/5h, dureté 58 HRC, (UTS) de 1290 MPa à 2160 Mpa; allongement de 13% à 2%.	[74]
2012	Acier inoxydable 17-4 PH	Influence de la nature des poudres. Comparaison de la microstructure des pièces fabriquées sous l'azote et sous argon.	[70]
2013	Acier inoxydable 304	714-717 MPa (UTS), 566-570 MPa ($\sigma_{0,2}$).	[71]
2013	Acier rapide M2 (HSS)	Effet des paramètres laser sur la structure du cristalline.	[72]
2013	X110CrMoVAl 8-2	Taux de densification 100%. Après traitement thermique, microdureté 765 HV.	[73]

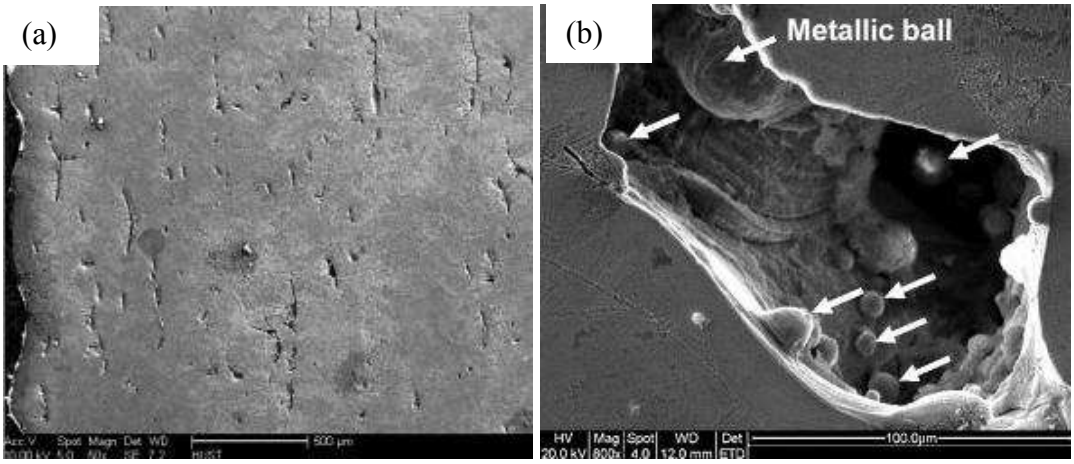


Figure I.10 Images MEB de la surface d'une pièce en 316L d'après Li *et al*. [67].

I.2.2.4 Alliages à base d'Al

Les pièces en alliages à base d'Al sont relativement difficiles à fabriquer car la réflectivité élevée de l'aluminium (0,91%) [75] et sa conductivité thermique augmentent significativement la puissance nécessaire pour fondre le matériau. De plus la forte réactivité de l'Al avec l'oxygène conduit à la formation d'oxyde qui réduit la mouillabilité. Par conséquent, au cours de la solidification, des particules sphériques ont tendance à se former, ce qui entraîne une augmentation de la porosité. Toutefois, l'optimisation des paramètres laser a déjà permis l'élaboration d'alliages à base d'Al [76, 77] tels que AlSi10Mg (Figure I.11) [77, 78]. Une résistance à la fatigue élevée (selon EN 1706) a été obtenue par Brandl et al. [79] pour cet alliage.

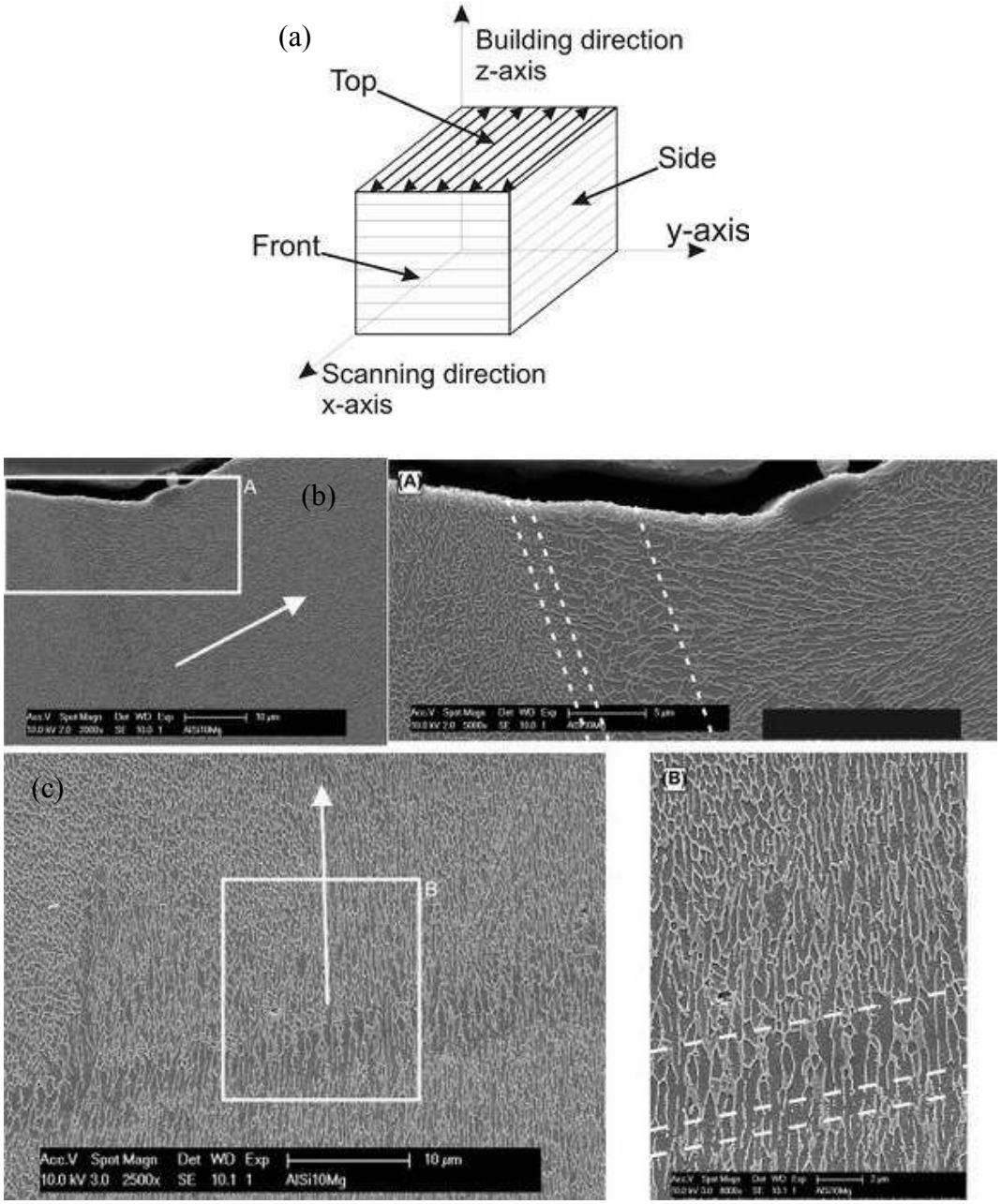


Figure I.11 (a) Schéma d'un cube et microstructure MEB d'un échantillon d'AlSi10Mg: (b) vue de face ('Front'), (c) vue de côté ('Side') et grossissements correspondant aux zones A, B. La flèche indique l'orientation générale des dendrites; d'après Thijs *et al*. [78].

Tableau I.5 Alliages à base d'Al fabriquées par SLM.

Année	Alliage	Remarques	Référence
2011	AlSi10Mg	Puissance du laser 1000W, taux de densification 100%, dureté 145 HV, 400 MPa (UTS).	[76]
2011	Al6061	Tentative d'utilisation d'une faible puissance pour la préparation d'aluminium dense; taux de densification 89.5%.	[80]
2012	AlSi10Mg	Résistance à la fatigue élevée par rapport à EN 1706.	[79]
2012, 2013	AlSi10Mg	Taux de densification 99,8%, texture significative, anisotropie des propriétés mécaniques, selon la direction XY 391 ± 6 MPa (UTS), selon la direction Z 396 ± 8 MPa (UTS).	[77, 78]

I.2.3 Matériaux composites

Peu de travaux ont été publiés à ce jour sur la fabrication de composites à matrice métallique (MMCs) par SLM. Cependant, une attention croissante est portée à ces matériaux en raison de leurs propriétés mécaniques améliorées, telles que la résistance spécifique [81-83]. Les nanocomposites TiC/Ti ont été étudiés par Gu *et al.* [84-87]. La Figure I.12 montre l'évolution de la morphologie des particules de TiC en fonction de la puissance du laser. Lorsque la puissance est augmentée, la forme des particules évolue vers la sphéricité. L'influence des particules de TiC sur les propriétés de la matrice Ti, sur la densification, sur la microstructure et sur les mécanismes de renforcement a aussi été considérée (Figure I.13). Hao *et al.* [88] ont rapporté la fabrication de composites hydroxyapatite/acier inoxydable ainsi que de composites Al/Fe_2O_3 en se focalisant sur l'optimisation des paramètres du processus en vue d'obtenir des pièces denses.

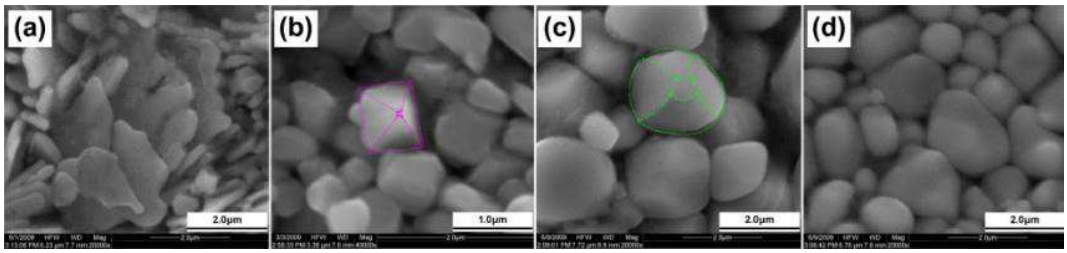


Figure I.12 Evolution de la morphologie des particules de TiC dans une matrice de titane en fonction de la puissance du laser (a) 700 W; (b) 800 W; (c) 875 W; (d) 900 W; d'après Gu *et al*. [86].

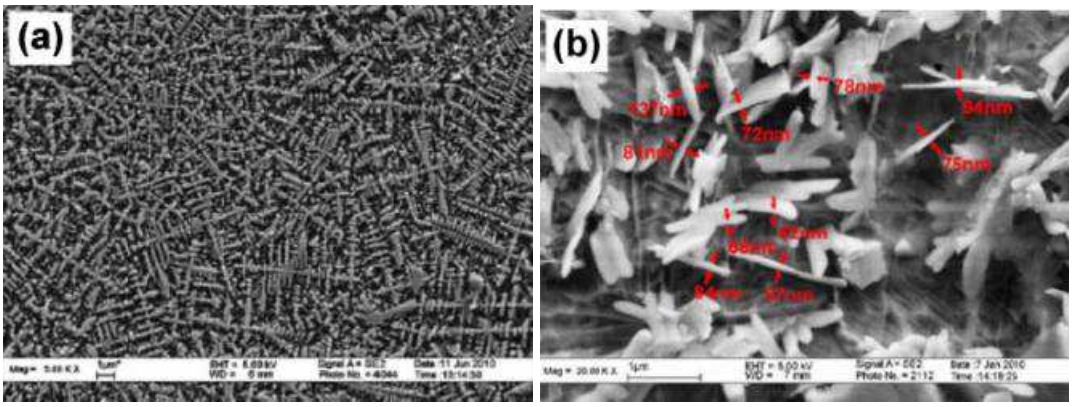


Figure I.13 Microstructures d'un composite TiC/Ti5Si3 (a) [89] et d'un nanocomposite TiCx/Ti (b) d'après Gu *et al*. [87].

I.3 Objectifs des travaux

L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire consiste à étudier la possibilité de réaliser des alliages in situ par SLM à partir de poudres mélangées, en incluant bien entendu la considération de leurs propriétés mécaniques.

Ces travaux sont présentés en plusieurs parties:

✓ **Réalisation de pièces à partir de poudre fer par SLM.**

Le métal élémentaire Fe a été choisi pour le début de notre étude. Les caractéristiques (densité, microstructure, propriétés mécaniques, etc.) des pièces en fer fabriquées par SLM ont été étudiées en fonction des paramètres d'élaboration. Un traitement thermique sous vide a été effectué pour tenter de réduire les contraintes thermiques résiduelles et d'améliorer la microstructure des pièces.

- ✓ **Réalisation de pièces à partir de poudres préalliées par SLM.**

Dans un deuxième temps, une carte des paramètres de fabrication a été établie pour préparer des pièces denses par SLM à partir de poudres FeAl intermétalliques.

- ✓ **Réalisation d'alliages à partir de poudres de Fe et d'Al par SLM.**

La possibilité d'obtenir des alliages FeAl in-situ au cours de la fabrication par SLM à partir de mélange de poudres (Fe et Al) a ensuite été considérée. L'influence des paramètres de fabrication sur la densité, la composition des phases et les propriétés mécaniques a été étudiée en détail en vue de développer un processus de fabrication économique et efficace.

- ✓ **Fabrication de composites à matrice métallique par fusion sélective par laser.**

Dans un dernier temps, la fabrication de composites à matrice de fer a été considérée en choisissant SiC comme matériaux de renfort. L'influence de la taille des particules de renforcement sur la microstructure et les propriétés a été considérée afin de déterminer le potentiel et les limites de cette approche.

Références bibliographiques du chapitre I

[1] L. Lu, J. Fuh, Y.S. Wong, Laser-induced materials and processes for rapid prototyping, Norwell, Kluwer Academic Publishers, (2001) 1-7.

[2] D.T. Pham, S.S. Dimov, Rapid manufacturing: the technologies and applications of rapid prototyping and rapid tooling, London, Springer-Verlag, (2001) 19-40.

[3] C.K. Chua, K.F. Leong, C.S. Lim, Rapid prototyping: principles and applications, Singapore, World Scientific Publishing Company, (2003) 11-19.

[4] J. Hanninen, Direct metal laser sintering, Adv. Mater. Proc., 160 (2002) 33-36.

[5] D. King, T. Tansey, Rapid tooling: selective laser sintering injection tooling, J. Mater. Proc. Tech., 2132 (2003) 42-48.

[6] C.M. Cheah, C.K. Chua, C.W. Lee, C. Feng, K. Totong, Rapid prototyping and tooling techniques: a review of applications for rapid investment casting, Int. J. Adv. Manuf. Tech., 25 (2005) 308-320.

[7] F.J. Lino, R.J.L. Neto, R. Paiva, A. Moreira, Rapid prototyping and rapid tooling applied in product development of ceramic components, Materials Science Forum, 455-456 (2004) 835-838.

[8] R.S. Evans, D.L. Bourell, J.J. Beaman, M.I. Campbell, Rapid manufacturing of silicon carbide composites, Rapid Prototyping J., 11 (2005) 37-40.

[9] A. Gahler, J.G. Heinrich, J. Gunster, Direct laser sintering of Al2O3-SiO2dental ceramic components by layer-wise slurry deposition, J. Am. Ceram. Soc., 89 (2006) 3076-3080.

[10] V. Raja, S.J. Zhang, J. Garside, R.Chris, D.Wimpenny, Rapid and cost-effective manufacturing of high-integrity aerospace components, Int. J. Adv. Manuf. Tech., 27 (2006) 759-773.

[11] J.F. Zhang, Y.H. Huang, Y.F. Shen, Studyon selective laser sintering of metallic powders, Transactions of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics, 19 (2002) 77-83.

[12] A. Vasinonta, J.L. Beuth, M.L. Griffith, A process map for consistent build conditions in the solid freeform fabrication of thin-walled structures, Journal of

Manufacturing Science and Engineering-Transactions of the ASME, 123 (2001) 615-622.

[13] G. Sansoni, F. Docchio, Three-dimensional optical measurements and reverse engineering for automotive applications, Robot Cim-Int. Manuf., 20 (2004) 359-367.

[14] N. Hopkinson, Y. Gao, D. J. McAfee, Design for environment analyses applied to rapid manufacturing, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D, Journal of Automobile Engineering, 220 (2006) 1363-1372.

[15] V. Canellidis, V. Dedoussis, N. Mantzouratos, Pre-processing methodology for optimizing stereolithography apparatus build performance, Computers in Industry, 57 (2006) 424-436.

[16] K.A. Ghany, S.F. Moustafa, Comparison between the products of four RPM systems for metals, Rapid Prototyping J., 12 (2006) 86-94.

[17] H.L. Li, X.Y. Zeng, A study on embedded resistor components fabricated by laser micro-cladding and rapid prototype, Mater. Sci. Eng. B, 133(2006) 84-90.

[18] X.Y. Zeng, X.Y. Li, J.W. Liu, Direct fabrication of electric components on insulated boards by laser microcladding electronic pastes, IEEE Transactions on Advanced Packaging, 29 (2006) 291-294.

[19] X.Y. Li, X.Y. Zeng, H.L. Li, X.J. Qi, Laser direct fabrication of silver conductors on glass boards, Thin Solid Films, 483 (2005) 270-275.

[20] T. Laoui, E. Santos, K. Osakada, M.Shiomi,M. Morita, S.K.Shaik, N.K. Tolochko, F. Abe, M. Takahashi, Properties of titanium dental implant models made by laser processing, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C, J. Mech. Eng. Sci., 220 (2006) 857-863.

[21] J.P. Li, J.R. de Wijn, C.A. Van Blitterswijk, Klaas de Groot, Porous Ti6Al4V scaffold directly fabricating by rapid prototyping: Preparation and in vitro experiment, Biomaterials, 27 (2006) 1223-1235.

[22] D.A. Hollander, M. Von Walter, T. Wirtz, R. Sellei, B. Schmidt-Rohlfing, O. Paar, H.J. Erli, Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti-6Al-4V produced by direct laser forming, Biomaterials, 27 (2006) 955-963.

[23] P. Fischer, V. Romano, H.P. Weber, N.P. Karapatis, E. Boillat, R. Glardon, Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source, Acta Mater., 51 (2003) 1651-1662.

[24] D.D. Gu, Y.C. Hagedorn, W. Meiners, G.B. Meng, R.J.S. Batista, K. Wissenbach, R. Poprawe, Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium, Acta Mater., 60 (2012) 3849-3860.

[25] B. Vrancken, L. Thijs, J.P. Kruth, J.V. Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties, J. Alloys Compd., 541 (2012) 177-185.

[26] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J.V. Humbeeck, J.P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V, Acta Mater., 58 (2012) 3303-3312.

[27] J.P. Kruth, M P. ercelis, J. Van Vaerenbergh, L. Froyen, M. Rombouts, Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting, Rapid Prototyping J., 11 (2005) 26-36.

[28] J.P. Kruth, S. Kumar, J. Van Vaerenbergh, Study of laser-sinterability of ferro-based powders, Rapid Prototyping J., 11 (2005) 287-292.

[29] D. Joguet, Développement d'une stratégie de synthèse de bio-matériaux (in French), Thèse de l'Universite de Technologie de Belfort-Montbeliard (2013).

[30] A. Simchi, Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features, Mater. Sci. Eng. A, 428 (2006) 148-158.

[31] H.J. Niu, I.T.H. Chang, Selective laser sintering of gas atomized M2 high speed steel powder, J. Mater. Sci., 35 (2000) 31-38.

[32] P. Fischer, V. Romano, A. Blatter, H. P. Weber, Highly precise pulsed selective laser sintering of metallic powders, Laser Phys. Lett., 2 (2005) 48-55.

[33] K. Osakada, M. Shiomi, Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder, Int. J. Mach. Tool. Manu., 46 (2006) 1188-1193.

[34] S. Pogson, P. Fox, W. O'Neill, C.J. Sutcliffe, The direct metal laser remelting of copper and tool steel powders, Mater. Sci. Eng. A, 386 (2004) 453-459.

[35] F.Abe, K.Osakada, M.Shiomi, K. Uematsu, M. Matsumoto, The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting, J. Mater. Process. Tech., 111 (2001) 210-213.

[36] A. Fukuda, M. Takemoto, T. Saito, S. Fujibayashi, M. Neo, Deepak K. Pattanayak, T. Matsushita, K. Sasaki, N. Nishida, T. Kokubo, T. Nakamura, Osteoinduction of porous Ti implants with a channel structure fabricated by selective laser melting, Acta Biomater., 7 (2011) 2327-2336.

[37] L. Thijs, M. L. M. Sistiaga, R. Wauthle, Q.G. Xie, J.P. Kruth, J. V. Humbeeck, Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum, Acta Mater., 61 (2013) 4657-4668.

[38] E. C. Santos, K. Osakada, M. Shiomi, Y. Kitamura, F. Abe, Proceedings of the. Institution of Mechanical Engineers Part C, J. Mech. Eng. Sci. 218 (2004) 711-719.

[39] D. K. Pattanayak, A. Fukuda, T. Matsushita, M. Takemoto, S. Fujibayashi, K. Sasaki, N. Nishida, T. Nakamura, T. Kokubo, Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: Fabrication by selective laser melting and chemical treatments, Acta Biomater., 7 (2011) 1398-1406.

[40] S. R. Pogson, P. Fox, C. J. Sutcliffe, W. O'Neill, The production of copper parts using DMLR, Rapid Prototyping J., 9 (2003) 334-343.

[41] M.Khan, P.Dickens, Selective Laser Melting (SLM) of Gold (Au), Rapid Prototyping J., 18 (2012) 81-94.

[42] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers. Selective laser melting of iron-based powder, J. Mater. Process. Tech., 149 (2004) 616-622.

[43] R.R. Boyer, An overview on the use of titanium in the aerospace industry, Mater. Sci. Eng. A, 213 (1996) 103-114.

[44] G.P. Dinda, L.Song, J. Mazumder, Fabrication of Ti-6Al-4V Scaffolds by Direct Metal Deposition, Metall. Mater. Trans. A, 39 (2008)2914-2922.

[45] X. Wu, J. Liang, J. Mei, C. Mitchell, P.S. Goodwin, W.Voice, Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V, Mater. Des., 25 (2004) 137-144.

[46] B. Vandenbroucke, J. P. Kruth, Selective laser melting of biocompatible metals

for rapid manufacturing of medical parts,Rapid Prototyping J., 13 (2007) 196-203.

[47] D.A. Hollander, M. von Walter, T. Wirtz, R. Sellei, B. SchmidtRohlfing, O. Paar, H.J. Erli, Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti-6Al-4V produced by direct laser forming, Biomaterials, 27 (2006) 955-963.

[48] L.Facchini, E.Magalini, P.Robotti, A.Molinari, S.Höges, K.Wissenbach, Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders, Rapid Prototyping J., 16 (2010) 450-459.

[49] J.F. Sun, Y.Q. Yang, D.Wang, Mechanical properties of a Ti6Al4V porous structure produced by selective laser melting, Mater. Des., 49 (2013) 545-552.

[50] S. Van Bael, Y.C. Chai, S. Truscello, The effect of pore geometry on the in vitro biological behavior of human periosteum-derived cells seeded on selective laser-melted Ti6Al4V bone scaffolds, Acta Biomater., 8 (2012) 2824-2834.

[51] S.Van Bael, G.Kerckhofs, M.Moesen, Micro-CT-based improvement of geometrical and mechanical controllability of selective laser melted Ti6Al4V porous structures, Mater. Sci. Eng. A, 528 (2011) 7423-7431.

[52] E. Sallica-Leva, A.L. Jardini, J.B. Fogagnolo, Microstructure and mechanical behavior of porous Ti-6Al-4V parts obtained by selective laser melting, J. Mech. Behav. Biomed. Mater., 26 (2013) 98-108.

[53] J.F. Sun, Y.Q. Yang, D.Wang, Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method, Opt. Laser. Technol., 49 (2013) 118-124.

[54] B. Song, S.J. Dong, H.L. Liao, C.Coddet, Process parameter selection for selective laser melting of Ti6Al4V based on temperature distribution simulation and experimental sintering, Int. J. Adv. Manuf. Tech., 61 (2012) 967-974.

[55] B. Song, S.J. Dong, B.C. Zhang, H.L. Liao, C.Coddet, Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V, Mater. Des., 35 (2012) 120-125.

[56] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, H.J. Maier, On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by

selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, Int. J. Fatigue, 48 (2013) 300-307.

[57] T. Marcu, M. Todea, I. Gligor, P. Berce, C. Popa, Effect of surface conditioning on the flowability of Ti6Al7Nb powder for selective laser melting applications, Appl. Surf. Sci., 258 (2012) 3276-3282.

[58] E. Chlebus, B. Kuźnicka, T. Kurzynowski, B.Dybała, Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting, Mater. Charact., 62 (2011) 488-495.

[59] L.C. Zhang, D. Klemm, J. Eckert, Y.L. Hao, T.B. Sercombe, Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of a biomedical Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloy, Scripta Mater., 65 (2011) 21-24.

[60] Y.M. Li, H.O. Yang, X. Lin, W. D. Huang, J.G. Li, Y. H.Zhou, The influences of processing parameters on forming characterizations during laser rapid forming, Mater. Sci. Eng. A, 360 (2003) 18-25.

[61] C.P. Paul, P. Ganesh, S. K. Mishra, P. Bhargava, J. Negi, A.K. Nath, Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components, Opt. Laser. Technol., 39 (2007) 800-805.

[62] Z.M Wang, K. Guan, M. Gao, X.Y. Li, X.F. Chen, X.Y. Zeng, The microstructure and mechanical properties of deposited-Ni718 by selective laser melting, J. Alloys. Compd., 513 (2012) 518-523.

[63] K.A. Mumtaz, P. Erasenthiran, N. Hopkinson, High density selective laser melting of Waspaloy®, J. Mater Process Technol, 195 (2008) 77-87.

[64] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F.Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, Acta Mater., 60 (2012) 2229-2239.

[65] T.Vilaro, C.Colin, J.D. Bartout, L.Nazé, M.Sennour, Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy, Mater. Sci. Eng. A, 534 (2012) 446-451.

[66] S. Das, Physical Aspects of Process Control in Selective Laser Sintering of Metals, Adv. Eng. Mater., 5 (2003) 701-711.

[67] R.D. Li, Y.S. Shi, Z.G. Wang, L. Wang, J.H. Liu, W. Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, App. Surf. Sci., 256 (2010) 4350-4356.

[68] C. Yan, L. Hao, A. Hussein, P. Young, D. Raymont, Advanced lightweight 316L stainless steel cellular lattice structures fabricated via selective laser melting, Mater. Des., 55 (2014) 533-541.

[69] E. Yasa, J.P. Kruth, Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting, Procedia Eng., 19 (2011) 389-395.

[70] L.E.M. Edwin Martinez, J. Hernandez, S. Collins, K.N. Amato, S. M. Gaytan, P.W. Shindo, Microstructures and Properties of 17-4 PH Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting, J. Mater. Res. Technol., 1 (2012) 167-177.

[71] K. Guan, Z.M. Wang, M. Gao, X.Y. Li, X.Y. Zeng, Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel, Mater. Des., 50 (2013) 581-586.

[72] Z.H. Liu, D.Q. Zhang, K.F. Leong, C.K. Chua, Crystal Structure Analysis of M2 High Speed Steel Parts Produced by Selective Laser Melting, Mater. Charact., 84 (2013) 72-80.

[73] F. Feuerhahn, A. Schulz, T. Seefeld, F. Vollertsen, Microstructure and Properties of Selective Laser Melted High Hardness Tool Steel, Physics Procedia, 41 (2013) 836-841.

[74] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel, Physics Procedia, 12 (2011) 255-263.

[75] E. Louvis, P. Fox and C. J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components, J. Mater. Process. Technol., 211 (2011) 275-284.

[76] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann, High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts, Physics Procedia, 12 (2011) 271-278.

[77] K. Kempen, L. Thijs, J. Van Humbeeck, J.P. Kruth, Mechanical Properties of

AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting, Physics Procedia, 39 (2012) 439-446.

[78] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J.V. Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Mater., 61 (2013) 1809-1819.

[79] E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, D. Buchbinder, Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior, Mate. Des., 34 (2012) 159-169.

[80] E. Louvis, P. Fox, C.J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components, J. Mater. Process. Technol., 211 (2011) 275-284.

[81] J. Pelleg, Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system, Mater. Sci. Eng. A, 269 (1999) 225-241.

[82] O. Beffort, S. Long, C. Cayron, J. Kuebler, P.A. Buffat, Alloying effects on microstructure and mechanical properties of high volume fraction SiC-particle reinforced Al-MMCs made by squeeze casting infiltration, Compos. Sci. Technol., 67 (2007) 737-745.

[83] O. Yilmaz, S. Buytoz, Abrasive wear of Al_2O_3-reinforced aluminium-based MMCs, Compos. Sci. Technol., 61 (2001) 2381-2392.

[84] D.D. Gu, G.B. Meng, C. Li, W. Meiners, R. Poprawe, Selective laser melting of TiC/Ti bulk nanocomposites: Influence of nanoscale reinforcement, Scripta Mater., 67 (2012) 185-188.

[85] D.D. Gu, Y.C.Hagedorn, W.Meiners, K.Wissenbach, R. Poprawe, Nanocrystalline TiC reinforced Ti matrix bulk-form nanocomposites by Selective Laser Melting (SLM): Densification, growth mechanism and wear behavior, Compos. Sci. Technol., 71 (2011) 1612-1620.

[86] D.D. Gu, Y. F. Shen and G. B. Meng, Growth morphologies and mechanisms of TiC grains during Selective Laser Melting of Ti-Al-C composite powder, Mater. Lett., 63 (2009) 2536-2538.

[87] D.D. Gu, W. Meiners, Y. C. Hagedorn, K. Wissenbach, R.Poprawe, J. Phys. D: Growth mechanisms of in situ TiC in laser melted Ti-Si-C ternary system, Appl. Phys. Lett., 43 (2010) 295-402.

[88] S. Dadbakhsh, L. Hao, P.G.E. Jerrard, D.Z. Zhang, Experimental investigation on selective laser melting behaviour and processing windows of in situ reacted Al/Fe_2O_3 powder mixture, Powder Technol., 231 (2012) 112-121.

[89] D.D. Gu, Y.C. Hagedorn, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Selective Laser Melting of in-situ TiC/Ti_5Si_3 composites with novel reinforcement architecture and elevated performance, Surf. Coat. Technol., 205 (2011) 3285-3292.

Chapitre II.
Techniques expérimentales

Chapitre II. Techniques expérimentales

Ce deuxième chapitre est divisé en quatre parties. Tout d'abord, les principales caractéristiques des poudres utilisées sont présentées. La deuxième partie présente l'équipement de fusion sélective par laser utilisé et les caractéristiques des éprouvettes fabriquées. Les deux dernières parties présentent les méthodes de mesure et les techniques de caractérisation des structures et des propriétés.

II.1 Matériaux

II.1.1 Poudres de fer et d'aluminium

La poudre de fer (0,02 wt% C) utilisée (MH 300, Société Hoganas) présente une forme prismatique (Figure. II.1a). La distribution granulométrique est donnée dans la Figure II.1b. Le diamètre médian (D0,5) des particules a été mesuré à 20,35 µm (Figure. II.1b).

La poudre d'aluminium a été obtenue par atomisation au gaz au laboratoire (Lermps); elle présente une forme sphérique. La valeur du diamètre médian (D0,5) des particules a été mesuré à 43,49 µm (Figure II. 1d).

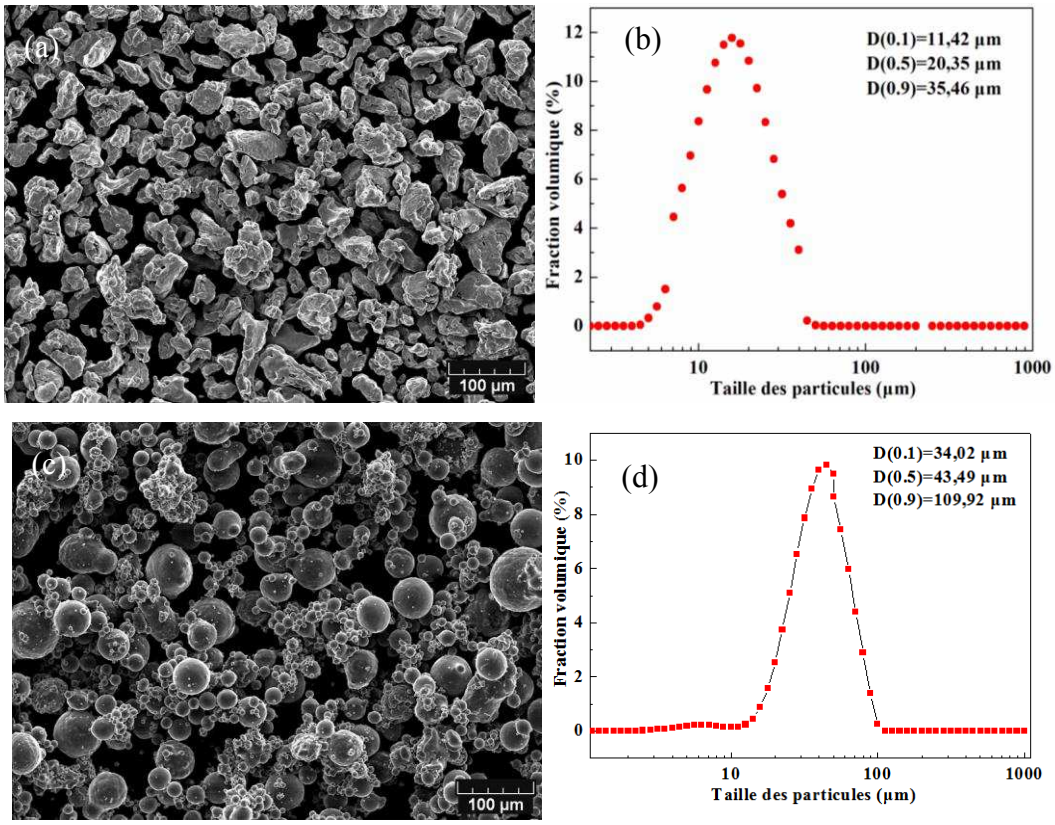


Figure II.1 Images MEB et distributions granulométriques des poudres (a, b) de fer et (c, d) d'aluminium.

II.1.2 Poudres d'alliages

La composition choisie pour cette étude est Fe-35Al (% en poids).

Cette poudre a été préparée au laboratoire LERMPS par atomisation sous gaz inerte et présente donc une forme sphérique (Figures II.2a et b). La distribution de la taille des particules est homogène avec une valeur médiane d'environ 17 µm. Les spectres de diffraction des rayons X révèlent la phase intermétallique B2-FeAl (Figure II.2d).

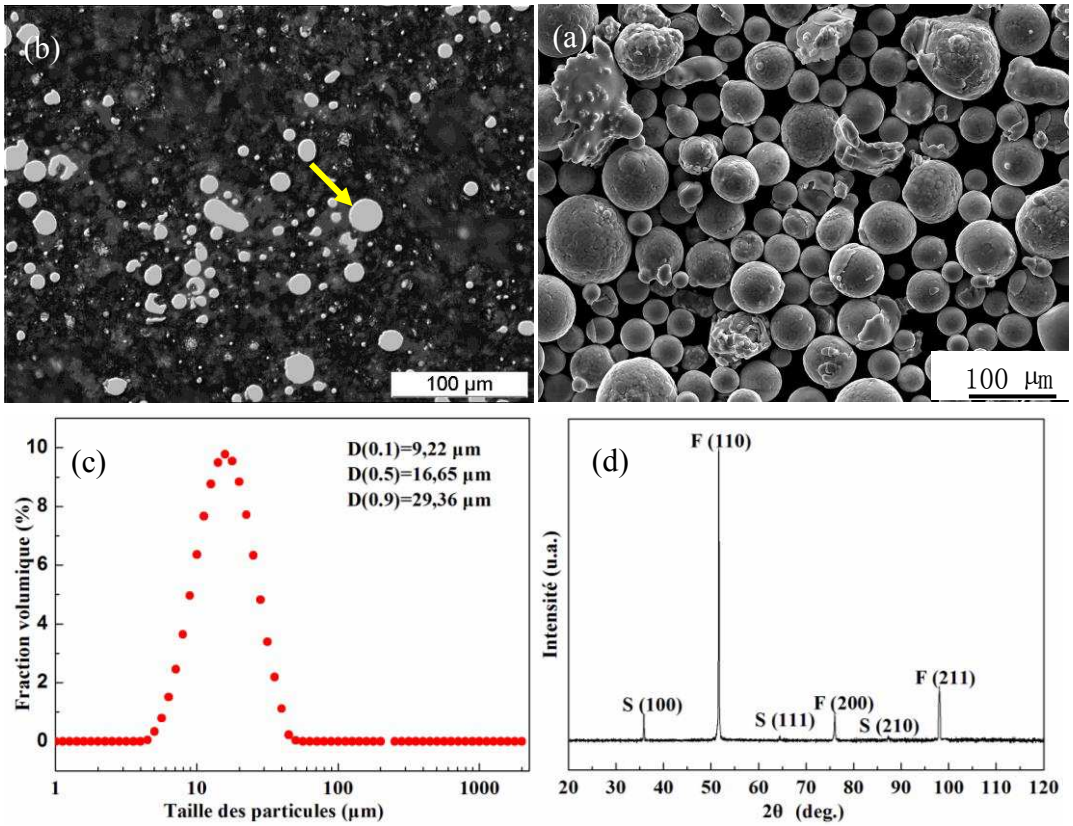


Figure II.2 (a) Image MEB, (b) vue en coupe, (c) distribution granulométrique et (d) spectre DRX de la poudre Fe35Al préalliée.

II.1.3 Poudres SiC

Deux poudres de SiC, l'une à l'échelle micrométrique et l'autre à l'échelle submicrométrique (Société Chaoxin, Chine) ont été choisies comme particules de renforcement pour fabriquer des composites à matrice de fer par SLM.

Leurs caractéristiques sont présentées dans la Figure II.3. Les granulométries médianes (D0,5) sont de 27,32 µm et 0.69 µm, respectivement.

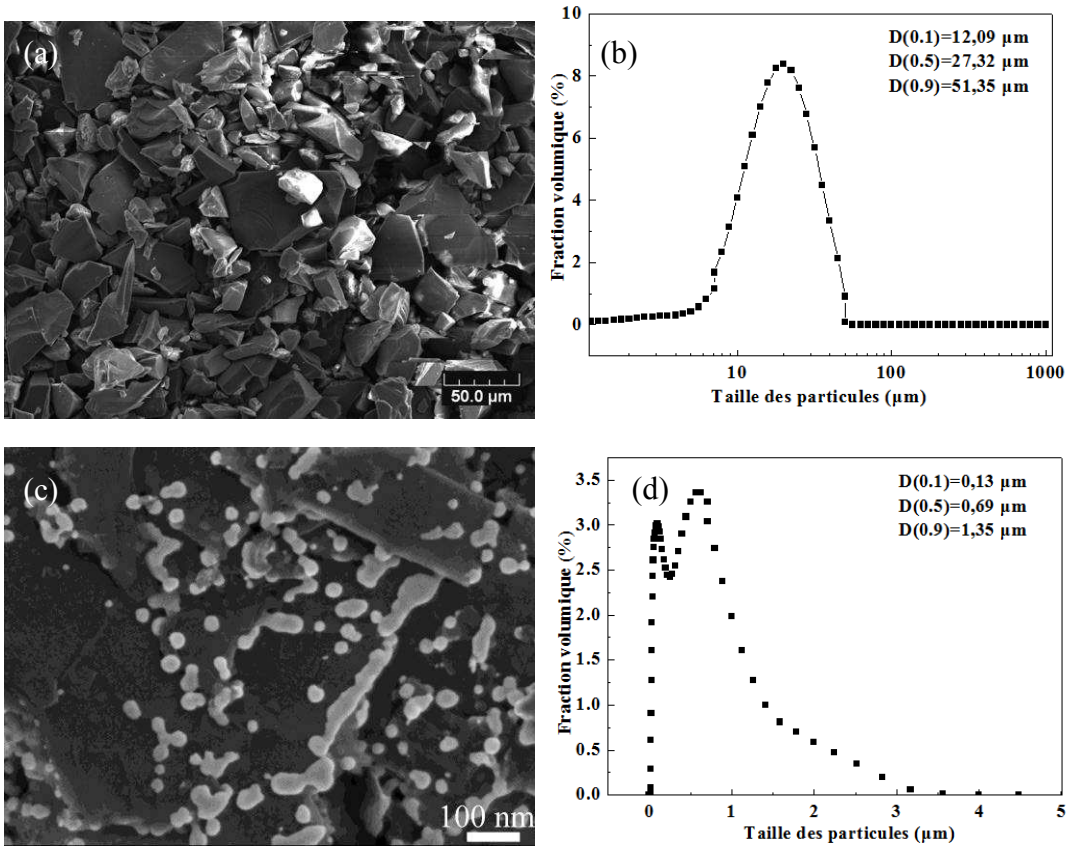


Figure II.3 Images MEB et distributions granulométriques des poudres: (a, b) SiC micrométrique et (c, d) SiC submicrométrique.

II.2 Elaboration des éprouvettes par SLM

II.2.1 La machine de fusion sélective par laser

Une machine SLM commerciale (Realizer 250, MCP Ltd) a été utilisée dans cette étude (Figure II.4). La source laser est une fibre ytterbium YLR-100-SM de mode CW (1064-1100 nm). Pendant l'élaboration des échantillons, la chambre de travail est remplie avec de l'argon à une surpression atmosphérique de 10 mbar. L'utilisation d'un gaz neutre tel que l'argon permet de maintenir la teneur en oxygène inférieure à 0,2% afin de limiter l'oxydation du matériau au cours du processus de fabrication.

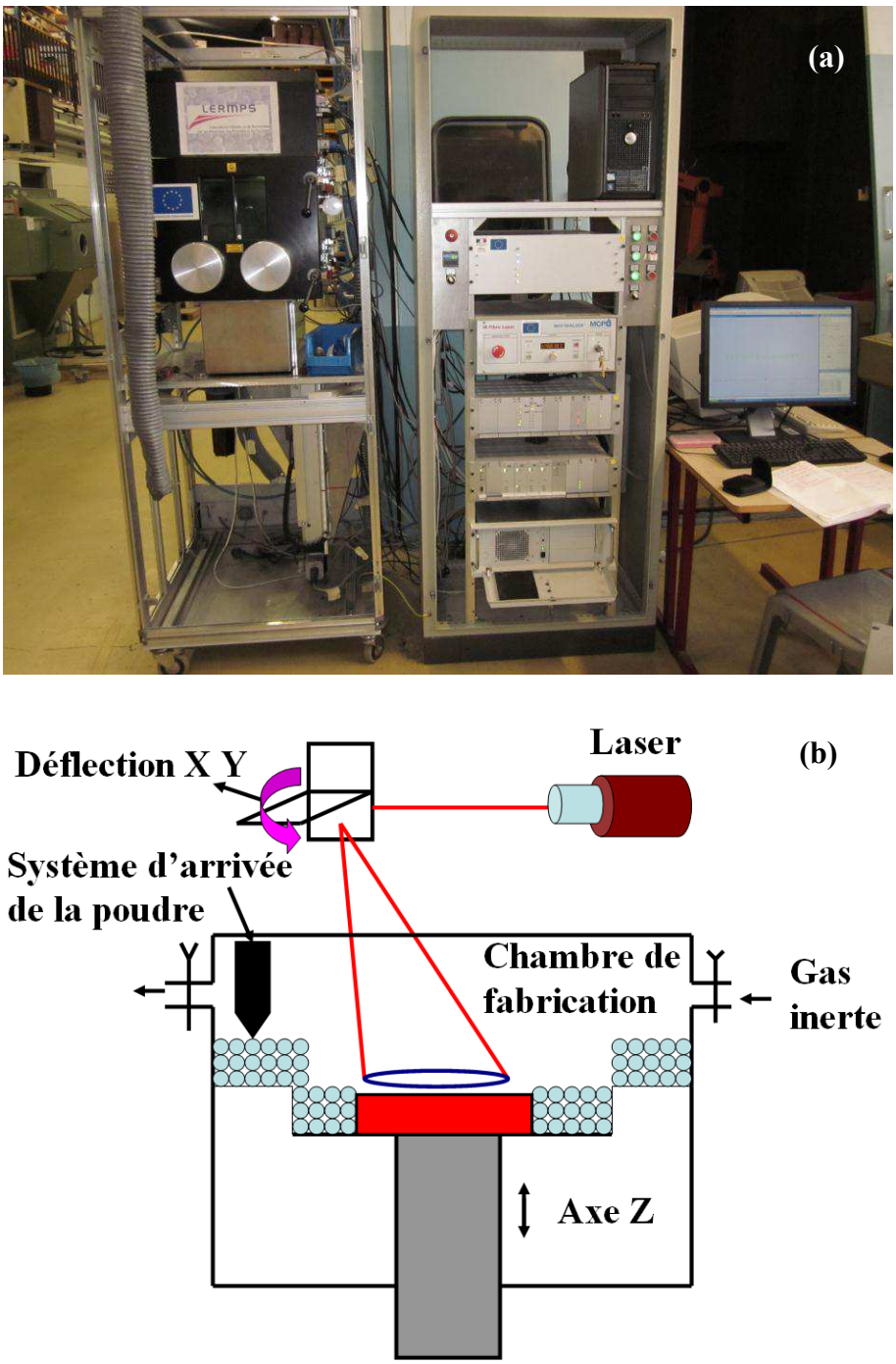


Figure II.4 (a) Photographie de l'équipement SLM, (b) schéma de principe de la machine.

II.2.2 Choix des paramètres pour l'élaboration des cordons

Les propriétés d'une pièce produite par la technologie SLM dépendent fortement des propriétés de chaque couche. Dans la machine utilisée, la direction du faisceau laser

est modifiée par la rotation de 2 miroirs. Lorsque le faisceau se déplace le long d'une ligne, cette ligne est en réalité composée d'un certain nombre de points (Figure II.5). Ainsi, la vitesse de balayage du laser définie par le rapport de la distance entre deux points (P_{dist}) et le temps d'exposition (T_{expo}); elle s'exprime selon:

$$V = P_{dist} / T \qquad \text{(Eq. II.1)}$$

Avec P_{dist}, la distance entre les points A et B (Figure II.5); T, la somme du temps d'exposition (T_{expo}) et du temps de rotation du miroir exprimée par:

$$T = T_{expo} + P_{dist} / V_0 \qquad \text{(Eq. II.2)}$$

où V_0 est la vitesse de rotation du polariseur. Compte tenu du fait que le temps de rotation est beaucoup moins long que T_{expo}, la vitesse de balayage de laser V peut être approchée comme suit:

$$V = P_{dist} / T \approx P_{dist} / T_{expo} \qquad \text{(Eq. II.3)}$$

Ainsi, il peut être constaté qu'une même vitesse de déplacement peut être constituée de différentes combinaisons de distance entre les points (P_{dist}) et de temps d'exposition (T_{expo}).

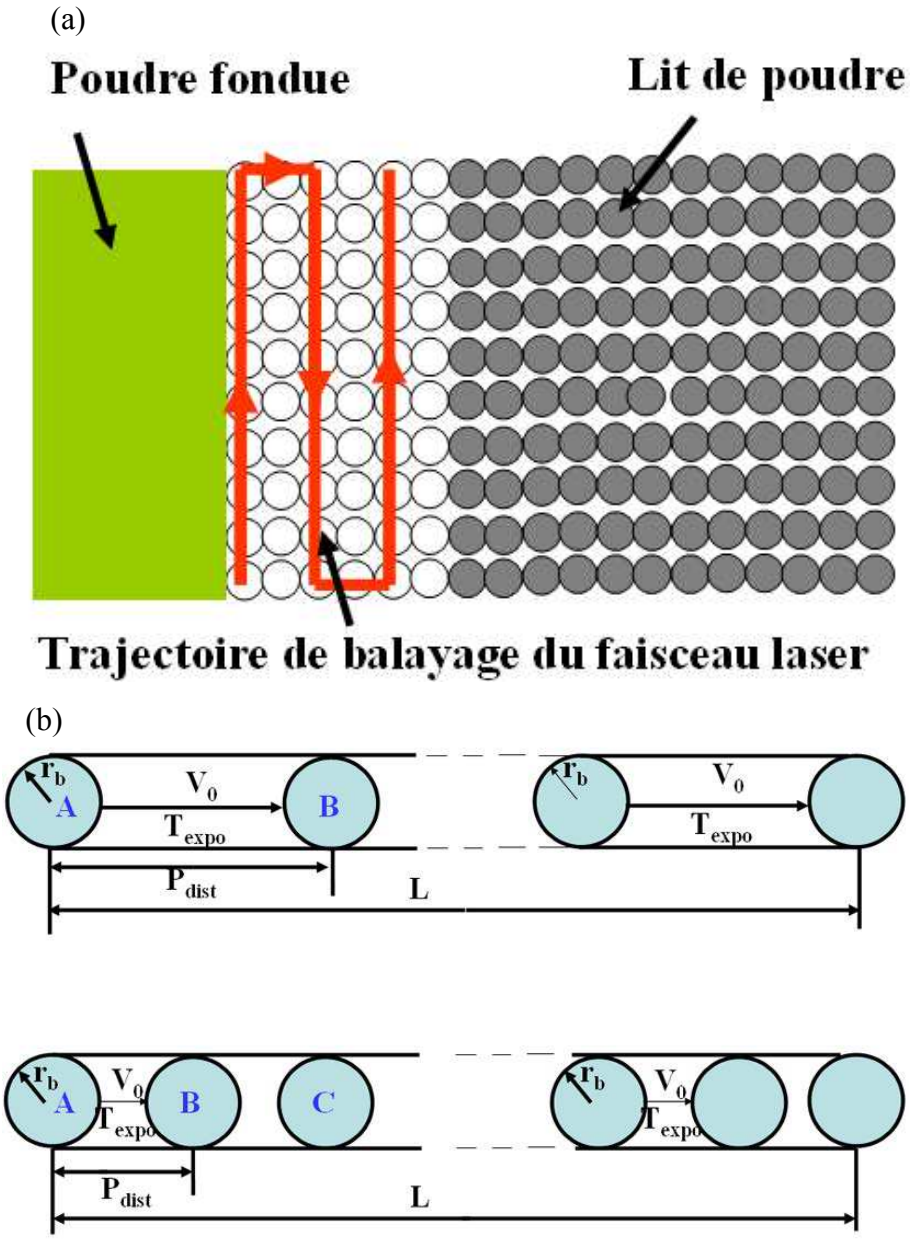


Figure II.5 (a) Modèle du processus de fusion de la poudre et (b) modèle de dépôt d'énergie au cours du processus SLM.

Afin d'étudier l'effet de P_{dist} et T_{expo} sur la morphologie de la poudre fondue, un plan de 35 cordons (Figure II.6) a été systématiquement réalisé selon les paramètres reportés dans le Tableau II.1.

Figure II.6 Capture d'écran de l'interface logicielle montrant les 35 cordons réalisés avec les paramètres présentés dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 Paramètres d'expérimentation (P_{dist} et T_{expo}) et vitesse de balayage correspondante en m/s.

P_{dist} /µm	V m/s				
10	0.2	0.13	0.10	0.08	0.07
15	0.3	0.20	0.15	0.12	0.10
20	0.4	0.27	0.20	0.16	0.13
25	0.5	0.33	0.25	0.20	0.17
30	0.6	0.40	0.30	0.24	0.20
35	0.7	0.47	0.35	0.28	0.23
40	0.8	0.53	0.40	0.32	0.27
T_{expo} /µs	50	75	100	125	150

II.2.3 Elaboration d'éprouvettes

Afin d'étudier l'influence des paramètres d'élaboration sur les caractéristiques du matériau (densité, microstructure, phases, etc.) plusieurs types d'échantillons ont été fabriqués (Figure II.7).

Le processus de fabrication de pièces par SLM comporte essentiellement trois étapes.

Tout d'abord, en utilisant un logiciel de conception (CAO), on réalise le modèle en trois dimensions de la pièce souhaitée. La Figure II.7c montre un modèle de pièce crée par CAO dans ce travail. Ensuite le modèle CAO en 3D est découpé en une série de tranches (plans en 2D). Chaque tranche de section transversale sera alors constituée par un grand nombre de cordons qui sont eux-mêmes constitués de points. En d'autres termes, le processus de numérisation du faisceau du laser est un processus discret qui permet à chaque point d'être exposé au spot du laser. Le nombre total de tranches est déterminé par la hauteur de lit de poudre qui est amené sur la pièce après chaque balayage de la couche précédente par le laser. Par exemple, si la hauteur de la pièce dans la direction de construction est de 15 cm et la hauteur du lit de poudre est de 50 μm, alors le nombre total de tranches à réaliser est de 300. Après la mise en place d'une couche de poudre, le spot laser se déplace grâce aux miroirs. Le faisceau du laser transfère alors la chaleur aux particules qui fondent et le matériau se trouve assemblé.

Dans ce travail, le motif de balayage du laser est linéaire (Figure II.8). Le faisceau laser balaie alternativement les surfaces en assurant la fusion d'une tranche de poudre. Pour la couche suivante, la direction de balayage est perpendiculaire à celle de la couche précédente.

Une plaque en acier inoxydable de dimensions 300 mm×300 mm×5 mm a été utilisée comme plate-forme de construction. Avant d'être installée, cette plate-forme est sablée avec de l'alumine. Afin de pouvoir détacher la pièce de la plateforme, un support facilement éliminable est réalisé entre la pièce et la plate-forme. Les Figures II.7e et 7f présentent une vue de dessus et une vue latérale de pièces sur la plate-forme.

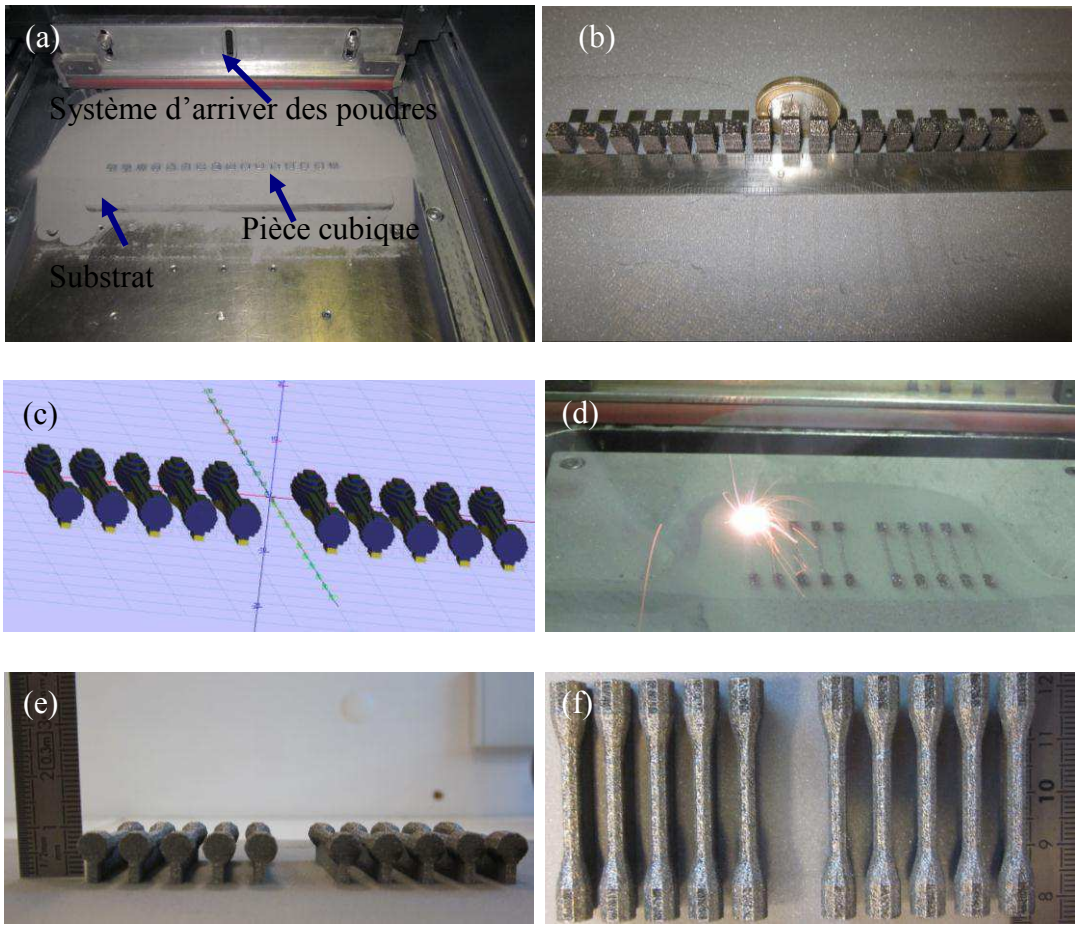


Figure II.7 Photos de (a) chambre de fabrication et (b) éprouvettes cubiques; (c) modèle CAO d'éprouvettes de traction, (d) photo montrant le processus en cours de fabrication d'éprouvettes de traction (e) vue de profil (f) vue de dessus des éprouvettes de traction sur la plate-forme de fabrication.

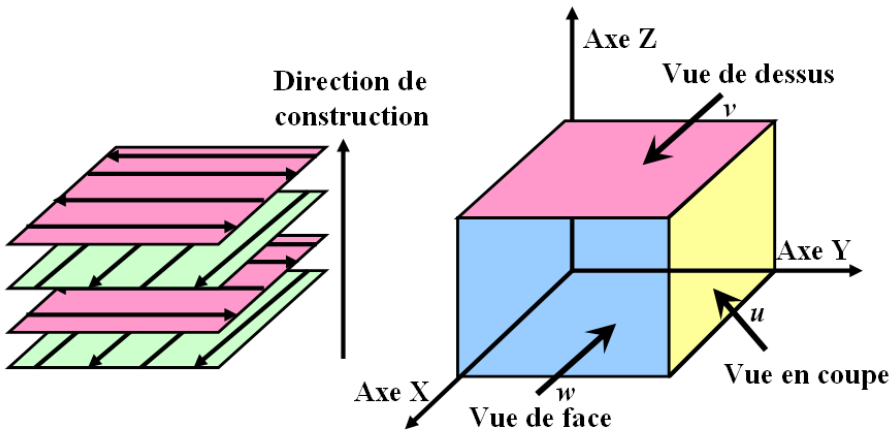


Figure II.8 Motif de balayage du faisceau laser dans le processus de fabrication de cubes et orientation de l'échantillon par rapport à la direction de construction.

II.3 Techniques de caractérisation

Afin d'évaluer la qualité des structures générées par SLM, plusieurs technique de caractérisation ont été utilisées, notamment la granulométrie, la diffraction des rayons X, les attaques chimiques, l'analyse d'images, les microscopies optique et électronique, la densitométrie, la rugosimétrie, la profilométrie, la durométrie Vickers et les essais de traction.

II.3.1 Mesures granulométriques

Les distributions granulométriques des poudres utilisées comme matériau précurseur ont été mesurées avec un granulomètre à diffusion laser (Mastersizer 2000) de la société Malvern Instruments équipé d'un module voie liquide (Hydro 2000).

Le principe de cette technique repose sur la déviation de la lumière par les particules. Lorsque les particules passent devant le faisceau laser, elles dévient la lumière d'un angle inversement proportionnel à leur taille et une intensité proportionnelle à leur taille. L'interprétation de ces mesures est réalisée à l'aide de la théorie de Mie (implantée dans le logiciel d'exploitation) et permet d'obtenir des distributions de taille des particules en volume et en nombre.

II.3.2 Diffraction des rayons X

La diffraction de rayons X (DRX) est une méthode générale d'identification des phases cristallines. Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques.

Un diffractomètre de marque Bruker AXS D8 Focus (Allemagne), équipé d'un compteur courbe permettant de faire des mesures sous une incidence fixe de 4° a été utilisé pour caractériser les poudres et les échantillons. Ce diffractomètre est équipé d'une anticathode de Co Kα (λ = 1,7889 Å). Dans le cas d'une identification simple

des phases, un domaine angulaire de 20 à 120° (en 2θ) a été balayé par pas de 0,02°.

II.3.3 Attaques chimiques

Les échantillons à base de fer utilisés pour examiner les microstructures métallographiques ont été attaqués au Nital 3% (3 ml HNO_3 par 97 ml CH_3OH) pendant 15 secondes.

Une attaque chimique permet de mettre en évidence les différentes phases constituant les matériaux ainsi que les contours granulaires et certains défauts.

Préalablement les échantillons fabriqués par SLM ont été découpés puis enrobés à froid sous vide dans une résine époxy. Un polissage semi-automatique a été réalisé avec des papiers SiC et des draps tissés avec ajout de suspensions de diamant. La gamme de polissage utilisée afin d'atteindre un état de surface miroir est de 9 µm, 3 µm, 1 µm et enfin 0,5 µm.

Selon le motif de balayage (Figure II.8), les microstructures vues en coupe et vues de face sont identiques. Ainsi, dans les présentations, seules des vues de dessus et en coupe sont montrées pour l'analyse des microstructures.

II.3.4 Caractérisation des morphologies par analyse d'images

Le logiciel Scion Image (NIH, Bethesda, MD) permet une analyse quantitative des caractéristiques structurales d'une microstructure [1-3]. Dans cette étude, le taux de porosité, la taille des porosités et la taille des cristallites ont été considérés comme des éléments caractéristiques.

La caractérisation microstructurale des échantillons a été réalisée principalement à l'aide de microscopes électroniques à balayage (MEB) de type JEOL JSM 5800LV et JEOL JSM 5800LV (Japon).

Un microscopie électronique en transmission (Tecnai G2F30) a également été utilisé pour l'observation de certains échantillons.

II.3.5 Mesure de la densité

Les mesures de la masse (m) et du volume (V) des échantillons ont permis le calcul de la densité des échantillons, selon la formule $\rho=m/V$. Pour évaluer le volume des objets, le principe d'Archimède a été utilisé.

Si la densité de l'objet est supérieure à la densité de l'eau, le "procédé d'immersion" peut être utilisé. L'objet est immergé dans de l'eau et son volume est donné par le volume d'eau déplacé. Enfin, la densité de l'objet est obtenue selon la formule $\rho = m\rho_{eau}/F$.

II.3.6 Rugosité et profil de surface

Afin d'étudier l'influence des paramètres de construction sur l'état de surface des éprouvettes, des mesures de rugosité ont été réalisées en utilisant un profilomètre Altisurf 500 (Altimet). Les échantillons ont été caractérisés par leur rugosité moyenne (Ra) [2, 3] et/ou leur rugosité tridimensionnelle moyenne (Sa) de surface.

Avec cet appareil, un capteur optique utilisant le principe optique de l'aberration chromatique focalise un faisceau de lumière blanche en chaque point de mesure. Une longueur d'onde de 300 nm et un spot d'environ 5 µm sont choisis. Le signal de retour est analysé par un spectrophotomètre qui traduit chacune des longueurs d'onde mesurées en distance entre la lentille et la surface de l'échantillon. Ainsi, grâce au déplacement de la platine sur laquelle l'échantillon est positionné, le capteur mesure l'altitude de chaque point de l'objet sur l'ensemble de la zone de mesure.

II.4 Tests de caractérisation de propriétés des éprouvettes

II.4.1 Microdureté Vickers

Dans cette étude, les mesures de dureté des échantillons ont été réalisées avec un microduromètre Vickers (Leitz, Allemagne). Les indentations sont réalisées avec une charge de 300 g (200 g pour les échantillons de fer pur) appliquée pendant une durée de 30 secondes. Chaque valeur présentée correspond à la moyenne de dix mesures réalisées au hasard sur la surface de l'échantillon.

II.4.2 Essais de traction

Les propriétés mécaniques des matériaux élaborés ont été déterminées par des essais de traction réalisés à partir d'éprouvettes cylindriques normalisées (Norme DIN EN 10002-1) comme montré dans la Figure II.9.

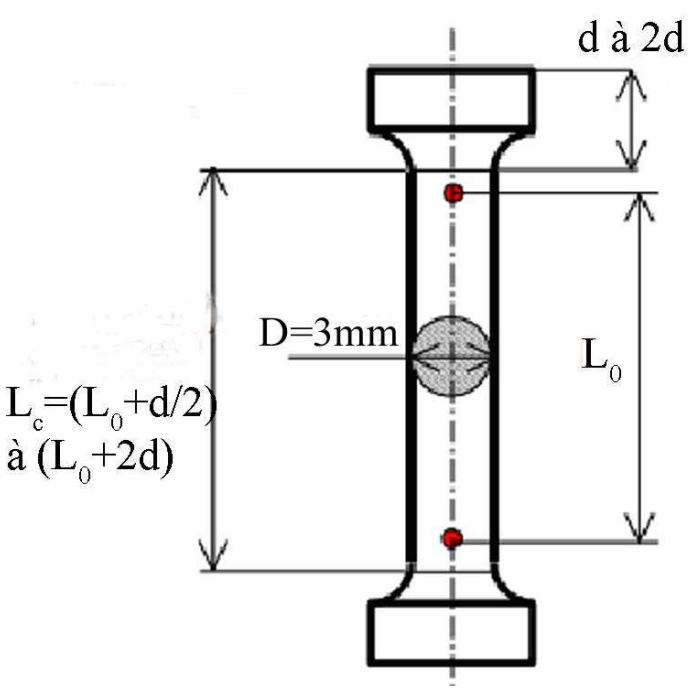


Figure II.9 Eprouvette de tractions normalisée.

Les essais de traction ont été effectués à température ambiante à une vitesse de 2 mm/s et un taux de chargement de 35,2 MPa/s. La machine de traction utilisée de type Lloyd Instruments LR50K est présentée dans la Figure II.11.

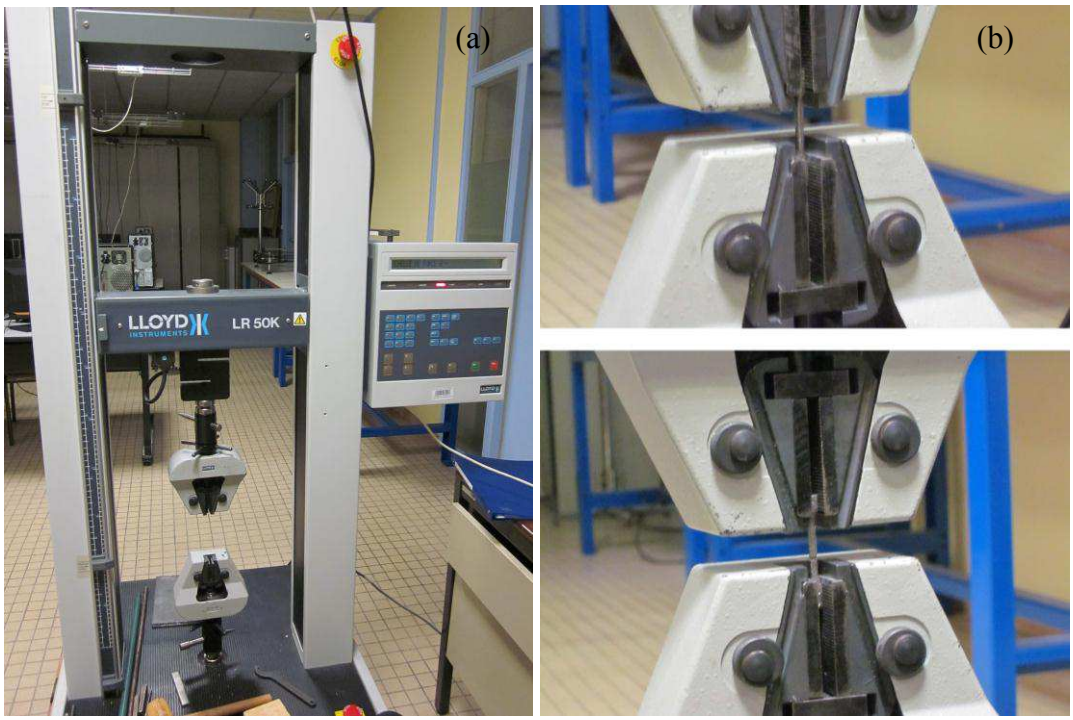


Figure II.10 Photographies montrant la machine utilisée pour les essais de traction.

II.4.3 Traitement thermique sous vide

Le refroidissement rapide consécutif au passage du laser peut induire des contraintes résiduelles. Un traitement thermique a donc été réalisé sur les échantillons afin d'une part de diminuer ces contraintes et d'autre part d'améliorer la cohésion du matériau. La Figure II.11 montre le four de traitement thermique sous vide (5 mbar) utilisé. La vitesse de chauffe a été fixée à 20°C/min.

Figure II.11 Photographie du four de traitement thermique sous vide.

II.4.4 Calcul des contraintes résiduelles

Les contraintes d'origine thermique induites par le chauffage et le refroidissement rapide et répété du matériau au cours du processus SLM peuvent s'avérer importantes pour certains matériaux. Dans cette étude, les contraintes résiduelles ont été évaluées à l'aide de la microindentation Vickers [4-6]. Les formules permettant de calculer la contrainte résiduelle seront présentées dans le chapitre III.

Références bibliographiques du chapitre II

[1] Z. Lewandowski, Notes on biofilm porosity, Water Res. 34 (9) (2000) 2620-2624.

[2] G. Antou, Améliorations de revêtements barrières thermiques par un procédé de refusion laser in situ utilisant un laser à diodes (in French), Thèse de l'Universite de Technologie de Belfort-Montbeliard (2004).

[3] N. Serres, Réalisation et caractérisation de revêtements épais éco-respectueux réalisés par voie sèche destinés à remplacer des dépôts électrolytiques, Thèse de doctorat, Universite de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2010.

[4] C. Chen, C.X. Pan, Q. Fu, Micro-residual stress measurement using Vickers micro-indentation, Mater. Mech. Eng., 1 (2007) 8-11.

[5] S. Suresh, A.E. Giannakopoulos, A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation, Acta Mater., 16 (1998) 5755-5767.

[6] F.C Liu, X. Lin, G.L. Yang, M.H. Song, J. Chen, W.D. Huang, Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy, Opt. Laser. Technol., 43 (2011) 208-213.

Chapitre III. Réalisation de pièces à partir de poudre de fer par fusion sélective par laser

Chapitre III. Réalisation de pièces à partir de poudre de fer par fusion sélective par laser

Ce troisième chapitre présente les études de réalisation de pièces par fusion sélective par laser (SLM) à partir de poudre de fer. L'influence des paramètres (puissance du laser et vitesse de balayage) sur la morphologie de surface, la microstructure, la nature des phases et les propriétés mécaniques du matériau élaboré a été déterminée. Un traitement thermique sous vide a aussi été effectué pour éliminer les contraintes thermiques résiduelles et stabiliser la microstructure des pièces.

III.1 Caractéristiques des pièces en fer fabriquées par SLM

III.1.1 Effet des paramètres sur la densité

L'état de fusion de la couche de poudre dépend fortement de la quantité d'énergie apportée à la matière. Les deux principaux paramètres qui permettent le contrôle de cette énergie sont la puissance du laser et la vitesse de balayage du faisceau. L'étude de l'influence de ces paramètres a été réalisée d'après la carte de traitement présentée dans la Figure III.1. Sur la plage considérée de puissance du laser et de vitesse de balayage, quatre zones de fusion typiques peuvent être définies:

(I) Zone I: Forte puissance (100 W) et faible vitesse de balayage (<0,1 m/s). Dans cette zone, on observe de fortes déformations.

(II) Zone II: Forte puissance (100 W) et vitesse de balayage moyenne (0,15-0,4 m/s). Dans cette région, la densité d'énergie délivrée par le faisceau laser est suffisante pour permettre la formation d'un bain de fusion stable. Ainsi, les échantillons sont réalisés avec une densité relativement élevée.

(III) Zone III: Zone intermédiaire en puissance laser et vitesse de balayage: les échantillons fabriqués avec ces paramètres présentent de nombreuse défauts:

délaminage, rupture fragile, forte porosité, ...

(IV) Zone IV: Les paramètres dans cette zone ne permettent pas la réalisation d'échantillons (la densité d'énergie dépasse ne permet pas d'atteindre le seuil de fusion des particules).

Des mesures de densité des échantillons ont été effectuées à l'aide de la méthode d'Archimède. On constate (Figure III.2) que la puissance du laser et la vitesse de balayage affectent considérablement la densité relative du matériau. A la puissance du laser la plus élevée correspond la densité la plus élevée du matériau et pour une puissance donnée du laser, la densité relative diminue avec l'augmentation de la vitesse de balayage.

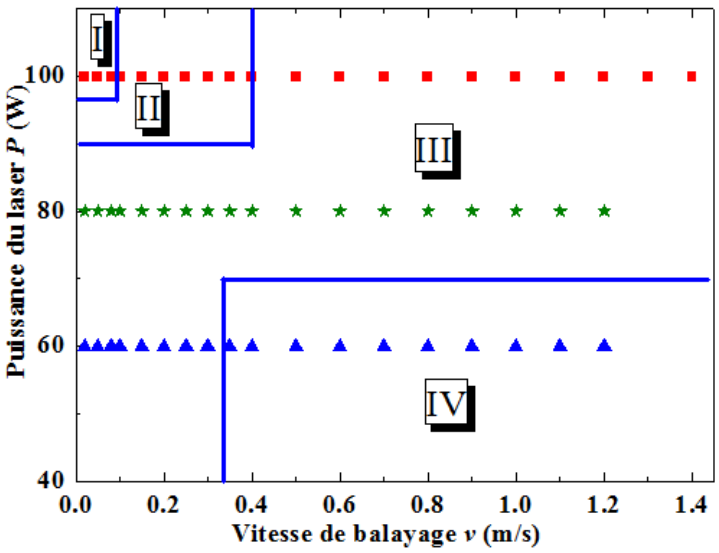


Figure III. 1. Zones définies par l'observation des pièces en fonction des paramètres (puissance du laser et vitesse de balayage).

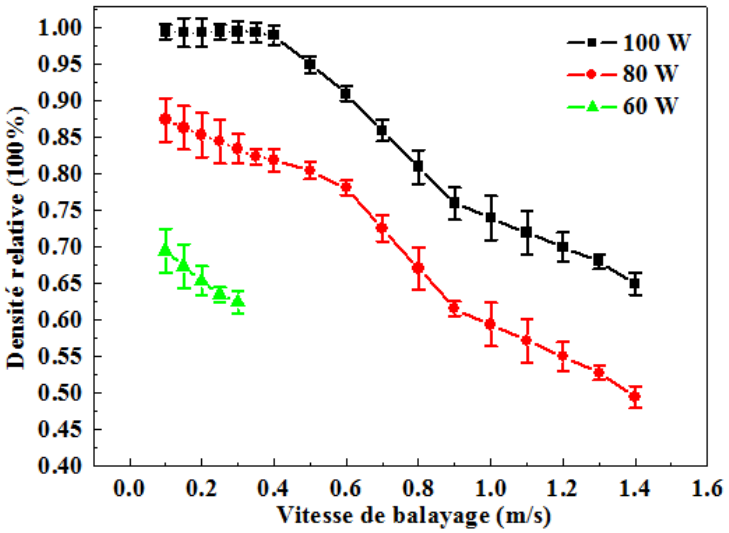


Figure III. 2. Densité relative des échantillons en fonction de la vitesse de balayage et de la puissance du faisceau laser.

III.1.2 Effet des paramètres sur la porosité

Des coupes métallographiques ont été effectuées dans les zones définies précédemment puis observées par microscopie optique; les résultats sont présentés dans la Figure III.3. Dans la zone II, avec 100 W et 0,1 m/s une microstructure dense est observée. Dans la zone II (100 W, 0,5 m/s), une porosité significative commence à apparaître avec l'élévation de la vitesse de balayage. De la même façon, lorsque la puissance est réduite (Figure III.3c), la porosité des échantillons augmente et les grains de poudre finissent même par ne plus être fondus.

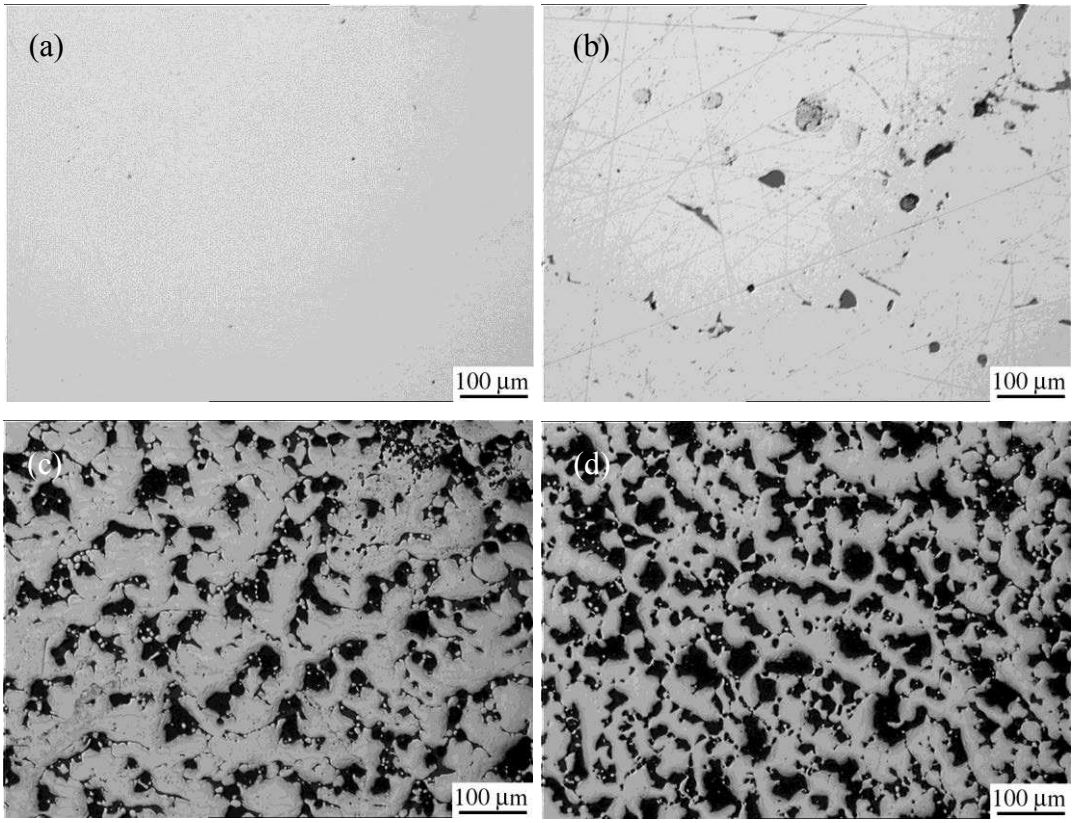


Figure III.3. Photos au microscope optique d'échantillons réalisés par SLM avec une puissance laser et une vitesse de balayage de 100 W et 0,1 m/s (a), 100 W et 0,5 m/s (b), 80 W et 0,7 m/s (c), 60 W et 0,4 m/s (d), respectivement.

Ces observations ont permis de choisir des paramètres pour fabriquer des échantillons denses afin d'évaluer leurs propriétés. Ces échantillons ont été réalisés avec les paramètres suivants: diamètre du faisceau du laser 34 µm, puissance du laser 100 W, espacement des lignes de balayage 40 µm, épaisseur de chaque couche de poudre 50 µm, vitesses de balayage choisies dans la zone (II).

III.1.3 Effet des paramètres sur la nature des phases

Les spectres de diffraction RX de la poudre de fer et des échantillons fabriqués par SLM avec différentes vitesses de balayage à la puissance laser de 100 W sont présentés dans les Figures III.4a-d. Il est facile de constater que la structure de la poudre et des cubes de fer fabriqués par SLM principalement correspond à la phase

Fe-α. En d'autres termes, la structure cristalline du fer n'a pas été modifiée par le processus de fusion sélective par laser.

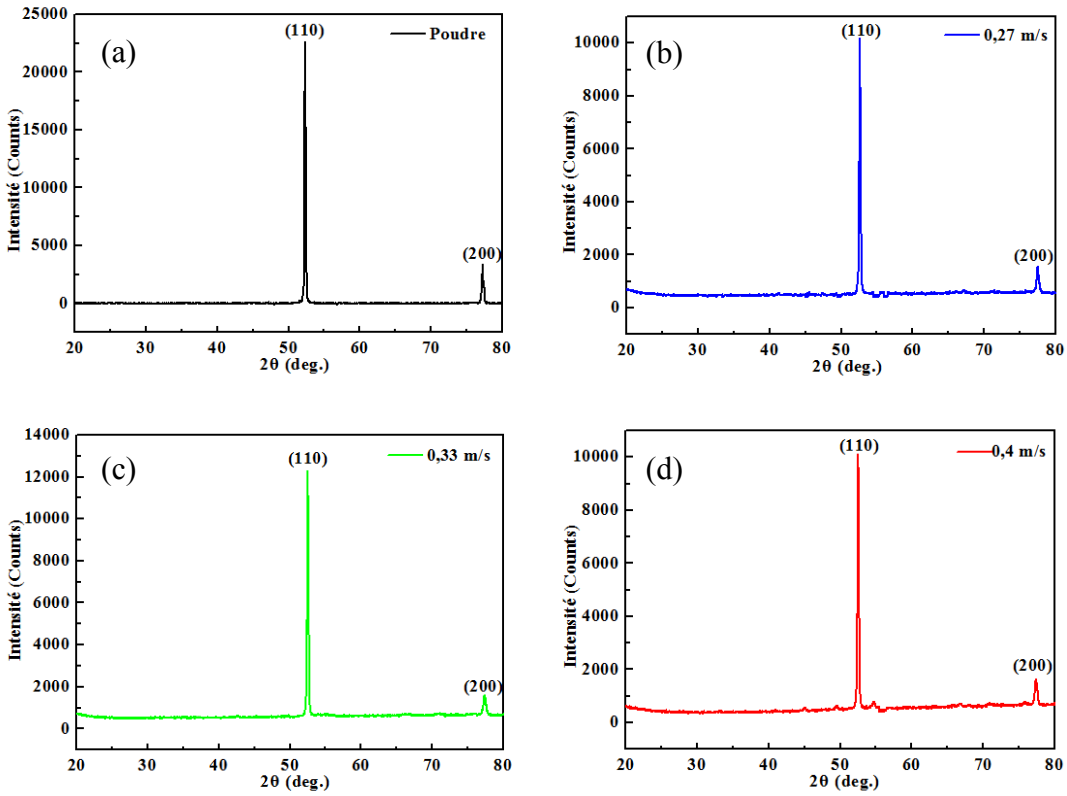


Figure III.4. Spectres de diffraction des rayons X de (a) poudre fer et cubes de fer fabriqués à la puissance laser de 100 W avec différentes vitesses de balayage: (b) 0,27 m/s, (c) 0,33 m/s, (d) 0,4 m/s.

III.1.4 Effet des paramètres sur la morphologie de surface

Les morphologies de surface sont présentées dans la Figure III.5 pour des vitesses de balayage de 0,4; 0,33 et 0,27 m/s. Des cordons continus indiquent que la poudre de fer a été complètement fondue aux trois vitesses de balayage. Cependant de petites boules d'un diamètre de quelques dizaines de micromètres peuvent être observées occasionnellement sur ces surfaces (Figures III.5a, b et c). A 0,4 m/s plusieurs grappes de boules de taille micrométrique sont formées, ce qui augmente considérablement la rugosité, bien que la majeure partie de la matière apparaisse dense (Figure III.5a). A 0,33 m/s, l'effet «boule» est affaibli et le nombre de boules

formées à la surface diminue (Figure III.5b). A 0,27 m/s, les boules deviennent à nouveau plus grandes.

Suite à ces observations, on peut conclure que l'effet «boule» se produit pour les hautes (0,40 m/s) et pour les basses (0,27 m/s) vitesses de balayage. L'instabilité du bain de fusion et l'effet Marangoni pourraient expliquer cette évolution. D'une part, une vitesse de balayage plus élevée conduit à un gradient de température élevé et par conséquent à un gradient de tension de surface à partir du centre vers la périphérie de la masse fondue. Ensuite, le «flux Marangoni» se produit à partir du centre vers la périphérie (c'est à dire de la faible à la haute tension de surface) [1, 2]. L'écoulement Marangoni à l'intérieur du bain de fusion a tendance à augmenter l'amplitude de la force thermo-capillaire et l'instabilité du liquide [2]. D'autre part, lorsque la vitesse de balayage diminue, la densité d'énergie augmente. L'utilisation d'une faible vitesse de balayage qui conduit à un temps de séjour plus long du faisceau laser sur la poudre, et donc à un apport d'énergie élevé dans le bain de fusion, augmente de manière significative la température effective de la masse fondue. L'effet Marangoni est alors affaibli mais la viscosité dynamique (μ) du métal liquide est aussi réduite, en fonction de la relation suivante [3, 4]:

$$\mu = \frac{16}{15}\sqrt{\frac{m}{k_B T}}\gamma \qquad \text{(Eq. III.1)}$$

où γ est la tension superficielle du fer liquide, m est la masse atomique, k_B est la constante de Boltzmann et T est la température du bain de fusion.

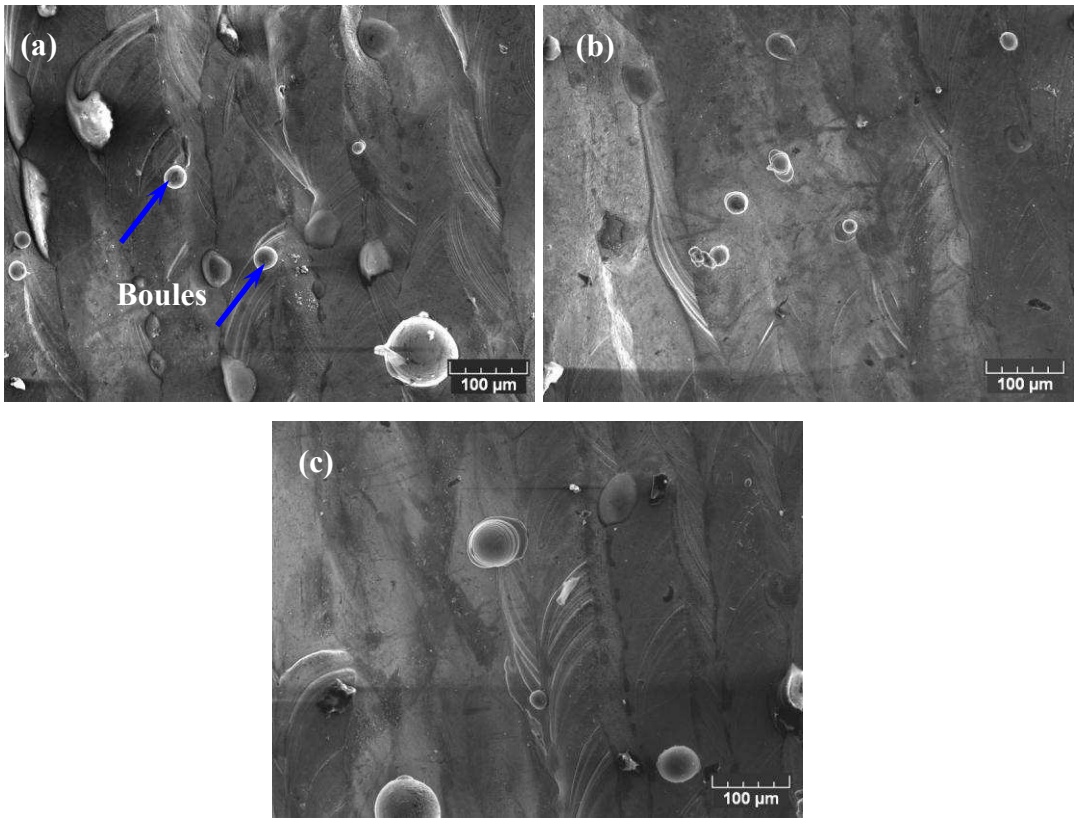


Figure III. 5. Micrographies MEB montrant la morphologie de surface typique de cubes de fer en vue de dessus en fonction de la vitesse de balayage: (a) 0,40 m/s; (b) 0,33 m/s; (c) 0,27 m/s.

Ainsi, la viscosité dynamique faible du fer liquide surchauffé conduit à l'instabilité du bain de fusion et un certain nombre de gouttelettes de liquide de petite taille ont tendance à éclabousser la surface avant la solidification, en raison de la diminution de l'énergie de surface du liquide à courte échelle de distance. Il apparaît ainsi une relation contradictoire entre la qualité de la morphologie de surface et l'apport d'énergie laser qui implique la nécessité de trouver une valeur optimale pour la vitesse de balayage, ceci en relation avec la puissance du faisceau laser. Un phénomène similaire a été observé au cours de la fabrication de pièces en Ti par Gu et al [3].

III.1.5 Examen de la microstructure

III.1.5.1 Métallographie

Les microstructures en coupe transversale de cubes de fer obtenus avec des vitesses du balayage du laser de 0,27 m/s, de 0,33 m/s et de 0,40 m/s ont été examinées par MO (Figure III. 6). Il est bien visible que les grains formés sont de petite taille et que cette taille diminue avec l'augmentation de la vitesse de balayage qui conduit à une vitesse de refroidissement plus grande. La structure métallographique vue en coupe (Figures III. 6b, 6d et 6f) montre des morphologies de grains différentes par rapport aux observations réalisées en vue du dessus. Au cours du processus SLM, la chaleur est transférée à partir du haut vers le bas. De sorte que des grains allongés sont formés au cours du processus de solidification en raison du gradient de température qui est créé entre la surface du lit de poudre et la plate-forme de construction [5-8].

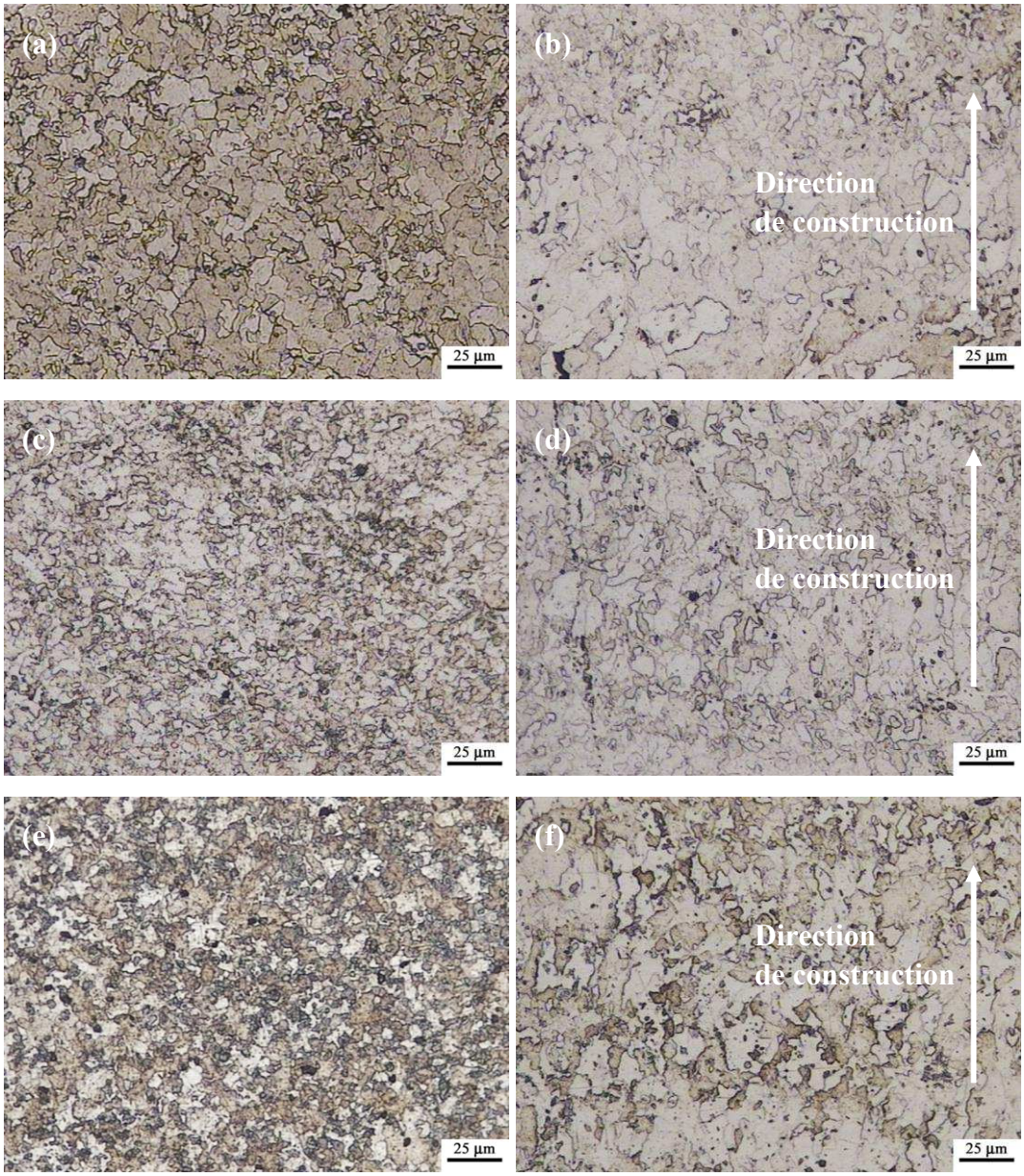


Figure III. 6. Observations métallographiques en vues de dessus et en coupe de cubes de fer fabriqués à la puissance laser de 100 W aux vitesses de balayage de: (a)-(b) 0,27 m/s, (c)-(d) 0,33 m/s et (e)-(f) 0,40 m/s.

III.1.5.2 Caractérisation MET

Afin de confirmer la structure de la matière, des échantillons ont également été observés au MET. La Figure III. 7a montre une image en champ clair d'un échantillon prélevé dans une coupe transversale. La morphologie et la taille des grains est cohérente avec les résultats présentés dans la Figure III. 6a. La Figure III.

7b montre le diagramme de diffraction correspondant. Il confirme la présence de Fe-α. Dans la Figure III. 7c, un grand nombre de boucles de dislocation peut être observé. Cette forte densité de dislocations contribue à l'augmentation de la résistance du matériau. On observe également de petits précipités dont une vue agrandie est donnée dans la Figure III. 7d. Une analyse EDS relève que ces zones contiennent les éléments Fe, Mn, Cr et V, tandis que le reste de la matrice contient seulement l'élément Fe. Ces précipités de taille nanométrique proviennent probablement d'impuretés et, en tant que deuxième phase dispersée dans la matrice de Fe, pourraient entraver le mouvement des dislocations et fournir un effet d'ancrage contribuant à la plus haute résistance mécanique du matériau [9, 10].

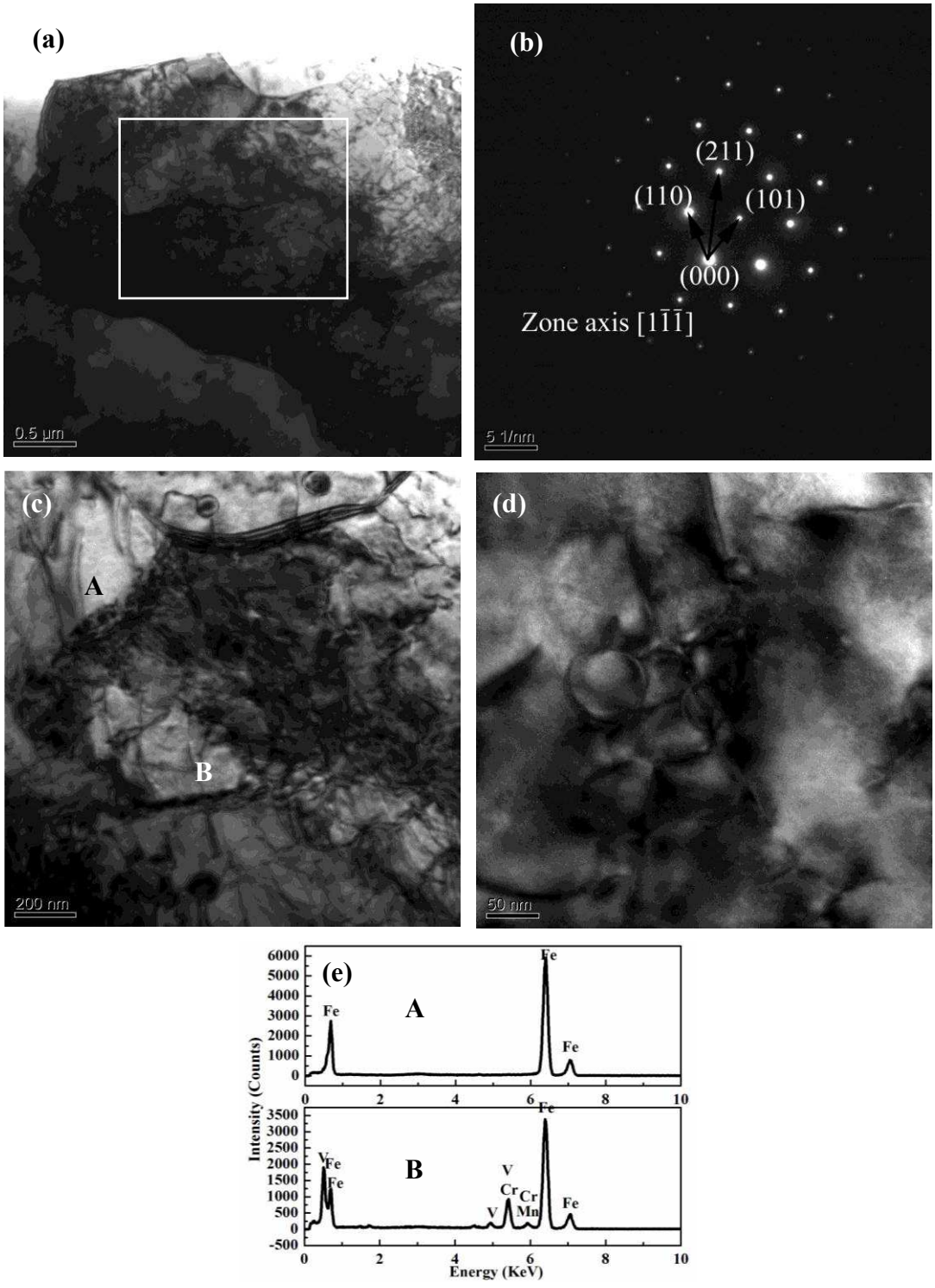


Figure III. 7. Analyse MET de la section transversale d'un cube de fer préparé à la vitesse de balayage du laser de 0,33 m/s. (a) image en champ clair, (b) motifs SAD correspondants (c) image à fort grandissement correspondant au cadre blanc dans la figure a, (d) grandissement de la zone B, (e) spectres EDS correspondant respectivement à la matrice et aux précipités.

III.1.6 Propriétés mécaniques des pièces en fer fabriquées par SLM

III.1.6.1 Comportement en traction

Le Tableau III.1 montre les résultats de traction des éprouvettes produites par SLM à la puissance laser de 100 W avec différentes vitesses de balayage. Cinq échantillons ont été testés pour le calcul des valeurs moyennes. Par rapport aux références de l'ANSI ('American National Standards Institute'), les résistances à la traction des échantillons de fer élaborés par SLM apparaissent beaucoup plus élevées [1]. C'est une caractéristique générale de nombreux matériaux fabriqués par fusion laser en raison notamment de la vitesse de refroidissement élevée qui conduit toujours à une microstructure avec une forte densité de dislocations comme indiqué précédemment [11-16]. La limite d'élasticité ($\sigma_{0,2}$) et la résistance à la traction (UTS) ainsi que le module d'élasticité (E) du matériau sont ainsi nettement accrus. Guan et al [7] rapportent par exemple qu'un acier inoxydable 304L fabriqué par SLM présente une limite d'élasticité comprise entre 566 et 570 MPa et une résistance à la traction entre 714 et 717 MPa, ce qui est nettement plus élevé que les valeurs de la norme ANSI qui indique une limite d'élasticité de 205 MPa et une résistance à la traction de 520 MPa.

L'augmentation de la vitesse de balayage du laser, dans la gamme considérée, conduit à un accroissement de la résistance mécanique qui correspond à une diminution de la taille de grain. En effet, lorsque la vitesse de balayage augmente, la taille des cristallites s'amenuise. Ainsi, des grains d'environ 5-20 µm ont été obtenus (Figure III. 5), ce qui présente un intérêt en terme de résistance mécanique [17].

Table III. 1. Propriétés mécaniques des éprouvettes de fer en fonction de la vitesse de balayage du laser (V) pour une puissance de 100 W.

V (m/s)	E (GPa)	$\sigma_{0,2}$(MPa)	UTS (MPa)
0,27	205±16	245±17	354±18
0,33	208±16	256±17	356±22
0,35	210±18	285±20	402±24
0,40	215±20	305±22	411±25
Reference [18]	125-293	98-166	158-225

III.1.6.2 Morphologie des zones de fracture

La surface de rupture après les essais de traction a été observée. La Figure III. 8 montre un faciès de rupture pour une éprouvette de traction réalisée avec une vitesse de balayage du laser de 0,33 m/s. De toute évidence l'échantillon présente une morphologie de rupture ductile. On peut observer de grandes cupules caractéristiques de la déformation plastique qui a eu lieu avant la rupture (Figure III. 8).

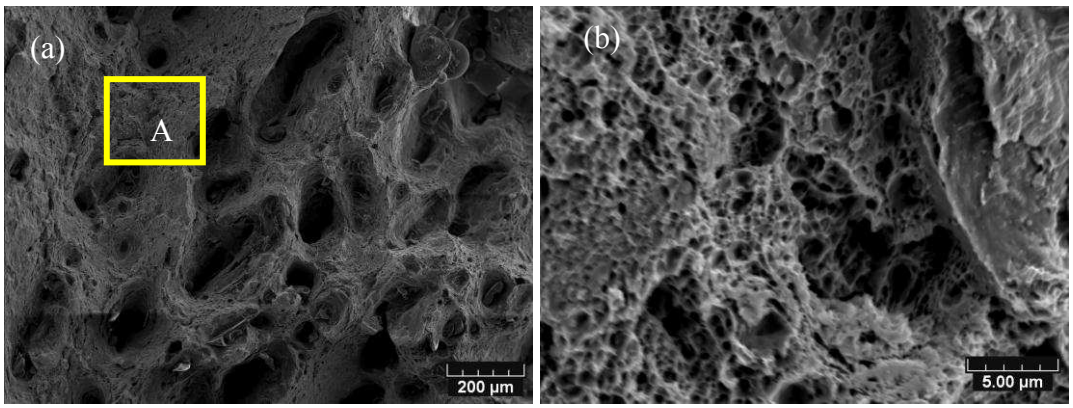


Figure III.8. Micrographie MEB représentative d'une surface de rupture d'une éprouvette de traction en fer fabriquée par SLM avec une puissance de 100 W et une vitesse de balayage du laser de 0,33 m/s. (a) à faible grandissement et (b) à fort grandissement.

III.1.7 Discussion sur les mécanismes d'auto-renforcement

A partir des caractéristiques microstructurales des échantillons de Fe-α élaborés en SLM et présentées ci-dessus, il peut être considéré que le raffinement de la taille des grains, le travail d'écrouissage découlant des contraintes induites par les gradients thermiques et les précipitations de seconde phase contribuent aux évolutions observées dans les propriétés élastiques. La contribution de porosité est négligeable. Dans une première approche l'estimation de la limite d'élasticité établie sur la base d'une contribution linéaire de ces trois mécanismes de renforcement peut être qualitativement effectuée [19]:

$$\Delta\sigma \propto \Delta\sigma_{cr} + \Delta\sigma_{wh} + \Delta\sigma_{ps} \qquad \text{(Eq. III.2)}$$

où $\Delta\sigma_{cr}$ est une augmentation de la limite d'élasticité induite par le raffinement de la taille des cristaux, $\Delta\sigma_{wh}$ est une contribution du durcissement, $\Delta\sigma_{ps}$ est une contribution des particules précipitées comme seconde phase.

Le raffinement de la taille des grains a été un sujet de recherches intensives depuis plusieurs décennies. L'amélioration de la résistance induite par la diminution de la taille des grains est décrite par la relation empirique de Hall-Petch (H-P) [20]:

$$\Delta\sigma_{cr} = kD^{-1/2} \qquad \text{(Eq. III.3)}$$

où D est la taille moyenne de grain (environ 10 μm dans ce travail) et k est la pente H-P mesurant la contribution de renforcement des joints de grains. En général, pour un acier faiblement allié, k est pris comme 17,4 MPa/mm$^{1/2}$. Considérant que la valeur de k augmente avec l'ancrage des dislocations, k a été choisi comme 20 MPa/mm$^{1/2}$ [21]. La valeur $\Delta\sigma_{cr}$ correspondante a été ainsi calculée comme 200 MPa.

La contribution d'écrouissage (durcissement) peut être décrite comme suit:

$$\Delta\sigma_{wh} = \alpha MGb\sqrt{\rho} \qquad \text{(Eq. III.4)}$$

où α est une constante géométrique (adoptée ici comme 0,23; typiquement de 0,2 à 0,4) [22, 23], ρ est la densité de dislocations, M est le facteur de Taylor, pris ici

comme 2,75 [23], G est le module de cisaillement (7,9 x 10^{10} Pa [22]). La dislocation parfaite typique dans le fer cubique centré est $\left|\vec{b}\right| = a/2[111] = 0.866a$, où a = 0,2858 nm est le paramètre de maille. Son vecteur de Burgers a ensuite été calculé comme $0{,}250\times10^{-9}$ m.

La densité de dislocations (ρ) du fer a été estimée à partir de la microdéformation (ε) à partir de l'équation suivante [24]:

$$\rho = \frac{6\pi E}{G\ln\left(r/r_0\right)}\left(\frac{\varepsilon}{b}\right) \qquad \text{(Eq. III.5)}$$

où E est le module de Young, r et r_o sont les rayons de coupure interne et externe, avec ln (r/ro) ≈ 4.

La microdéformation a été estimée à partir des spectres de diffraction des rayons X sur la base de l'équation de Hall-Williamson [21, 25]:

$$\beta_{hkl}\cos\theta_{hkl} = K\lambda/D + 4\varepsilon\sin\theta_{hkl} \qquad \text{(Eq. III.6)}$$

où K est le facteur de forme égal à 0,89; λ est la longueur d'onde des rayons X; θ_{hkl} est l'angle de Bragg et D est la taille de cristal efficace normale aux plans de réflexion. En traçant la valeur de $\beta_{hkl}\cos\theta_{hkl}$ en fonction de $4\sin\theta_{hkl}$, la microdéformation ε peut être estimée à partir de la pente de la courbe. L'élargissement instrumental a été retiré avant l'estimation de la taille des grains et de la microdéformation en utilisant des données correspondant à une poudre de fer recuit (600°C/10h). La densité de dislocations moyenne calculée ressort à $9{,}6\times10^{13}/m^2$ et l'augmentation de la résistance induite par le durcissement a ainsi été estimée à 28 MPa.

Les particules de seconde phase, telles qu'observées dans la Figure.III 7c, ont une influence limitée sur le mouvement des dislocations et leur contribution à la résistance est plutôt causée par un effet de charge portante [26]. Dans le cas présent, la fraction volumique des particules de seconde phase est très faible (<1,0 vol.%) et donc une expression simple généralement adoptée pour le calcul de l'augmentation

de la charge portante, a été utilisée [27, 28]:

$$\Delta\sigma_{ps} = 0.5 f_{ps}\sigma_m \qquad \text{(Eq. III.7)}$$

où f_{ps} est la fraction volumique de la deuxième phase et σ_m est la limite d'élasticité de la matrice (qui peut être estimée à 132 MPa en fonction de la valeur typique du fer, donnée entre 98 et 166 MPa). La proportion en volume f_{ps} de la seconde phase obtenue à partir des images MET est de 0,9 vol.% et sur ces bases $\Delta\sigma_{ps}$ ressort à 0,6 MPa et. Il est à noter que des calculs similaires utilisant la même équation (Eq. III.7) pour estimer l'effet de charge portante de «nanoparticules La_2O_3 [29]» ou de «carbure de silicium [28]», conduisent à des résultats similaires. D'autres modèles plus compliqués prenant en considération la taille des particules et l'espacement entre les particules ont été proposées par Klug et Alexander [30]. On observe que les résultats obtenus à partir de ces modèles ne sont pas très différents de ceux donnés par l'équation III.7.

Ainsi il est constaté, pour les échantillons de fer produits par SLM que l'affinage du grain est le mécanisme de renforcement le plus important, suivi par l'écrouissage. Le processus SLM qui permet d'introduire des mécanismes d'auto-renforcement ouvre donc un grand potentiel pour la fabrication de pièces industrielles.

III.2 Effet d'un traitement thermique sous vide sur la microstructure, la nature des phases et les propriétés mécaniques de pièces en fer produites par SLM

Les pièces fabriquées par SLM accumulent facilement une grande quantité de contraintes résiduelles en raison du chauffage et du refroidissement rapide de la matière, ce qui pourrait s'avérer néfaste pour certaines applications. Un traitement thermique sous vide à 640°C pendant 2,5 h a donc été considéré pour éliminer ces contraintes résiduelles.

Son effet est présenté et discuté ci-après.

III.2.1 Identification des phases

La Figure III.9 présente les spectres de diffraction des rayons X de la poudre de fer initiale et des échantillons réalisés par SLM avant et après traitement thermique sous vide. Le pic de diffraction 110 agrandi dans la Figure III.9b a été utilisé pour distinguer les compositions.

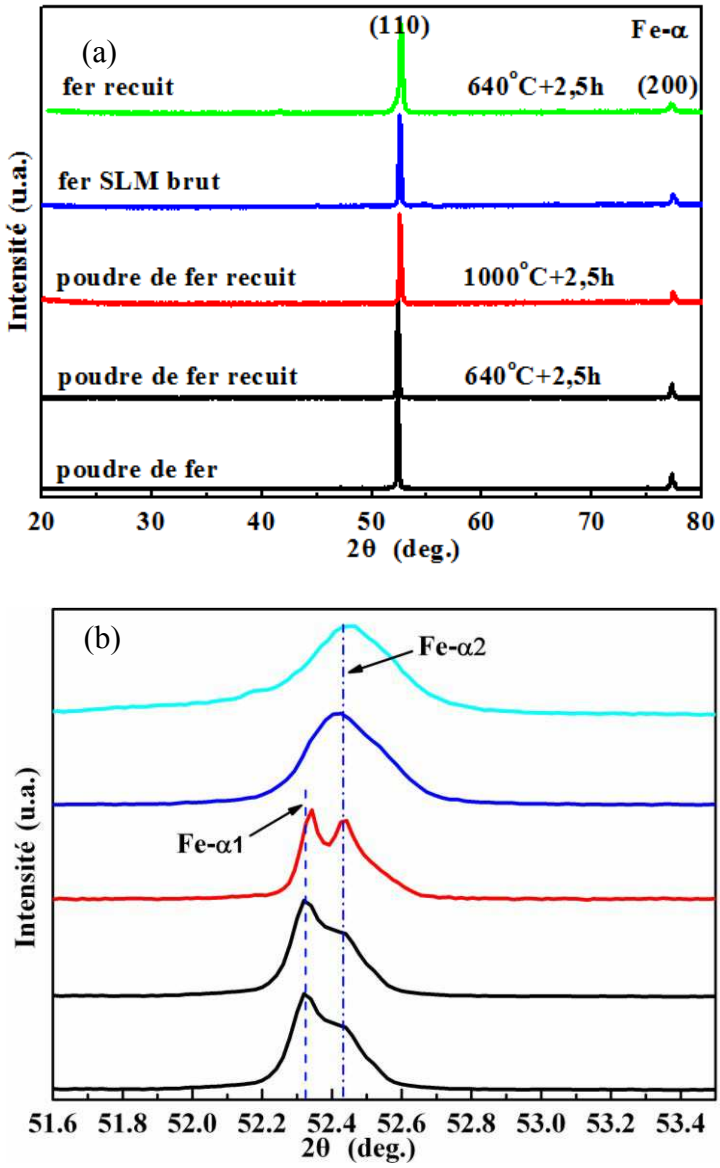


Figure III. 9. (a) Spectres de diffraction des rayons X de la poudre et des échantillons de fer avant et après traitement thermique sous vide (b) agrandissement du pic 110.

La poudre originale correspond principalement à la phase Fe-α. En raison de l'influence du faisceau incident de Kα1 et Kα2, la poudre apparaît constituée de deux pics, définis comme Fe-α1 et Fe-α2. Après recuit à 640°C pendant 2,5h, l'état de la poudre ne change pas beaucoup. Après un recuit à 1000°C pendant 2,5h, le fer a une phase γ puis repasse en une phase α [20, 31]. La pièce en fer fabriquée par SLM présente quant à elle une structure Fe-α avant et après recuit. En d'autres termes, la structure cristalline du fer SLM n'est pas modifiée par le traitement thermique. Toutefois, un élargissement du pic de diffraction (110) apparaît après le traitement thermique, ce qui indique un affinage des grains et/ou la présence de microdéformations.

La méthode de Williamson-Hall a été utilisée pour calculer les microdéformations à partir des données de DRX, en tenant compte d'une radiation CoKα, après l'application d'un processus de lissage Kα2 utilisant la méthode de Rachinger [25, 30]. Les microdéformations moyennes ont ensuite été calculées par la méthode de Williamson-Hall modifiée [24, 25, 30]. La largeur à mi-hauteur (FWHM) d'une réflexion de Bragg (hkl) - β_{hkl} a été tirée de l'équation (Eq. III.6). On observe ainsi une microdéformation de la pièce de fer recuite sous vide de $6{,}46\times10^{-4}$, beaucoup plus petite que celle de la pièce brute ($2{,}75\times10^{-3}$) (Figure III.10). Ce résultat peut être associé à la réduction des défauts du réseau cristallin causée par la libération de contraintes résiduelles.

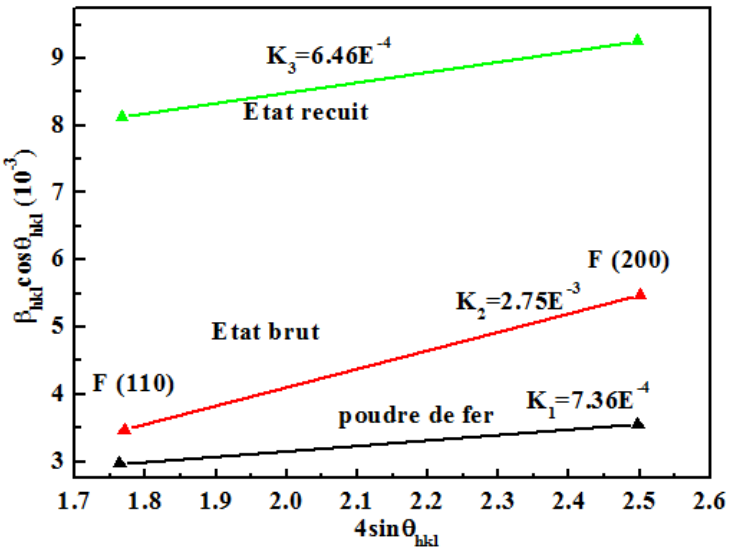


Figure III. 10. Courbes de Williamson-Hall de la poudre de fer, la pièce de fer SLM brute et de la pièce de fer SLM recuite sous vide.

III.2.2 Évolution de la microstructure

La Figure III. 11 présente des structures métallographiques typiques d'échantillons cubiques en vue de dessus (plan horizontal) et en vue latérale (plan vertical). Dans le plan de construction on observe des grains fins équiaxes et dans la direction de construction, des grains allongés. Après traitement thermique sous vide, on observe un affinage du grain avec une conservation des vestiges de l'architecture colonnaire dans le plan vertical. La taille moyenne des grains dans la section transversale passe de 30±5 µm sur la pièce brute à environ 15±6 µm après recuit sous vide. Ces observations confirment les résultats DRX et la spéculation sur une recristallisation secondaire au cours du traitement thermique. Comme schématisé dans la Figure III. 12, ce sont les contraintes résiduelles qui constituent le moteur de la recristallisation secondaire au cours d'un recuit. En général, c'est la contrainte résiduelle introduite par une déformation plastique qui entraîne la recristallisation des grains déformés [32]. Les pièces fabriquées par SLM n'ayant pas été déformées pendant le processus de fabrication, on peut considérer que ce sont des contraintes résiduelles d'origine thermique accumulées au cours des chauffages et des refroidissements rapides et

répétés du bain de fusion au cours du processus SLM qui conduisent à ce phénomène. Les contraintes accumulées jouent donc un rôle important dans le développement de la microstructure, ce qui est en bon accord avec d'autres travaux rapportés dans la littérature [33-36].

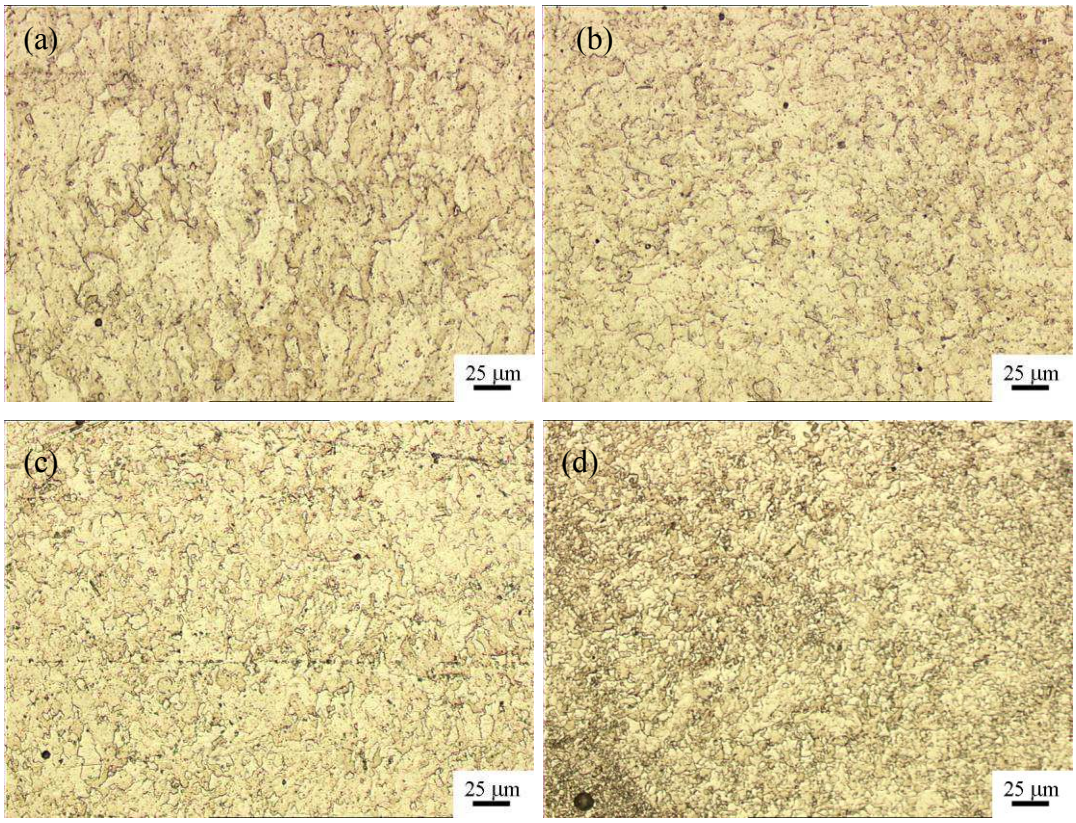


Figure III. 11. Micrographies de cubes de fer en vue de face (a) et (c) et en vue de dessus (b) et (d): (a)-(b) état brut, (c)-(d) après recuit de 2,5 h à 640°C.

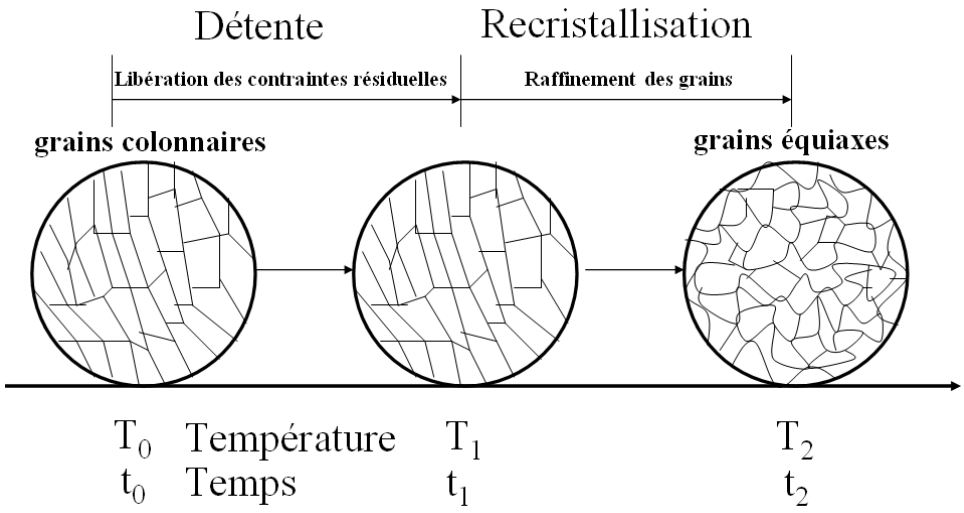


Figure III. 12. Schéma de l'évolution de grains au cours du traitement thermique.

III.2.3 Comportement en traction

La Figure III.13 présente les résultats d'essais de traction sur des échantillons de fer fabriqués par SLM avant et après traitement thermique. Comme remarqué précédemment, on observe que le matériau fabriqué par SLM possède une résistance à la traction plus élevée que celle du matériau classique.

Après un recuit sous vide, il peut être constaté que le module d'élasticité diminue de 209 GPa à 188 GPa. Par ailleurs la limite d'élasticité augmente fortement de 256 MPa à 352 Mpa, de même que la résistance à la rupture qui passe de 356 MPa à 401 MPa. L'allongement à rupture augmente également de 9,1% à 14,6%. Compte tenu du fait que la limite d'élasticité et la résistance à la traction sont améliorées simultanément, on peut penser que le raffinement de grain est probablement responsable des évolutions constatées. L'affinage du grain renforce l'effet de l'obstruction des joints de grains sur le mouvement des dislocations, ce qui améliore la capacité de résistance à la déformation des matériaux. Des observations similaires ont été rapportées dans la littérature [18, 37].

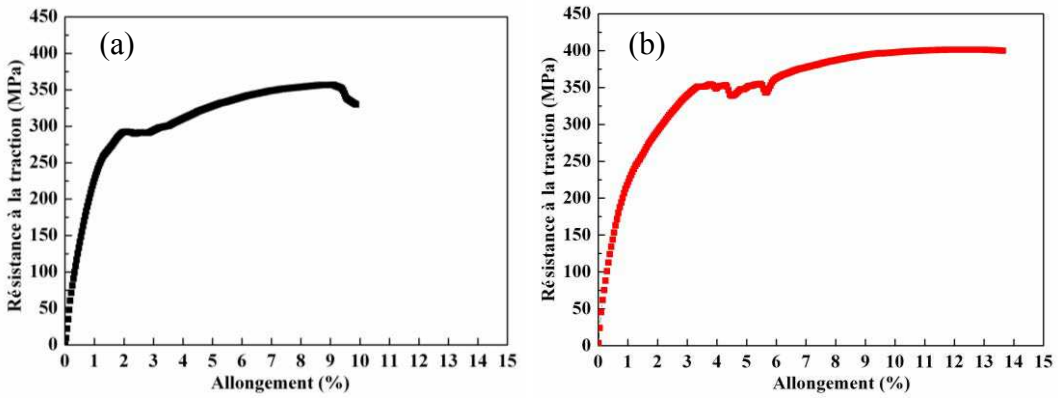


Figure III. 13. Courbes de traction de (a) pièce de fer brute SLM et (b) pièce recuite sous vide.

La Figure III. 14 présente les surfaces de rupture en traction. Il est clair que les deux éprouvettes présentent des morphologies de rupture ductile, composées de grandes et de petites cupules. Après traitement thermique sous vide, on observe moins de grandes cupules et plus de petites cupules distribuées plus uniformément.

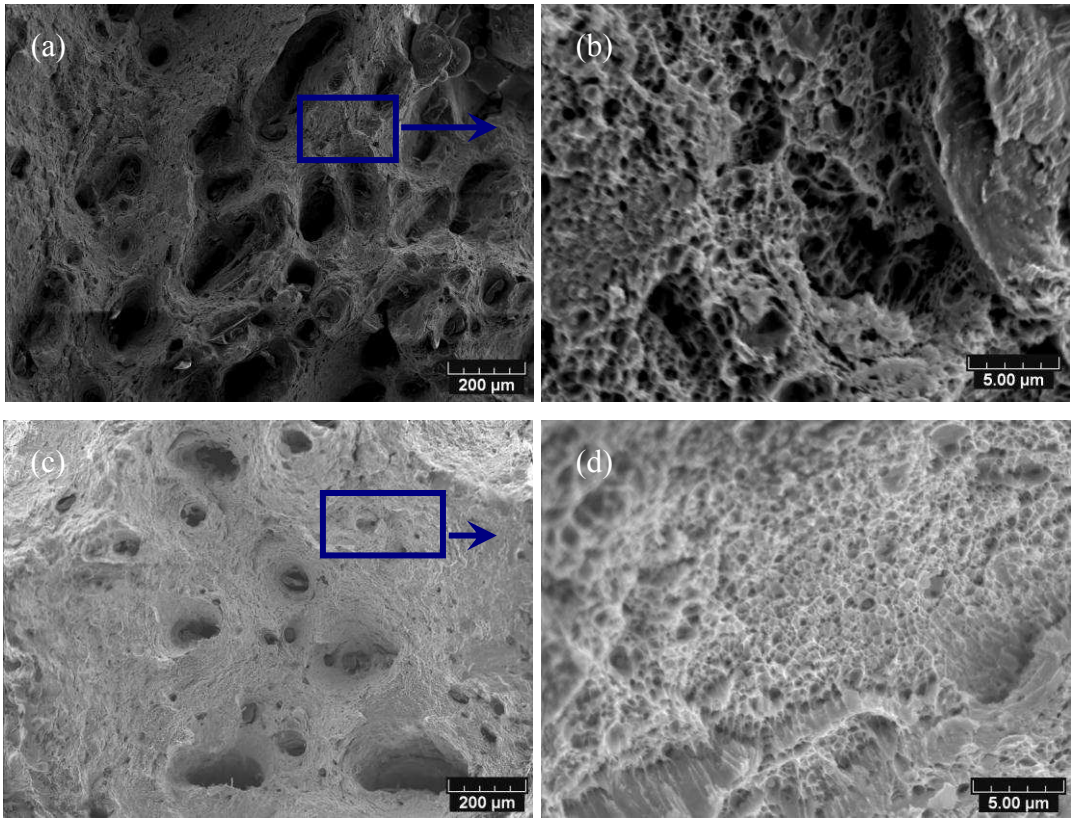


Figure III. 14. Micrographies MEB des surfaces de rupture en traction d'éprouvettes de fer SLM selon la direction perpendiculaire au sens de traction:

(a)-(b) avant et (c)-(d) après traitement thermique.

III.2.4 Contraintes résiduelles

Basé sur les spectres de diffraction des rayons X, des échantillons de fer réalisés par SLM avant et après traitement thermique sous vide, montrés dans la Figure III.9, semblent avoir le pic (110) qui se décale après traitement thermique, indiquant la présence de contrainte résiduelle. La méthode de micro-indentation (Vickers) a été choisie pour tenter de qualitativement déterminer les contraintes résiduelles dans nos échantillons [33, 38, 39]. Comme montré dans la Figure III. 15, lorsque les matériaux n'ont pas de contrainte résiduelle, l'indentation reste conforme au pénétrateur utilisé. S'il existe une contrainte résiduelle, l'indentation présente au contraire une forme irrégulière. Les Figures III. 16a et b présentent les indentations effectuées sur les échantillons de fer SLM avant et après recuit sous vide. Il apparaît clairement qu'une contrainte résiduelle de traction est présente dans la pièce brute de SLM, alors qu'aucune contrainte résiduelle évidente ne se trouve dans la pièce recuite.

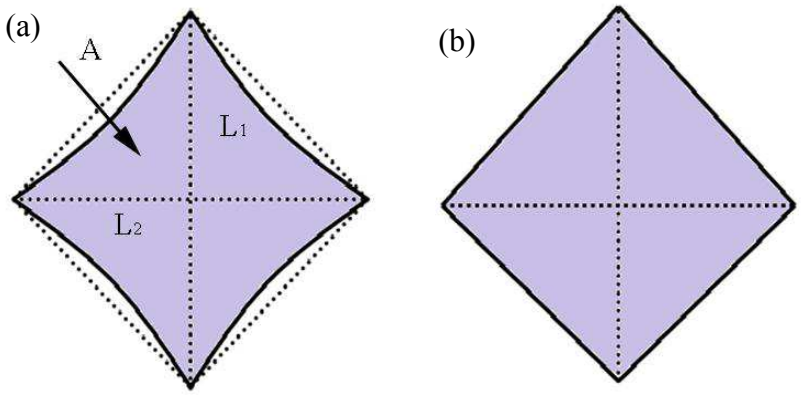


Figure III. 15. Schéma de différentes surfaces d'indentation en fonction de l'état de contrainte dans le matériau: (a) contrainte résiduelle, (b) sans contrainte.

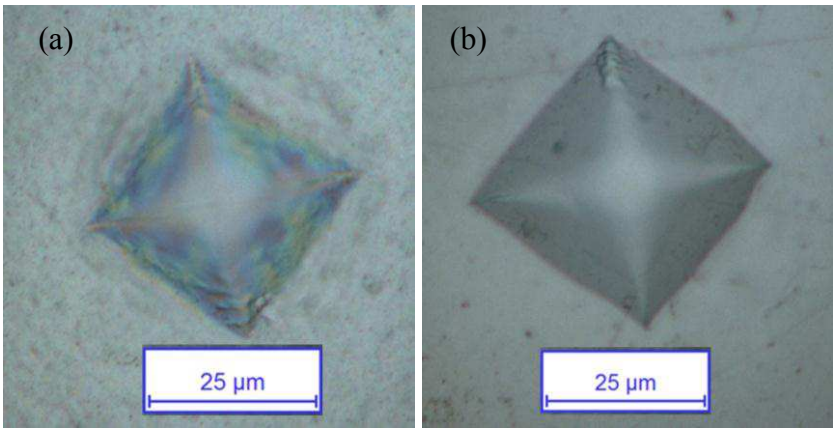


Figure III. 16. Indentations réelles d'un échantillon de fer SLM (a) avant et (b) après recuit sous vide.

En supposant que la contrainte résiduelle soit de nature biaxiale et que la courbe contrainte-déformation uniaxiale soit de la forme:

$$\sigma = K\varepsilon_p^n \qquad \text{(Eq. III.8) [33, 35, 36]}$$

où σ représente la contrainte (MPa) et n et K sont des constantes de la matière qui peuvent être obtenues à partir de la courbe contrainte-déformation uniaxiale.

Selon Carlsson et Larsson [40, 41] la contrainte résiduelle et la déformation résiduelle obéissent aux relations suivantes:

$$H = C\sigma(\varepsilon_{repr} + \varepsilon_{res}) \qquad \text{(Eq. III.9)}$$

$$c^2 = c_0^2 - 0.32\ln\left[1 + \frac{\sigma_{res}}{\sigma(\varepsilon_{res})}\right] \qquad \text{(Eq. III.10)}$$

où H est la microdureté avec H = F/A en MPa (F est la charge d'essai utilisée, en N), C est une constante qui dépend uniquement de la géométrie de l'indenteur; σ est la contrainte correspondant à une déformation plastique effective ($\varepsilon_{repr}+\varepsilon_{res}$), où ε_{repr} est une valeur représentative de la déformation plastique et ε_{res} est la déformation plastique résiduelle efficace de von Mises sous une situation biaxiale homogène; c est le ratio de l'aire définie comme le rapport entre la surface de contact projetée réelle A (mm^2) et la valeur nominale projetée A_{nom} (mm^2), soit $c = A/A_{nom}$. Quand

un pénétrateur Vickers est utilisé, ε_{repr}=0.08 et C=3 [35]. Par ailleurs la valeur de c_0^2 peut être considérée comme proche de 1.

Dans la présente étude la surface de contact projetée réelle A a été mesurée à l'aide d'une analyse quantitative d'images de microscopie optique et la surface de contact projetée A_{nom} a été calculée à partir des lignes diagonales de l'empreinte selon:

$$A_{nom} = \left[\left(L_1 + L_2 \right) / 2 \right]^2 \qquad \text{(Eq. III.11)}$$

Les courbes contrainte-déformation mesurées expérimentalement (Figure III. 13) peuvent être approchées par une fonction de type $\varepsilon_{(res)} = 254.37\varepsilon_p^{0.1528}$ à l'état brut et $\varepsilon_{(res)} = 283.68\varepsilon_p^{0.1438}$ à l'état recuit. Ainsi la contrainte résiduelle et la déformation résiduelle peuvent être calculées à partir des équations suivantes, (Eq. III.12) et (Eq. III.13), pour l'état brut et (Eq. III.14) et (Eq. III.15) pour l'état recuit.

$$\varepsilon_{res1} = \left(\frac{H}{3 \times 254.37} \right)^{1/0.1528} - 0.08 \qquad \text{(Eq. III.12)}$$

$$\sigma_{res1} = 254.37 \times {\varepsilon_{res1}}^{0.1528} \times \left[\exp\left(\frac{c^2 - 1}{0.32} \right) - 1 \right] \qquad \text{(Eq. III.13)}$$

$$\varepsilon_{res2} = \left(\frac{H}{3 \times 269.24} \right)^{1/0.1667} - 0.08 \qquad \text{(Eq. III.14)}$$

$$\sigma_{res2} = 269.24 \times {\varepsilon_{res2}}^{0.1667} \times \left[\exp\left(\frac{c^2 - 1}{0.32} \right) - 1 \right] \qquad \text{(Eq. III.15)}$$

Les résultats correspondants sont présentés dans la Figure III. 17. A la diminution de la dureté après traitement thermique correspond une quasi disparition des contraintes résiduelles de traction. La diminution de la microdureté après traitement thermique peut être attribuée à la réduction de la densité de défauts présents à l'état brut de SLM. Ceci est en accord avec les résultats obtenus à partir des spectres DRX sur les micro-déformations (Figure III. 9). Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature [42, 43] qui relèvent que la dureté des échantillons est influencée par la densité de défauts et se trouve réduite après traitement thermique par suite de la libération des contraintes résiduelles intrinsèques. Les défauts structuraux ou le

piégeage de désordres [44] résultent de la vitesse élevée de solidification (10^6 à 10^8 K/s [45, 46]. La texture colonnaire observée dans la pièce à l'état brut peut également contribuer à une plus grande dureté, comme en témoigne par exemple les résultats de Tung *et al.* [43] sur l'évolution de la dureté de films de ZrN avec l'augmentation du coefficient de texture (111).

À partir de la Figure III. 11, il apparaît qu'après traitement thermique la texture disparaît partiellement et que cette évolution correspond à une baisse de la microdureté. La contrainte résiduelle de traction présente dans l'échantillon de fer brut confirme l'hypothèse du rôle de cette contrainte résiduelle comme force motrice de recristallisation. La contrainte résiduelle de traction est souvent localisée dans la région de chevauchement entre deux passes adjacentes de balayage du faisceau laser, tel que rapporté par plusieurs études [32, 47, 48]; d'ailleurs des micro ou macro fissures sont souvent observées dans les zones de chevauchement.

Dans le cas du fer qui présente une ductilité relativement élevée, les contraintes résiduelles de traction ne sont pas suffisantes pour induire une fissuration, mais elles affectent les propriétés mécaniques. Après un traitement de recuit sous vide, les contraintes résiduelles de traction sont libérées, ce qui entraîné un affinement du grain et permet d'améliorer notablement les propriétés mécaniques.

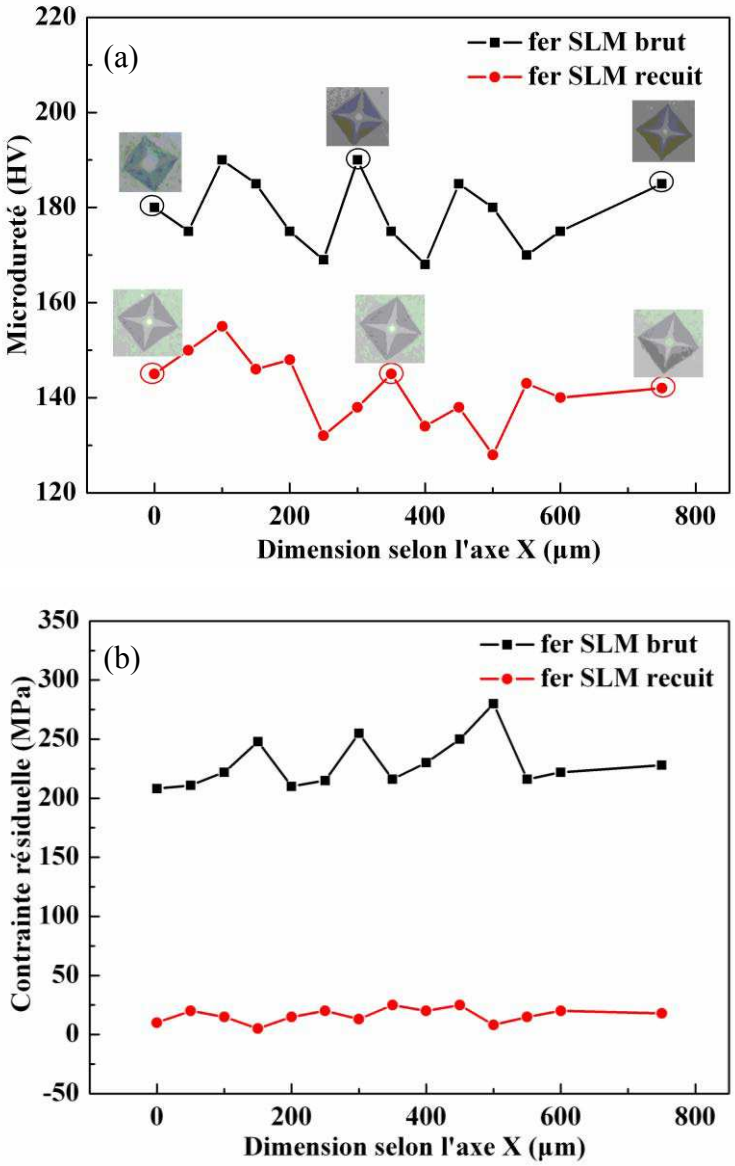


Figure III. 17 (a) Microdureté mesurée en coupe transversale selon l'axe X comme montré dans la Figure II. 9 et (b) contrainte résiduelle calculée à partir des courbes contrainte-déformation en traction d'échantillons à l'état brut et à l'état recuit.

III.3 Conclusion

Le métal élémentaire Fe a été choisi pour fabriquer des pièces par SLM. Les caractéristiques (densité, phase, microstructure, propriétés mécaniques, etc.) d'échantillons fabriqués par SLM ont été étudiées en fonction des paramètres d'élaboration. La taille de grain s'affine avec l'augmentation de la vitesse de

balayage du faisceau laser à l'intérieur de la fenêtre expérimentale considérée et la limite d'élasticité et la résistance à la traction augmentent. Plusieurs mécanismes d'auto-renforcement ont été proposés pour expliquer la résistance mécanique élevée des pièces fabriquées par SLM en fonction de la taille des grains, de la densité de dislocations et de l'effet de la seconde phase précipitée. Par ailleurs, un traitement thermique sous vide a été effectué pour éliminer les contraintes thermiques résiduelles qui s'avèrent constituer une force motrice de recristallisation, bien que des vestiges d'une architecture colonnaire subsistent. Ainsi la taille de grain s'affine, la limite d'élasticité, la résistance à la rupture et l'allongement augmentent fortement, alors que la microdureté et la contrainte résiduelle diminuent.

Références bibliographiques du chapitre III

[1] A. Simchi, H. Pohl, Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder, Mater. Sci. Eng. A, 359 (2003) 119-128.

[2] H.J. Niu, I.T.H. Chang, Instability of scan tracks of selective laser sintering of high speed steel powder, Scripta Mater., 41 (1999) 1229-1234.

[3] D.D. Gu, Y.C. Hagedorn, W. Meiners, G.B. Meng, R.J.S. Batista, K. Wissenbach, R. Poprawe, Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium, Acta Mater., 60 (2012) 3849-3860.

[4] I. Takamichi, I.L.G. Roderick, The physical properties of liquid metals, Oxford: Clarendon Press, 1993.

[5] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J.V. Humbeeck, J.P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V, Acta Mater., 58 (2012) 3303-3312.

[6] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. E. Murr, Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, Acta Mater., 60 (2012) 2229-2239.

[7] K. Guan, Z.M. Wang, M. Gao, X.Y. Li, X.Y. Zeng, Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel, Mater. Des., 50 (2013) 581-586.

[8] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J.V. Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Mater., 61 (2013) 1809-1819.

[9] D. Caillard, A. Couret, Dislocation movements controlled by friction forces and local pinning in metals and alloys, Mater. Sci. Eng. A, 322 (2002) 108-117.

[10] S. Lee, J.C.M. Li, C.T. Liu, Pinning of dislocations by solutes in NiAl, Mater. Sci. Eng. A, 239-240 (1997) 808-812.

[11] H. Luong, M.R. Hill, The effects of laser peening on high-cycle fatigue in 7085-

T7651 Al alloy, Mater. Sci. Eng. A, 477 (2008) 208-216.

[12] J. Fourier, Mechanical effects induced by shock waves generated by high-energy laser pulses, Mater. Manuf. Process, 5 (1990) 144-147.

[13] L.E. Murr, S.A. Quinones, S.M. Gaytan, M.I. Lopez, A. Rodela, E.Y. Martinez, D.H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina, R.B. Wicker, Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications, J. Mech. Behav. Biomed. Mater., 2 (2009) 20-32.

[14] K. Kempen, L. Thijs, J.V. Humbeeck, J.P. Kruth, Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting, Physics Procedia, 39 (2012) 439-446.

[15] E. Chlebus, B. Kuźnicka, T. Kurzynowski, B. Dybała, Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting, Mater. Charact., 62 (2011) 488-495.

[16] M. Niinomi, Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical application, J. Mech. Behav. Biomed. Mater., 1 (2008) 30-42.

[17] J. Chao, D.G. Morris, M.A. Muñoz-Morris, J.L. Gonzalez-Carrasco, The influence of some microstructural and test parameters on the tensile behaviour and the ductility of a mechanically-alloyed Fe-40Al alloy, Intermetallics, 9 (2001) 299-308.

[18] A. Simchi, H. Pohl, Direct laser sintering of iron-graphite powder mixture, Mater. Sci. Eng. A, 383 (2004) 191-200.

[19] X.T. Luo, G.J. Yang, C.J. Li, Multiple strengthening mechanisms of cold-sprayed cBNp/NiCrAl composite coating, Surf. Coat. Technol., 205 (2011) 4808-4813.

[20] D. William, Jr. Callister, Materials Science and Engineering: An Introduction, fifth ed., Wiley, New York, 2000.

[21] J.J. Harwood, Strengthening Mechanisms in Solids, ASM Seminar, 1960.

[22] H. Widersich, Hardening mechanisms and the theory of deformation, J. Met., 16 (1964) 423-430.

[23] M.E. Kassner, Taylor hardening in five-power-law creep of metals and Class M

alloys, Acta Mater., 52 (2004) 1-9.

[24] P. Grahle, E. Arzt, Microstructural development in dispersion strengthened NiAl produced by mechanical alloying and secondary recrystallization, Acta Mater., 45 (1997) 201-211.

[25] G.K. Williamson, W.H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, Acta Metall., 1 (1953) 22-31.

[26] S. Scudino, G. Liu, M. Sakaliyska, K. Surreddi, Powder metallurgy of Al-based metal matrix composites reinforced with β-Al3Mg2 intermetallic particles: Analysis and modeling of mechanical properties, Acta Mater., 57 (2009) 4529-4538.

[27] V.C. Nardone, K.M. Prewo, On the strength of discontinuous silicon carbide reinforced aluminum composites, Scripta Metall., 20 (1986) 43-48.

[28] G. Liu, G.J. Zhang, F. Jiang, X.D. Ding, Y.J. Sun, J. Sun, Nanostructured high-strength molybdenum alloys with unprecedented tensile ductility, Nature Mater., 12 (2013) 344-350.

[29] M.J. Starink, S. Syngellakis, Shear lag models for discontinuous composites: fibre end stresses and weak interface layers, Mater. Sci. Eng. A, 270 (1999) 270-277.

[30] H.P. Klug, L.E. Alexander, X-ray diffraction procedure for polycrystalline and amorphous Materials, (Wiley, New York, 1974).

[31] J.P. Kruth, P. Mercelis, J.V. Vaerenbergh, L. Froyen, M. Rombouts, Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting, Rapid Prototyping J., 11 (2005) 26-36.

[32] J. Yang, J. Chen, H.O. Yang, X. Lin, W.D. Huang, Experimental study on residual stress distribution of laser rapid forming process, Rare Met. Mater. Eng., 12 (2004) 1304-1307.

[33] F.C. Liu, X. Lin, G.L. Yang, M.H. Song, J. Chen, W.D. Huang, Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy, Opt. Laser Technol., 43 (2011) 208-213.

[34] F. Liu, G.C. Yang, Stress-induced recrystallization mechanism for grain refinement in highly undercooled superalloy, J. Cryst. Growth, 231 (2001) 295-305.

[35] M.X. Xia, H.X. Zheng, S. Yuan, J.G. Li, Recrystallization of preformed AZ91D

magnesium alloys in the semisolid state, Mater. Des., 26 (2005) 343-349.

[36] I. Toda-Caraballo, J. Chao, L.E. Lindgren, C. Capdevila, Effect of residual stress on recrystallization behavior of mechanically alloyed steels, Scripta Mater., 62 (2010) 41-44.

[37] K. Handa, Y. Kimura, Y. Yasumoto, T. Kamioka, Y. Mishima, Effect of deformation and annealing temperatures on ultrafine microstructure development and yield strength of pearlitic steel through continuous recrystallization, Mater. Sci. Eng. A, 27 (2010) 1926-1932.

[38] C. Chen, C.X. Pan, Q. Fu, Micro-residual stress measurement using Vickers micro-indentation, Mater. Mech. Eng., 1 (2007) 8-11.

[39] S. Suresh, A.E. Giannakopoulos, A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation, Acta Mater., 16 (1998) 5755-5767.

[40] S. Carlsson, P.L. Larsson, On the determination of residual stress and strain fields by sharp indentation testing. Part I: theoretical and numerical analysis, Acta Mater., 49 (2001) 2179-2197.

[41] S. Carlsson, P.L. Larsson, On the determination of residual stress and strain fields by sharp indentation testing. Part II: experimental investigation, Acta Mater., 49 (2001) 2193-2203.

[42] A. Kobayashi, T. Kitamura, Effect of heat treatment on high-hardness zirconia coatings formed by gas tunnel type plasma spraying, Vacuum, 59 (2000) 194-202.

[43] H.M. Tung, J.H. Huang, D.G. Tsai, C.F. Ai, G.P. Yu, Hardness and residual stress in nanocrystalline ZrN films: Effect of bias voltage and heat treatment, Mater. Sci. Eng. A, 500 (2009) 104-108.

[44] M. Barth, B. Wei, D.M. Herlach, Dendritic growth velocities of the intermetallic compounds Ni_2TiAl, NiTi, Ni_3Sn, Ni_3Sn_2 and FeAl, Mater. Sci. Eng. A, 226-228 (1997) 770-773.

[45] D.D. Gu, G.B. Meng, C. Li, W. Meiners, R. Poprawe, Selective laser melting of TiC/Ti bulk nanocomposites: Influence of nanoscale reinforcement, Scripta Mater., 67 (2012) 185-188.

[46] M. Das, V.K. Balla, D. Basu, S. Bose, A. Bandyopadhyay, Laser processing of

SiC-particle-reinforced coating on titanium, Scripta Mater., 63 (2010) 438-441.

[47] X.M. Zhao, X. Lin, J. Chen, L. Xue, W.D. Huang, The effect of hot isostatic pressing on crack healing, microstructure, mechanical properties of Rene88DT superalloy prepared by laser solid forming, Mater. Sci. Eng. A, 504 (2009) 129-134.

[48] J.Y. Zhang, L.X. Gao, L.L. Cui, H.G. Wang, J.X. Yang, Analysis in the variation principle of thermal cycle and stress in the laser overlapping area, Laser Technol., 4 (2005) 370-372.

Chapitre IV. Réalisation de pièces à partir de poudres préalliées (Fe-Al)

Chapitre IV. Réalisation de pièces à partir de poudres préalliées (Fe-Al)

Ce quatrième chapitre présente les études de réalisation de pièces par fusion sélective par laser (SLM) à partir de poudres préalliées. Dans cette étude, une carte des paramètres de fabrication a été établie en vue d'obtenir des pièces denses par SLM à partir d'une poudre FeAl. Les morphologies de surface, les microstructures, la nature des phases et les propriétés mécaniques des éprouvettes FeAl ont été considérées.

IV.1 Établissement des paramètres de fabrication à partir de l'étude de cordons

Au cours du processus de fusion sélective par laser (SLM), l'état de fusion de la poudre dépend fortement de la quantité d'énergie apportée à la matière dont le niveau est principalement contrôlé par deux paramètres: la puissance du laser et la vitesse de balayage du faisceau. Ainsi, à partie d'une série de cordons tels que montrés dans la Figure IV.1, une carte des paramètres de fabrication a été établie (Figure IV.2). Dans la gamme considérée de puissance du laser et de vitesse de balayage, quatre phases typiques peuvent être définies:

(I) Vaporisation de la poudre: La combinaison d'une forte puissance du laser et d'une faible vitesse de balayage conduit à un taux de vaporisation élevé. Seule une couche très mince subsiste avec une forme irrégulière.

(II) Fusion et formation de fissures: Une forte puissance du laser combinée avec une vitesse de balayage relativement faible (<0,30 m/s), fait complètement fondre la couche de FeAl, voire conduit à une re-fusion de la matière adjacente, mais finalement le cordon subit une fissuration importante.

(III) Fusion continue: L'énergie est adaptée pour une fusion complète d'une seule couche de poudre et aucune fissure n'est observée.

(IV) Fusion partielle: L'énergie est insuffisante pour faire entièrement fondre une

couche d'épaisseur 50 µm et par conséquent une structure discontinue est produite. A partir de cette carte des paramètres, plusieurs jeux de paramètres (100 W/0,1 m/s; 90 W/0,2 m/s; 90 W/0,4 m/s) ont été sélectionnés afin de préparer des échantillons massifs (points A, B et C dans la Figure IV.2).

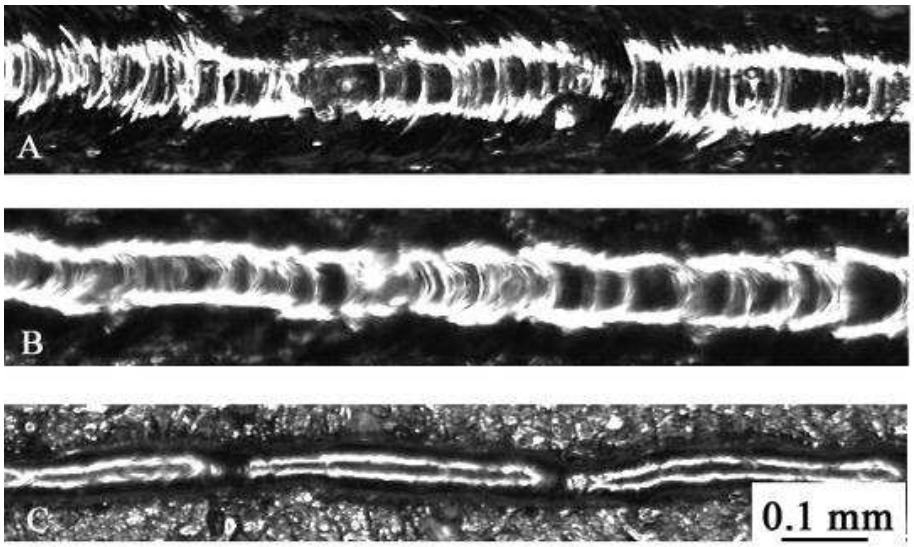


Figure IV.1 Exemples de cordons réalisés par SLM avec différents paramètres: (a) 100 W, 0,1 m/s; (b) 90 W, 0,2 m/s; (c) 90 W, 0,4 m/s.

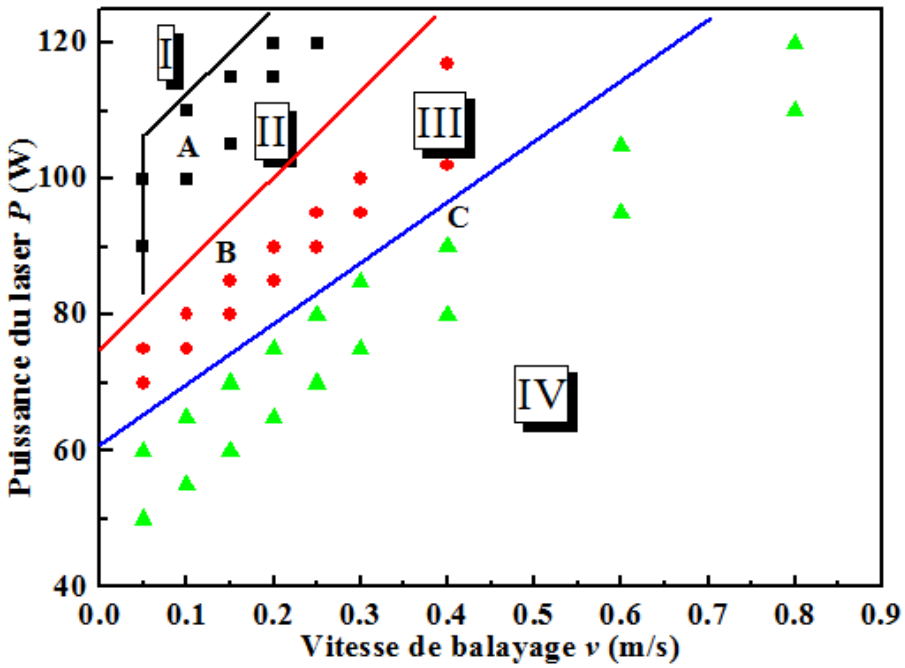


Figure IV.2 Carte des paramètres établie à partir de cordons: I-vaporisation de la poudre FeAl, II-fusion et formation de fissures, III-fusion continue, IV-fusion partielle.

IV.2 Effet des paramètres sur la morphologie de surface

A partir des données précédentes, des échantillons de forme parallélépipédique ont été fabriqués comme illustré dans la Figure IV.3.

Figure IV.3 (a) vue de dessus et (b) vue de côté d'un échantillon.

La Figure IV.4 présente des morphologies de surface typiques d'échantillons fabriqués par SLM. Conformément aux résultats obtenus avec les cordons, les paramètres de la zone II (point A) correspondent à une surface avec de nombreuses fissures visibles, indiquant de fortes contraintes thermiques. Par rapport au Fe pur et à l'Al pur, le composé FeAl dispose d'une conductivité thermique plus faible [1]. Cette faible conductivité thermique conduit à une faible diffusion de chaleur, ce qui conduit à une température locale élevée. Les gradients de température élevés engendrent des contraintes thermiques locales et ensuite la nucléation de fissures proches de la surface du matériau. Des fissures similaires résultant des contraintes thermiques sont également observées dans le processus de laminage à chaud de cette matière lorsque des rouleaux froids entrent en contact avec des lingots de FeAl chauds [2]. Ainsi, une réduction du gradient thermique pourrait être un moyen efficace pour éviter des fissures. Dans la zone III (point B), les particules de FeAl

sont complètement fondues et finalement forment une surface continue et lisse. En utilisant des paramètres situés dans la zone IV (point C), une surface poreuse est produite, sur laquelle de nombreuses particules non fondues peuvent être observées. En fait, une quantité de phase liquide insuffisante est générée en raison d'un temps de séjour trop court du faisceau laser, conduisant à la formation de cols de frittage à la place d'une consolidation complète par la phase liquide.

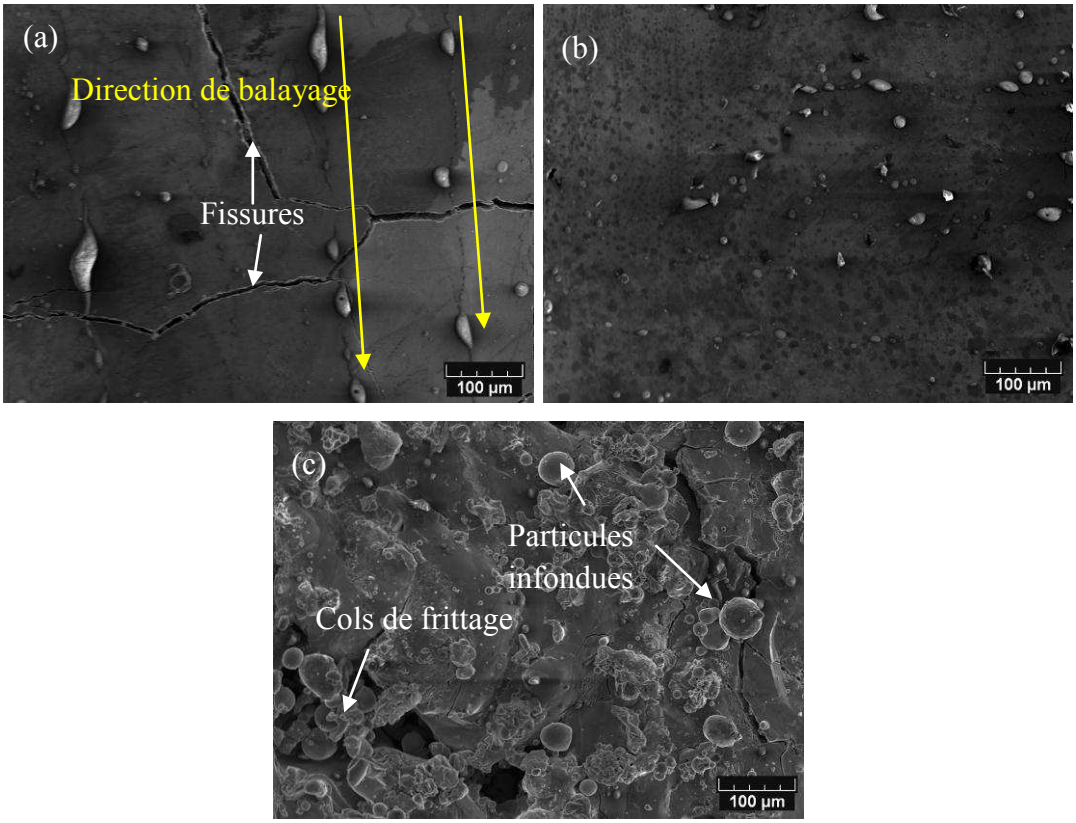


Figure IV. 4 Images MEB montrant les morphologies de surface des échantillons préparés par SLM en utilisant des paramètres situés respectivement dans les zones II, III et IV de la Figure IV.2.

Les mesures de rugosité de surface révèlent sans surprise que la rugosité la plus faible (Ra=1,8 µm) correspond à l'échantillon (point B) préparé en utilisant les paramètres de la zone III. Pour les autres échantillons, les valeurs Ra sont beaucoup plus élevées (49,7 µm pour A; 46,1 µm pour C) en raison de la présence de cratères, de trous, de fissures et de particules non fondues.

IV.3 Effet des paramètres sur la microstructure et la porosité

La Figure IV.5 présente les microstructures typiques de sections transversales des échantillons décrits dans le paragraphe IV.1.2 précédent. Pour le point A à l'intérieur de la zone II il est observé (Figure IV.5a) que des fissures s'étendent à travers l'échantillon entier, ce qui est conforme à la morphologie des cordons qui se divisent à intervalles plus ou moins réguliers (Figure IV.1). Dans la zone III (échantillon B), une microstructure homogène et presque totalement dense est observée. Une mesure précise de la densité de la pièce à l'aide de la méthode d'Archimède donne une valeur de 98% de la densité théorique. Cette valeur est plus élevée que celle obtenue par un nouveau procédé de forgeage à basse énergie avec 94,5% de la densité théorique [3], mais un peu moins que celle obtenue par un procédé de broyage suivi d'une consolidation par pressage à chaud (99,8% de la valeur théorique) [4]. Dans la zone IV (point C), une grande quantité de pores est observée et la Figure IV.5c montre que les cordons partiellement fondus ne sont pas bien connectés les uns aux autres en plus du mauvais frittage observé à l'intérieur du cordon. Les microstructures des sections transversales des échantillons FeAl sont donc en bonne concordance avec les observations effectuées sur des cordons. La préparation de cordons par SLM représente donc une façon intéressante d'approcher des paramètres optimaux.

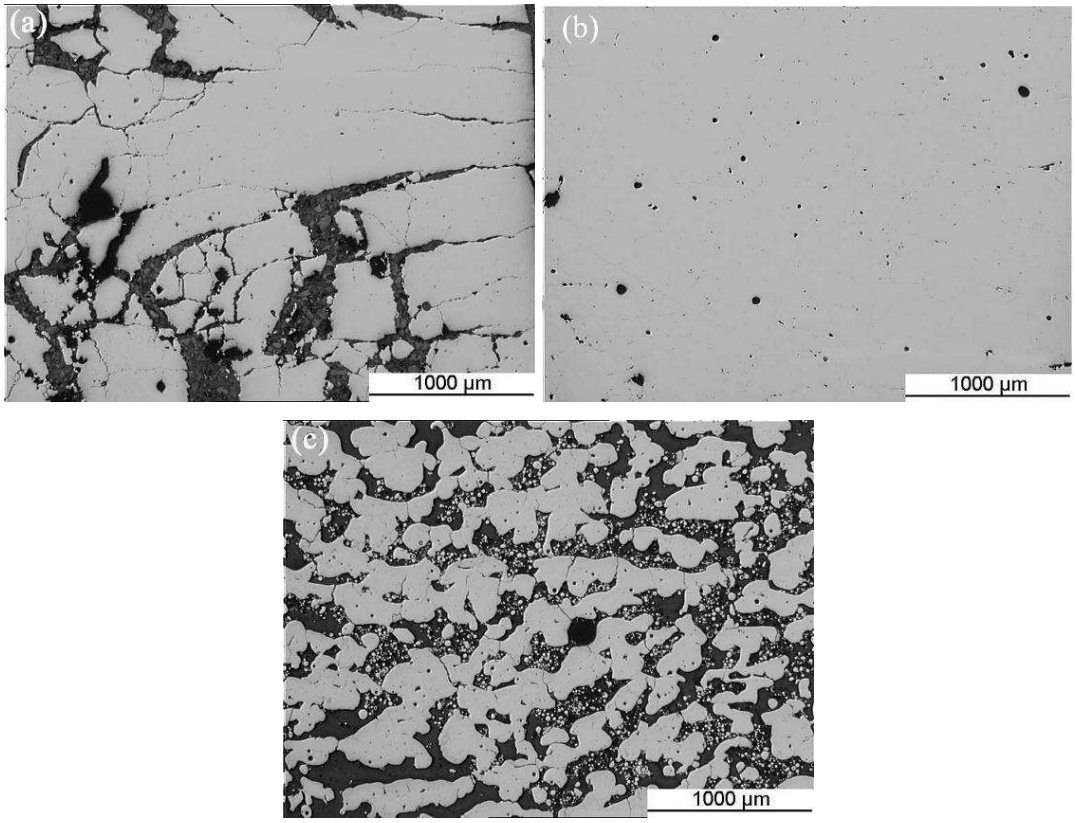


Figure IV.5 Microstructures de sections transversales des échantillons FeAl correspondant aux surfaces présentées dans la Figure IV.4.

IV.4 Compositions des phases

Au cours du processus SLM des phénomènes indésirables tels que l'évaporation sélective ou une oxydation partielle pourraient intervenir. Par conséquent, des analyses plus détaillées ont été effectuées sur les échantillons fabriqués par SLM selon les paramètres de la zone favorable à l'observation d'une structure dense (zone III).

La Figure IV.6 présente la microstructure de l'échantillon B après attaque chimique (cf. Chapitre II.3.3). On observe, comme déjà établi dans la littérature [5], des grains allongés dans le sens de construction de la pièce (Figure IV.6a). Ils résultent du gradient de température entre la surface supérieure et la surface inférieure des couches, le refroidissement intervenant principalement à la base des couches. Selon les résultats présentés par Kurz et Fisher [6], la forme de l'interface solide/liquide est déterminée par des paramètres tels que la vitesse de déplacement de la source de

chaleur et le gradient de température. L'angle d'orientation moyen des grains peut-être défini comme l'angle formé entre la direction du déplacement de la source de chaleur et la composante normale de la forme locale du front de solidification [5].

Le temps d'irradiation de la surface par le laser est extrêmement court, typiquement inférieur à 4 ms et par conséquent des grains de petite taille (environ 10-20 μm) se forment car la vitesse de solidification est également très rapide. L'observation en vue de dessus (Figure IV.6b) révèle la formation de grains équiaxes qui sont en fait les «têtes» des grains allongés observés en coupe. La finesse de la taille des grains (environ 5-10 μm) présente un intérêt en termes de ductilité et de résistance de la matière dans certaines conditions de service [7].

L'analyse EDS révèle que les proportions atomiques de Al et Fe sont 52,91% et 47,09%, respectivement, ce qui est conforme à la composition initiale de la poudre utilisée, Fe47.25-Al52.75 (at.%).

Par ailleurs, seule la phase FeAl est détectée par la méthode DRX (Figure IV.6c). La phase FeAl de la poudre a donc bien été conservée au cours du processus SLM. Toutefois, un agrandissement du pic (100) du diffractogramme de l'échantillon SLM montre que sa hauteur augmente et que sa largeur diminue par rapport à celles de la poudre. Ceci pourrait être associé à la croissance légère des grains au cours du processus SLM.

L'ordre à longue distance (LRO) 'S' de la poudre a été estimé à partir des spectres de diffraction des rayons X en comparant les intensités relatives des super-réseaux et des pics fondamentaux selon l'équation [8]:

$$S= [(Is/If)_{échantillon}/(Is/If)_{référence}] \quad \text{(Eq.IV.1)}$$

Le paramètre LRO de la poudre a ainsi été évalué à 0,64 à partir des intensités relatives des pics super-réseau (100)s et fondamental (110)f (Tableau IV.1). Afin de confirmer cette valeur, les intensités relatives des pics super-réseau (100)s et fondamental (200)f ont également été utilisées pour recalculer le paramètre LRO. Le résultat correspondant s'établit à 0,62, ce qui est très proche de la valeur précédente. Ce paramètre faible est certainement dû à un refroidissement rapide des particules de poudre, phénomène très commun dans le processus d'atomisation au gaz inerte [9].

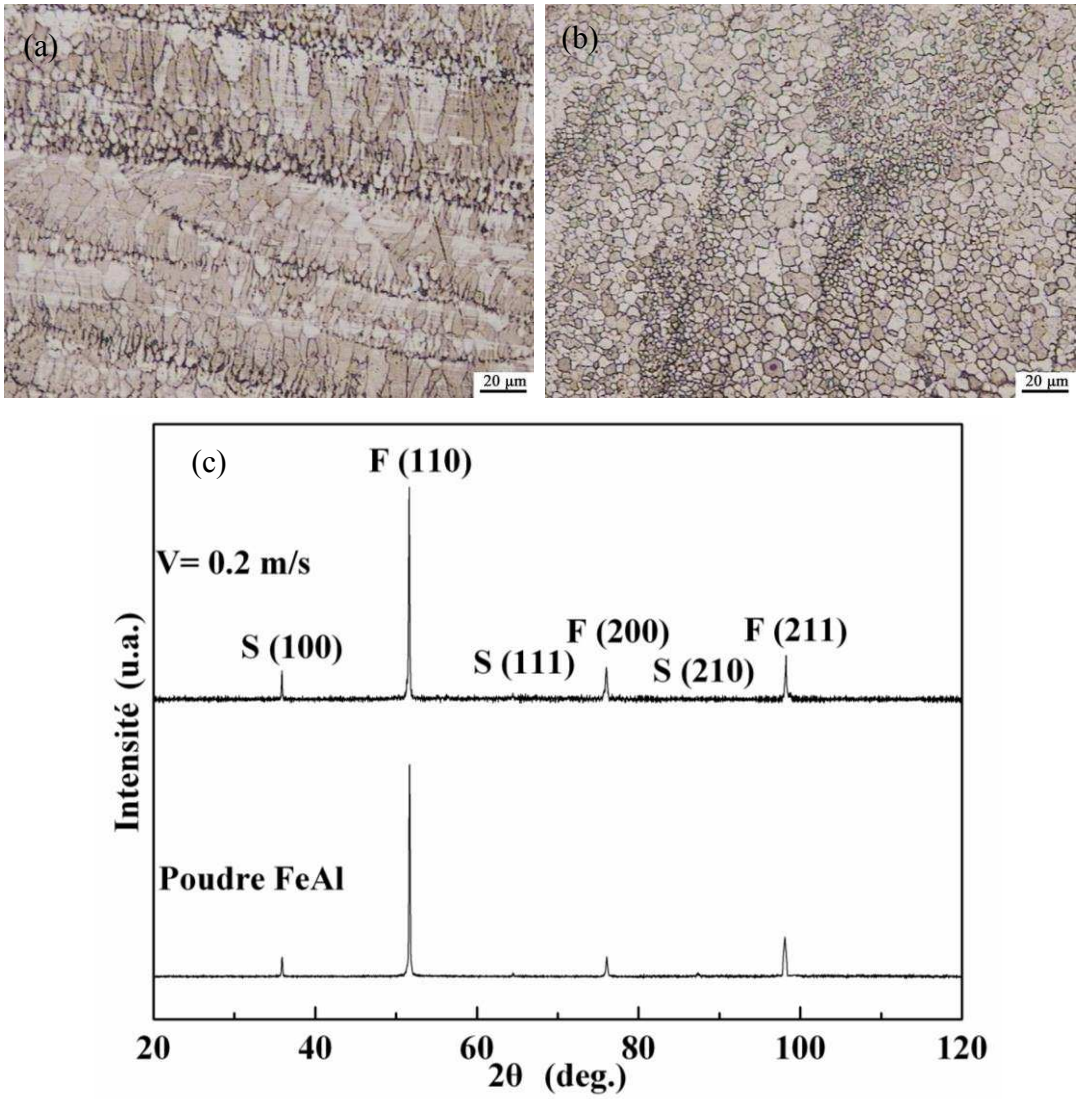


Figure IV.6 Observation après attaque chimique de l'échantillon correspondant au point B dans la Figure IV.2 (a) vue en section, (b) vue de dessus et (c) spectres DRX de la poudre et l'échantillon fabriqué par SLM.

Pour l'échantillon fabriqué par SLM, le rapport des intensités relatives du super-réseau (100)s de l'échantillon fabriqué par SLM est de 11,3. Le paramètre LRO (0,65) de l'échantillon fabriqué par SLM reste très proche de celui de la poudre. En d'autres termes, la structure partiellement désordonnée de la poudre a été retenue lors du processus SLM.

Tableau IV.1. Résultats calculés d'ordre à longue distance et d'intensité de la poudre FeAl et l'échantillon FeAl élaboré par SLM

Éprouvette	Plan cristallin	Intensité	Ordre à longue distance S
Poudre FeAl	(100)s	11,2	0,64 / 0,62
	(200)f	15,4	
FeAl SLM	(100)s	11,3	0,65
	(200)f	28,5	

IV.5 Microdureté

La microdureté des échantillons a également été mesurée et les résultats sont présentés dans la Figure IV.7. Bien que la microdureté de la poudre originale soit assez faible, les échantillons fabriquées par SLM, notamment ceux préparés à partir de paramètres situés dans la zone III de la carte (Figure IV.2), présentent des valeurs assez élevées d'environ 750 $HV_{0,3}$, ce qui est supérieure aux valeurs obtenues pour des revêtements FeAl déposés par la projection à la flamme supersonique (HVOF) (~580 $HV_{0,3}$) [10], et également supérieure à celles relevées pour des intermétalliques FeAl nano-cristallins préparés par alliage mécanique [9], forgeage à chaud (~680 $HV_{0,3}$) ou encore par broyage mécanique du composite suivi d'une consolidation par onde de choc (683 $HV_{0,5}$) [11]. Cette valeur élevée de la microdureté pourrait être la conséquence d'une concentration plus élevée de défauts ponctuels. Selon la littérature [12], le processus de trempe conduit à une augmentation de la concentration en lacunes. Compte tenu du fait que le temps d'interaction entre le laser et les particules de poudre est d'environ 4×10^{-3} à 4×10^{-4} s, le procédé SLM peut être considéré comme un processus de trempe. Selon Xiao et Baker [13], une corrélation existe entre la dureté et la concentration en lacunes. L'augmentation de la dureté pourrait donc s'expliquer en partie par l'augmentation de la concentration en lacunes de la pièce fabriquée par SLM. Le paramètre LRO relativement faible du FeAl SLM pourrait aussi contribuer à l'élévation de sa dureté. En outre, une petite quantité d'oxydes pourraient également être incluse dans la structure, même si ils n'apparaissent pas sur les spectres DRX. Des analyses plus

poussées seront donc nécessaires pour éclaircir ce point.

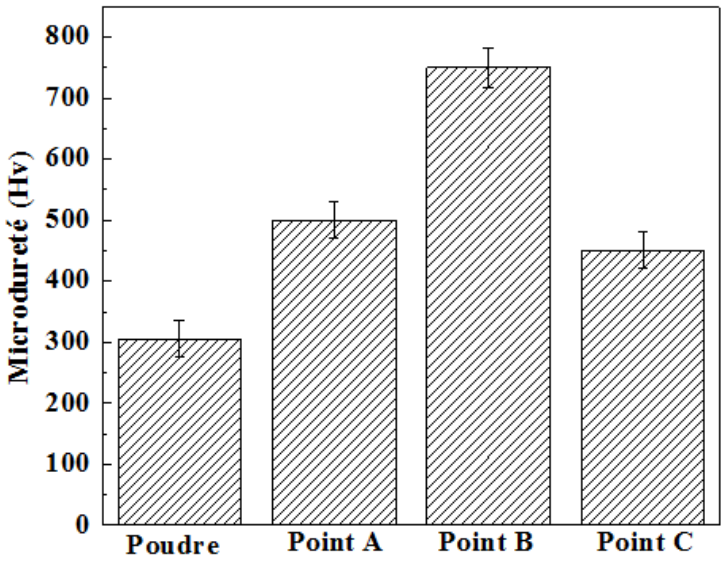


Figure IV.7 Microdureté de la poudre FeAl et des échantillons fabriqués par SLM ($HV_{0,05}$ pour poudre, $HV_{0,3}$ pour les échantillons).

IV.6 Conclusion

Des pièces en FeAl ont été réalisées par SLM à partir de poudres préalliées. Des fissures se forment aisément sur la surface du matériau en raison de la faible conductivité thermique du matériau conduisant à des gradients thermiques élevés. Les paramètres (puissance du laser et vitesse de balayage) doivent être optimisés pour obtenir des pièces denses. Une microstructure avec des grains allongés de texture <100> (correspondant au plan (200)) le long de la direction de construction est observée. Une dureté élevée (750 $HV_{0,3}$) est obtenue en lien avec un paramètre LRO relativement faible et une petite taille des grains.

Références bibliographiques du chapitre IV

[1] B.V. Reddy, S.C. Deevi, Thermophysical properties of FeAl (Fe-40 at.%Al), Intermetallics, 8 (2000) 1369-1376.

[2] V. Sima, P. Kratochvil, J. Kopecek, P. Hanus, I. Schindler, Discussion meeting on the development of innovative iron aluminium alloys (FeAl 2011), Lanzarote (Canary Island), 5-7 October (2011) 121-124.

[3] J. Rodriguez, S.O. Moussa, J. Wall, K. Morsi, Low-energy forging of aluminide intermetallics, Scripta Metall., 48 (2003) 707-712.

[4] M. Krasnowski, T. Kulik, Nanocrystalline FeAl matrix composites reinforced with TiC obtained by hot-pressing consolidation of mechanically alloyed powders, Intermetallics, 15 (2007) 1377-1383.

[5] V. Ocelik, I. Furar, J.Th.M. De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, Acta Mater., 58 (2010) 6763-6772.

[6] W. Kurz, D.J. Fisher, Fundamentals of solidification, Zurich: Trans Tech Publications, 1986.

[7] J. Chao, D.G. Morris, M.A. Muñoz-Morris, J.L. Gonzalez-Carrasc, The influence of some microstructural and test parameters on the tensile behaviour and the ductility of a mechanically-alloyed Fe–40Al alloy, Intermetallics, 9 (2001) 299-308.

[8] M.A. Morris, S. Gunther, D.G. Morris, Defects, dislocation and disorder during deformation, milling and quenching of an FeAl alloy, Mater. Sci. Forum, 631 (1998) 269-272.

[9] S. Gialanella, X. Amils, M.D. Barò, P. Delcroix, G. Le Caër, L. Lutterotti, S. Suriñach, Microstructural and kinetic aspects of the transformations induced in a FeAl alloy by ball-milling and thermal treatments, Acta Mater., 46 (1998) 3305-3316.

[10] T. Grosdidier, A. Tidu, H.L. Liao, Nanocrystalline Fe-40Al coating processed by thermal spraying of milled powder, Scripta Mater., 44 (2001) 387-393.

[11] M.A. Muñoz-Morris, A. Dodge, D.G. Morris, Structure, strength and toughness

of nanocrystalline FeAl, Nanostruct Mater, 11 (1999) 873-885.

[12] Y. Yang, I. Baker, The influence of vacancy concentration on the mechanical behavior of Fe-40Al, Intermetallics, 6 (1998) 167-175.

[13] H. Xiao, I. Baker, The relationship between point defects and mechanical properties in FeAl at room temperature, Acta Metall. Mater., 43 (1995) 391-396.

Chapitre V. Réalisation d'alliages in-situ au cours de la fabrication par fusion sélective par laser à partir de mélanges de poudres (Fe et Al)

Chapitre V. Réalisation d'alliages in-situ au cours de la fabrication par fusion sélective par laser à partir de mélanges de poudres (Fe et Al)

Ce cinquième chapitre présente les études sur la réalisation de pièces en alliage à partir de poudres élémentaires Fe et Al. Cet alliage Fe-Al est réalisé in situ au cours du processus SLM. L'influence des paramètres de fabrication sur la microstructure et la composition de phase est étudiée. Un traitement thermique sous vide des échantillons en alliage Fe-Al a aussi été effectué et son effet sur les paramètres cristallins, le degré d'ordre et les propriétés mécaniques est discutée.

V.1 Introduction

Comme nous l'avons vu précédemment, les composés intermétalliques Fe-Al ont été largement étudiés en raison de leur faible coût, haute résistance spécifique, excellente résistance à l'oxydation, à l'usure et à la corrosion [1]. Leurs applications industrielles (turbo-chargeurs, aubes de turbines, vannes) sont toutefois encore limitées par les difficultés de production et d'usinage [2]. En effet, les composés intermétalliques sont très difficiles à usiner en raison de leur faible ductilité [3]. De nombreuses études sur les procédés d'usinage, les paramètres et les outils ont été rapportées par Denkena et al. [4]. L'usinage du composé de FeAl provoque un taux d'usure des outils de coupe beaucoup plus élevé que celui des alliages ferreux et des fontes. De nombreuses attentions ont aussi été accordées aux autres méthodes de fabrication traditionnelles telle que la fonderie ou le forgeage [5-7]. Le pressage à chaud de poudres a également été considéré pour produire des pièces en Fe-Al [8, 9]. Des structures nanocristallines ont été réalisées à partir de poudres broyées par projection à la flamme supersonique (HVOF) [10, 11], projection plasma atmosphérique (APS) [12], projection à froid [13], combinaison du broyage mécanique (MA) et d'une réaction auto entretenue (SHS) à haute température [14]

ou encore par frittage par plasma à étincelle (SPS) [15-18]. Cependant, ces processus sont complexes et conduisent une consommation d'énergie élevée, une faible productivité et donc des coûts de production élevés. Par ailleurs, de nombreuses difficultés subsistent, en particulier pour les pièces de forme complexe. Par conséquent, il est intéressant d'explorer de nouvelles méthodes de fabrication pouvant mettre la réalisation de formes complexes en évitant au maximum les étapes d'usinage.

Dans cette étude les tests de synthèses in situ de l'alliage FeAl ont été réalisés par SLM directement à partir de mélanges de poudres de Fe et Al. Le diagramme de phase (Figure V.1) montre que des composés intermétalliques Fe-Al peuvent être obtenus lorsque la teneur en atomes d'Al se situe dans l'intervalle 35-40%. Par conséquent, cette étude a été réalisée à partir d'un mélange de poudres 60%Fe et 40%Al en poids. Dans un premier temps, l'influence de la puissance et de la vitesse de balayage du faisceau laser sur la densité, la morphologie, la microstructure et la composition de phase a été étudiée.

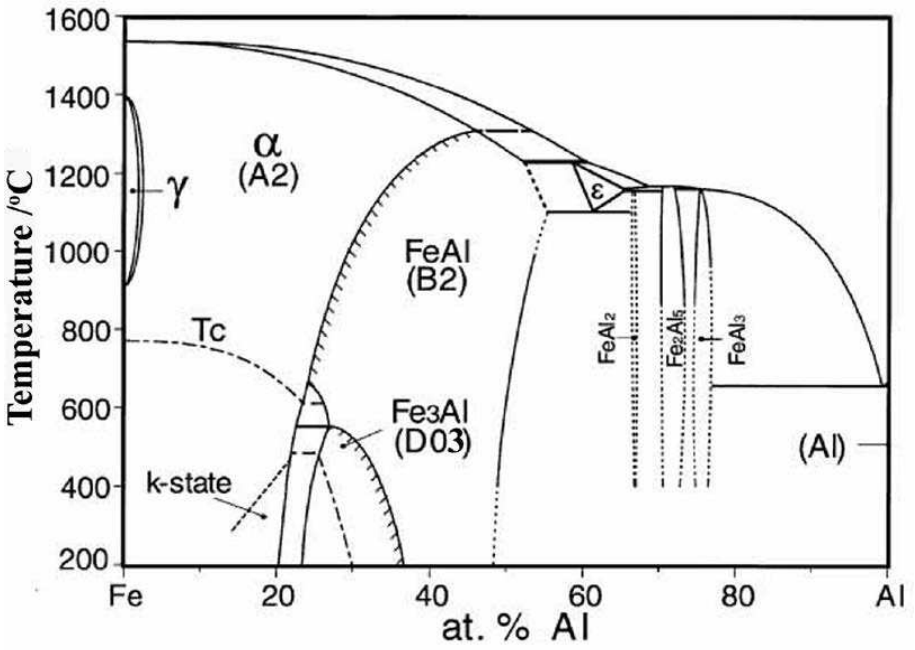


Figure V.1 Diagramme de phase Fe-Al d'après Massalski *et al.* [19].

V.2 Calcul de la vitesse critique de balayage du laser

Avant la réalisation des essais de SLM, il peut être utile de calculer la quantité d'énergie pour fondre les poudres.

Comme montré dans la Figure II.8, la longueur (L_1), la largeur (L_2) et la hauteur (h) typiques d'une couche de poudres sont de 5 mm, 5 mm et 50 µm, respectivement; ainsi le volume ($V=1{,}25\times10^{-9}$ mm^3) peut être calculé. Les caractéristiques thermophysiques des éléments fer et aluminium sont rappelés dans le Tableau V. 1.

Tableau V. 1. Quelques caractéristiques des éléments Fer et aluminium.

Matériau	Masse dans une couche (10^{-6} kg)	Masse volumique (g/cm^3) [20]	Taux d'absorption du rayonnement (%) [21]	Capacité thermique J/(kg·°C) [20]	Masse molaire (g/mol) [20]	Point de fusion (°C) [20]
Fe	m_1=3,429	ρ_1=7,8	λ_1=0,64	$C_{p1}= 0{,}46\times10^3$	M_{m1}=56	T_{pf1}=1538
Al	m_2=2,286	ρ_1=2,7	λ_2=0,10	$C_{p2}= 0{,}88\times10^3$	M_{m1}=27	T_{pf2}=660

Pour le fer dans une couche d'un mélange de poudres, l'énergie minimale requise (Q_1) est de 2,426 J pour fondre la poudre selon l'équation V.1:

$$Q_1 = C_{P1} \times m_1 \times T_{pf1} \qquad \text{(Eq. V.1)}$$

où C_{p1} est la capacité thermique du fer, m_1 est la masse de fer dans une couche, T_{pf1} est le point de fusion du fer.

Par conséquent, l'énergie nécessaire (Q_3) est de 3,79 J, calculée selon le l'équation V.2:

$$Q_3 = \frac{Q_1}{\lambda_1} \qquad \text{(Eq. V.2)}$$

où λ_1 est le taux d'absorption du rayonnement laser par le fer.

Pour l'aluminium dans une couche d'un mélange de poudres, l'énergie minimale requise (Q_2) est de 1,328 J selon le l'équation V.3:

$$Q_2 = C_{P2} \times m_2 \times T_{pf2} \qquad \text{(Eq. V.3)}$$

où C_{p2} est la capacité thermique de l'aluminium, m_2 est la masse d'aluminium dans

une couche, T_{pf2} est le point de fusion de l'aluminium.

Par conséquent, l'énergie nécessaire (Q_4) est de 13,28 J, calculée selon le l'équation V.4:

$$Q_4 = \frac{Q_2}{\lambda_2} \quad \text{(Eq. V.4)}$$

où λ_2 est le taux d'absorption du rayonnement laser par l'aluminium.

Après la fusion des poudres, une réaction chimique entre les deux matériaux libère de l'énergie; en effet, l'enthalpie de réaction pour obtenir FeAl est de -31,8 kJ/mol (q_5) [22].

Fe+Al=FeAl-31,8 kJ/mol (Eq. V.5)

Dans une couche de poudres, en proportion 60%Fe/40%Al, le nombre de moles de Fe est $n_1=0.061\times10^{-3}$ mol et le nombre de moles d'Al est $n_2=0.084\times10^{-3}$ mol. Ainsi, la chaleur de réaction récupérée (Q_6) ressort à 1,94 J selon l'équation V.6:

$$Q_6 = n_1 \times q_5 \quad \text{(Eq. V.6)}$$

L'énergie totale nécessaire (Q) pour la fusion-réaction d'une couche de mélange de poudres est donc de 15,13 J selon le l'équation V.7:

$$Q = Q_3 + Q_4 + Q_6 \quad \text{(Eq. V.7)}$$

Par conséquent, dans une condition de puissance constante et de pas constant de balayage, la vitesse de balayage maximale à ne pas dépasser pour assurer la fusion des poudres et leur réaction peut être calculée.

Le temps de balayage pour une couche complète peut être tiré de l'équation V.8:

$$t = \frac{L_1}{D_s + 1} \times \frac{L_2}{V_{\max}} \quad \text{(Eq. V.8)}$$

où t est le temps de balayage du faisceau sur la couche, L_1 est la longueur, L_2 est la largeur de la couche de poudre, D_s est le pas entre deux cordons (80 µm), V_{max} est la vitesse de balayage maximale.

Le temps de balayage peut aussi être calculé selon le l'équation V.9:

$$t = \frac{Q}{P} \quad \text{(Eq. V.9)}$$

où Q est l'énergie totale nécessaire du faisceau laser (15,13 J), P est la puissance du

laser (100 W).

En combinant les équations V.8 et V.9, la vitesse de balayage maximale (2,07 m/s) peut être obtenue selon l'équation V.10:

$$V_{\max} = \frac{P \times L^2}{(D_s + 1) \times Q} \qquad \text{(Eq. V.10)}$$

Si le transfert de l'énergie à l'air et au substrat est ignoré, une couche d'un mélange de poudres de Fe et Al peut être fondue et FeAl peut se former quand la vitesse de balayage reste inférieure à 2,07 m/s.

On peut estimer toutefois que l'interaction entre Fe et Al pourrait bien être incomplète à haute vitesse de balayage et que les pertes par conduction ne sont pas négligeables. La vitesse limite réelle est donc très probablement bien inférieure à la valeur calculée.

V.3 Microstructure et analyse de phase d'échantillons Fe-Al réalisées par SLM

Les densités relatives des échantillons préparés avec différents paramètres sont présentées dans la Figure V.2. Il est constaté que pour des puissances élevées (100 W) et de faibles vitesses de balayage (＜0,2 m/s), des densités relativement élevées avec une porosité inférieure à 5% sont obtenues. Il est clair que la puissance limitée à 100 W du laser disponible pour cette étude constitue un handicap.

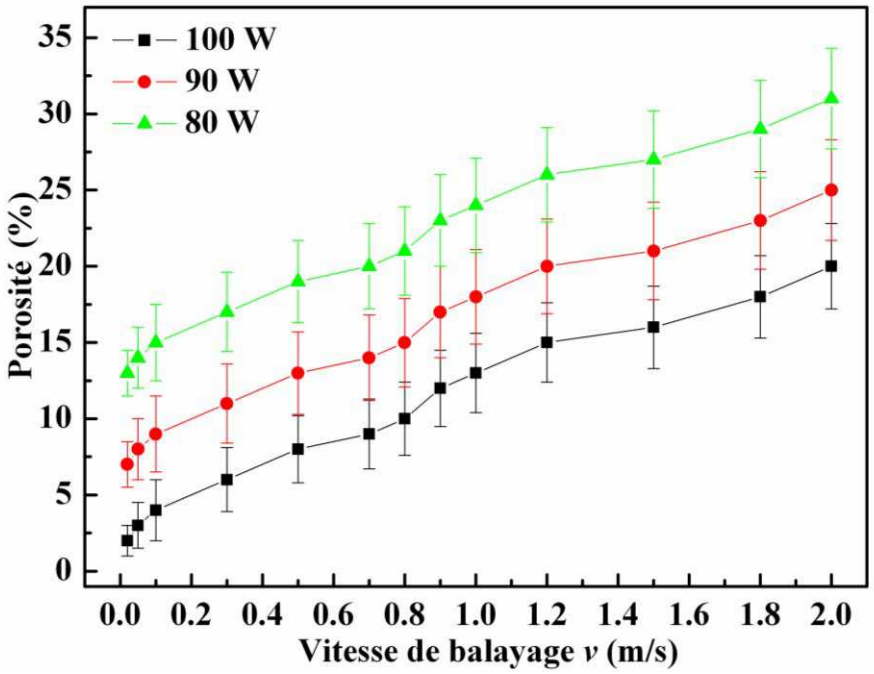


Figure V.2 Densité des échantillons en Fe-Al en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage du faisceau laser.

V.3.1 Effet des paramètres sur la morphologie de surface

Étant donné les effets mentionnés précédemment de la puissance du laser sur la densité des échantillons, seuls les résultats obtenus pour une puissance de 100 W seront rapportés ici. Pour cette puissance, plusieurs vitesses de balayage comprises entre 0,02 et 2 m/s ont été explorées.

La Figure V.3 montre les morphologies de surface des échantillons préparés avec ces différents paramètres. Pour une vitesse de balayage de 1,8 m/s (Figure V.3a), la surface présente un grand nombre de particules non fondues. Il existe un grand nombre de trous et peu de liaisons entre les particules, ce qui est conforme aux calculs exposés précédemment. Quand la vitesse de balayage est réduite à 1,5 m/s (Figure V.3b), on observe une diminution du nombre de trous et la présence de particules non fondues. En diminuant la vitesse de balayage à 0,5 m/s (Figure V.3c), des cols de frittage se forment et la fusion du matériau peut être observée. Une vitesse de balayage de 0,05 m/s (Figure V.3d) permet une consolidation complète

des phases liquides. On observe alors une surface relativement dense et lisse.

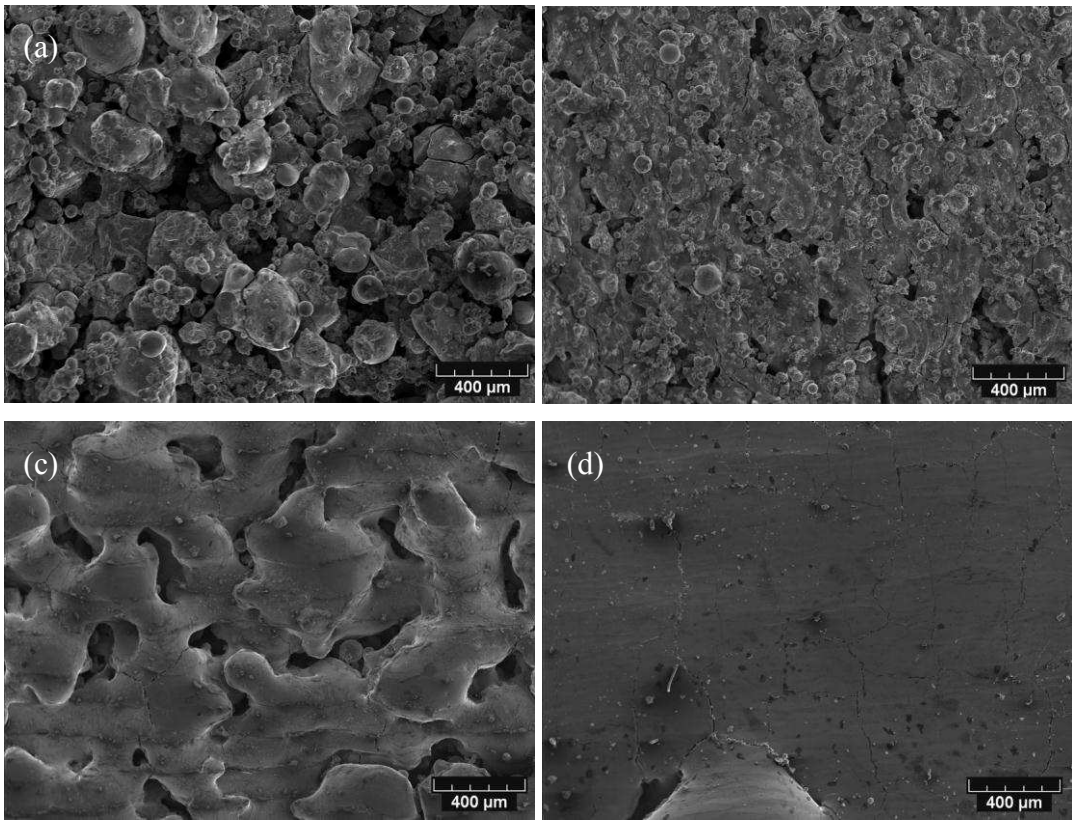


Figure V.3 Morphologie de surface des échantillons préparés en utilisant une puissance laser de 100 W et des vitesses de balayage de: (a) 1,8 m/s, (b) 1,5 m/s, (c) 0,5 m/s, (d) 0,05 m/s.

V.3.2 Effet des paramètres sur la macrostructure

Les échantillons les plus denses préparés avec une puissance laser de 100 W et des vitesses de balayage comprises entre 0,05 et 0,5 m/s ont été observés en coupe.

La Figure V.4 montre les microstructures transversales correspondantes. Il est confirmé que lorsque la vitesse de balayage passe de 0,5 m/s à 0,05 m/s, la porosité diminue.

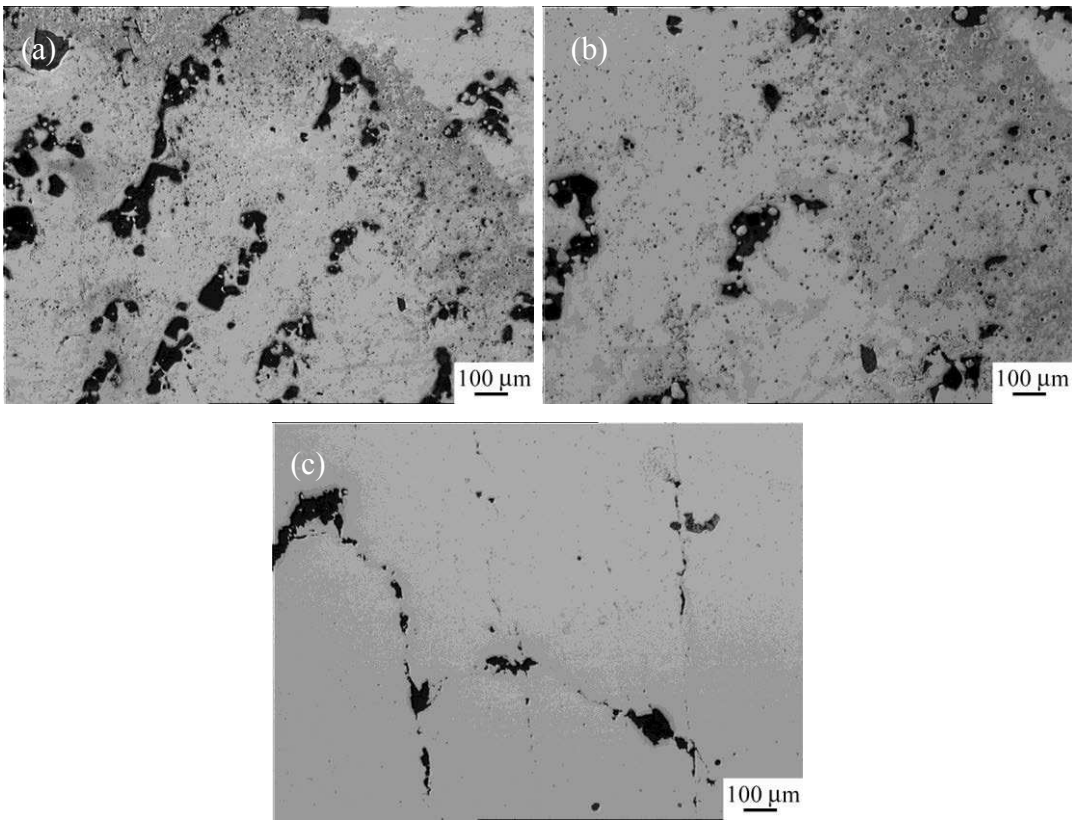


Figure V.4 Microstructure en coupe des échantillons préparés avec une puissance laser de 100 W et une vitesse de balayage de: (a) 0,5 m/s, (b) 0,1 m/s et (c) 0,05 m/s.

V.3.3 Effet des paramètres sur la composition des phases

V.3.3.1 Résultats de DRX

La Figure V.5 présente les spectres DRX du mélange de poudres et des échantillons Fe-Al fabriqués avec une puissance laser de 100 W. On observe que les pics de diffraction de l'aluminium disparaissent après le processus SLM et qu'une nouvelle phase se forme (Figure V.5a). La Figure V.5b présente un zoom sur les spectres entre 51 et 53,5° afin de distinguer les différentes phases, notamment FeAl, Fe_3Al, Fe_2Al_5 ainsi que Fe et Al. Les pics de diffraction se décalent vers les petits angles avec la diminution de la vitesse de balayage. A la vitesse de balayage de 0,5 m/s, les trois phases FeAl, Fe_3Al et Fe_2Al_5 sont détectées. Quand la vitesse de balayage diminue à 0,1 m/s, la phase Fe_2Al_5 disparaît; il n'y a que la phase FeAl B2 lorsque la vitesse de balayage est de 0,05 m/s.

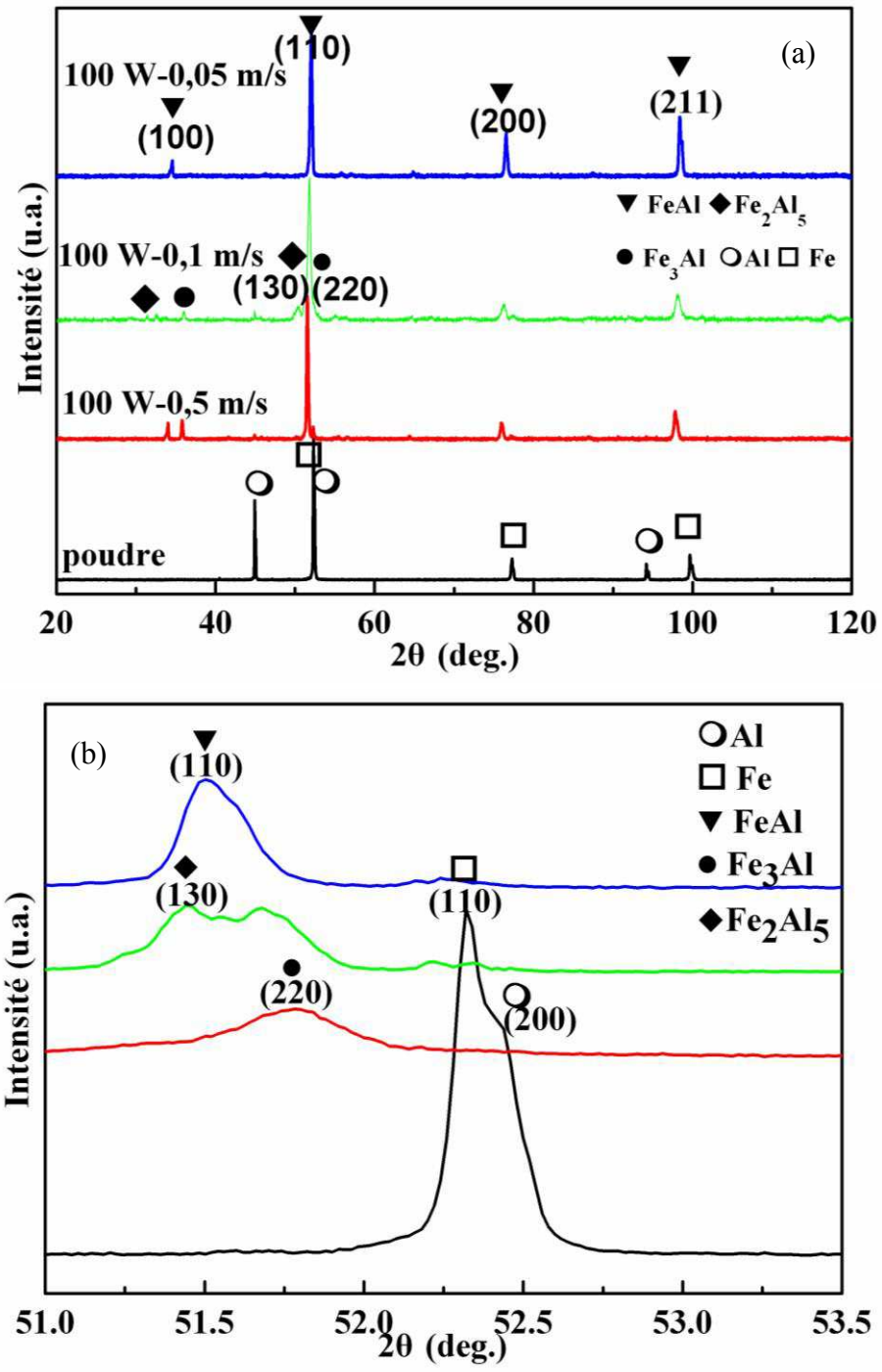


Figure V.5 (a) Spectres DRX du mélange de poudres et des pièces fabriquées par SLM avec une puissance laser de 100 W et (b) élargissements dans la zone 51,0-53,5°.

V.3.3.2 Distribution des éléments

La Figure V.6 présente une morphologie en vue de dessus d'un échantillon de Fe-Al obtenu à la vitesse de balayage de 0,5 m/s (100 W). Deux contrastes peuvent être distingués le long de la direction de balayage du laser dans l'image en électrons rétrodiffusés (BSE) (Figure V.6a). Une analyse spectroscopique (Figures V. 6b et 6c) indique que la zone sombre (point 1) est riche en Al et que la zone claire contient un peu plus de Fe. L'analyse quantitative globale (Figure V.6d) donne une teneur d'environ 31wt.% Al qui est inférieure à la teneur initiale dans le mélange de poudres Fe-Al (40% wt.%Al).

La présence des zones riches en aluminium peut s'expliquer par deux facteurs: la différence d'absorption du rayonnement laser et le processus de diffusion entre Fe et Al. La capacité d'absorption du rayonnement laser est supérieure pour le Fe. Le bain de fusion qui se forme initialement est donc principalement constitué par le Fe. Les particules d'Al qui ont absorbé moins de chaleur peuvent par conséquent être transportées à la périphérie du bain de fusion. Bien sûr, un transfert de chaleur depuis le fer en fusion vers les particules d'Al conduit à la diffusion d'une partie de l'aluminium dans le fer. Ce mécanisme crée des phases riches en Al (Fe_2Al_5) à la périphérie et des phases riches en Fe (Fe_3Al) au centre du bain de fusion. Dans la zone intermédiaire on trouve FeAl.

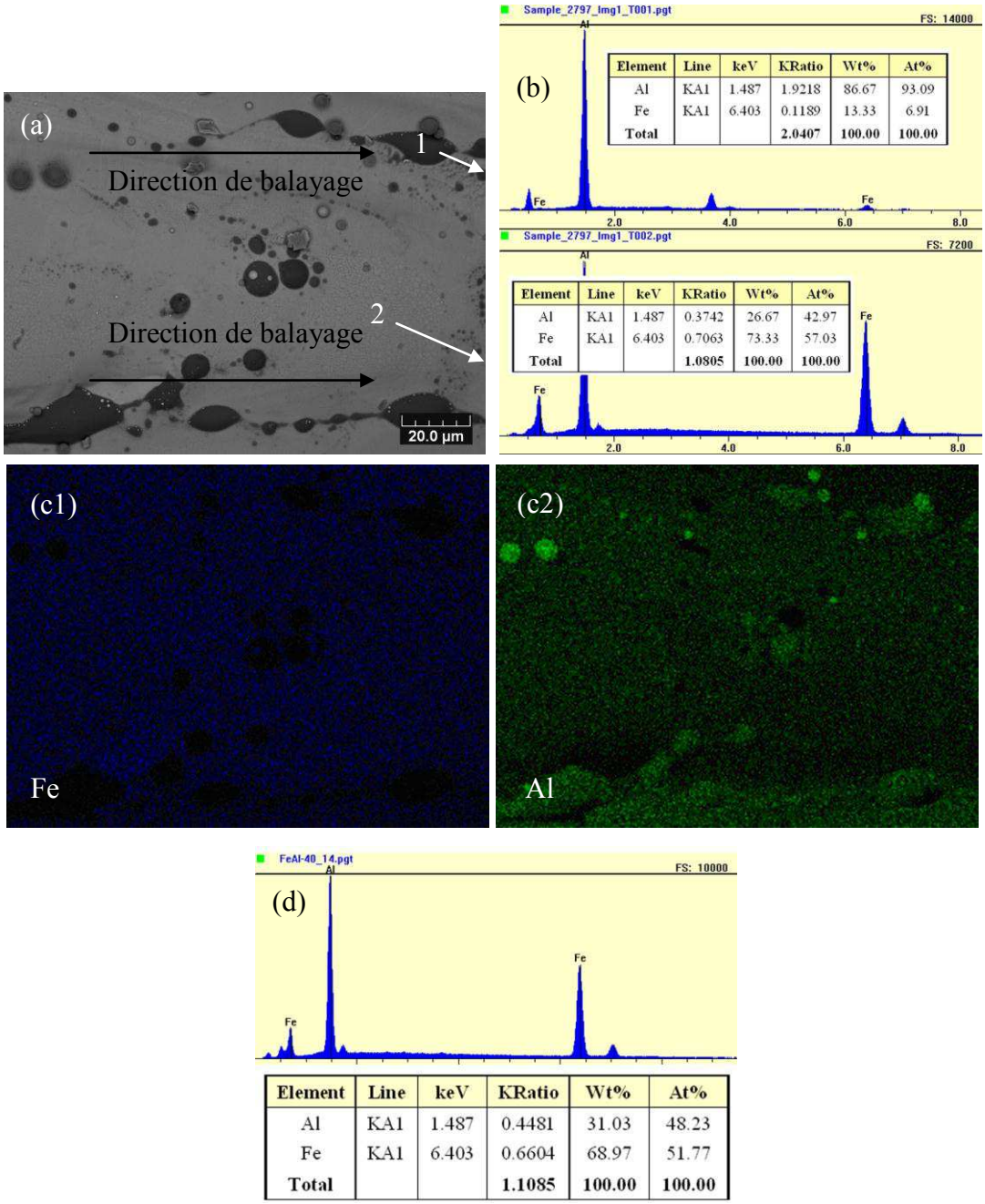
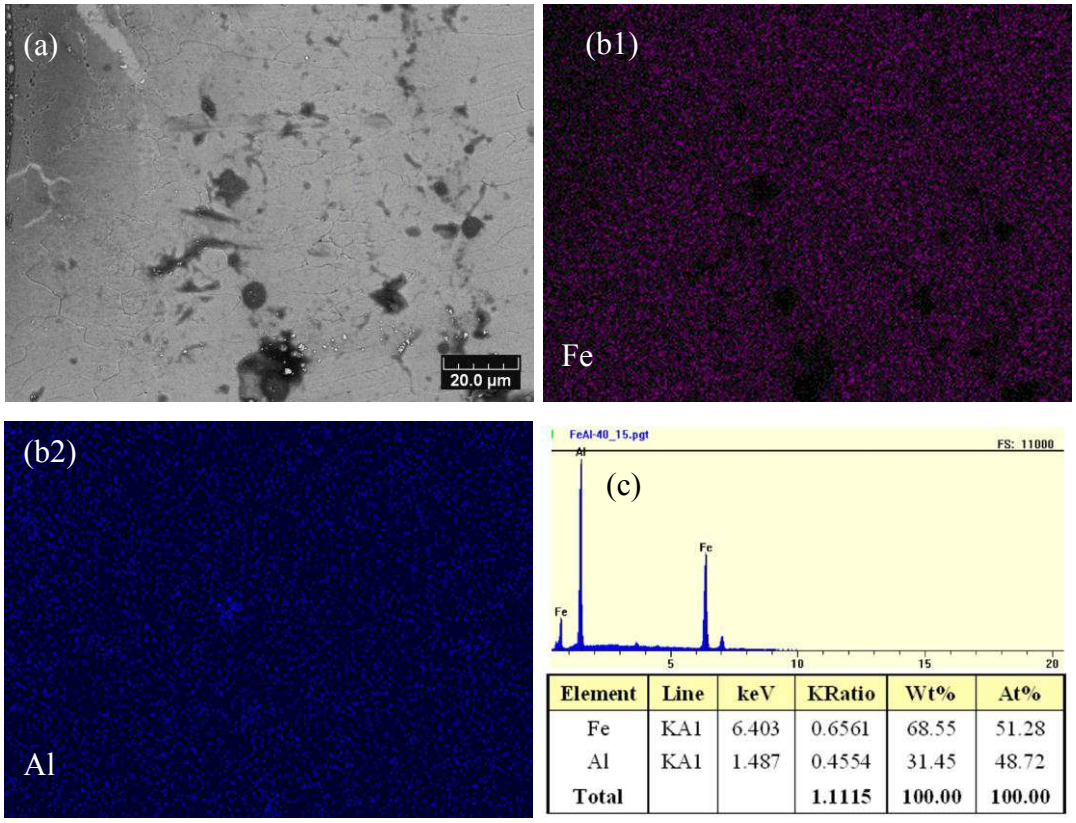


Figure V.6 Micrographie et analyses d'un échantillon Fe-Al obtenu à la vitesse de balayage du laser de 0,5 m/s: (a) image BSE, (b) analyse qualitative EDS des points 1 et 2, (c) cartographies des éléments Fe et Al, (d) composition moyenne correspondant à la surface de l'image (a).

Lorsque la vitesse de balayage du laser diminue à 0,1 m/s, on observe une réduction et une plus grande dispersion des zones sombres (riches en Al) (Figure V.7a). Les analyses MEB-EDS (Figures V.7b et 7c) confirment que la teneur en Al (environ 31

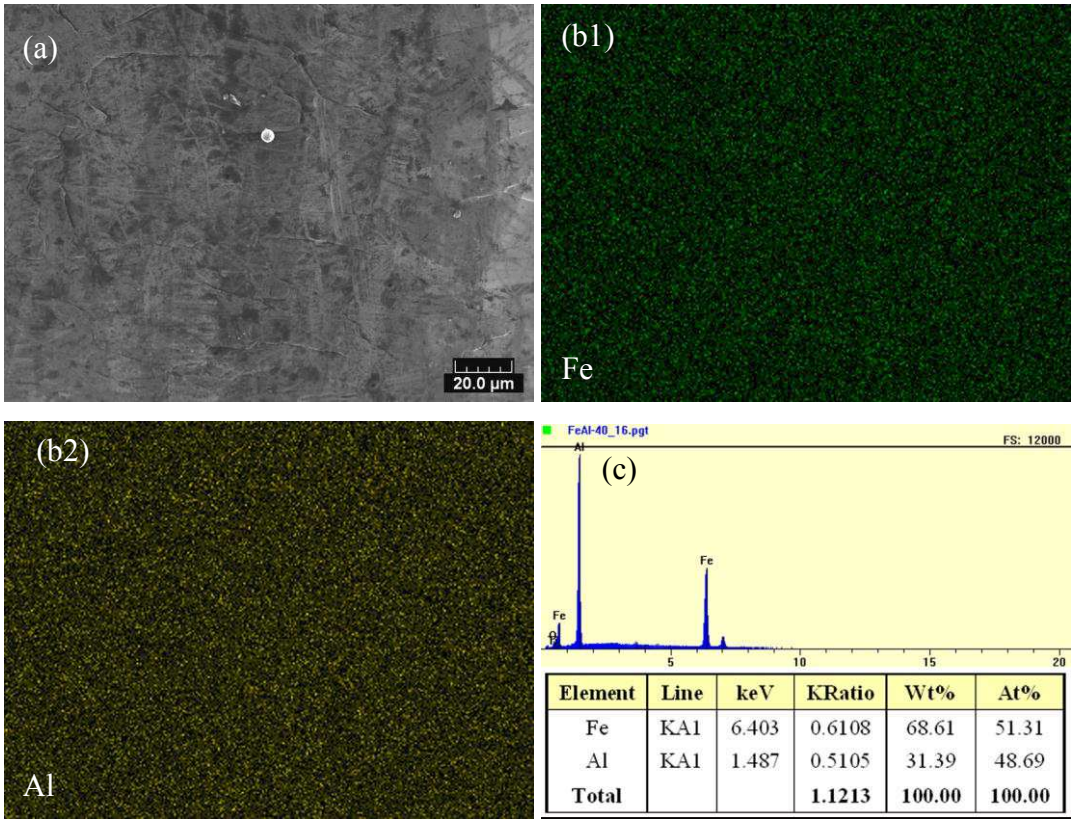
wt.%), reste inférieure à la teneur initiale du mélange de poudres. Une vitesse de balayage plus faible conduit donc à une microstructure plus homogène. Ainsi, le temps d'interaction plus long entre le faisceau laser et le matériau augmente le transport de masse par diffusion et convection et donc la proportion d'Al qui diffuse de la périphérie vers le centre du bain de fusion.



Element	Line	keV	KRatio	Wt%	At%
Fe	KA1	6.403	0.6561	68.55	51.28
Al	KA1	1.487	0.4554	31.45	48.72
Total			**1.1115**	**100.00**	**100.00**

Figure V.7 Micrographie et analyses d'un échantillon Fe-Al obtenu à la vitesse de balayage du laser de 0,1 m/s: (a) image BSE, (b) cartographies des éléments Fe et Al, (c) composition moyenne correspondant à la surface de l'image (a).

En diminuant encore la vitesse de balayage jusqu'à 0,05 m/s, les zones sombres précédemment observées (Figure V.6a) disparaissent (Figure V.8a). Les analyses élémentaires (Figures V.8b et 8c) montrent que la pièce présente une répartition uniforme de l'Al avec une proportion d'environ 31 wt.%. La présence des pics de diffraction (110), (200) et (211), ainsi que (100), (210) et (111), confirment la formation de FeAl B2.



Element	Line	keV	KRatio	Wt%	At%
Fe	KA1	6.403	0.6108	68.61	51.31
Al	KA1	1.487	0.5105	31.39	48.69
Total			**1.1213**	**100.00**	**100.00**

Figure V.8 Micrographie et analyses d'un échantillon Fe-Al obtenu à la vitesse de balayage du laser de 0,05 m/s: (a) image BSE, (b) cartographies des éléments Fe et Al, (c) composition moyenne correspondant à la surface de l'image (a).

On observe donc que la microstructure et la composition des pièces fabriquées par fusion sélective par laser d'un mélange de poudres de Fe et d'Al dépendent de la puissance du laser et de la vitesse de balayage. Des alliages binaires Fe-Al ayant des compositions différentes peuvent être obtenus en utilisant des vitesses différentes de balayage. Lorsque la vitesse de balayage est élevée (par exemple 0,5 m/s), des phases riches en Al sont présentes et pour des vitesses plus faible l'alliage Fe-Al plus riche en Fe est obtenu. Lorsque la vitesse de balayage passe de 0,5 à 0,05 m/s, la phase Fe_2Al_5 puis la phase Fe_3Al disparaissent et la phase FeAl se forme. Des observations similaires sur la diffusion de l'Al en fonction de la vitesse de balayage du laser ont été rapportées par Sharma *et al.* [23].

V.3.4 Observations métallographiques

La Figure V.9 présente les morphologies de coupes transversales d'échantillons d'alliage Fe-Al produits par SLM après attaque chimique. Il est constaté que des cristaux un peu allongés se forment dans la direction de balayage du laser. Il existe donc une texture peu marquée mais lorsque la vitesse de balayage du laser est réduite, la taille des grains allongés augmente. Le gradient de température dans le bain de fusion produit ainsi des grains allongés dans la direction de balayage pour la plupart des matériaux [24, 25].

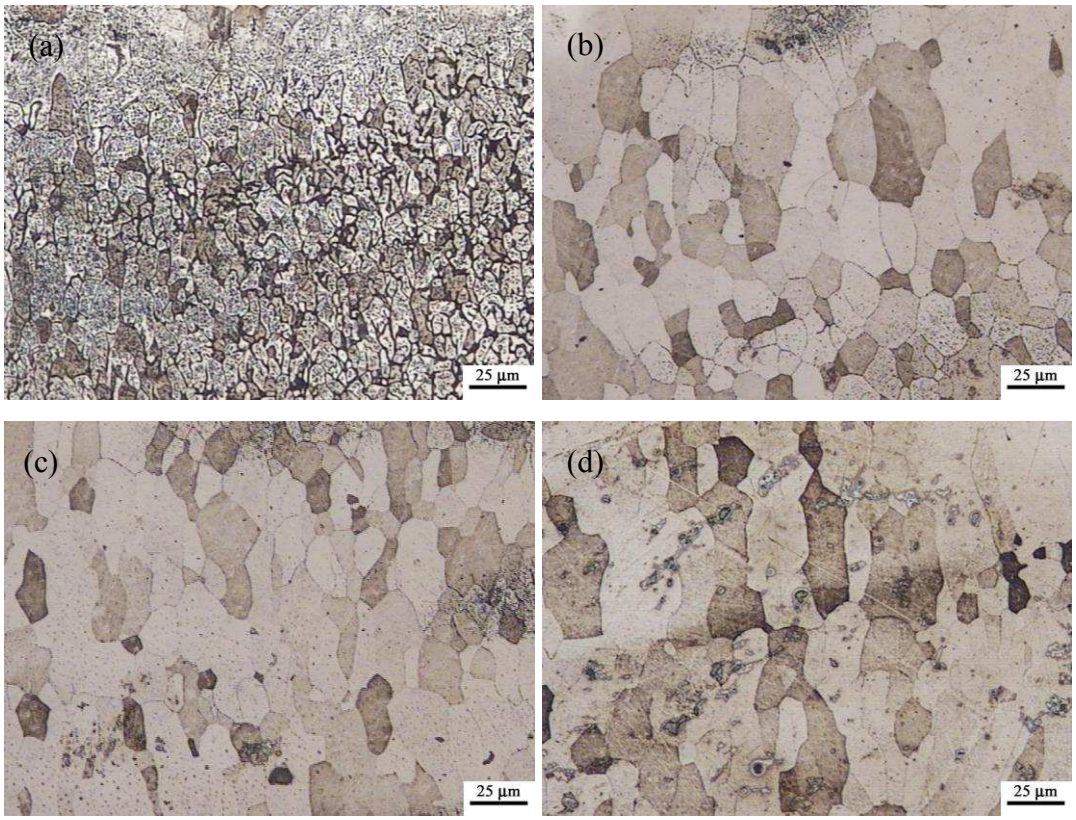


Figure V.9 Observation métallographique de coupes transversales parallèles à la direction de construction d'échantillons Fe-Al préparés avec une puissance de 100 W et différentes vitesses de balayage: (a) 0,5 m/s, (b) 0,1 m/s, (c) 0,05 m/s, (d) 0,02 m/s.

En contrôlant la stratégie de balayage du faisceau laser, la direction de croissance des grains peut donc être plus ou moins contrôlée. Toutefois, dans ce travail, le gradient de température dans le bain de fusion est affecté par la chaleur latente

libérée par la réaction de synthèse des alliages Fe-Al. Par conséquent la texture du matériau est moins visible.

V.4 Effet d'un traitement thermique sous vide

Des échantillons en Fe-Al fabriqués avec une vitesse de balayage de 0,05 m/s sous une puissance laser de 100 W ont été traités thermiquement à 750°C, 850°C et 1000°C sous vide pendant différentes durées (0,5 h, 1,0 h, 1,5 h et 2,0 h).

V.4.1 Effet de la température du traitement thermique

Au cours du processus SLM, la durée de maintien en température est très brève. L'interaction entre les constituants conduit à la formation des phases Fe_2Al_5, Fe_3Al et FeAl mais une certaine quantité de phases résiduelles Fe et Al subsiste. Un traitement thermique à haute température devrait permettre d'atteindre un meilleur équilibre au sein du système et ainsi les phases Fe_2Al_5 et Fe_3Al pourraient être transformées en FeAl intermétallique par suite de leur réaction avec Al résiduel.

La Figure V.10 présente les analyses DRX d'échantillons SLM après traitement thermique pendant 2,0 h. Un zoom sur le pic de diffraction 110 dans la Figure V.10b montre que lorsque la température de traitement augmente, la forme du pic devient plus normale et régulière. A la température de 750°C, le pic irrégulier est principalement dû à la présence de trois pics correspondant aux phases FeAl, Fe_3Al et Fe_2Al_5. A 850°C, il peut être constaté que la forme du pic devient plus régulière car une température plus élevée conduit à une interdiffusion et une réaction plus forte. A 1000°C, un seul pic avec une distribution normale est observé correspondant à la phase FeAl.

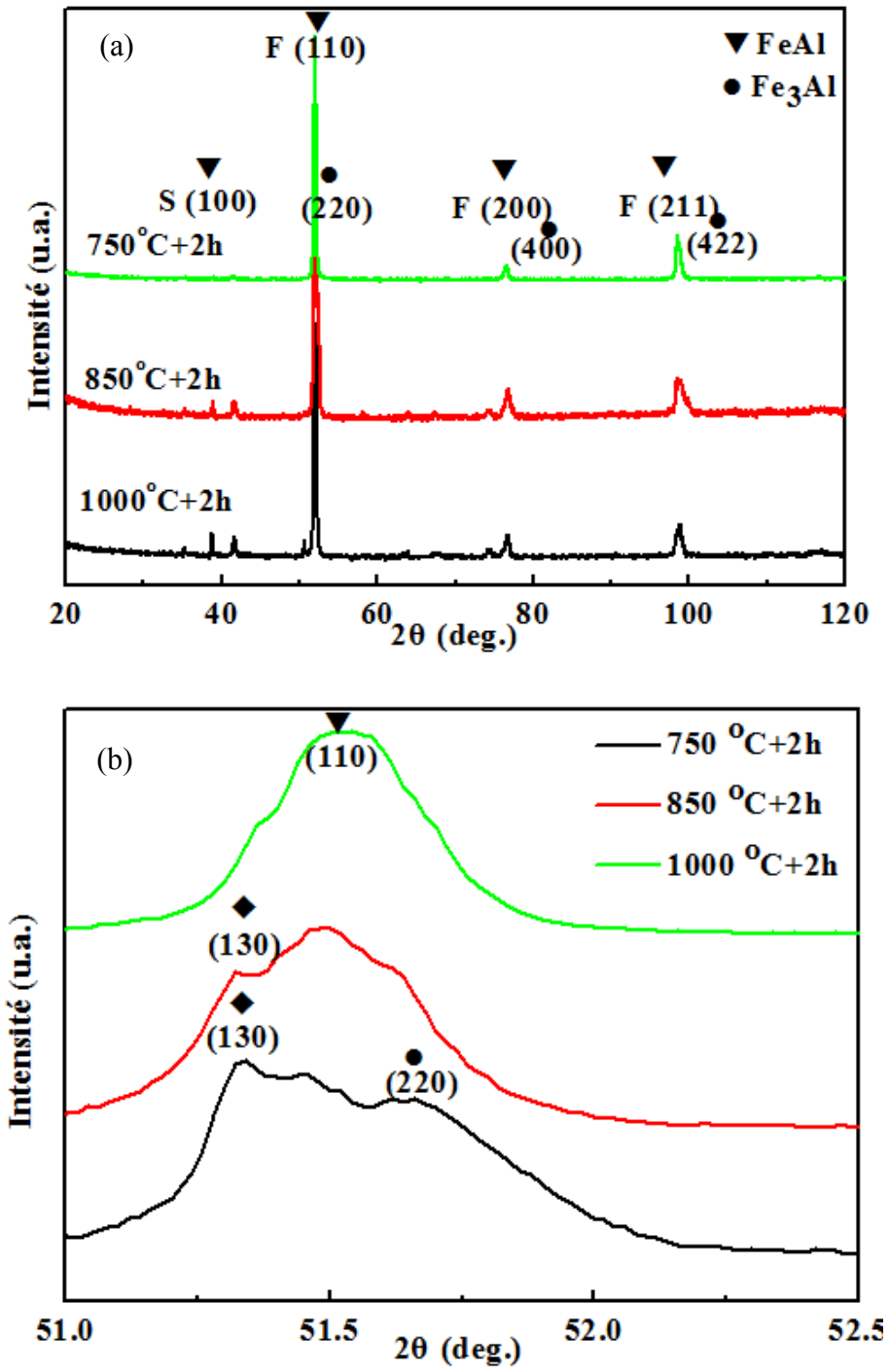


Figure V.10 (a) Spectres de diffraction des rayons X d'un échantillon Fe-Al après traitements thermiques, (b) élargissement dans la zone proche du pic 110.

V.4.2 Effet des durées de maintien du traitement thermique

La Figure V.11 présente les analyses DRX des échantillons en Fe-Al après traitement

thermique à 1000°C pour des durées de maintien de 0,5 h; 1,0 h et 1,5 h. Par l'élargissement du pic de diffraction 110 (Figure V.11b), il est clairement observé que lorsque la durée du traitement thermique augmente, la position du pic se décale vers les petits angles. Pour des durées de maintien de 0,5 h et 1,0 h, les pics Fe_3Al (220) et FeAl (110) sont détectés. Lorsque la durée du traitement thermique est de 1,5 h, le pic FeAl (110) domine mais il coexiste avec certains hétéro-pics, indiquant probablement la présence de Fe_3Al. Comme observé précédemment avec un traitement thermique de 2 h à 1000°C (Figure V.10b) la forme du pic devient de plus en plus régulière avec l'augmentation de la durée du traitement.

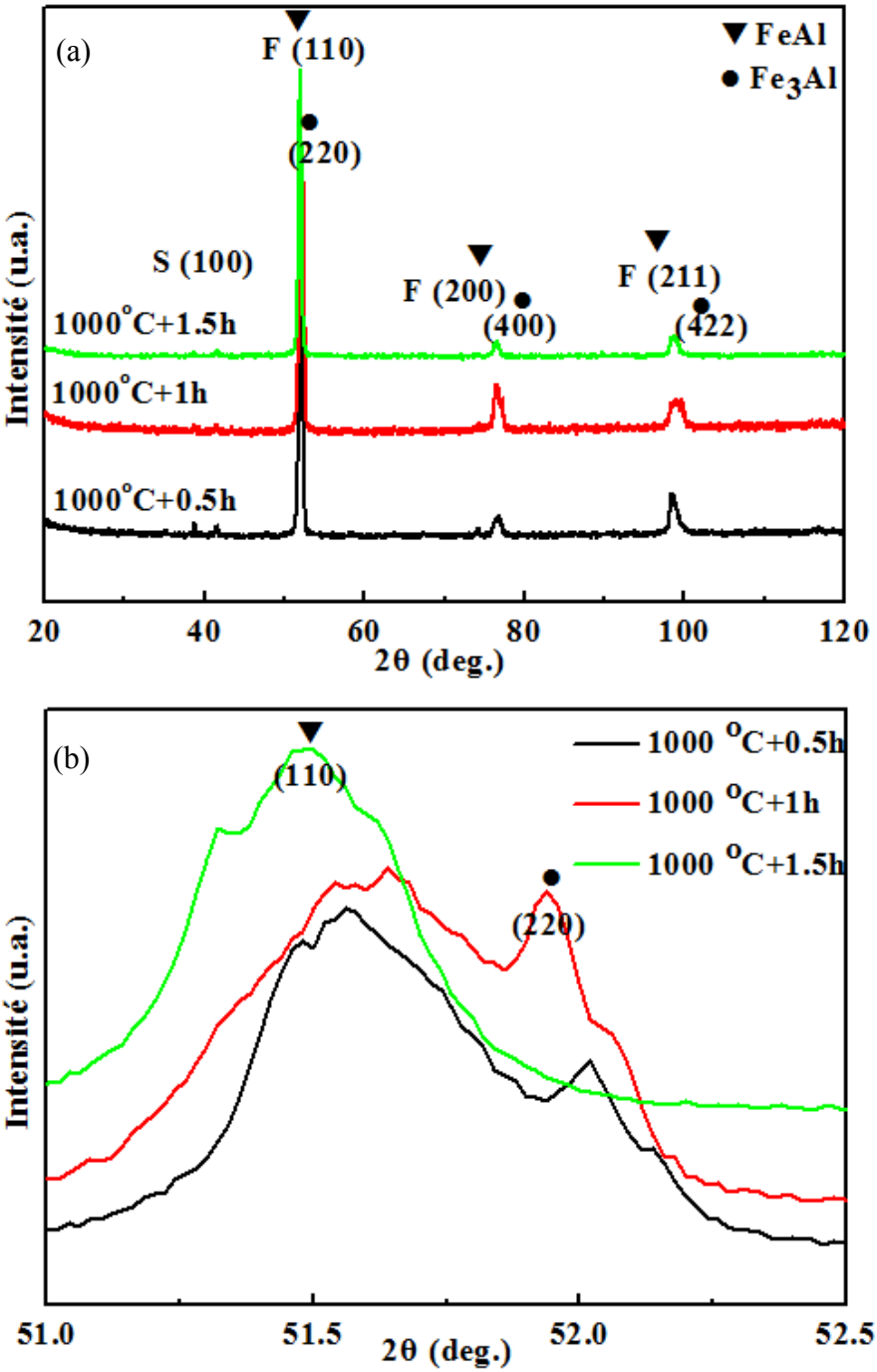


Figure V.11 Spectres de diffraction des rayons X d'un échantillon Fe-Al après traitements thermiques à 1000°C pour différentes durées, (b) élargissement du pic de diffraction 110.

V.4.3 Paramètres cristallins et degré d'ordre

La Figure V.12a présente l'évolution du paramètre de maille de la phase FeAl avant

et après traitement thermique. La phase FeAl doit avoir une structure ordonnée de type B2 mais il est bien établi que cette structure peut être considérablement désordonnée par un refroidissement rapide qui provoque des défauts structurels [26]. C'est ce que confirment nos observations avec une valeur de a=0,289 nm à l'état brut et a=0,291 nm après traitement thermique.

L'ordre à longue distance (LRO) 'S' a été estimé à partir des spectres de diffraction des rayons X en comparant les intensités relatives du super-réseau S(100) et les pics fondamentaux F(200) selon l'équation (Eq. IV.1). Les intensités relatives utilisées correspondent aux aires des pics. Le matériau de référence est une tige extrudée et recuite (140 h à 400°C et refroidie dans un four sous vide), avec une composition similaire.

La Figure V.12b présente les valeurs de degré d'ordre de la phase FeAl avant et après traitement thermique. L'échantillon brut de fabrication a une faible valeur de degré d'ordre. Comme indiqué précédemment, dans le processus de synthèse de Fe-Al par SLM, la vitesse de refroidissement est très rapide et provoque de nombreux défauts cristallins (lacunes, dislocations, etc.). Après traitement thermique, le degré d'ordre augmente, et ce d'autant plus que la température ou la durée du traitement thermique augmentent. Une valeur de 0,94 est ainsi mesurée pour l'échantillon traité à 1000^{o}C pendant 2,0 h (une valeur de 1 correspondant à une structure parfaitement ordonnée).

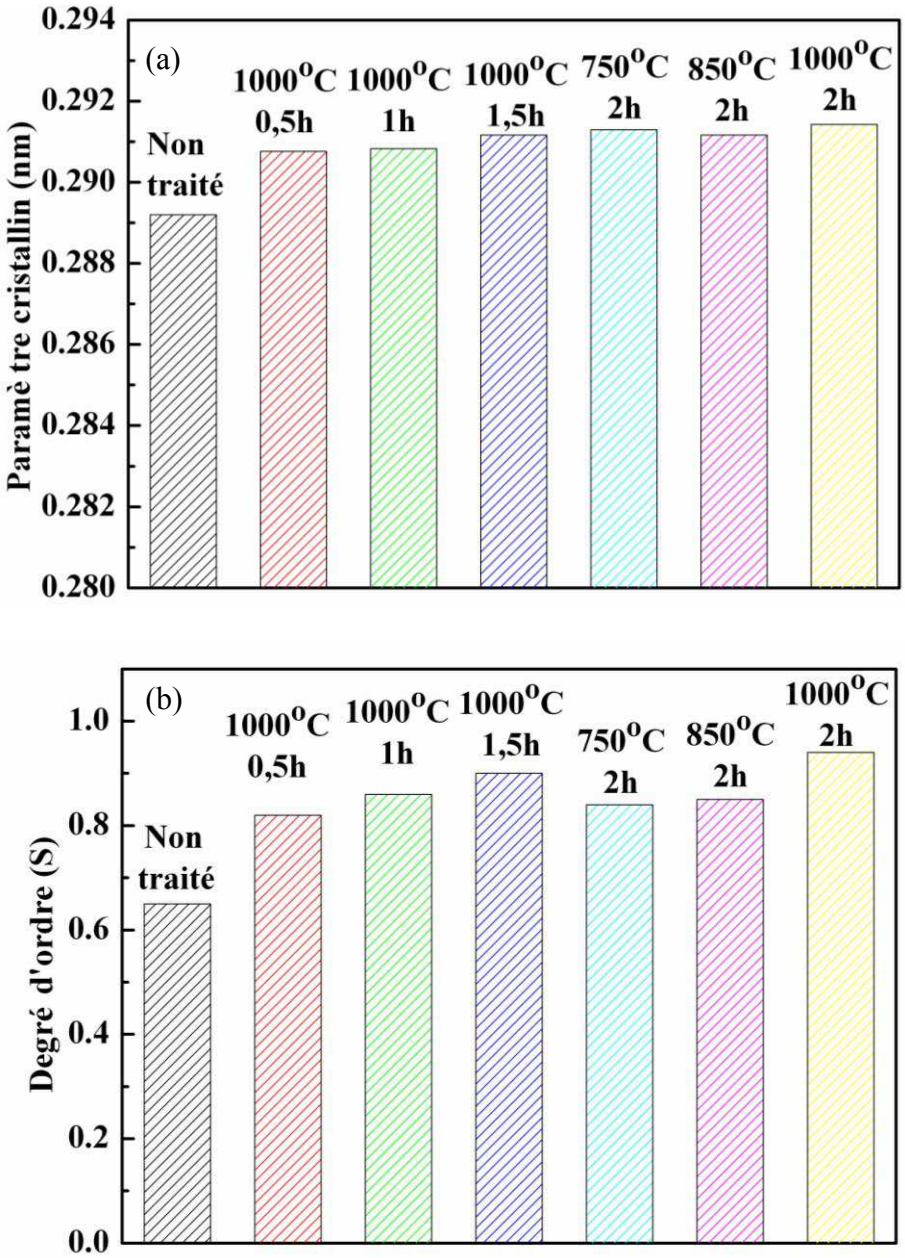


Figure V.12 Effet de la température et de la durée de traitement thermique sur (a) le paramètre de maille et (b) le degré d'ordre.

V.5 Comportement mécanique

V.5.1 Microdureté

La Figure V.13 présente les mesures de microdureté effectuées sur des échantillons Fe-Al fabriqués par SLM, avant et après traitement thermique. D'abord, il est

constaté que la microdureté des échantillons préparés avec une puissance de 100 W augmente avec la diminution de vitesse de balayage. Pour une vitesse de balayage de 0,05 m/s la pièce présente une valeur de dureté proche de 530 HV. Cette valeur correspond à la fois à une plus grande densité de l'échantillon et à une plus forte teneur en phase FeAl.

En ce qui la microdureté après le traitement thermique, lorsque la température du traitement thermique augmente, la microdureté augmente ainsi, jusqu'à atteindre 670 HV après 2 h à 1000°C. Ce comportement s'explique par la formation de plus de FeAl intermétallique ordonné. Des valeurs similaires ont déjà été rapportées. Alors que des revêtements de FeAl nanocristallin déposés par HVOF et APS à partir de poudres broyées montrent des valeurs de dureté de 388 $HV_{0,3}$ et 395 $HV_{0,3}$ [10], la microdureté d'un FeAl nanocristallin préparé par broyage mécanique et frittage atteint 680 HV [14, 15]. Muñoz-Morris *et al.* [9] ont également obtenu une microdureté de 680HV pour un FeAl nanocristallin préparé par broyage mécanique et pressage à chaud. Des valeurs de microdureté aussi élevées que 1045 HV [16] et 1235 HV [8] ont semble t'il été obtenues par frittage par plasma à étincelle (SPS) à partir de poudres broyées.

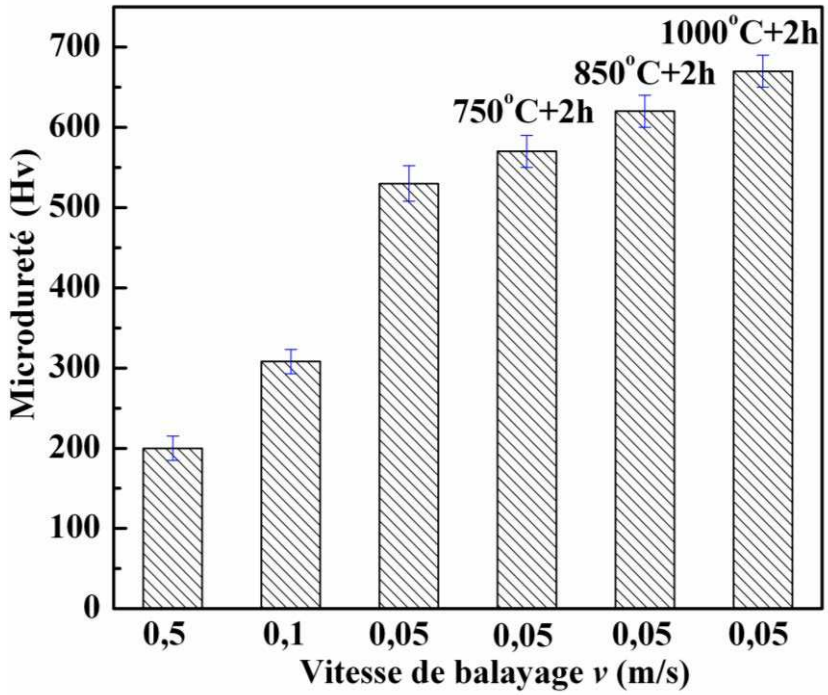


Figure V.13 Microdureté d'échantillons Fe-Al fabriqués par SLM (100 W) avant et après traitement thermique en fonction de la vitesse de balayage du laser.

V.5.2 Propriétés en traction

La Figure V.14 présente les résultats d'essais de traction sur des échantillons Fe-Al fabriqués par SLM, avant et après traitement thermique. La résistance à la traction augmente considérablement avec la diminution de vitesse de balayage (Figure V.14a). Ainsi, à la vitesse de déformation de 0,1 s^{-1} dans l'air, la résistance ultime à la traction (UTS) passe de 157±15 MPa à 240±20 MPa lorsque la vitesse de balayage passe de 0,1 à 0,05 m/s (100 W). Par contre, à 0,5 m/s (100 W), la résistance ultime à la traction (UTS) ne dépasse pas 30 MPa. De plus, la courbe de traction présente des fluctuations avant la rupture. Cela peut-être expliqué par le caractère poreux de l'échantillon et l'anisotropie de la déformation autour des cols de frittage (cf. Figure V.3c).

Après un traitement thermique aux températures de 750, 850 et 1000°C, l'allongement à rupture augmente mais par contre la résistance ultime à la traction

(UTS) n'est pas améliorée voire diminue légèrement (Figure V.14b). Les valeurs optimales de résistance ultime à la traction (UTS) et de limite d'élasticité atteignent respectivement 223 MPa et 140 MPa avec un allongement de 5 à 6%. Ces valeurs se comparent favorablement à celles rapportées dans la littérature. Ainsi, des valeurs de résistance ultime à la traction (260 MPa), de limite d'élasticité (170 MPa) et d'allongement (5,6%) ont été rapportées par Baker *et al.* Pour un alliage Fe40Al monocristallin testé dans l'air à la vitesse de déformation de 10^{-6} s^{-1} [27]. Des valeurs de résistance à la traction de 280 à 320 MPa avec un allongement de 3% à 5% à la température ambiante ont été obtenues par Mouturat *et al.* [5-7]. Une résistance ultime à la traction de 344 MPa, une limite d'élasticité de 311 MPa et un allongement de 1% ont aussi été rapportés par Liu *et al.* [30, 31] pour un alliage Fe40Al polycristallin testé dans l'air à la vitesse de déformation de 6.6×10^{-6} s^{-1}.

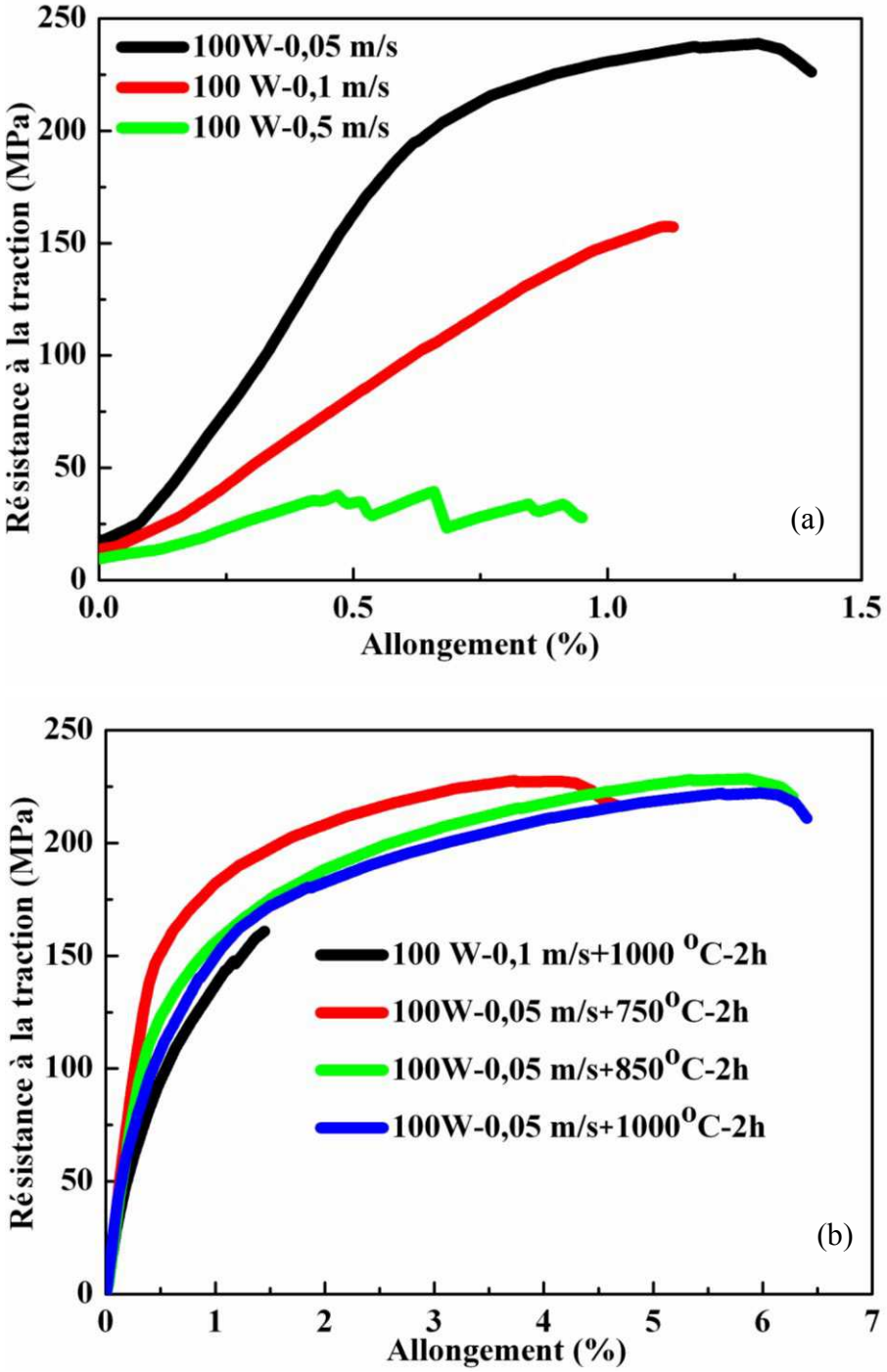


Figure V.14 (a) Effet de vitesse de balayage du laser et (b) de la température et de la durée du traitement thermique sur les propriétés mécaniques (vitesse de déformation de 0,1 s^{-1}).

La Figure V.15 présente les surfaces de rupture à la traction des échantillons. Avec la diminution de la vitesse de balayage du laser, les surfaces de rupture présentent moins de cavernes correspondant aux pores dans les échantillons (Figures V.15a-c).

Après recuit à la température de 1000°C, la porosité s'affine et la surface de rupture révèle un mode mixte de rupture avec des zones de clivage et des cupules (Figure V.16).

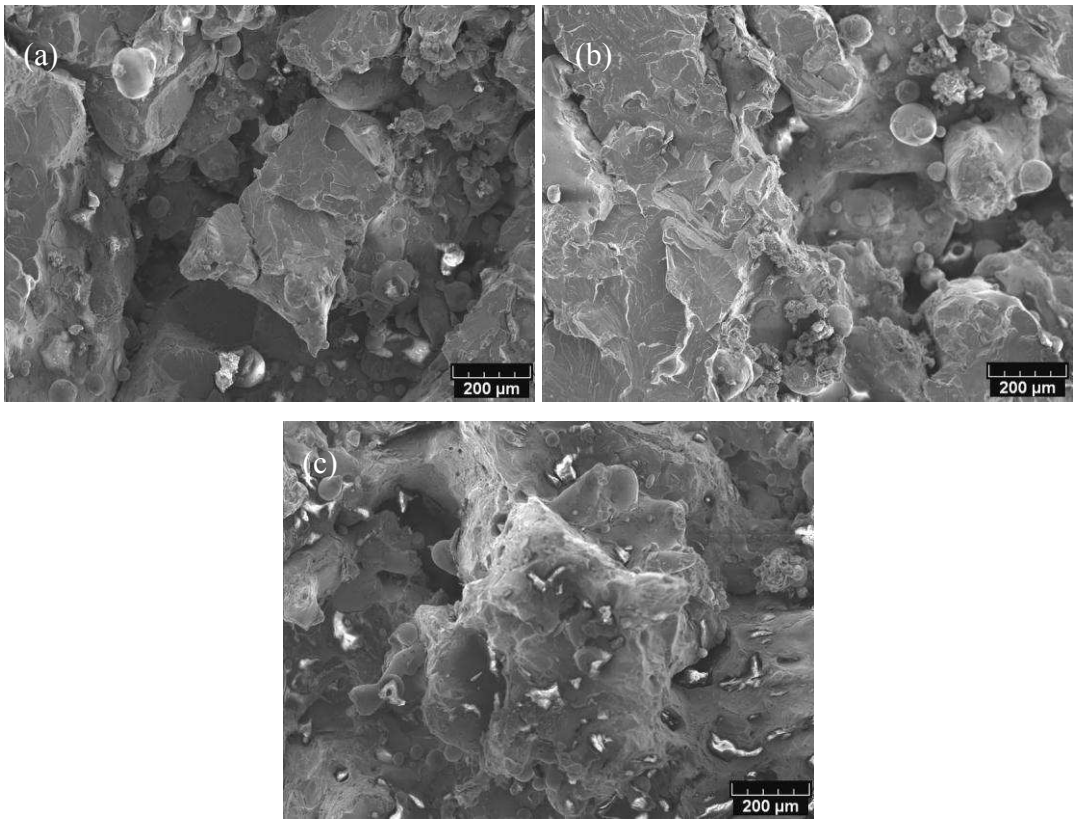


Figure V.15 Micrographies des surfaces de rupture à la traction des éprouvettes Fe-Al préparées sous différentes conditions: (a) 100 W-0,5 m/s, (b) 100 W-0,1 m/s, (c) 100 W-0,05 m/s m/s.

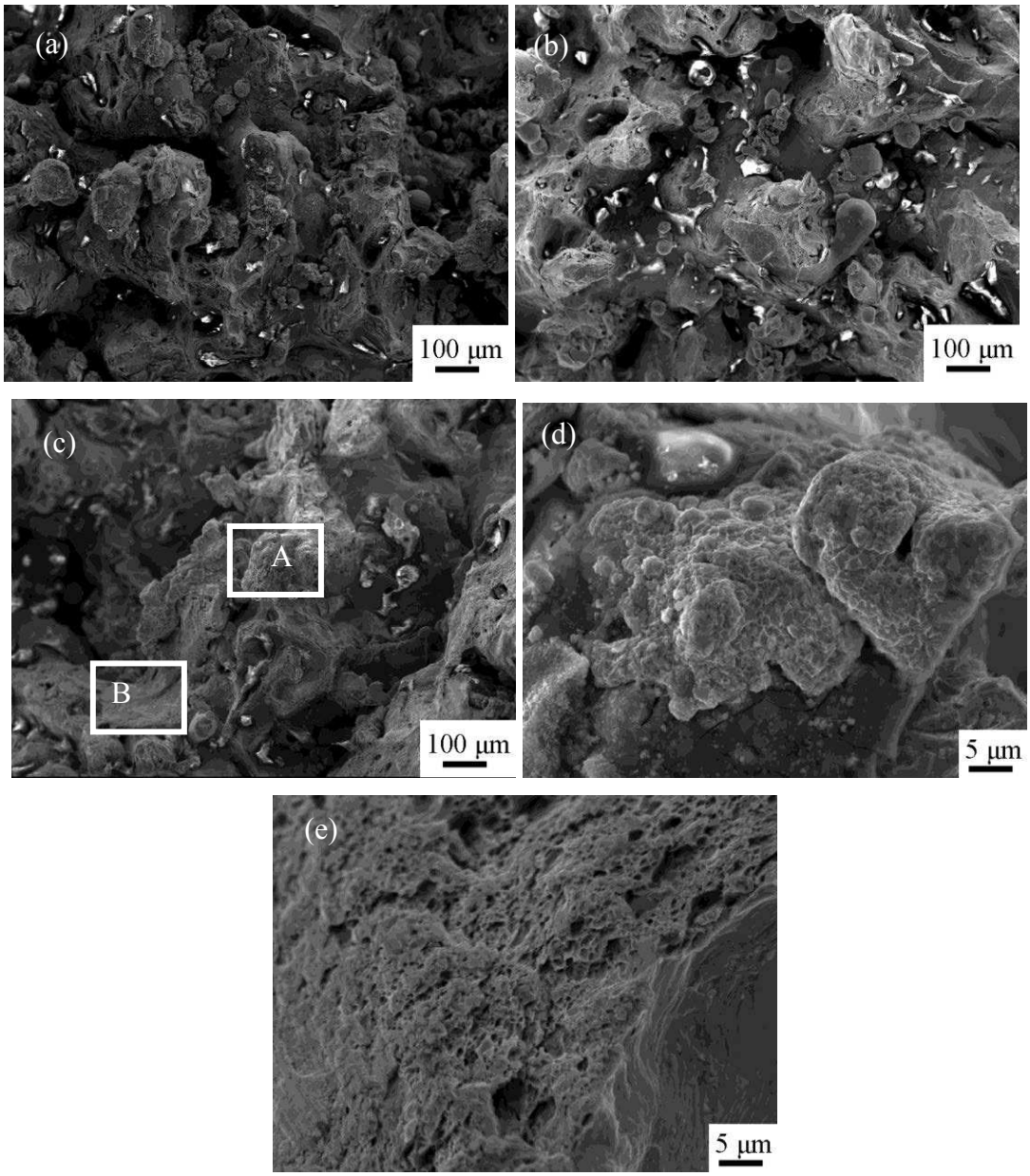


Figure V.16 Micrographies des surfaces de rupture à la traction d'éprouvettes Fe-Al SLM (100 W-0,05 m/s) après différents traitements thermiques: (a) 750°C-2h, (b) 850°C-2h, (c) 1000°C-2h, (d) grossissement de la zone A dans la Figure V.15c, (e) grossissement de la zone B dans la Figure V.15c.

V.6 Conclusion

Des pièces en alliage Fe-Al ont été réalisées par SLM à partir d'un mélange de poudres de Fe et Al. L'alliage Fe-Al est synthétisé in situ au cours du processus SLM. L'influence des paramètres de fabrication sur la densité et la microstructure a

été étudiée. Par ailleurs, l'effet de la température (750°C, 850°C et 1000°C) et de la durée d'un traitement thermique a été observé. Le paramètre cristallin, le degré d'ordre et les propriétés mécaniques avant et après traitement thermique ont été comparés.

Les principales conclusions peuvent être listées comme suit:

(i) La densité des pièces est plus élevée lorsque la puissance du laser est élevée (100 W) et la vitesse de balayage faible.

(ii) La texture induite par le gradient thermique est limitée parce que le gradient de température dans le bain de fusion est affecté par le dégagement de la chaleur latente de réaction entre Fe et Al.

(iii) Différentes vitesses de balayage conduisent à des microstructures et à des compositions de phases différentes. Les phases riches en Al (Fe_2Al_5) se forment préférentiellement à la périphérie et les phases riches en Fe (FeAl et Fe_3Al) au centre du bain de fusion. Avec la diminution de la vitesse de balayage, les phases Fe_3Al et Fe_2Al_5 disparaissent progressivement et la phase FeAl de type B2 se forme.

(iv) L'augmentation de la température ou de la durée de maintien du traitement thermique permet la transformation de la phase Fe_3Al (220) en FeAl par la poursuite de la réaction avec l'aluminium résiduel.

(v) Les valeurs de microdureté et d'allongement à rupture augmentent avec l'augmentation de la température ou de la durée du traitement thermique.

Références bibliographiques du chapitre V

[1] Y. Yang, I. Baker, The influence of vacancy concentration on the mechanical behavior of Fe-40Al, Intermetallics, 6 (1998) 167-175.

[2] F. Klocke, D. Lung, C. Essig, 3D FEM Model for the Prediction of Chip Breakage, Modeling of machining operations, 223 (2011) 142-151.

[3] D.D. Risanti, G. Sauthoff, Strengthening of iron aluminide alloys by atomic ordering and Laves phase precipitation for high-temperature applications, Intermetallics, 13 (2005)1313-1321.

[4] B. Denkena, R. Meyer, J.H. Stiffel, A. Moral (2011): Machining of Iron-Aluminum Alloys, 9th International Conference on Advanced Manufacturing Systems and Technology (AMST'11), June 16-17, 2011, Mali Losinj, Croatia, S. 76-89.

[5] P. Mouturat, J. Moinet, M. Romeggio, G. Sainfort, G. Cabane, Influence de la teneur en aluminium et de la temperature sur les proprietes élastiques et plastiques de la solution solide fer-aluminium, J. Nucl. Mater.,19 (1966) 234-247.

[6] P. Mouturat, G. Sainfort, G. Cabane, Module d'élasticité des alliages fer-aluminium en fonction de la temperature et de la teneur en aluminium, J. Nucl. Mater., 21 (1967) 149-157.

[7] P. Morgand, P. Mouturat, G. Sainfort, Structure et proprietes mecaniques des alliages fer-aluminium, Acta Metall., 16 (1968) 867-875.

[8] M. Krasnowski, T. Kulik, Nanocrystalline FeAl intermetallic produced by mechanical alloying followed by hot-pressing consolidation, Intermetallics, 15 (2007) 201-205.

[9] M.A. Muñoz-Morris, A. Dodge, D.G. Morris, Structure, strength and toughness of nanocrystalline FeAl, Nanostruct. Mater., 11 (1999) 873-885.

[10] G. Ji, T. Grosdidier, H.L. Liao, J.P. Morniroli, C. Coddet, Spray forming thick nanostructured and microstructured FeAl deposits, Intermetallics 13 (2005) 596-607.

[11] T. Grosdidier, G. Ji, F. Bernard, E. Gaffet, Z. A. Munir, S. Launois, Synthesis of bulk FeAl nanostructured materials by HVOF spray forming and Spark Plasma Sintering, Intermetallics, 14 (2006) 1208-1213.

[12] T.C. Totemeier, R.N. Wright, W. Swank, FeAl and Mo–Si–B intermetallic coatings prepared by thermal spraying, Intermetallics, 12 (2004) 1335-1344.

[13] G.J. Yang, H.T. Wang, C.J. Li, C.X. Li, Effect of annealing on the microstructure and erosion performance of cold-sprayed FeAl intermetallic coatings, Surf. and Coat. Technol., 205 (2011) 5502-5509.

[14] F. Charlot, E. Gaffet, B. Zeghmati, F. Bernard, J.C. Niepce, Mechanically activated synthesis studied by X-ray diffraction in the Fe-Al system, Mater. Sci. Eng. A, 262 (1999) 279-288.

[15] S. Gialanella, X. Amils, M.D. Barò, P. Delcroix, G. Le Caër, L. Lutterotti, S. Suriñach, Microstructural and kinetic aspects of the transformations induced in a FeAl alloy by ball-milling and thermal treatments, Acta Mater., 46 (1998) 3305-3316.

[16] L. D'Angelo, L. D'Onofrio, G. Gonzalez, Nanophase intermetallic FeAl obtained by sintering after mechanical alloying, J. Alloys. Compd., 483 (2009) 154-158.

[17] G. Ji, T. Grosdidier, N. Bozzolo, S. Launois, The mechanisms of microstructure formation in a nanostructured oxide dispersion strengthened FeAl alloy obtained by spark plasma sintering, Intermetallics, 15 (2007) 108-118.

[18] T. Skiba, P. Haušild, M. Karlík, K. Vanmeensel, J. Vleugels, Mechanical properties of spark plasma sintered FeAl intermetallics, Intermetallics, 18 (2010) 1410-1414.

[19] T.B. Massalski (Ed.), Binary alloy phase diagrams, ASM International, Metals Park, USA (1986) 111.

[20] D. William, Jr. Callister, Materials Science and Engineering: An Introduction, fifth ed., Wiley, New York, 2000.

[21] K.T. Nikolay, Y.V. Khlopkov, S.E. Mozzharov, M.B. Ignatiev, T. Laoui, V.I. Titov, Absorptance of powder materials suitable for laser sintering, Rapid

Prototyping J., 6 (2000) 155-161.

[22] B.H. Rabin, R.N. Wright, Synthesis of Iron Aluminides from Elemental Powders: Reaction Mechanisms and Densification Behavior, Metall. and Mater. Trans. A, 22 (1991) 277-286.

[23] G. Sharma, R. Awasthi, K. Chandra, A facile route to produce Fe–Al intermetallic coatings by laser surface alloying, Intermetallics, 18 (2010) 2124-2127.

[24] L. Thijs, M. L. M. Sistiaga, R. Wauthle, Q.G. Xie, J.P. Kruth, J. V. Humbeeck, Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum, Acta Mater., 61 (2013) 4657-4668.

[25] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, Acta Mater., 60 (2012) 2229-2239.

[26] M. Barth, B. Wei, D.M. Herlach, Dendritic growth velocities of the intermetallic compounds Ni2TiAl, NiTi, Ni3Sn, Ni3Sn2 and FeAl, Mater. Sci. Eng. A, 226 (1997) 770-773.

[27] D. Wu, I. Baker, The effect of environment and strain rate on the room temperature tensile properties of FeAl single crystals, Intermetallics, 9 (2001) 57-65.

[28] D.J. Gaydosh, S.L. Draper, R.D. Noebe, M.V. Nathal, Room temperature flow and fracture of Fe-40at.%Al alloys, Mater. Sci. and Eng. A, 150 (1992) 7-20.

[30] M.V. Nathal, C.T. Liu, Intrinsic ductility of FeAl single crystals, Intermetallics 3 (1995) 77-81.

[31] L.M. Pike, C.T. Liu, Environmental and Strain Rate Effects on the Ductility and Yield Strength of Fe-40Al, Scripta Mater., 38 (1998) 1475-1480.

Chapitre VI. Fabrication de composites à matrice métallique par fusion sélective par laser

Chapitre VI. Fabrication de composites à matrice métallique par fusion sélective par laser

Ce sixième chapitre présente les études effectuées sur la fabrication par fusion sélective par laser (SLM) de composites à matrice de fer renforcée par des particules de SiC. Dans cette étude, une poudre de taille micrométrique et un mélange de poudres micrométrique et nanométrique ont été choisis pour étudier l'influence de la taille des particules de renforcement sur la microstructure et les propriétés. Les principales caractéristiques des composites élaborés comme la nature des phases, la microstructure, la distribution des particules, la microdureté et le comportement en traction ont été déterminées et comparées avec celles d'échantillons de Fe pur préparés avec les mêmes paramètres de fabrication.

VI.1. Introduction

Depuis le début du siècle, de nombreux travaux ont été consacrés à la réalisation de pièces en alliages métalliques par fusion sélective par laser (SLM) à partir de poudres [1-8], mais peu ont été concernés par la fabrication de composites à matrice métallique (MMCs). Toutefois l'intérêt grandit en raison de leurs propriétés mécaniques améliorées, telles que la résistance spécifique [9-11]. Par exemple, les nanocomposites TiC/Ti ont été étudiés par Gu et al. [12, 13]. L'influence des particules de TiC sur la matrice Ti, sur la densification, sur la microstructure ainsi que les mécanismes de renforcement ont été étudiés. Hao *et al.* [7, 14, 15] ont également rapporté la fabrication de composites hydroxyapatite/acier inoxydable et Al/Fe_2O_3. Cependant, ces travaux se sont concentrés sur l'optimisation des paramètres du processus SLM pour obtenir des pièces denses, sans considérer de façon approfondie leurs propriétés mécaniques.

Les composites à base de fer avec des particules de renforcement telles que SiC ont aussi déjà été étudiés [9, 16, 17]. SiC apparaît comme le premier choix parmi les

agents de renforcement, parce qu'il conserve sa résistance à haute température. Cependant, ce composé présente une forte réactivité avec la plupart des métaux de transition, même à l'état solide [16]. Dans le cas du système Fe-SiC, SiC peut conduire à une modification de la structure du fer en raison de la dissolution de C et de Si dans la matrice [9]. Cette décomposition de l'agent de renforcement est néfaste pour les propriétés de résistance, même si la modification de la matrice par les effets conjugués de C et Si pourrait apporter quelques effets positifs, tels que le renforcement de la solution solide.

Dans cette étude des pièces composites Fe/SiC ont été fabriquées par SLM à partir de poudre SiC de tailles micro et nanométrique et de poudre de fer afin de considérer l'effet de la taille des particules sur l'interaction avec la matrice. En principe, les particules SiC de taille micrométrique devraient être retenues dans la matrice de Fe comme une phase céramique dispersée améliorant sa résistance tout en conservant sa capacité de déformation plastique alors que les particules nanométriques devraient soit se dissoudre et apporter une contribution au renforcement de la solution solide, soit être conservées et promouvoir une nucléation hétérogène, jouant ainsi un rôle de renforcement par dispersion. La morphologie de surface, la composition des phases et la microstructure ont ainsi été étudiées et comparées à celles d'échantillons de fer pur fabriqués par SLM. L'influence d'un traitement thermique sur les propriétés mécaniques a également été considérée.

VI.2 Densité du composite et morphologie de surface

A partir des paramètres optimisés pour obtenir des échantillons denses de fer, les échantillons de Fe/SiC ont été fabriqués en utilisant une vitesse de balayage de 0,33 m/s et une puissance de laser de 100 W.

La densité des échantillons préparés par SLM a été mesurée en utilisant la méthode d'Archimède. Ainsi, la masse volumique du fer pur ressort à 7.74 g/cm^3 et celle des échantillons composites à 7,73 g/cm^3 (indépendamment de la taille), ce qui est comparable à celle (7,80 g/cm^3) du Fe massif. Le SiC massif a une densité de 3,4

mais ceci n'entraîne pas de modification notable sur la densité du composite en raison de sa très faible teneur en SiC (2.2 wt.%).

La Figure VI.1 présente les morphologies de surface d'échantillons de Fe/SiC nano et micro ainsi que d'échantillons de Fe/SiC micro fabriqués par SLM avec les cartographies élémentaires correspondantes. Avec le fer pur (Figure III.5b) une surface relativement lisse et dense est obtenue indiquant une bonne liaison métallurgique entre les cordons. La présence de lignes de fusion/solidification indique la bonne fluidité de la matrice fondue. Dans les mêmes conditions SLM, l'addition de SiC nano et micro fait disparaître ces lignes de fusion/solidification; par contre de petites particules sont présentes en surface (Figure VI.1a et b). Les résultats des cartographies montrent que les particules sphériques sont en fer et que les particules polygonales (blanches) correspondent à des particules de SiC surnageantes compte tenue de leur plus faible densité (Figure VI.1c et d). La disparition des traces de fusion pourrait être attribuée à la décomposition de SiC nano qui pourrait causer une certaine instabilité du bain du fusion. En effet, avec l'addition de SiC micro, des lignes de fusion/solidification sont observés et de petites particules de SiC surnageantes sont présentes aux frontières du bain du fusion (Figure VI.1e et f).

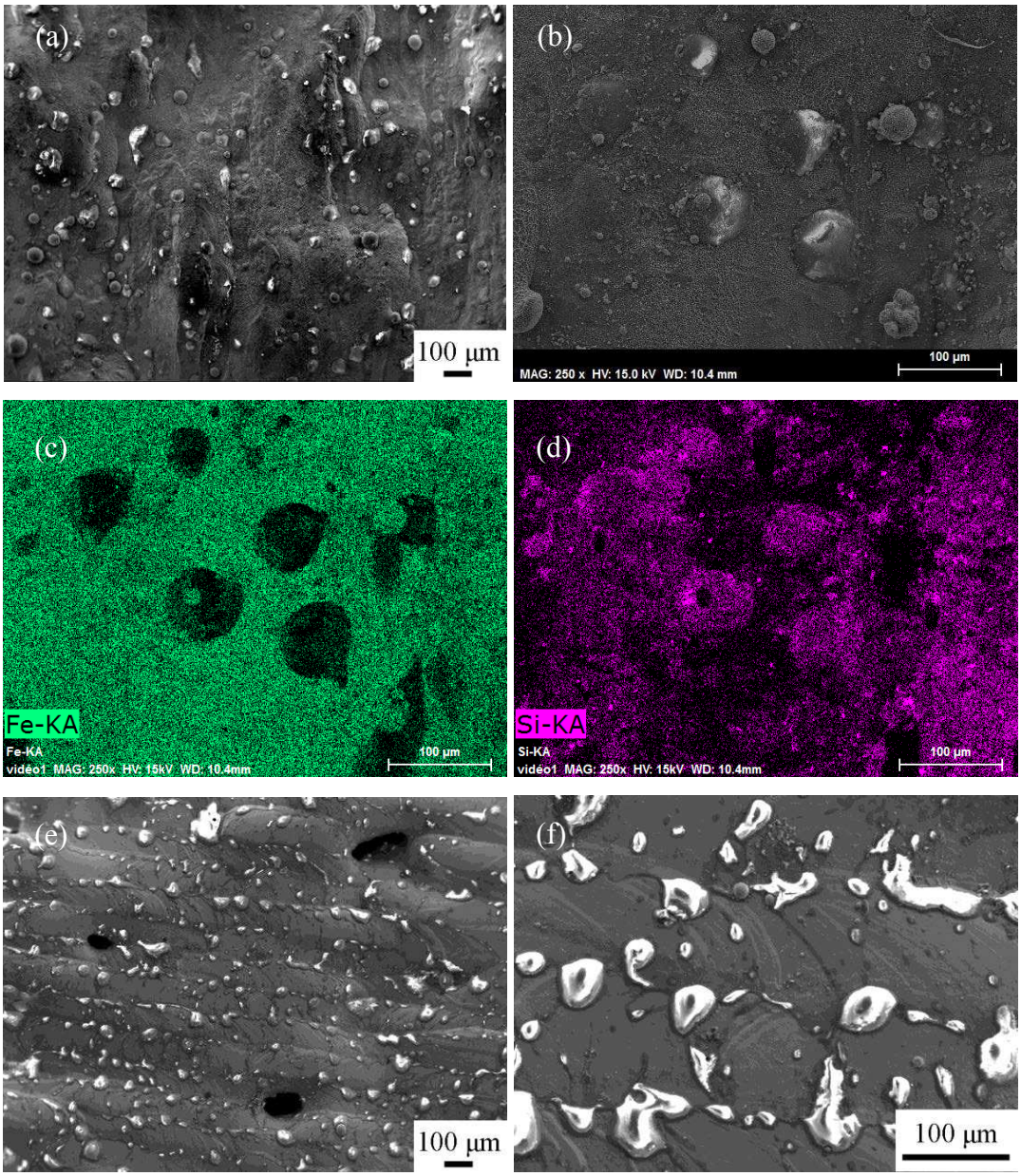


Figure VI.1 (a, b) Micrographies de surface d'échantillons de Fe/SiC nano et micro et (c, d) cartographies correspondantes; (e, f) micrographies de surface d'échantillons Fe/SiC micro.

VI.3 Identification des phases

Afin d'identifier l'effet de SiC sur la structure de la matrice de fer, les spectres DRX d'échantillons de Fe, Fe/SiC micro et Fe/SiC nano et micro, ainsi que des poudres initiales, ont été effectués et sont présentés dans la Figure VI.2. On observe ainsi la présence de la phase Fe_3C (cémentite) dans les pièces Fe/SiC micro et Fe/SiC nano

et micro, identifiée dans les gammes d'angle de diffraction telles que rapportées dans plusieurs publications [18-20].

Les pics de diffraction (110) ont été utilisés pour calculer les paramètres de maille selon les équations Eq. III.1 and Eq. III.2.

Les résultats des calculs donnent, pour la poudre de Fe et les échantillons SLM de Fe, Fe/SiC micro, et Fe/SiC nano et micro des valeurs de 0,2869 nm, 0,2858 nm, 0,2859 nm et 0,2864 nm, respectivement, ce qui correspond à la structure de la phase α-Fe (bcc Fe). La présence de Fe_3C au sein de α-Fe conduit à la formation de perlite.

Avec l'addition de SiC les pics de diffraction (110) des échantillons composites s'élargissent ce qui correspond probablement à un affinement de la taille des grains. Avec la présence de SiC de nano, une forte perturbation des spectres est observée et certains pics tel que (200) disparaissent, ce qui pourrait indiquer une augmentation du désordre avec l'apparition d'une structure en partie amorphe**.**

En examinant en détail les spectres de la pièce Fe/SiC nano et micro, on peut observer de nombreux petits pics autour du pic (110). Ceux-ci pourraient indiquer la formation de martensite qui dispose de paramètres de maille similaires à ceux de la ferrite α. Cette présence de martensite peut s'expliquer par la décomposition du carbure de silicium libérant du carbone et la vitesse de refroidissement rapide au cours du processus SLM. Afin de mieux comprendre ces changements de structure, la microstructure des échantillons a également été observée par microscopie électronique en transmission (MET).

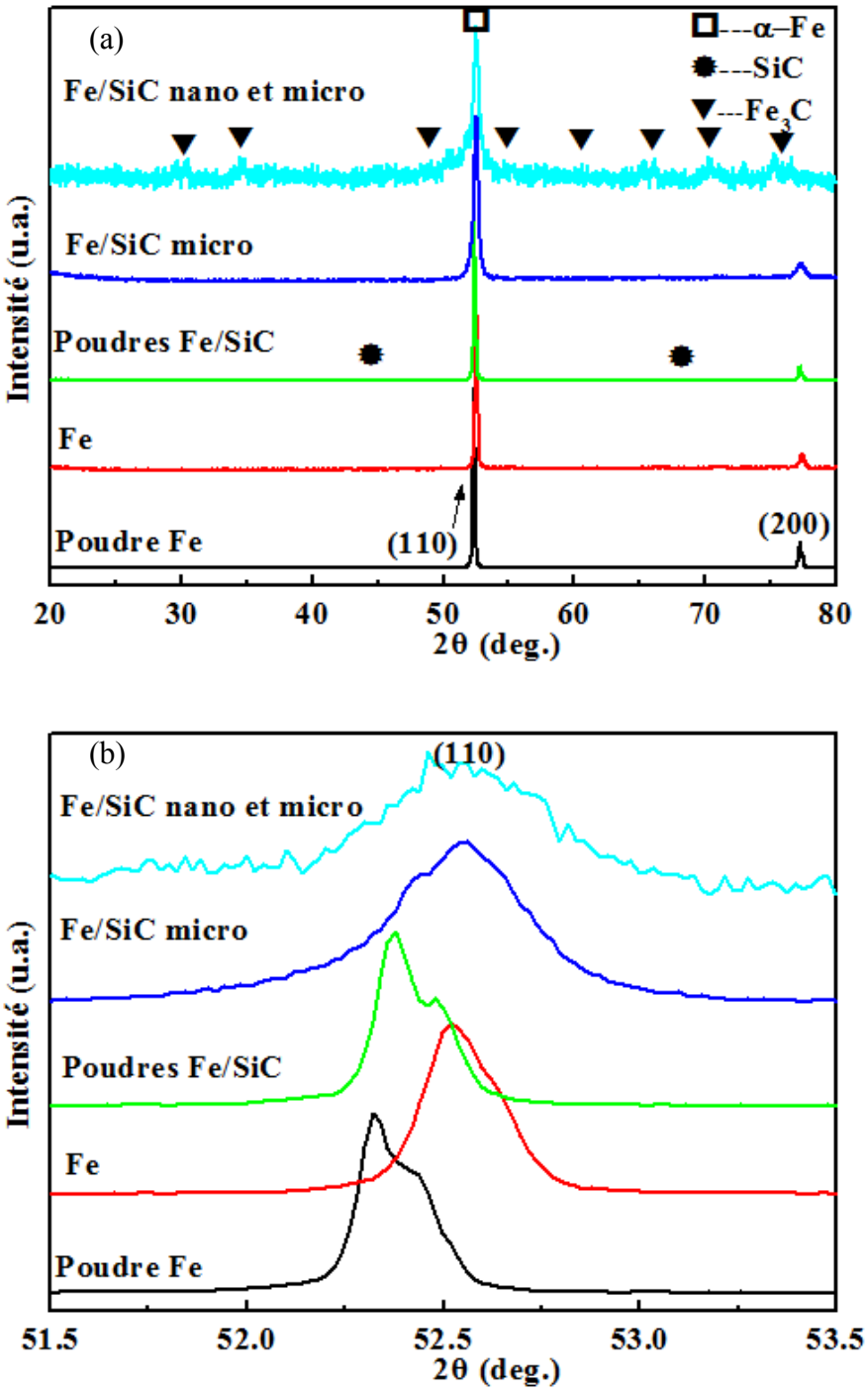


Figure VI.2 (a) Spectres DRX des poudres et des échantillons fabriqués par SLM et (b) élargissements du pic (110) de diffraction.

VI.4 Métallographie

Des microstructures vues de dessus et vues en coupe (cf. Figure II.8) après attaque chimique sont présentées dans les Figures VI.3 et VI.4. Pour l'échantillon de fer, des

grains allongés sont observés en raison du gradient de température, comme mentionné dans le Chapitre III. Pour les composites, quelle que soit la taille du renfort, on n'observe pas de différence évidente entre les vues de dessus et les vues en coupe. La formation de produits d'interaction, martensite et partiellement perlite, a été mise en évidence par les analyses DRX. Puisque la concentration de C dans la poudre de fer est d'environ 0,03%, la formation de martensite et de perlite doit être associée à un enrichissement en C, ce qui suggère la décomposition de certaines particules de SiC. La dispersion de SiC en tant que seconde phase pourrait aussi entraver la croissance des grains, en particulier la formation des grains allongés en direction du gradient thermique. Les particules de SiC retenues dans le bain de fusion de la matrice favoriseraient donc la nucléation hétérogène au cours du processus de solidification.

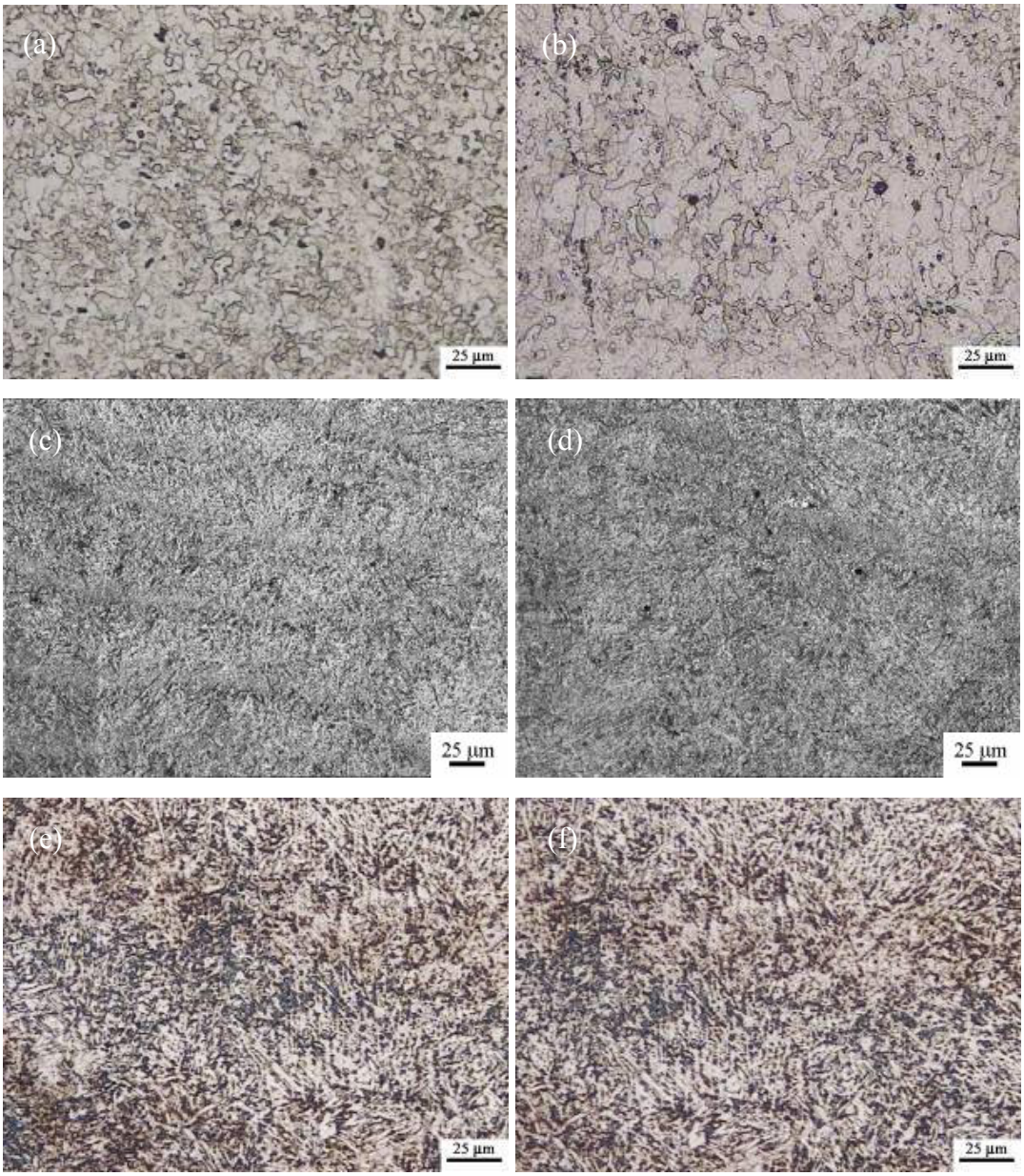


Figure VI.3 Observations en microscopie optique (a) vue de dessus et (b) vue en coupe d'un échantillon de Fe; (c) vue de dessus et (d) vue en coupe d'un échantillon de Fe/SiC micro; (e) vue de dessus et (f) vue en coupe d'un échantillon de Fe/SiC nano et micro.

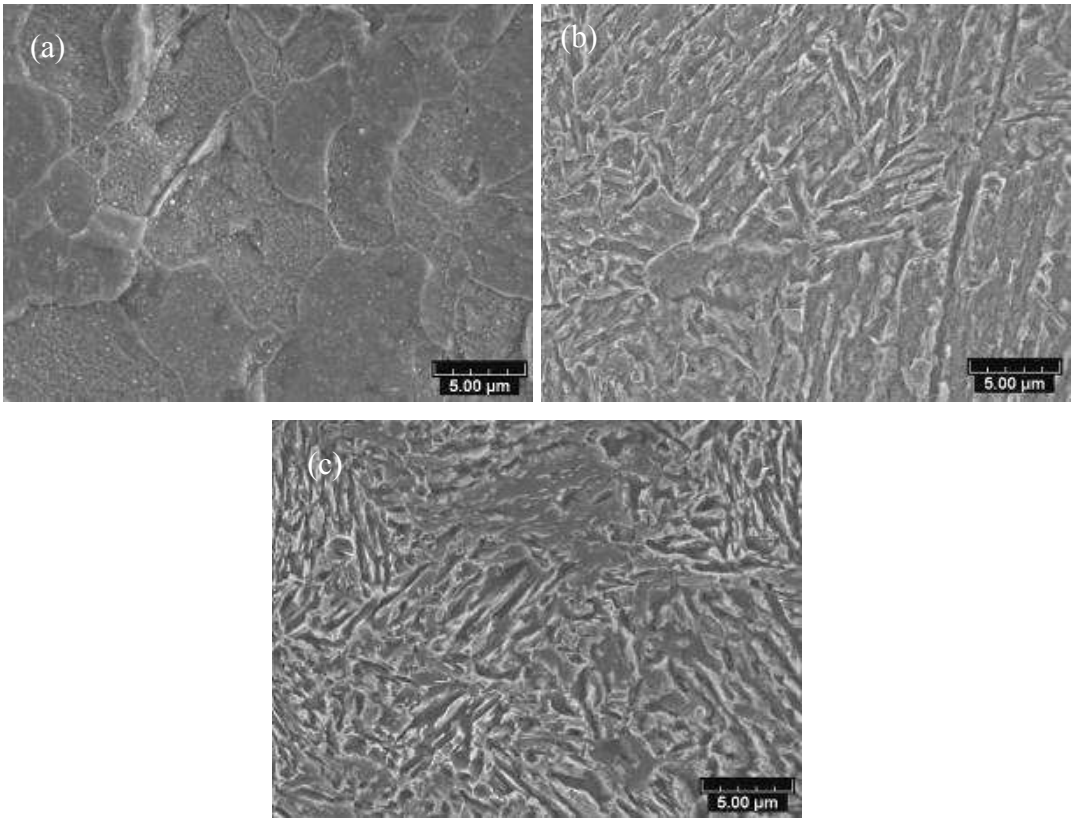


Figure VI.4 Observations MEB des échantillons de (a) Fe, (b) Fe/SiC micro et (c) Fe/SiC nano et micro (vues en coupe).

VI.5 Distributions des particules de SiC

La microstructure vue en coupe d'un échantillon de Fe/SiC micro et la cartographie correspondante des éléments sont présentées dans les Figures VI.5a et 5b. Ils confirment que les zones noires correspondent aux particules de SiC.

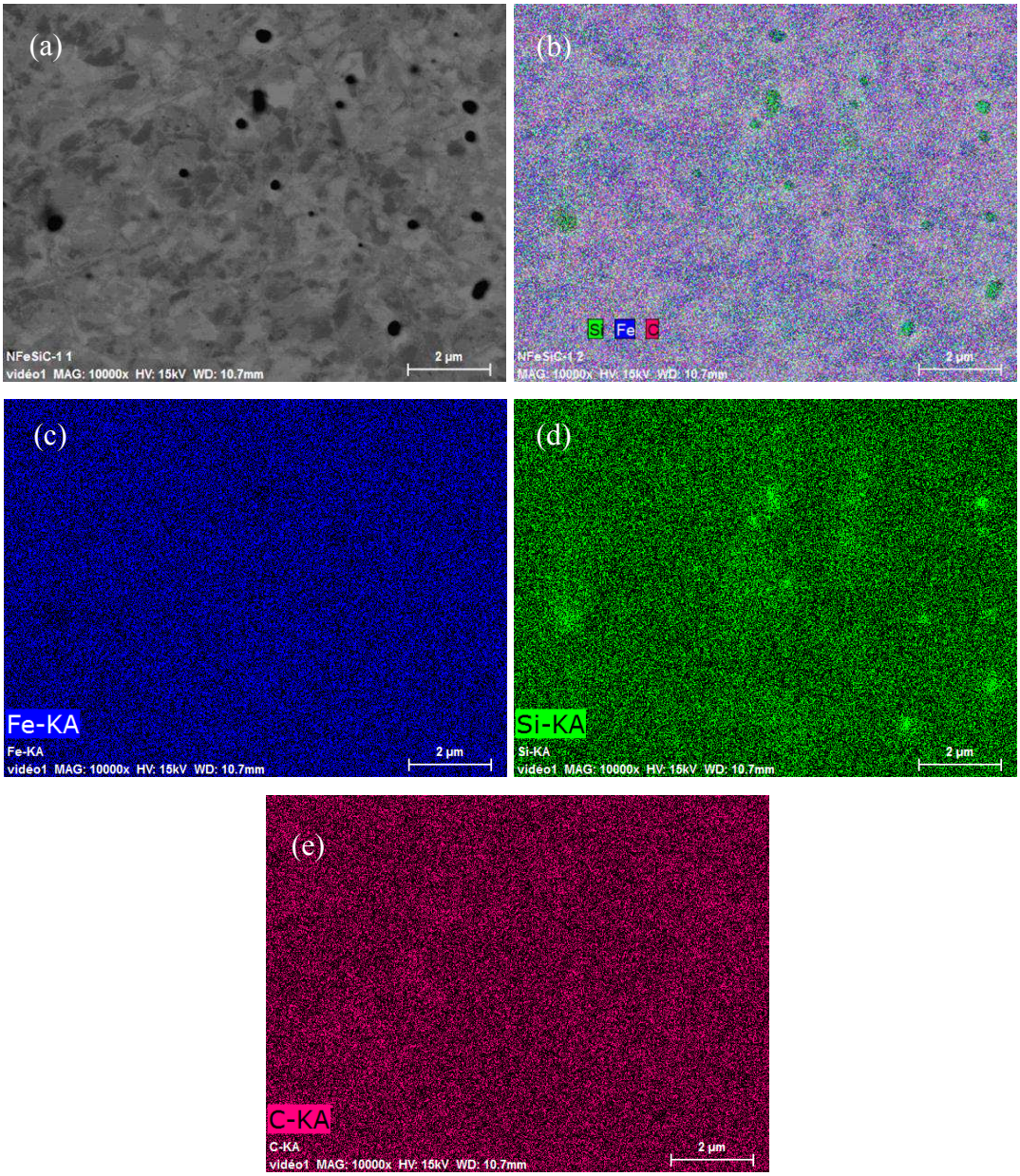


Figure VI.5 (a) Vue en coupe de l'échantillon Fe/SiC micro et (b-e) cartographies correspondantes des éléments Fe; Si; C.

La Figure VI.6 présente les distributions des particules de SiC dans les échantillons de Fe/SiC micro et de Fe/SiC nano et micro en vues de dessus et vues en coupe. On peut constater que les particules de SiC ont été partiellement voire entièrement fondues pour les plus petites particules, de par leur forme arrondie, très visible sur les Figures VI.6e et 6f à fort grandissement (la poudre d'origine est de forme polygonale).

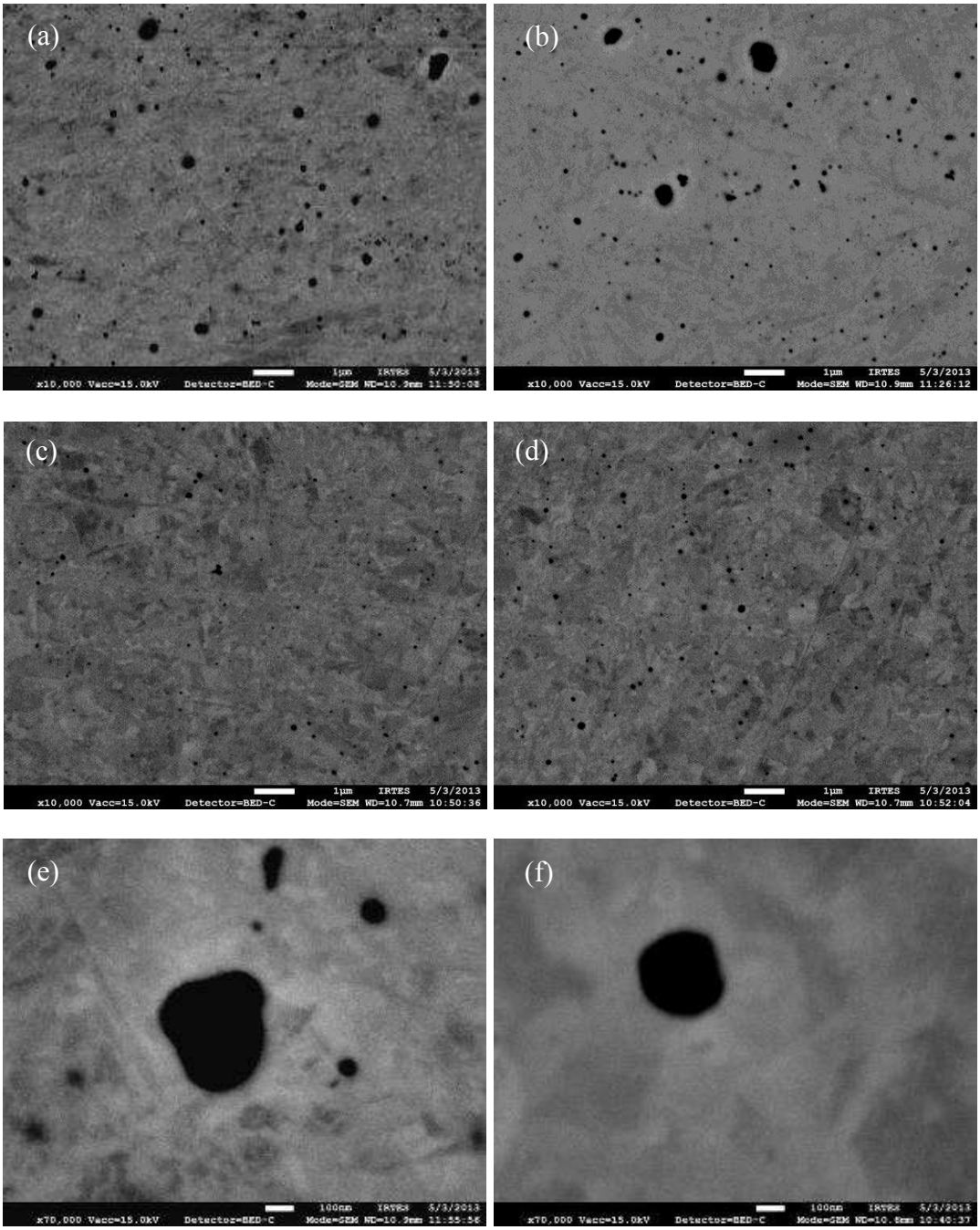


Figure VI.6 (a)Vue de dessus et (b) vue en coupe d'un échantillon Fe/SiC micro; (c) vue de dessus et (d) vue en coupe d'un échantillon Fe/SiC nano et micro, (e) et (f) fort grandissement de particules de SiC correspondant aux micrographies (b) et (d), respectivement.

Par ailleurs, pour les mêmes paramètres de fabrication, on observe que les particules de SiC résiduelles sont plus petites dans les échantillons Fe/SiC nano et micro par

rapport aux échantillons Fe/SiC micro. On observe également que les particules de SiC résiduelles sont toujours uniformément distribuées dans les composites et qu'il n'y a pas de différence évidente de distribution entre les vues de dessus et les vues en coupe.

VI.6 Caractérisation par MET

La microstructure observée par MET et l'analyse diffractométrique correspondante par la méthode SAD d'un échantillon Fe/SiC nano et micro préparé par SLM sont présentées dans la Figure VI.7. Elles montrent la présence de particules de SiC résiduelles, de Fe nano et de Fe amorphe. Les grains de Fe nano sont formés par nucléation hétérogène au voisinage des particules SiC nano résiduelles. La formation de Fe amorphe est souvent associée à une vitesse de refroidissement élevée [21, 22] et à la stabilité de la phase liquide à basse température [23] au cours du processus de fusion par laser. La vitesse de refroidissement élevée (10^6-10^8 K/s [12, 24]) au cours du processus SLM pourrait donc satisfaire aux conditions de la formation d'une phase amorphe. En outre, la martensite observée dans les images métallographiques confirme la décomposition de SiC. Les éléments non métalliques, C et Si, conduisent effectivement à une diminution de la température de liquidus et à l'augmentation de la stabilité du liquide surfondu; ils améliorent ainsi la capacité de formation du verre métallique (GFA) [23-26].

Il est à noter qu'aucune zone de réaction interfaciale n'est visible entre les particules de SiC et la matrice Fe, telle qu'une couche de siliciures de fer rapportée par Pelleg et al. [9].

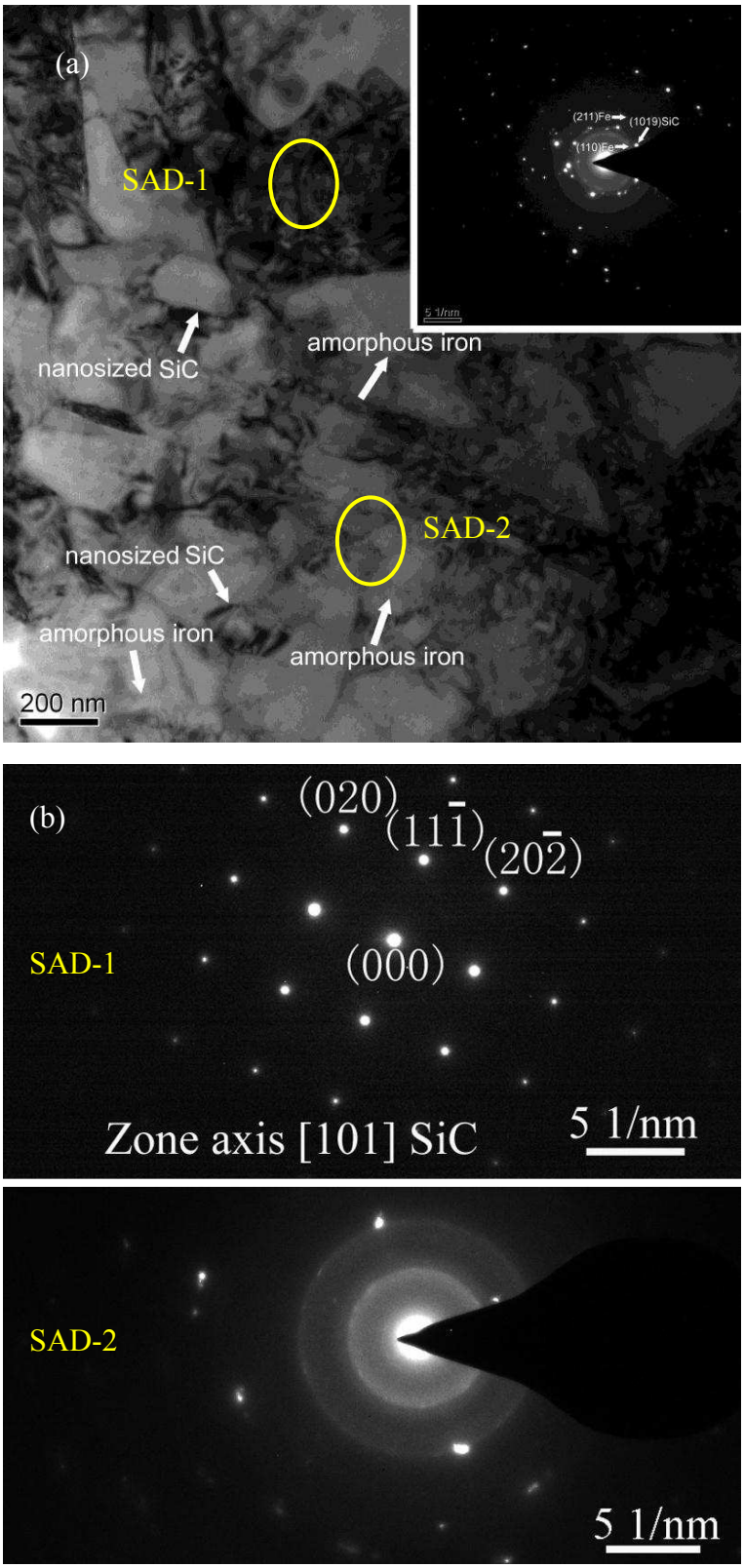


Figure VI.7. (a) Image MET de la section transversale d'un échantillon Fe/SiC nano et micro et (b) analyse par la méthode SAD correspondant aux régions marquées SAD 1 et 2.

La microstructure observée par MET et les analyses SAD correspondantes des échantillons Fe/SiC micro (Figure VI.8) confirment la présence de grains de Fe de taille sous-micrométrique et de particules de SiC de taille sous-micrométrique. Par contre, le fer amorphe n'est plus observé. Ce résultat est compatible avec les résultats de DRX.

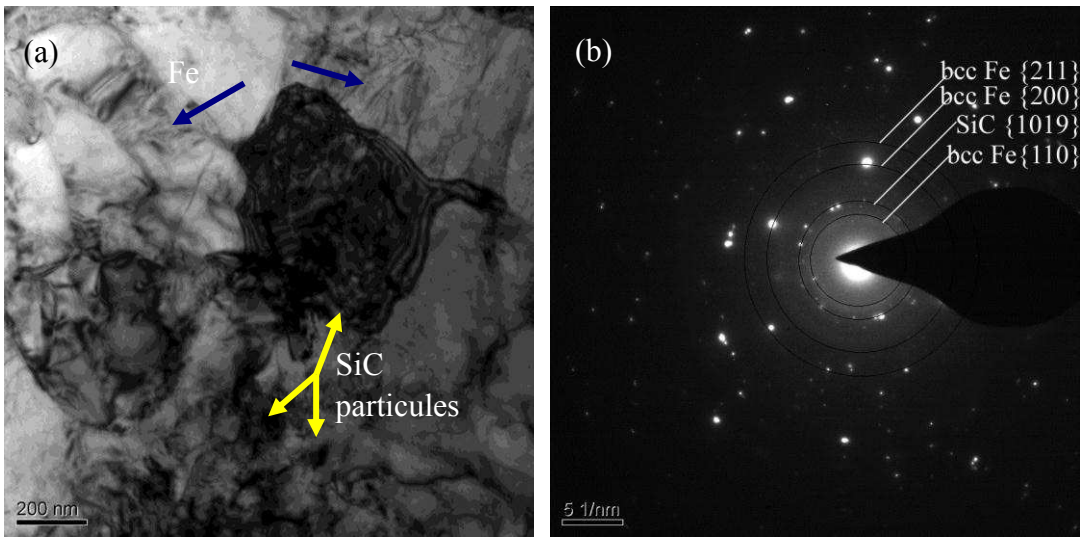


Figure VI.8. (a) Image MET de la section transversale d'un échantillon Fe/SiC micro et (b) analyse par la méthode SAD.

VI.7 Comportement en traction et microdureté

Des essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes composites et les résultats ont été comparés avec ceux d'éprouvettes de Fe pur fabriquées avec les mêmes paramètres SLM.

Par rapport au fer pur, la résistance à la traction (UTS) des composites à matrice Fe augmente fortement et l'allongement à rupture augmente légèrement. Les raisons de l'amélioration observée dans la résistance à la traction des composites ont déjà été décrites dans la littérature [27-32]. En bref, le renforcement est le résultat de deux contributions majeures, le renforcement direct et le renforcement indirect [28, 31]. Le renforcement direct ou renforcement composite "classique" est basé sur le transfert de charge de la matrice vers les particules de renfort qui disposent d'une rigidité plus élevée (SiC). Le renforcement indirect résulte de la modification de la

microstructure de la matrice par suite d'une interaction avec les particules de renfort, conduisant à la formation de martensite et de perlite dans le cas présent.

Toutefois, par rapport au Fe pur, la limite d'élasticité ($\sigma_{0,2}$) diminue avec l'addition de SiC micro alors qu'elle augmente avec l'addition de SiC nano/micro.

Pour l'éprouvette Fe/SiC micro, deux stades de déformation sont observés. Après avoir atteint la limite d'élasticité, la résistance croît encore beaucoup quasi linéairement avec la déformation de l'éprouvette (Figure VI.9a).

Pour l'échantillon Fe/SiC nano/micro (Figure VI.9a), trois stades de déformation peuvent être observés. Le premier stade est une étape élastique classique jusqu'à 120±10 MPa, peu différente de celle d'un échantillon de Fe pur. Le module d'élasticité (E) est d'environ 210±11 GPa (Tableau VI.1). Le deuxième stade par contre est très différent du comportement d'un échantillon de Fe pur. Alors que la résistance à la traction (UTS) de l'échantillon de Fe pur atteint à peine 357±22 MPa après un allongement de 9%, elle atteint plus de 600±13 MPa avec une déformation de 5% pour l'échantillon Fe/SiC nano/micro. Dans le troisième stade, l'écrouissage de l'éprouvette Fe/SiC nano/micro continue, avec toutefois un taux réduit par rapport au stade précédent; finalement la résistance limite atteint 764±15 MPa.

La présence de ces deux stades de renforcement pourrait être attribuée à la granulométrie bimodale de la phase de renforcement et éventuellement à la présence de Fe amorphe si l'on compare ce comportement à celui de l'éprouvette composite Fe/SiC micro qui ne comporte qu'un seul stade d'écrouissage.

En fait, les phases amorphes présentent des propriétés mécaniques exceptionnelles à température ambiante [33-39] et elles sont souvent utilisées comme phase de renforcement dans les composites à matrice métallique. Aljerf *et al* [40] ont étudié des composites à matrice d'alliage Al6061 renforcés par un amorphe à base de FeCo (15 vol %). Les résultats ont montré que la résistance à la traction (UTS) du composite atteint 600 MPa par rapport à celle de l'alliage pur (270 MPa). Zheng *et al.* [41] ont constaté que la résistance maximale d'un composite à matrice d'alliage d'Al2024 renforcée par l'amorphe Fe73Nb5Ge2P10C6B4 (15 wt%) et élaboré par le frittage et extrusion à chaud atteint 660 MPa.

Après un traitement thermique sous vide (Figure VI.9a), on constate que le module et la limite d'élasticité augmentent, de même que l'allongement à rupture, au prix toutefois d'une légère réduction de la résistance maximale.

La Figure VI.9b présente les résultats des mesures de microdureté. Avec l'addition des particules de SiC, la microdureté augmente ce qui corrobore les résultats précédents.

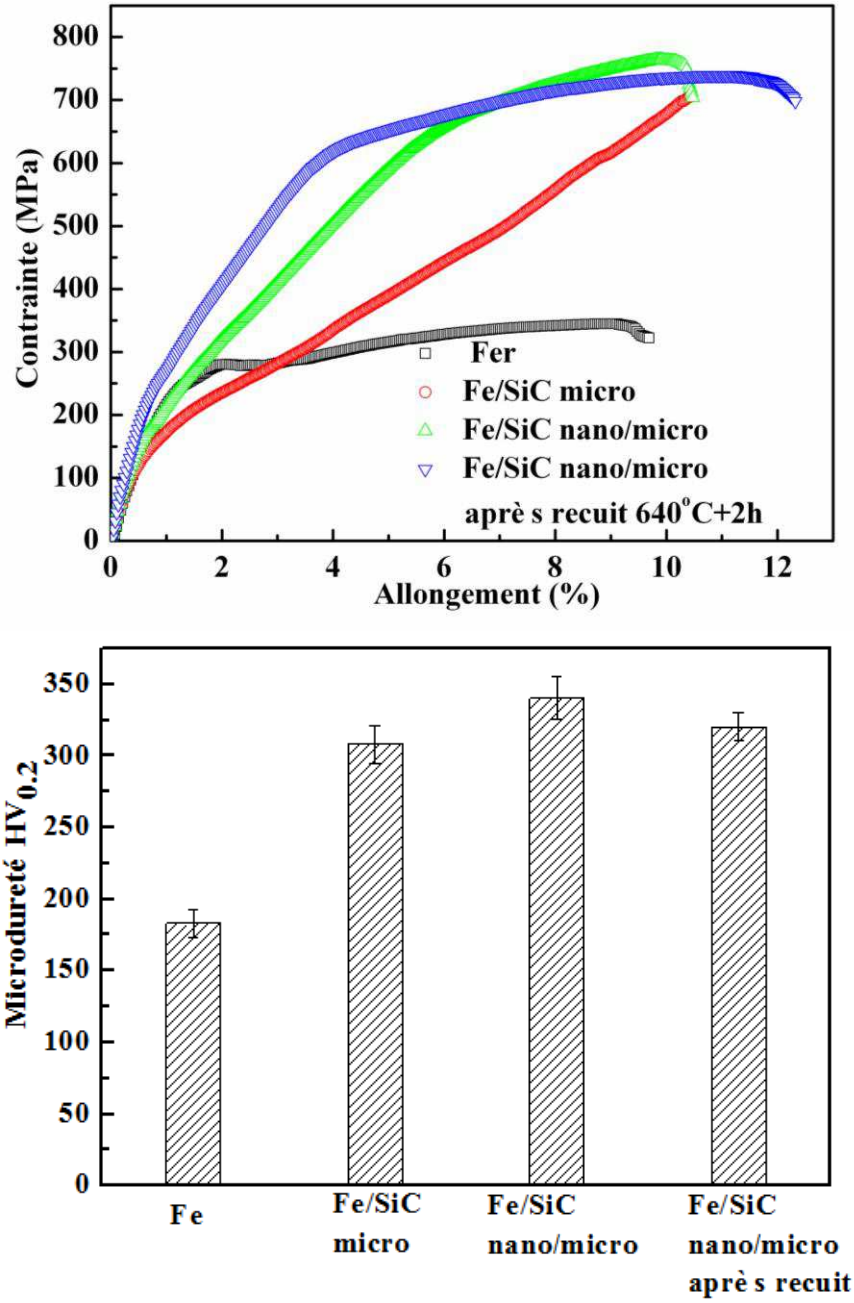


Figure VI.9 Propriétés mécaniques (a) courbes contrainte-déformation en traction et (b) microdureté.

Tableau VI. 1 Propriétés en traction des échantillons de Fe pur, Fe/SiC micro et Fe/SiC nano/micro.

Éprouvette	E (GPa)	$\sigma_{0,2}$(MPa)	UTS (MPa)
Fe	208±16	256±17	357±22
Fe/SiC micro	202±10	140±35	753±49
Fe/SiC nano/micro	210±11	302±12	764±15
Fe/SiC nano/micro après recuit	212±12	310±12	739±14

La Figure VI.10 présente les surfaces de rupture à la traction des échantillons composites. Ces surfaces révèlent une rupture ductile avec la présence de cupules uniformes dans la matrice de Fe, à l'exception de la rupture des particules de SiC qui conserve un caractère fragile (Figures VI.10b and d).

La résistance accrue des composites (versus le Fe pur) peut donc être attribuée à plusieurs mécanismes de renforcement comme suit:

(I) le renforcement par l'agent de renforcement lui-même disposant d'un module plus élevé; il a été établi qu'aucun problème de mouillage se pose dans le système Fe-SiC [9, 17]; le transfert de charge aux particules de SiC peut donc contribuer aux propriétés de résistance;

(II) le renforcement de la matrice dû à la présence des produits d'interaction: structures perlitique et martensitique, associées à une meilleure résistance et dureté, comme rapporté par Pelleg et al. [9]; les résultats des essais mécaniques montrent que la modification de la microstructure de la matrice par suite de la formation des produits de transformation équilibre l'inconvénient potentiel de la dégradation partielle des particules de SiC;

(III) l'ancrage des dislocations par les particules de SiC de taille nanométrique présentes (Figure VI.7a) aux joints de grains pourrait contribuer à la résistance plus élevée;

(IV) la taille réduite des grains et le renforcement par la phase Fe amorphe (pour l'éprouvette Fe/SiC nano/micro); selon la relation de Hall-Petch, la structure fine du

composite, correspondant à l'inhibition de la croissance des grains par les particules SiC, devrait présenter une résistance supérieure.

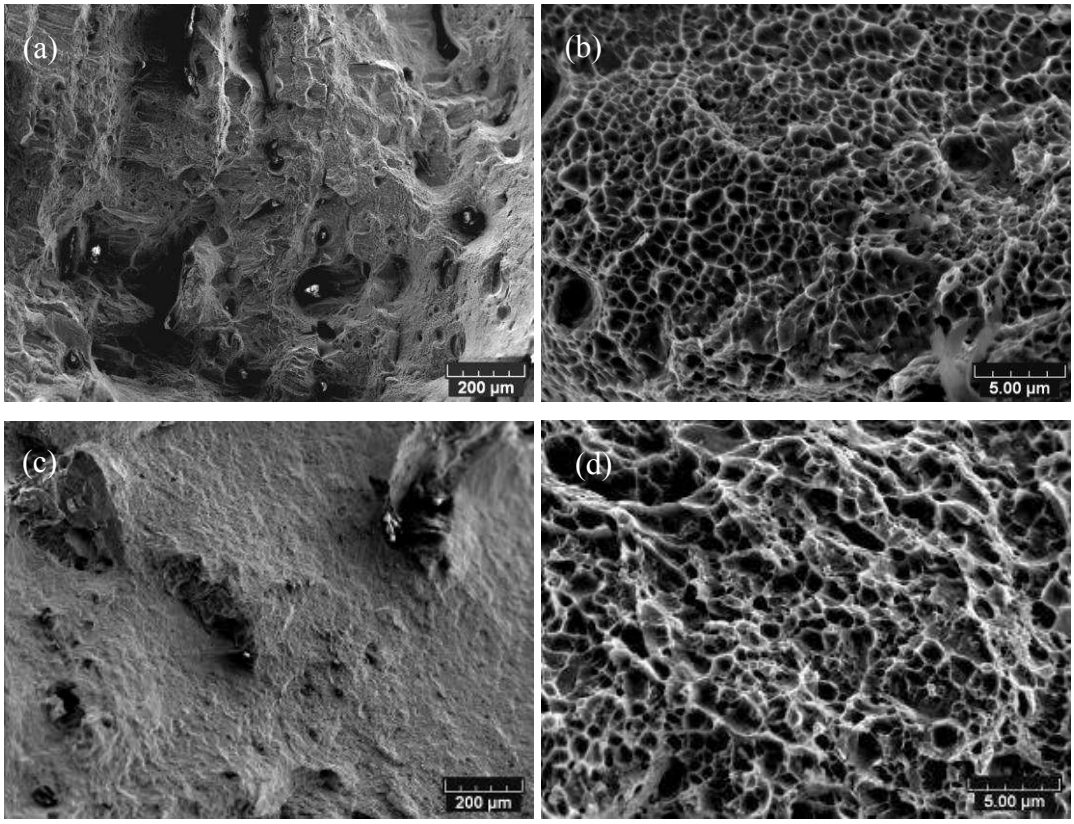


Figure VI.10 Micrographies des surfaces de rupture à la traction (a) Fe/SiC micro, (b) grossissement de l'image a; (c) Fe/SiC nano/micro, (d) grossissement de l'image c.

VI.8 Conclusion

Un renforcement important de la matrice de fer a été atteint par des inclusions de SiC obtenues à partir d'un simple mélange de poudres. Deux poudres différentes, SiC nano/micro et SiC micro, ont été choisies pour étudier l'effet de la taille des particules de renfort. Les principaux résultats obtenus sont les suivants:

(i) En comparant les paramètres de maille avec les valeurs standard on constate que la structure cristalline du fer n'est pas modifiée par l'addition de SiC. Toutefois les pics (110) de diffraction des composites présentent un élargissement et certains pics tel que (200) disparaissent (pour l'échantillon Fe/SiC nano/micro).

(ii) Par suite d'une interaction entre les particules de SiC et la matrice de fer, une modification structurale est observée avec la formation de produits de transformation, perlite et martensite. La présence de grains de Fe nanométriques et de Fe amorphe est aussi observée.

(iii) Par rapport aux échantillons de Fe pur, les échantillons des composites Fe/SiC présentent des résistances bien plus élevées, pour l'éprouvette Fe/SiC micro, avec une résistance ultime à la traction allant jusqu'à 753±49 MPa. Pour l'éprouvette Fe/SiC nano/micro, avec une résistance ultime à la traction allant jusqu'à 764±15 MPa en raison des multi-renforcements.

Références bibliographiques du chapitre VI

[1] D.D. Gu, Y.C. Hagedorn, W. Meiners, G.B. Meng, R.J.S. Batista, K. Wissenbach, R. Poprawe, Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium, Acta Mater., 60 (2012) 3849-3860.

[2] B. Vrancken, L. Thijs, J.P. Kruth, J.V. Humbeeck, Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties, J. Alloy. Compd., 541 (2012) 177-185.

[3] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J.V. Humbeeck, J.P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V, Acta Mater., 58 (2012) 3303-3312.

[4] Z.M. Wang, K. Guan, M. Gao, X.Y. Li, X.F. Chen, X.Y. Zeng, The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting, J. Alloy. Compd., 513 (2012) 518-523.

[5] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, Acta Mater., 60 (2012) 2229-2239.

[6] R.D. Li, Y.S. Shi, Z.G. Wang, L. Wang, J.H. Liu, W. Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, Appl. Surf. Sci., 256 (2010) 4350-4356.

[7] S. Dadbakhsh, L. Hao, Effect of Al alloys on selective laser melting behaviour and microstructure of in situ formed particle reinforced composites, J. Alloy. Compd., 541 (2012) 328-334.

[8] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J.V. Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, Acta Mater., 61 (2013) 1809-1819.

[9] J. Pelleg, Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system, Mater. Sci. Eng. A, 269 (1999) 225-241.

[10] O. Beffort, S. Long, C. Cayron, J. Kuebler, P.A. Buffat, Alloying effects on

microstructure and mechanical properties of high volume fraction SiC-particle reinforced Al-MMCs made by squeeze casting infiltration, Compos. Sci. Technol., 67, (2007) 737-745.

[11] O Yilmaz, S Buytoz, Abrasive wear of Al_2O_3-reinforced aluminium-based MMCs, Compos. Sci. Technol., 61 (2001) 2381-2392.

[12] D.D. Gu, G.B. Meng, C. Li, W. Meiners, R. Poprawe, Selective laser melting of TiC/Ti bulk nanocomposites: Influence of nanoscale reinforcement, Scripta Mater., 67 (2012) 185-188.

[13] D.D. Gu, Y.C. Hagedorn, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Nanocrystalline TiC reinforced Ti matrix bulk-form nanocomposites by Selective Laser Melting (SLM): Densification, growth mechanism and wear behavior, Compos. Sci. Technol., 71 (2011) 1612-1620.

[14] L. Hao, S. Dadbakhsh, O. Seaman, M. Felstead, Selective laser melting of a stainless steel and hydroxyapatite composite for load-bearing implant development, J. Alloy. Compd., 209 (2009) 5793-5801.

[15] S. Dadbakhsh, L. Hao, P.G.E. Jerrard, D.Z. Zhang, Experimental investigation on selective laser melting behaviour and processing windows of in situ reacted Al/Fe_2O_3 powder mixture, Powder Technol., 231 (2012) 112-121.

[16] T.D. Shen, C.C. Koch, K.Y. Wang, M.X. Quan, J.T. Wang, Solid-state reaction in nanocrystalline Fe/SiC composites prepared by mechanical alloying, J. Mater. Sci., 32 (1997) 3835-3839.

[17] S. Kalogeropoulou, L. Band, N. Eustathopoulos, Relationship between wettability and reactivity in Fe/SiC system, Acta Metal. Mater., 43 (1995) 907-912.

[18] X.L. Dong, Z.D. Zhang, Q.F. Xiao, X.G. Zhao, Y.C. Chuang, Characterization of ultrafine c-Fe(C), a-Fe(C) and Fe_3C particles synthesized by arc-discharge in methane, J. Mater. Sci., 33 (1998) 1915-1919.

[19] A. Baltusnikas, R. Levinskas, XRD analysis of carbide phase in heat resistant steels, Mater. Sci., 12 (2006) 192-198.

[20] Y. Nakajima, K. Sakamaki, E. Takahashi, Melting experiments on Fe_3C and FeH_x under high pressures, Earth & Planetary Science (2008) 126-127.

[21] H.A. Davis, in: F.E. Luborsky (Ed.), Amorphous Metallic Alloys, Butterwoths, London, 1983, p. 14.

[22] Q.J. Zhu, S.Y. Qu, X.H. Wang, Z.D. Zou, Synthesis of Fe-based amorphous composite coatings with low purity materials by laser cladding, Appl. Surf. Sci., 253 (2007) 706-7064.

[23] S.H. Yi, K.B. Kim, H.S. Sohn, Fabrication of Fe-based bulk amorphous alloys using hot metal and commercial ferro-alloys, Mater. Trans., 46 (2005) 2237-2240.

[24] M. Das, V.K. Balla, D. Basu, S. Bose, A. Bandyopadhyay, Laser processing of SiC-particle-reinforced coating on titanium, Scripta Mater., 63 (2010) 438-441.

[25] Mark W. Grinstaff, Magnetic properties of amorphous iron, Phys. Rev. B, 48 (1993) 269-273.

[26] M. Xu, M.X. Quan, Z.Q. Hu, Ferromagnetic Fe-based amorphous alloy with high glass-forming ability, J. Mater. Sci. Technol., 17 (2001) 260-262.

[27] V.C. Nardone, K.M.Prewo, On the strength of discontinuous silicon carbide reinforced aluminum composites, Scripta Metall., 20 (1986) 43-48.

[28] W.S. Miller, F.J.Humphreys, Strengthening mechanisms in particulate metal matrix composites, Scrip. Metall. Mater., 25 (1991) 33-38.

[29] M. Taya, K.E. Lulay, D.J. Lloyd, Strengthening of a particulate metal matrix composite by quenching, Acta Metall. Mater., 39 (1991) 73-77.

[30] B. Derby, J.R. Walker, The role of enhanced matrix dislocation density in strengthening metal matrix composites, Scripta Metall., 22 (1988) 529-532.

[31] V.V. Ganesh, N. Chawla, Effect of particle orientation anisotropy on the tensile behavior of metal matrix composites: experiments and microstructure-based simulation, Mater. Sci. Eng. A, 391 (2005) 342-353.

[32] V. Provenzano, N.P. Louat, M.A. Imam, K. Sadananda, On the validation of a strengthening concept, Scrip. Metall. Mater., 24 (1990) 2065-2070.

[33] A. Inoue, Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys, Acta Mater., 48 (2000) 279-306.

[34] M.F. Ashby, A.L. Greer, Metallic glasses as structural materials, Scripta Mater., 54 (2006) 321-326.

[35] A.R. Yavari, J.J. Lewandowski, J. Eckert, Mechanical properties of bulk metallic glasses, MRS Bull., 32 (2007) 635-638.

[36] A. Inoue, Nishiyama N. New bulk metallic glasses for applications as sensing, chemical, and structural materialsm MRS Bull., 2007;32(8):651–8.

[37] A.R. Yavari, A new order for metallic glasses, Nature, 439 (2006) 405-406.

[38] K. Georgarakis, M. Aljerf, Y. Li, A. LeMoulec, F. Charlot, A.R. Yavari, Shear band melting and serrated flow in metallic glasses, Appl. Phys. Lett., 93 (2008) 0319071-0319073.

[39] K. Georgarakis, A.R. Yavari, D. Louzguine, J. Antonowicz, M. Stoica, M. Satta, Atomic structure of Zr-Cu glassy alloys and detection of deviations from ideal solution behavior with Al addition by X-ray diffraction using synchrotron lightin transmission, Appl. Phys. Lett., 94 (2009) 1919121-1919123.

[40] M. Aljerf, K. Georgarakis, D. Louzguine-Luzgin, A. Le Mouleca, A. Inoue, A.R. Yavari, Strong and light metal matrix composites with metallic glass particulate reinforcement, Mater. Sci. Eng. A, 532 (2012) 325-330.

[41] R.X. Zheng, H. Yang, T. Liu, K. Ameyama, C.L. Ma, Microstructure and mechanical properties of aluminum alloy matrix composites reinforced with Fe-based metallic glass particles, Mater. Des., 53 (2014) 512-518

Conclusion Générale et Perspectives

Conclusion Générale et Perspectives

Cette étude avait pour objectif la réalisation d'alliages et de composites in situ à partir de mélange de poudres, au cours du processus d'élaboration de pièces par fusion sélective par laser (SLM).

En premier lieu, les caractéristiques (densité, nature des phases, microstructure et propriétés mécaniques) d'échantillons de fer fabriqués par SLM ont été étudiées en fonction des paramètres d'élaboration. L'influence de la puissance du faisceau laser et de la vitesse de balayage sur ces caractéristiques s'est révélée très importante. Des mécanismes d'auto-renforcement multiples ont été proposés pour expliquer la résistance mécanique élevée des pièces élaborées par SLM en fonction de la taille des grains, de la densité de dislocations et de l'effet d'une seconde phase.

En utilisant des poudres préalliées, un phénomène de texture a été observé dans les pièces préparées par SLM. Des grains allongés/colonnaires se forment dans la direction de construction et la pièce présente donc une résistance à la traction plus élevée dans cette direction.

À partir de poudres mélangées, différentes phases ont été obtenues en contrôlant les paramètres SLM. Un traitement thermique sous vide de l'alliage Fe-Al élaboré in situ a permis d'obtenir des phases FeAl intermétalliques ordonnées. La température du traitement et la durée du maintien influencent les paramètres cristallins, le degré d'ordre et les propriétés mécaniques du matériau.

Les composites à matrice de fer renforcés par des particules de SiC, surtout de taille nano/micro présentent une modification structurale avec la formation de produits d'interaction, perlite et martensite, ainsi qu'une amélioration de la résistance à la traction par comparaison avec le Fe pur. Après traitement thermique, une amélioration de l'allongement est obtenue.

En général, on peut donc conclure que des pièces en alliages et composites avec de

hautes propriétés mécaniques peuvent être réalisées par SLM à partir de poudres métalliques mélangées.

Les résultats de cette thèse pourraient constituer un point de départ pour approfondir la problématique de la réalisation d'alliages et de composites par SLM.

Une évolution des conditions de fabrication, par exemple un préchauffage de la matrice, permettrait vraisemblablement de mieux contrôler encore la microstructure et notamment d'éviter la fissuration des alliages de type Fe-Al.

Il serait intéressant de réaliser des alliages Fe-Al avec des énergies laser plus puissantes et d'étudier l'influence de la puissance laser sur la densité, la microstructure, la nature des phases et les propriétés mécaniques. La réalisation d'alliages in situ par SLM à partir de poudres mélangées avec des proportions différentes (Fe et Al) et la formation des composites Fe/SiC avec des proportions différentes de particules SiC pourraient être étudiées.

Par ailleurs, l'addition de particules céramiques non réactives avec la matrice de fer pour former des composites pourrait être comparée avec le cas de l'addition de particules SiC au niveau de la microstructure et des propriétés mécaniques. Il serait favorable de comprendre les mécanismes de renforcement: par les particules céramiques et/ou par les produits d'interaction.

Liste de publication

Liste de publication

Ce travail de thèse a été valorisé par des publications dans des revues internationales à comité de lecture:

1. **Bo Song**, Shujuan Dong, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet. Fabrication and microstructure characterization of selective laser–melted FeAl intermetallic parts. ***Surface and Coatings Technology***, 2012, 206(22), 4704-4709.
2. **Bo Song**, Shujuan Dong, Christian Coddet. Rapid in situ fabrication of Fe/SiC bulk nano- composites by selective laser melting directly from a mixed powder of microsized Fe and SiC. ***Scripta Materialia***, 2014, 75, 90-93.
3. **Bo Song**, Shujuan Dong, Pierre Coddet, Genshu Zhou, Sheng Ouyang, Hanlin Liao, Christian Coddet. Microstructure and tensile behavior of hybrid nano-micro SiC reinforced iron matrix composites produced by selective laser melting. ***Journal of Alloys and Compounds***, 2013, 579, 415-421.
4. **Bo Song**, Shujuan Dong, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet. Fabrication of NiCr alloy parts by selective laser melting: Columnar microstructure and anisotropic mechanical behavior. ***Materials & Design***, 2014, 53, 1-7.
5. **Bo Song**, Shujuan Dong, Hanlin Liao, Christian Coddet. Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V. ***Materials & Design***, 2012, 35, 120-125.
6. **Bo Song**, Shujuan Dong, Sihao Deng, Hanlin Liao, Christian Coddet. Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting. ***Optics & laser technology***, 2014, 56, 451-460.
7. **Bo Song**, Shujuan Dong, Qi Liu, Hanlin Liao, Christian Coddet. Vacuum heat treatment of iron parts produced by selective laser melting: Microstructure, residual stress and tensile behavior. ***Materials & Design***, 2014, 54, 727-733.

8. **Bo Song**, Shujuan Dong**,** Hanlin Liao, Christian Coddet. Process parameter selection for selective laser melting of Ti6Al4V based on temperature distribution simulation and experimental sintering. ***The International Journal of Advanced Manufacturing Technology***, 2012, 61, 967-974.
9. **Bo Song**, Shujuan Dong, Hanlin Liao, Christian Coddet. Manufacture of Fe-Al cube part with a sandwich structure by selective laser melting directly from mechanical mixed Fe and Al powders. ***The International Journal of Advanced Manufacturing Technology***, 2013, 69, 1323-1330.
10. **Bo Song**, Shujuan Dong, Hanlin Liao, Christian Coddet. Morphology evolution mechanism of single tracks of FeAl intermetallics in selective laser melting. ***Materials Research Innovations***, 2012, 16(5), 321-325.
11. **Bo Song**, Shujuan Dong, Hanlin Liao, Christian Coddet. Characterizations of TiC particle reinforced FeAl composite part fabricated by selective laser melting. ***Materials Research Innovations***, 2014, 18(1), 50-56.
12. Qi Liu, **Bo Song**, Hanlin Liao. Microstructure study on selective laser melting yttria stabilized zirconia ceramic with near IR fiber laser, ***Rapid Prototyping Journal,*** 2014, 20 (15).
13. **Bo Song**, Shujuan Dong, Nour-Eddine Fenineche, Eric Aubry, Thierry Grosdidier, Hanlin Liao, Christian Coddet. Microstructure and magnetic properties of atmospheric plasma sprayed Fe-40Al coating obtained from nanostructured powders. ***Applied Physics A***, 2013, 113, 787-792.
14. **Bo Song**, Shujuan Dong, Pierre Coddet, Bernard Hansz, Thierry Grosdidier, Hanlin Liao, and Christian Coddet. Oxidation Control of Atmospheric Plasma Sprayed FeAl Intermetallic Coatings Using Dry-Ice Blasting. ***Journal of Thermal Spray Technology***, 2013, 22(2-3), 345-351.

Résumé

La fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM), une des techniques de la fabrication additive (AM), permet la production de pièces en trois dimensions (3D) de formes complexes directement à partir de poudres métalliques. Elle présente de nombreux avantages significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication mais se heurte encore à une faible disponibilité des matériaux en poudre.

Le travail effectué dans cette étude a donc consisté à étudier et à développer un nouveau moyen pour réaliser in situ des pièces en alliages et en composites à partir de mélanges de poudres.

Au niveau expérimental le choix s'est porté sur le système Fer-Aluminium et sur un renforcement par des particules de SiC.

Les essais ont permis de constater que dans le processus de fabrication de pièces par SLM la puissance du laser et la vitesse de balayage déterminent au premier chef la densité, la microstructure, la composition de phase et les propriétés mécaniques.

À partir d'un mélange de poudres, des phases intermétalliques ont été obtenues en contrôlant les paramètres SLM. Un traitement thermique ultérieur influence les paramètres cristallins, le degré d'ordre et les propriétés mécaniques des pièces ainsi formées.

Avec l'utilisation de poudres préalliées, un phénomène de texture a été observé prenant la forme de grains allongés/colonnaires orientés dans la direction de construction.

Le renforcement de la matrice de fer par des particules de SiC de différentes tailles conduit à une modification structurale avec la formation de produits d'interaction, perlite et martensite, conduisant à une amélioration de la résistance à la traction par rapport au Fe pur.

***Mots-Clés*:** Fusion sélective par laser; Fabrication additive; Alliage; Mélange de poudres; Fe; Fe-Al; FeAl; Fe-SiC; Microstructure; Phase; Propriétés mécaniques; Traitement thermique

Abstract

Selective laser melting (SLM), as one of the additive manufacturing (AM) technologies, enables the production of three dimensional (3D) complex parts directly from metal powders. It offers many significant advantages compared with traditional manufacturing methods; however it faces a limited availability of powder materials.

The work done during this study consisted in investigating and developing a new way of in situ producing alloys and composites from powder mixtures.

The iron-aluminum system and reinforcement by SiC particles were considered.

Experiments have shown that the laser power and scanning speed primarily determine the density, microstructure, phase composition and mechanical properties in the manufacturing process of SLM parts.

Using pre-alloyed powders, a phenomenon of texture was observed in the form of elongated/columnar grains oriented in the building direction.

Using powder mixtures, intermetallic phases were obtained by controlling the SLM parameters. A heat treatment influences the crystal parameters, the degree of order and the mechanical properties of the formed parts.

The reinforcement of the iron matrix by SiC particles of several sizes leads to a structural change with the formation of interaction products, perlite and martensite, leading to an improvement in tensile strength compared to pure Fe.

Keywords: Selective laser melting; Additive manufacturing; Alloying; Mixed powders; Fe; Fe-Al; FeAl; Fe-SiC; Microstructure; Phase; Mechanical properties; Heat treatment