



HAL
open science

Etude des conditions de fabrication d'alliages d'aluminium élaborés par L-PBF : liens microstructures - propriétés

Nicolas Chambrin

► To cite this version:

Nicolas Chambrin. Etude des conditions de fabrication d'alliages d'aluminium élaborés par L-PBF : liens microstructures - propriétés. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2023. Français. NNT : 2023INPT0051 . tel-04164373

HAL Id: tel-04164373

<https://theses.hal.science/tel-04164373>

Submitted on 18 Jul 2023

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

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



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP)

Discipline ou spécialité :

Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :

M. NICOLAS CHAMBRIN

le jeudi 1 juin 2023

Titre :

Etude des conditions de fabrication d'alliages d'aluminium élaborés par L-PBF : liens microstructures - propriétés

Ecole doctorale :

Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :

Laboratoire Génie de Production de l'ENIT (E.N.I.T-L.G.P.)

Directeurs de Thèse :

M. JOËL ALEXIS

M. OLIVIER DALVERNY

Rapporteurs :

M. ERIC LACOSTE, IUT BORDEAUX

M. GILBERT HENAFF, ENSMA POITIERS

Membres du jury :

MME FABIENNE DELAUNOIS, UNIVERSITE DE MONS, Présidente

M. ERIC ANDRIEU, TOULOUSE INP, Membre

M. ERIC HUG, UNIVERSITE DE CAEN, Membre

M. JEAN-MARC CLOUE, SPINODAL CONSEIL, Invité

M. JOËL ALEXIS, ECOLE NATIONALE D'INGENIEURS DE TARBES, Membre

M. OLIVIER BRUCELLE, RATIER FIGEAC, Membre

M. OLIVIER DALVERNY, ECOLE NATIONALE D'INGENIEURS DE TARBES, Membre

Résumé

La fabrication additive connaît actuellement un réel essor notamment grâce à sa capacité à fabriquer des pièces de géométrie complexe en utilisant la juste quantité de matière. Les alliages d'aluminium sont très largement employés en raison de leur bon compromis densité – résistance mécanique. La combinaison d'un alliage d'aluminium et du procédé L-PBF est donc un bon candidat pour une application aéronautique. Cependant l'influence du procédé sur les caractéristiques des matériaux n'est pas totalement maîtrisée, et la fabrication d'alliages d'aluminium à hautes performances, pour applications structurales, n'en est toujours qu'à ses prémices. L'objectif principal de ces travaux de thèse est une meilleure compréhension du triptyque « procédé – microstructures – propriétés mécaniques » pour cette classe de matériaux. Deux alliages sont évalués : un alliage de fonderie, l'AC-43100 (AlSi10Mg), et un alliage à hautes performances, l'alliage AW-7075 (AlZn5.5MgCu). Ce dernier n'est pas soudable en raison de sa susceptibilité à la fissuration à chaud et est donc considéré comme non imprimable. Pour corriger ce problème, un ajout de zirconium est effectué.

Ce travail s'attache dans un premier temps à déterminer les conditions opératoires pour l'élaboration de pièces denses et à caractériser les défauts observés. Puis, l'influence des conditions de fabrication sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques des deux alliages est étudiée à l'état brut de fabrication. Les caractéristiques sont évaluées selon différents plans d'observation et à différentes échelles (du bain de fusion aux précipités). Ensuite, une étude thermique est réalisée pour déterminer les conditions de traitement permettant d'augmenter les propriétés mécaniques. Le lien entre les évolutions microstructurales et les traitements thermiques effectués est réalisé. Sur cette base, les propriétés mécaniques (traction, résilience, ténacité) des alliages traités sont évaluées et comparées aux propriétés dans l'état brut. Les mécanismes de renforcement et l'évaluation du comportement face à la présence de fissures des deux matériaux sont ainsi mis en avant et comparés.

Abstract

Additive manufacturing is currently experiencing a very fast development thanks to its ability to manufacture parts with complex geometries. Aluminum alloys are widely used because of their good weldability and high strength-to-weight ratio. The combination of aluminum alloys and the laser powder bed fusion (L-PBF) process is therefore a good candidate for aerospace applications. However, the influence of process parameters on materials' characteristics is not yet fully understood. Moreover, manufacturing of high performance aluminum alloys for structural applications is still in its infancy. The main objective is to improve the understanding of the relation: "process - microstructures - mechanical properties". Two alloys are used in this study: a foundry alloy AC-43100 (AlSi10Mg), and a high-performance alloy AW-7075 (AlZn5.5MgCu). The latter is not weldable due to its susceptibility to hot cracking and therefore not directly printable. An addition of zirconium is made to make it manufactured by L-PBF.

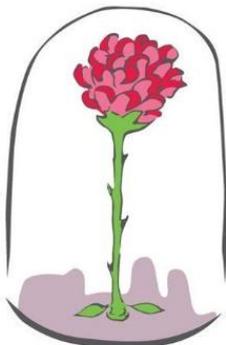
Firstly, this work aims to determine the manufacturing parameters to produce dense parts. Then, the influence of the L-PBF parameters on the as-built characteristics of the two alloys is studied. Microstructural and mechanical properties are evaluated according to different cross-section orientations and at different scales (from melt pool to precipitates). Then, a thermal study is performed to determine the heat treatment conditions allowing an increase of mechanical properties. The link between the microstructure evolutions and heat treatments performed is realized. Finally, the mechanical properties (tensile, impact toughness, toughness) of the heat-treated alloys are evaluated and compared to the properties in the as built state. The comparison was based on microstructural modifications. Strengthening mechanisms and the evaluation of the behavior in the presence of cracks of the two alloys are thus highlighted and compared.

HITZA HITZ

**« C'est le temps que tu as perdu pour ta rose qui fait
ta rose si importante. »**

**« On ne voit bien qu'avec le coeur. L'essentiel est
invisible pour les yeux. »**

Antoine de Saint-Exupéry, *Le Petit Prince*



Remerciements

Voici donc la fin de l'aventure doctorale : l'écriture de la « dernière page ». Cette « dernière page » est pourtant étrangement placée en préambule de ce manuscrit... De nombreux adjectifs peuvent décrire cette aventure ; de mon côté, je trouve l'expression « Marathon couru au sprint » très représentative. De la préparation du dossier CIFRE, en passant par la partie bibliographique et les différentes campagnes expérimentales, tout s'enchaîne et prend forme au moment de la rédaction. Une soutenance, la ligne d'arrivée, vient finalement conclure le tout et nous fait passer de l'autre côté de la clôture.

Le doctorat, expérience aussi bien personnelle (qui ne dit pas « ma thèse » ? – qui n'éprouve pas des sentiments variés et fluctuants ?) que scientifique, est attribué au néo-docteur mais rien n'est possible sans l'aide et l'appui de certaines personnes.

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury pour l'évaluation de mon travail de recherche ainsi que pour les riches discussions qui ont découlées de ma présentation de soutenance. Merci à Fabienne Delaunois d'avoir présidé ce jury avec autant d'enthousiasme (pour une première présidence en France !) et d'avoir notamment apporté une ouverture sur la fabrication additive et les alliages d'aluminium par rapport au monde actuel. Merci à mes rapporteurs, Gilbert Hénaff et Eric Lacoste, d'avoir accepté cette charge supplémentaire et initié les différents échanges aussi bien sur la partie procédé, que métallurgique ou mécanique. Merci à Eric Hug d'avoir apporté une vision différente sur mes travaux grâce à une approche locale. Merci à Eric Andrieu d'avoir amené toute son expérience aux cours des échanges ; chacune de vos réflexions pourrait donner lieu à de nouveaux sujets de recherche. Votre présence chaleureuse le 1^{er} juin a également permis d'assurer une continuité à travers le trio Olivier B. – Jean-Marc – Joël.

Je fais à présent partie de votre communauté (« mes pairs » comme vous êtes introduits dans le serment des docteurs) et suis persuadé que vos noms sur la page de garde de mon manuscrit pourront mettre en valeur ces travaux.

Pour courir au mieux ce marathon doctoral, les meilleurs métronomes sont nécessaires. A mes encadrants, ceux que j'appelle en privé « mes Papas de thèse », Joël, Olivier D. et Olivier B. : un immense MERCI !! Merci de m'avoir accompagné jusque-là, pour tous nos échanges scientifiques ou non, pour votre temps et votre disponibilité malgré les agendas chargés, votre écoute dans les bons moments comme lors d'épisodes plus compliqués. J'ai pu bénéficier d'une liberté (quasi) totale dans les choix et l'organisation de mes travaux, dans l'utilisation des machines, merci donc pour votre confiance et votre bienveillance. J'ai également bien conscience de la chance que j'ai eue de pouvoir présenter mes travaux lors de quatre conférences internationales, que ce soit en visio, en France, en Europe ou bien à l'autre bout du monde. Ce sont des souvenirs et expériences qui resteront gravés très longtemps. Ces quatre

années de relation « Ratier – LGP » initiées en juin 2019 ont pour ma part été très enrichissantes, mais surtout épanouissantes.

Jean-Marc, merci pour tous les échanges que l'on a pu avoir au cours de ces dernières années. Discussions aussi bien scientifiques que non scientifiques, qui m'ont très souvent permis de prendre du recul et d'ouvrir mes connaissances à d'autres milieux industriels (notamment, et évidemment, le nucléaire...), matériaux et procédés. L'essai Charpy, bien que très simple à mettre en œuvre, conserve encore sa zone d'inconnu : comment situer précisément les différents points caractéristiques sur une courbe expérimentale (qui plus est d'aluminium) ?

Pour chaque course, un cadre est défini. Cadre technique et scientifique, mais aussi un cadre collaboratif. Les objectifs scientifiques sont définis dans l'introduction de ce manuscrit ; le second cadre a été défini entre Ratier-Figeac et le LGP.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans le président de Ratier-Figeac, Jean-François Chanut, qui a donné son accord pour le lancement de la première thèse CIFRE de la société. Les procédures ont pu être initiées par la direction technique, qui a suivi (tout comme Sergey Mironets) avec intérêt mes travaux. Je les remercie.

Les suivis contractuels (contrats et CIFRE) et administratifs (voyages notamment) ont respectivement été réalisés par Elisabeth et Isabelle (RH), et par Nelly et Elisabeth (secrétariat BE). Enfin, la poudre de 7A77 n'aurait jamais pu arriver à Tarbes sans l'aide précieuse d'Isabelle. A vous toutes : merci pour gentillesse et votre réactivité.

Je remercie Lucie, Elise, Olivier P. et Olivier R. pour m'avoir intégré rapidement et du mieux possible à l'équipe matériaux lors de mon arrivée. Vous m'avez aidé à apprendre les codes et procédures nécessaires à mon insertion et avez gentiment pris de mes nouvelles lors de mes passages à Figeac.

J'ai également une pensée pour Laurence et Florent du F9 qui ont toujours porté un intérêt certain à l'avancée de ces travaux ainsi qu'à mon ressenti.

Je tiens à remercier Morgane et Yannick pour leur aide et leurs conseils concernant certaines manip, leur expérience, leur bonne humeur, leur philosophie (de salon ?). Bien évidemment, je penserai à présent à vous lorsque je dégusterai un gâteau au chocolat (ou un gâteau basque à la noisette) et un certain cocktail. Vous apportez une ambiance sympathique à l'équipe métal.

Merci également à Jenny, Hélène et Valérie pour l'intérêt qu'elles ont porté à l'avancée de ma thèse ainsi qu'à mon état d'esprit. Merci aussi pour votre bonne humeur et pour les nombreux et divers échanges que nous avons pu avoir. France, Karl, Lionel et Loïc : merci pour l'intérêt que vous avez pu me porter tout au long de cette thèse.

Mes sincères remerciements à Bernard Viguiier pour la gestion administrative au niveau de l'ED SDM.

Merci au secrétariat de la recherche (Cécile, Marie, Eliane, Céline, Erica) de rendre certains aspects de la thèse beaucoup plus simples. En particulier, merci à Cécile et Marie pour leur réactivité concernant les bons de commande et les voyages que j'ai pu effectuer. Il n'a

finalement jamais été aussi simple d'aller au Japon, même quand le déplacement post-Covid dépend d'un visa et d'autres éléments administratifs...

Chantal, Pascal : merci pour votre disponibilité à la bibliothèque et lors de besoins techniques. Zotero et Zoom deviennent plus conviviaux à vos côtés.

Des collaborations avec le CNES (Jean-Michel Desmarres, Nicolas Maillard), ainsi qu'avec la plateforme R. Castaing (Armel Descamps-Mandine) ont respectivement permis de réaliser des cartographies EBSD et des analyses MET. Merci à vous trois pour les résultats obtenus.

Un autre élément essentiel dans une telle course est la présence d'une équipe technique, un soutien qui nous permet de toujours avancer et garder le cap défini. Elle nous accompagne, tous les jours, dans les bons moments comme à travers certaines étapes plus difficiles. Elle est donc à remercier chaleureusement. Nous ne mesurons pas nécessairement la chance que nous avons de pouvoir abuser de votre temps.

Jean-Denis, Nathalie, Guillaume, Amandine : merci pour votre écoute, votre intérêt, votre aide, tous les échanges que nous avons pu avoir. L'atmosphère est plus douce à vos côtés. Enfin, je souhaiterais remercier Jade, soutien infailible depuis mon arrivée à Tarbes. Merci pour ta gentillesse, ton oreille attentive, ta disponibilité et ton efficacité. L'étude de la porosité, le microduromètre, l'organisation des activités extra-métallurgiques n'ont (presque) plus de secret pour nous. Il y a effectivement des collègues qui deviennent des amis, des amis à qui l'on souhaite le meilleur, tout en espérant les conserver dans notre vie pour les années à venir.

Merci aussi à Gladys et Lionel (Technacol) pour leur bonne humeur, leurs rires et les moments que l'on a pu partager. Le TGB et La Mongie resteront évidemment de très bons souvenirs.

Dans cette folle aventure, il reste les compagnons d'entraînement : ceux qui apportent leur expérience et ceux qui la vivent en même temps.

A ceux qui sont passés par là avant moi (Charlotte, Acharf, Robin, Pauline, Marie, Fabio), merci pour vos nombreux conseils et encouragements. On essaye d'éviter certains pièges annoncés par les « anciens » mais la réussite est parfois aléatoire. Robin, nos longs échanges scientifiques ou philosophiques, ainsi que nos fous rires resteront longtemps gravés dans ma mémoire. Pauline, je pense que nous avons quasiment réussi notre mission culinaire puisque l'ensemble des (bonnes) cuisines tarbaises a été testé. Merci pour ta présence, ton soutien et ton écoute à Tarbes et depuis tes terres normandes. Merci pour ton amitié.

Aux doctorants qui ont vécu cette thèse en même temps que moi et qui pour la plupart la termineront après : bon courage pour les (derniers) efforts à fournir avant d'atteindre votre ligne d'arrivée !

Anthony, le sportif fou, merci pour nos discussions interminables, les sorties skis (la carte est bien rentabilisée...) et les très nombreux fous rires qui nous ont permis de nouer des liens sincères. Ton investissement dans chaque activité est remarquable. Antoine (le patriarche),

tu es maintenant capable de snowborder sans te fêler quoi que ce soit (bravo !). Ton sourire (toujours plus grand sur les photos) et ta bonne humeur donnent une formidable pêche que l'on souhaite répandre. *Arigatô gozaimasu* pour tous nos moments d'amitié. Promis, un jour Mario sera supérieur à Luigi. PN, mon binôme (« Tic et Tac » comme nous avons été surnommés), un grand merci pour tout ce que nous avons pu partager depuis ton arrivée en tant que stagiaire. Refaire le monde, avec le combo « Proper – Kilkenny » a été l'une de nos plus grandes spécialités. Ta sensibilité et ton écoute ont fait de toi un réel confident.

Un grand merci à tous les trois pour votre présence. On a tous les quatre tenu « l'hyper-space », à vous de préserver cette ambiance d'entraide, dans laquelle chacun peut s'exprimer et être écouté. J'ai été très heureux à vos côtés et j'espère que l'on gardera l'alchimie amicale que l'on a réussi à créer.

Aux non métallurgistes mais qui complètent parfaitement l'équipe présentée juste au-dessus : un immense merci. Votre présence est essentielle et passer du temps avec vous au labo ou en dehors est un vrai plaisir. Marcela, ta sensibilité, ton charme mexicain et ton énergie débordante rendent les journées très agréables. Avec cette envie, on en déplacerait presque le *Popocatepetl*. Océane, nos discussions sur la thèse ou personnelles ont été très plaisantes. Ta sympathie et tes rires ont notamment rendu notre périple lillois (avec PN) inoubliable. Delphine, merci pour ta bienveillance, ta gentillesse, ton humour et ta légèreté. Bien que nés à un mois d'intervalle, je doute que ce soit la réelle raison de notre très bonne entente. Et enfin Lola, merci pour ta présence, ton regard pétillant et ton sourire toujours prêts à rire, ta sensibilité et ta joie de vivre (merci aussi pour la relecture (même rapide) de ce manuscrit ; peu m'ont proposé de jeter un œil à ce petit pavé). Delphine, Lola, merci pour votre patience au niveau des remontées mécaniques ; je vous laissais juste un peu plus de temps pour contempler la vue...

Je remercie aussi Mathilde, Myriam, Caroline, Mabrouk pour leur bonne humeur et leur intérêt, ainsi que Julien pour les discussions vélo.

J'ai également une pensée pour Emilie et Kristen qui ont apporté quelques éléments à ces travaux de thèse à travers quelques essais de dureté, de traitements thermiques ou par une CAO. Je remercie Eliott pour sa bonne humeur, son éternelle motivation (je pense que tu as bien aidé Robin) et sa chaleureuse présence le jour de ma soutenance. Enfin, Myriam et Pierrick, on a eu beaucoup de chance de vous avoir 6 mois avec nous (et oui, « l'alu se raye à l'ongle... »). Votre légèreté, votre sensibilité et votre humour nous ont permis de tisser de beaux liens.

Je souhaiterais également apporter mes vifs remerciements à ceux qui m'ont donné envie de faire une thèse (Laurence, François (merci Alex Glad pour la création du tutorat recherche à l'ENSMA), Ranier, Mehdi, Véronique Pélosin, Gilbert Hénaff, Carole Nadot, Laurence Chosinski, Jonathan Cormier).

A mes amis de longue date (Doriane, Alex, Clément D. et P., JC, Aymeric, Xavier, Hadrien, Louis, Baptiste, Romain, Saburo), Edith, Sabine et la famille Ayel, la famille Burtin, merci de m'avoir encouragé jusqu'à l'obtention de ce titre : « Dr. Chambrin ».

Mum, Dad : MERCI !! pour notre éducation, pour votre présence, votre soutien et votre écoute depuis le début. On n'a pas forcément choisi les chemins les plus faciles, mais on a toujours été épaulés (et on a surtout toujours su qu'on pouvait l'être), pour avancer, grandir et trouver notre voie. Merci de nous avoir fait voir le Monde afin que l'on puisse découvrir des choses extraordinaires (le 14 avril 2022 par exemple) et mesurer notre chance. Le 1^{er} juin j'ai clôturé un beau chapitre de ma vie, une nouvelle aventure s'ouvre à présent (« pour chaque fin, il y a un nouveau départ », St Ex.).

A ma petite sœur, *Ma Pau*, merci d'avoir toujours été présente et encore plus depuis mon départ à Chassou. Merci pour ta bienveillance, ta sensibilité, tes conseils et notre complicité. Bien que très différents, on a une sacrée capacité à se comprendre sans se parler, ni même se voir. A toi maintenant de terminer ton aventure pharmaceutique. N'oublie pas que « c'est de la folie de haïr toutes les roses parce qu'une épine vous a piqué ».

Nomenclature

Désignation	Signification	Unité
%at	Pourcentage atomique	
%m	Pourcentage massique	
A(%)	Allongement à rupture	%
a	Longueur de fissuration	mm
ATD	Analyse thermique différentielle	
B	Epaisseur de l'éprouvette de ténacité	mm
b	Longueur du ligament restant après entaille (et préfissuration)	mm
CT	Type d'éprouvette de ténacité (<i>Compact Tension</i>)	
CMP	Zone où les cellules sont les plus grossière dans les alliages Al-Si (<i>Coarse Melt Pool</i>)	
D, d_{points}	Distance entre deux points de lasage	µm
D_{relative}	Densité relative	%
DRX	Diffraction des rayons X	
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)	
E	Module d'Young	GPa
e, e_c	Epaisseur de couche	µm
EBSD	Diffraction d'électrons rétrodiffusés (<i>Electron BackScattered Diffraction</i>)	
EDS	Spectroscopie à dispersion d'énergie (<i>Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy</i>)	
E_l	Densité d'énergie linéique	J/m
E_t	Energie déposée	J
E_v, h	Ecart-vecteur	µm
E_{vol}	Densité d'énergie volumique	J/mm ³
FMP	Zone où les cellules sont les plus fines dans les alliages Al-Si (<i>Fine Melt Pool</i>)	
G	Gradient thermique	K/m
GP	Zones de Guinier-Preston	
HAADF	Champ sombre annulaire grand angle (<i>High Angle Annular Dark-Field imaging</i>)	
HIP	Compression isostatique à chaud (<i>Hot Isostatic Pressing</i>)	
HV_x	Dureté ; charge X	
ICPOES	Spectroscopie d'émission optique à plasma à couplage inductif (<i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry</i>)	
IGA	Analyse instrumentale des gaz (<i>Instrumental Gas Analysis</i>)	
J_{ic}	Energie d'initiation de propagation stable d'une fissure	J/m ²

K, K_Q, K_{IC}	Facteur d'intensité de contrainte, ténacité conditionnelle, ténacité en mode I	MPa√m
L	Phase liquide	
MEB	Microscopie électronique à balayage	
MET	Microscopie électronique en transmission	
P	Puissance du laser	W
P	Chargement au cours de de l'essai de traction pour les essais de ténacité	kN
R	Vitesse de solidification	m/s
R_m	Résistance à la traction	MPa
R_{p0,2%}	Limite d'élasticité conventionnelle	MPa
S	Phase solide ; Précipité S-Al ₂ CuMg	
S_{résol}	Incertitude de résolution	
S_{stat}	Incertitude statistique	
STEM	Microscope électronique en transmission à balayage (<i>Scanning Transmission Electron Microscopy</i>)	
T	Précipité Mg ₃₂ (Al,Zn) ₄₉	
T4	Traitement thermique T4 : mise en solution, trempe, maturation	
T5	Traitement thermique T5 : maturation artificielle / vieillissement	
T6	Traitement thermique T6 : mise en solution, trempe, revenu	
T_p	Température de préchauffage de la plateforme	°C
V	Vitesse de balayage	mm/s
v	Déplacement obtenu au cours de l'essai de traction pour les essais de ténacité	mm
W	Distance entre la ligne de charge et le bord de l'éprouvette CT (W = 2 × B)	mm
WD	Distance de travail en microscopie électronique (<i>Working Distance</i>)	
ZAT, HAZ	Zone affectée thermiquement, <i>Heat Affected Zone</i>	
α-Al	Phase α de l'aluminium	
Δm	Incertitude de mesure	
β	Précipité Mg ₂ Si	
η	Précipité MgZn ₂ (ou Mg(Al,Zn,Cu) ₂)	
ρ	Masse volumique	g/cm ³

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Etat de l'art sur les alliages d'aluminium élaborés par L-PBF.....	3
1. Procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre.....	5
1.1. Principe.....	5
1.2. Paramètres importants du procédé.....	5
2. Alliages d'aluminium et procédé L-PBF.....	7
2.1. Alliages d'aluminium.....	7
2.1.1. Les familles d'alliages d'aluminium.....	7
2.1.2. Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	8
2.1.3. Les alliages d'aluminium mis en œuvre en fabrication additive.....	9
2.2. Etat métallurgique des pièces obtenues par procédé L-PBF.....	10
2.2.1. Macrostructure & Microstructure.....	10
2.2.2. Défauts & Santé matière.....	12
3. Alliages d'aluminium Al-Si élaborés par L-PBF.....	18
3.1. Composition chimique.....	18
3.2. Microstructure à l'état brut de fabrication.....	19
3.2.1. Phases en présence.....	19
3.2.2. Microstructure sans préchauffage de la plateforme.....	20
3.2.3. Microstructure avec préchauffage de la plateforme.....	24
3.3. Microstructure après traitements thermiques.....	25
3.3.1. Influence d'un vieillissement artificiel T5.....	26
3.3.2. Influence d'un traitement T4.....	26
3.3.3. Influence d'un traitement T6.....	27
3.3.4. Synthèse.....	27
3.4. Propriétés mécaniques.....	28
3.4.1. Dureté.....	28
3.4.2. Propriétés en traction.....	31
3.5. Synthèse.....	33
4. Alliages d'aluminium Al-Zn-Mg-Cu-Zr élaborés par L-PBF.....	34
4.1. Alliage de base : alliages 7075 et 7050.....	34
4.1.1. Composition chimique.....	34
4.1.2. Traitements thermiques, précipitation et propriétés mécaniques.....	35
4.1.3. Fabricabilité par L-PBF : difficultés et perspectives.....	37
4.2. Composition chimique des alliages modifiés.....	38
4.3. Microstructure à l'état brut de fabrication.....	40
4.4. Microstructure après traitements thermiques.....	43
4.5. Propriétés mécaniques.....	46
4.5.1. Dureté.....	46
4.5.2. Propriétés en traction.....	47
4.6. Synthèse.....	49
5. Conclusion.....	50

Chapitre 2 : Développement et fabrication des alliages de l'étude.....51

1. Alliage de référence : AlSi10Mg	53
1.1. Poudre mise en œuvre.....	53
1.2. Machine et paramètres de fabrication.....	54
1.3. Santé matière du matériau imprimé	55
1.3.1. Masse volumique et taux de porosité.....	55
1.3.2. Composition chimique de la matière imprimée	59
2. Développement d'un nouvel alliage : Al-Zn-Mg-Cu-Zr	61
2.1. Matière première : Ajout de Zirconium à l'alliage Al-7075	61
2.1.1. Poudre fonctionnalisée.....	61
2.1.2. Granulométrie laser de la poudre fonctionnalisée.....	61
2.1.3. Morphologie de la poudre fonctionnalisée.....	62
2.1.4. Analyse chimique de la poudre fonctionnalisée	63
2.2. Détermination des paramètres de fabrication à l'aide de plans d'expériences	64
2.2.1. Méthodologie de développement du plan d'expériences.....	65
2.2.2. Evolution de la masse volumique en fonction des paramètres de fabrication	67
2.2.3. Evolution de la dureté HV _{0,5} en fonction des paramètres de fabrication	69
2.2.4. Santé matière du matériau imprimé sur une plateforme usuelle	71
2.2.5. Effet du nombre d'échantillons sur la plateforme et du relasage.....	84
2.2.6. Synthèse de l'étude paramétrique	90
2.3. Analyse chimique de la matière imprimée.....	92
3. Conclusion	92

Chapitre 3 : Etude microstructurale et mécanique de l'alliage AlSi10Mg.....95

1. Conception et impression des éprouvettes	97
1.1. Conception.....	97
1.2. Impression des différents plateaux.....	98
2. Elaboration à température ambiante.....	99
2.1. Propriétés microstructurales.....	100
2.1.1. Bains de fusion.....	100
2.1.2. Réseau cellulaire	101
2.2. Propriétés mécaniques	103
2.2.1. Dureté.....	103
2.2.2. Propriétés en traction	104
2.2.3. Résilience.....	108
2.2.4. Ténacité.....	112
2.3. Synthèse sur l'élaboration à température ambiante	117
3. Elaboration avec préchauffage de la plateforme	117
3.1. Propriétés microstructurales.....	118
3.1.1. Bains de fusion.....	118
3.1.2. Réseau cellulaire	120
3.1.3. Synthèse	123
3.2. Propriétés mécaniques	124
3.2.1. Dureté.....	124

3.2.2.	Propriétés en traction	125
3.2.3.	Résilience.....	127
3.2.4.	Synthèse	129
3.3.	Evolutions des propriétés en fonction de la hauteur de fabrication	129
3.3.1.	Premiers constats	129
3.3.2.	Evolution des propriétés en fonction du temps de maintien	130
3.3.3.	Evaluation de la température de maintien.....	132
3.3.4.	Etude des transformations de phase (Temps – Température) <i>in situ</i>	132
3.3.5.	Comparaison avec une plateforme non préchauffée	137
3.3.6.	Synthèse	138
3.4.	Synthèse sur l'influence du préchauffage	138
4.	Influence des post-traitements thermiques.....	139
4.1.	Propriétés microstructurales.....	139
4.1.1.	Influence des traitements T4 et T6.....	139
4.1.2.	Influence du traitements T5	142
4.1.3.	Synthèse	143
4.2.	Propriétés mécaniques	144
4.2.1.	Propriétés en traction	144
4.2.2.	Résilience.....	145
4.2.3.	Ténacité.....	146
4.3.	Synthèse sur les post-traitements thermiques	148
5.	Conclusion	148

Chapitre 4 : Etude microstructurale et mécanique de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu...151

1.	Conception et impression des éprouvettes	153
1.1.	Conception.....	153
1.2.	Impression des plateaux.....	153
2.	Propriétés métallurgiques	154
2.1.	Microstructure à l'état brut de fabrication	155
2.1.1.	Microstructure issue d'un lasage simple	155
2.1.2.	Influence du relasage	161
2.1.3.	Synthèse	162
2.2.	Influence des post-traitements thermiques.....	163
2.2.1.	Introduction.....	163
2.2.2.	Transformations de phases et séquence de précipitation	177
2.2.3.	Synthèse sur les post-traitements thermiques	178
2.3.	Synthèse des propriétés métallurgiques	179
3.	Propriétés mécaniques	180
3.1.	Influence de l'orientation de fabrication	180
3.2.	Influence du traitement thermique	185
3.3.	Synthèse des propriétés mécaniques	191
4.	Conclusion	192

Conclusions et perspectives.....	193
-----------------------------------------	------------

Introduction générale

Depuis plusieurs décennies, l'industrie aéronautique cherche à réduire son impact sur l'environnement, notamment ses rejets de CO₂ et de NO_x. Les grands donneurs d'ordre s'appuient sur différents objectifs, tels que : le développement de carburants durables, l'efficacité des infrastructures, des améliorations opérationnelles et des innovations technologiques. Le but est d'atteindre une croissance neutre en carbone d'ici 2050. Afin d'atteindre cet objectif, un intérêt tout particulier est donné à la réduction de la consommation des aéronefs et à la diminution de leur masse. Ces réductions peuvent provenir du développement et de l'utilisation de nouveaux matériaux, dits « éco-efficaces ». L'élaboration de matériaux légers et performants par des procédés permettant l'utilisation d'une juste quantité de matière devient nécessaire. Dans ce cadre-là, les procédés de fabrication additive et les alliages d'aluminium sont de bons candidats.

La fabrication additive, regroupe un ensemble de technologies permettant la fabrication de pièces en trois dimensions à partir d'une pièce conçue numériquement. Les pièces sont alors fabriquées par un ajout successif de matière. Ces nouveaux procédés de fabrication fournissent une liberté géométrique, réduisent les assemblages et la quantité de matière nécessaire à la fabrication. Le procédé de fusion laser sur lit de poudre (L-PBF, « laser powder bed fusion process ») est l'un des procédés les plus développés. Il est largement étudié en raison de sa capacité à produire des pièces de forme complexe, à parois minces et dont la géométrie a été générée par optimisation topologique. Le procédé L-PBF permet à l'heure actuelle l'élaboration de pièces dans un nombre important de nuances métalliques (aluminium, titane, cuivre, nickel, etc.). Cependant, pour inclure une pièce élaborée par fabrication additive dans un aéronef, il est nécessaire de la faire certifier auprès d'instances internationales, l'EASA¹ et la FAA² par exemple. Il est pour cela nécessaire de comprendre en profondeur le procédé en tant que tel et son influence sur les matériaux fabriqués.

Les alliages d'aluminium sont très largement employés dans l'industrie aéronautique car ils présentent un bon compromis densité – résistance mécanique. Ils sont également recyclables, ce qui procure un atout supplémentaire pour leur utilisation. Pour autant, ce ne sont pas les alliages les plus simples à mettre en œuvre par L-PBF en raison de propriétés intrinsèques (forte réflexivité et oxydation rapide par exemple). Les nuances utilisées en fonderie sont les plus employées à l'heure actuelle en raison de leur bonne capacité à l'écoulement. Cependant, leurs propriétés mécaniques restent modérées et rendent leur utilisation peu attractive pour des applications structurales. Pour de telles applications, des alliages d'aluminium dits à « hautes performances » sont recherchés, mais leur élaboration par fabrication additive est plus complexe, notamment par leur susceptibilité à la fissuration à chaud.

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre d'une convention CIFRE (N° 2019/0751) entre la société Ratier-Figeac et le Laboratoire Génie de Production. Ratier-Figeac est une filiale du groupe américain Collins Aerospace qui conçoit et fabrique des systèmes d'hélices, des

¹ : Agence de l'Union européenne pour la sécurité aérienne (*European Union Aviation Safety Agency*)

² : Agence gouvernementale américaine pour l'aéronautique (*Federal Aviation Administration*)

équipements de cockpit et de cabine. Après plusieurs études internes sur l'impression 3D, ces travaux de recherche ont été lancés afin d'améliorer la compréhension du triptyque « procédé – microstructures – propriétés mécaniques ». Deux alliages sont considérés au cours de cette étude : un alliage de fonderie classiquement utilisé, l'alliage AC-43100 (AlSi10Mg), et un alliage de haute performance modifié. Ce dernier est un alliage de la série 7xxx, l'AW-7075 (AlZn5.5MgCu). Sa composition chimique a été modifiée par ajout de zirconium.

Dans le cadre de ce travail, plusieurs verrous ont été définis en lien avec les deux alliages étudiés et le procédé choisi :

- Quelle paramétrie de fabrication permet l'obtention de pièces les plus denses possibles ?
- Quelle est l'influence des conditions de fabrication sur les propriétés microstructurales des pièces imprimées ?
- Quelle est l'influence des post-traitements thermiques sur les transformations de phase et les microstructures résultantes ?
- Quelle est l'influence des conditions de fabrication et des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques ?
- Quels sont les mécanismes de renforcement et comment évaluer le comportement des alliages face à la présence d'entailles ?

Ce manuscrit s'articule de telle manière à apporter des éléments de réponse aux questions présentées ci-dessus.

La première partie dresse un état de l'art du procédé de fusion laser sur lit de poudre et les relations entre certains paramètres de fabrication, les microstructures et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium.

Le deuxième chapitre présente les deux alliages de l'étude et les moyens permettant d'obtenir des paramètres de fabrication optimaux. Pour le plus classiquement utilisé, les paramètres employés sont directement donnés par le fournisseur de la poudre. Au contraire, pour le second, la détermination de paramètres optimaux est nécessaire. Un plan d'expériences est alors élaboré, puis analysé afin de comprendre l'influence des paramètres sur la santé matière des pièces.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude microstructurale et mécanique de l'alliage AlSi10Mg. En premier lieu, l'influence de l'orientation de fabrication sur les différentes propriétés est analysée. Puis, l'effet d'un préchauffage de la plateforme sur les caractéristiques du matériau est caractérisé. Enfin, la recherche d'un traitement thermique permettant l'augmentation des propriétés de l'alliage est menée.

Le dernier chapitre aborde l'étude de l'alliage 7075. Les propriétés métallurgiques à l'état brut de fabrication sont d'abord présentées. Puis, leurs modifications en fonction de divers traitements thermiques sont examinées. Finalement, les propriétés mécaniques sont évaluées dans l'état brut et dans l'état traité.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale et des perspectives ouvrant la voie à de nouveaux axes de recherche et de compréhension.

Chapitre 1 : Etat de l'art sur les alliages d'aluminium élaborés par L-PBF

Procédé L-PBF

Ce chapitre dresse un état de l'art du procédé L-PBF et des liens entre procédé, microstructures et propriétés mécaniques pour les alliages d'aluminium.

Alliages d'aluminium

Al-Si-Mg

La première partie de ce chapitre présente le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre, son principe et les principaux paramètres du procédé.

Al-Zn-Mg-Cu-Zr

Microstructure

La deuxième partie aborde d'un point de vue général les alliages d'aluminium, ainsi que les défauts observés après fabrication.

Propriétés mécaniques

La troisième section porte sur l'état de l'art des alliages Al-Si élaborés par L-PBF. Les microstructures à l'état brut et après traitements thermiques sont présentées et sont liées aux propriétés mécaniques résultantes.

La dernière partie est, quant à elle, axée sur les alliages de la série 7xxx, et plus particulièrement l'alliage 7075. Les raisons relatives à leur difficulté d'impression seront présentées ainsi que les pistes mises en œuvre pour permettre leur élaboration par L-PBF. Une des solutions est développée : elle permet la fabrication grâce à la modification chimique de l'alliage de base. Les propriétés microstructurales et mécaniques de l'alliage 7075 modifié sont enfin présentées.

1. Procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre

1.1. Principe

Le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre ou procédé L-PBF est une technique de fabrication additive qui consiste à agréger par fusion locale les particules d'un lit de poudre à l'aide d'un faisceau laser le balayant. Le faisceau suit une trajectoire préalablement établie au moment de la conception et de la préparation de la fabrication. La construction est effectuée de manière itérative, couche par couche, en suivant une séquence qui se répète jusqu'à l'obtention des pièces désirées. La séquence est la suivante et est illustrée en Figure 1 :

- La plateforme de construction est abaissée pour pouvoir étaler une nouvelle couche de poudre d'une épaisseur prédéterminée ;
- Une couche de poudre, préalablement placée dans un container, est répandue sur la plateforme à l'aide d'un racleur ou d'un rouleau. Lors de l'étalement de la couche de poudre, l'excès tombe dans un réservoir, positionné à l'autre bout de la chambre ;
- La poudre déposée est balayée par le laser qui fait fondre les particules de la zone sélectionnée. Les particules fondues fusionnent et créent une section additionnelle superposée à la couche précédente. Le processus se répète ainsi jusqu'à l'obtention de la pièce finale.

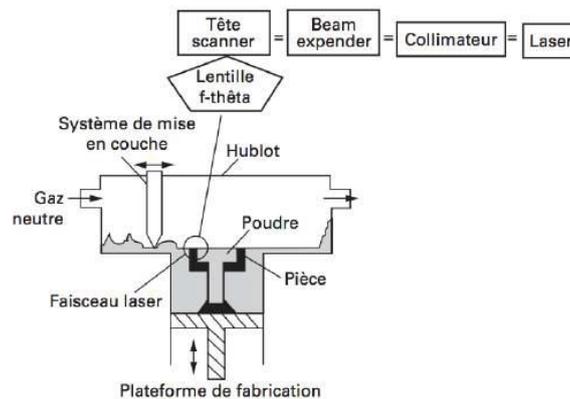


Figure 1 : Schéma de principe du procédé de fusion laser sur lit de poudre (Pillot, 2016).

L'environnement de construction est généralement non-oxydant, maintenu par la présence de gaz inertes (azote ou argon). Les températures de la chambre ou du plateau sont parfois augmentées pour étuver la poudre ou relaxer des contraintes d'origine thermomécanique (Pillot, 2016).

1.2. Paramètres importants du procédé

En raison des interactions entre le laser et les particules de poudre métallique, le procédé L-PBF met en jeu une combinaison de nombreux phénomènes : physique et thermique (changements de phases), métallurgique (diffusion), mécanique (contraintes résiduelles par gradient thermique) et hydrodynamique (convection du bain de fusion). Ces interactions sont également fonction de l'environnement du bain de fusion : le bain peut être en contact avec de la poudre, ou avec le matériau solidifié et densifié, ou encore avec une combinaison des deux

ce qui conditionne le scénario de transfert thermique (Galy, 2019). Ainsi, pour fabriquer des pièces denses, proches des dimensions souhaitées avec un bon état de surface et présentant de bonnes propriétés mécaniques de nombreux paramètres sont modifiables. Les principaux sont donnés ci-dessous :

Nature et propriétés de la poudre. Il est important d'assurer une bonne densité et homogénéité du lit de poudre avant le passage du laser. Pour ce faire, les distributions en taille et en forme de la poudre utilisée doivent être étudiées. La taille des grains de poudre détermine l'épaisseur de la couche maximale. Balbaa *et al.* observent une densité relative maximale de 99 % avec une poudre grossière et moins de 95 % avec une poudre fine (Balbaa *et al.*, 2021). Ils attribuent cette variation à la teneur élevée en oxygène, à l'épaisseur élevée de la couche de poudre effective et à la faible densité de remplissage du lit de poudre de la poudre fine. Cependant, une répartition granulométrique de type Gaussienne et une morphologie de particules la plus sphérique possible permettent d'assurer une bonne densité du lit de poudre dans le cas général. Dans la plupart des cas, les poudres sont élaborées par atomisation et n'ont pas une granulométrie homogène. Lorsque les particules n'ont pas les mêmes tailles, des hétérogénéités de fusion peuvent apparaître lors du passage du laser. Les propriétés physico-chimiques, telles que la coulabilité, le point de fusion, la conductivité thermique ou la composition chimique sont également importantes car elles participent fortement à la qualité du dépôt et de l'interaction poudre-laser. Enfin, les conditions de stockage sont également à prendre en compte puisqu'elles influent sur les taux d'oxygène et sur la couche d'hydroxyde à la surface de la poudre. Ce dernier point est d'autant plus vrai pour les alliages d'aluminium (Cordova *et al.*, 2020; Weingarten *et al.*, 2015).

Le système laser. Sa première caractéristique est sa source. Pour les métaux, les lasers solides sont généralement utilisés (Nd: YAG ou Yb: YAG). La puissance du faisceau émis est une donnée essentielle dans les procédés de fabrication additive. Elle est néanmoins fortement liée au mode d'émission (mode continu ou pulsé), à la taille du point (définie comme étant la taille du faisceau laser sur le lit de poudre) et au système optique utilisé (collimateur, lentille, etc.) (Pillot, 2016; Sow *et al.*, 2020).

Stratégie de fabrication. Les modes et les paramètres de fabrication influencent la qualité des pièces fabriquées. Ces termes sont larges et englobent un certain nombre de sous-paramètres.

- L'étape de mise en couche est l'une des étapes les plus importantes du procédé. L'épaisseur de couche correspond à l'épaisseur d'une tranche du modèle CAO 3D du produit. Elle influence directement la résolution dans la direction de construction Z de la pièce finale, le phénomène d'escalier et la durée de fabrication. Des couches fines améliorent la résolution en épaisseur (notamment par une rétractation après fusion plus faible que pour des couches épaisses), la régularité de la surface mais elles augmentent le temps de construction (Calignano, 2018).
- L'intervalle de balayage h ou l'écart vecteur E_v correspond, pour la stratégie de remplissage, à l'espacement entre deux passages de laser consécutifs (Figure 2).
- La vitesse de lasage est définie comme la vitesse à laquelle le faisceau balaye une ligne sur le lit de poudre. Le déplacement du faisceau est assuré par la rotation de miroirs.

- Un des paramètres généralement utilisé est la densité d'énergie volumique E_{vol} (ou parfois surfacique) car elle traduit, au moins au premier abord, la densité d'énergie transmise au lit de poudre par le faisceau laser. Cette densité est définie à partir d'autres grandeurs : la puissance laser P (en W), l'écart vecteur E_v (en μm), la vitesse de balayage V (en mm/s) et l'épaisseur de couche e_c . Son expression est la suivante :

$$E_{vol} = \frac{P}{E_v * e_c * V} \quad (1)$$

Pour obtenir la densité surfacique, il convient de multiplier la densité d'énergie volumique par l'épaisseur de couche.

Stratégie de lasage. Il existe une multitude de stratégie de lasage : zigzag, zigzag croisée, damier, etc. (Figure 2). La stratégie croisée implique un angle entre les traits laser entre deux couches successives. Concernant la stratégie en damier, l'alternance d'orientation des traits de laser se fait par îlots et non d'une couche à l'autre. Le schéma obtenu sur chaque couche est alors un « damier », dont les cases sont de l'ordre de quelques millimètres. Ces stratégies permettent de limiter l'anisotropie des propriétés mécaniques. De plus, lorsque la stratégie est en damier, les contraintes résiduelles sont limitées.

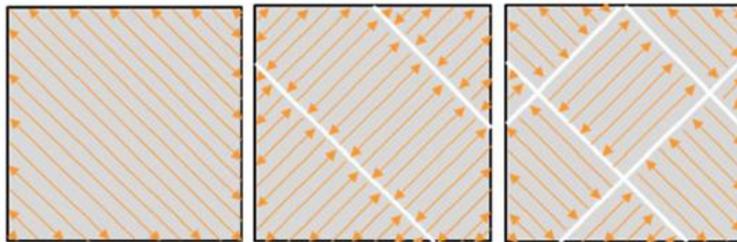


Figure 2 : De gauche à droite : stratégie en zig-zag, stratégie en bande et stratégie en damier (B. Liu et al., 2019).

La machine de fabrication doit être utilisée de sorte que toute pièce fabriquée puisse l'être de manière efficace et économique. La stratégie de construction regroupe également les choix d'orientation des pièces, leur nombre, leur position et leur supportage sur le plateau.

2. Alliages d'aluminium et procédé L-PBF

2.1. Alliages d'aluminium

2.1.1. Les familles d'alliages d'aluminium

L'aluminium Al est présent naturellement à la surface de la Terre, sous forme combinée dans différents minéraux. Il est généralement extrait de la bauxite, roche caractérisée par sa forte teneur en alumine Al_2O_3 . C'est un corps simple, malléable et ductile, de faible masse volumique ($2,7 \text{ g/cm}^3$), très oxydable (auto-passivation immédiate par oxydation) et donc résistant à la corrosion. Cet élément est également un très bon conducteur, aussi bien thermique qu'électrique. Sa structure cristallographique est cubique à faces centrées et sa température de

fusion est de 660 °C. Les propriétés de l'aluminium pur peuvent être améliorées par ajout d'éléments d'alliage, le rendant davantage performant pour des applications de types automobiles ou aéronautiques. Les éléments d'alliage utilisés pour former des alliages à base d'aluminium sont principalement le cuivre, le magnésium, le manganèse, le silicium, l'étain et le zinc.

Les alliages sont classés en deux familles : les alliages de fonderie et les alliages corroyés. Chacune de ces familles est subdivisée en deux catégories pour leur capacité à durcir par traitement thermique en fonction des éléments d'alliages (Develay, 1992; Jacob, 2001; Vargel, 2010). Compte-tenu de l'essor du développement des nuances d'alliages d'aluminium dédiées à la fabrication additive, l'« Aluminum Association » a développé un système d'enregistrement des alliages, connu sous le nom de "Purple Sheets " (Rometsch *et al.*, 2022; Smith *et al.*, 2019; Svendsen, 2019).

2.1.2. Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les traitements thermiques sont définis comme étant des « opérations intentionnelles destinées à adapter aux conditions de mise en œuvre ou d'emploi les caractéristiques des pièces en les soumettant à des cycles thermiques appropriés en phase solide ». La modification de la structure physico-chimique de l'alliage peut être destinée à optimiser les propriétés mécaniques (Desalos, 2004). Trois familles de traitements thermiques sont utilisées pour ce qui concerne les alliages d'aluminium :

- **Les traitements dits d'homogénéisation** consistent à maintenir à une température assez élevée et pendant un temps relativement long les pièces. Ils permettent de façon générale la dissolution de phases intermétalliques en excès, l'ajustement des concentrations dans la solution solide, la coalescence de phases intermétalliques déjà présentes et la précipitation de nouvelles phases intermétalliques (Develay, 1986);
- **Les traitements d'adoucissement** par restauration ou recuit de recristallisation ont pour objectif d'améliorer ou de régénérer la plasticité d'un alliage donné. « Les traitements de restauration correspondent à une amélioration du réseau du métal écroui ». Les traitements de recuit de recristallisation conduisent à la naissance de nouveaux cristaux (Develay, 1986) ;
- **Les traitements de trempe structurale** assurent un durcissement dit structural. Le durcissement structural, ou durcissement par précipitation, correspond à la formation contrôlée d'une ou plusieurs secondes phases au sein d'une solution solide. Il est obtenu à la suite d'un ensemble de traitements thermiques sur des alliages initialement biphasés. La première étape du durcissement structural consiste en une mise en solution, à une température supérieure au solvus, au cours de laquelle les éléments d'alliage sont remis en solution solide par diffusion (dissolution des précipités grossiers dans la matrice d'aluminium). Ces derniers sont répartis de manière aléatoire dans la solution solide α . La seconde étape consiste en un refroidissement suffisamment rapide (trempe) pour maintenir les éléments en solution solide sursaturée dans un état métastable. Enfin, un traitement de revenu (vieillessement artificiel) est effectué. Ce dernier permet la précipitation de fines particules de seconde phase de manière homogène dans la matrice, et ainsi d'assurer un retour à l'équilibre. Cette ultime étape est réalisée à une température intermédiaire entre l'ambiante et la température de mise en solution, pendant un

temps plus ou moins long. Elle permet de contrôler la taille et la distribution des particules durcissantes (Dubost & Sainfort, 1991).

2.1.3. Les alliages d'aluminium mis en œuvre en fabrication additive

Les alliages d'aluminium sont très largement utilisés dans l'industrie puisqu'ils offrent un bon compromis entre résistance mécanique et masse volumique. La plupart des alliages peuvent facilement être mis en forme par les procédés conventionnels (fonderie, corroyage). Toutefois, leur fabrication par procédé L-PBF est confrontée à plusieurs difficultés telles que (Aversa *et al.*, 2019; J. Zhang *et al.*, 2019) :

- La mauvaise fluidité de la poudre d'aluminium, qui induit la formation d'agglomérats lors de l'étalement et ainsi des épaisseurs de couches irrégulières (Aboulkhair *et al.*, 2017) ;
- La réflectivité du laser par la poudre, qui peut atteindre 91 %, et la très bonne conductivité thermique des alliages d'aluminium (Galy *et al.*, 2018; X. P. Li *et al.*, 2017) ;
- L'oxydation rapide de l'aluminium et la formation d'un film d'oxyde en surface, pouvant favoriser la formation de porosités (Olahanmi *et al.*, 2015; Tang & Pistorius, 2017);
- La forte absorption d'humidité par la poudre et les très différentes valeurs de solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium liquide et solide (Weingarten *et al.*, 2015) ;
- Le coefficient thermique élevé et le large intervalle de solidification de certains alliages, pouvant engendrer de fortes contraintes résiduelles lors de la solidification rapide et donc de potentielles fissures (C. Li *et al.*, 2018; Lorusso *et al.*, 2020) ;
- La possible fluctuation de composition par évaporation de certains éléments d'alliage à faible température d'évaporation (Klassen *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020).

Compte-tenu de ces contraintes, les alliages d'aluminium principalement étudiés en fabrication additive sont des alliages de la famille Al-Si largement utilisés en fonderie (série 4xxx). En particulier, les alliages de composition proche de celle de l'eutectique sont les plus étudiés (AlSi10Mg, AlSi12Mg, AlSi7Mg) (Aboulkhair *et al.*, 2019; Aversa *et al.*, 2019; Kempen *et al.*, 2012; H. Rao *et al.*, 2016; Suryawanshi *et al.*, 2016). Ces alliages, de compositions riches en silicium, présentent une bonne fluidité, une conductivité thermique élevée, un faible taux d'expansion thermique et une excellente coulabilité (Kotadia *et al.*, 2021). Le silicium, présent sous forme de particules en raison de sa faible solubilité dans l'aluminium, est responsable de l'absorption laser (Sercombe & Li, 2016).

Les alliages de fonderie ne sont pas ceux utilisés pour des applications de haute performance ; les alliages corroyés sont davantage employés pour ces applications. Cependant, les alliages des séries 2xxx (Al-Cu), 5xxx (Al-Mg), 6xxx (Al-Si-Mg) et 7xxx (Al-Zn-Mg) sont difficilement fabricables par L-PBF car une fissuration à chaud se produit au cours de la solidification (intervalle de solidification important, coefficient d'expansion thermique élevé, mauvaise fluidité de la phase liquide) (Mauduit *et al.*, 2017). Des développements sont actuellement en cours et portent en partie sur la modification de la composition chimique du matériau de base par l'ajout d'éléments d'addition (Ag, Ti, Si, Sc, Zr) (Dai *et al.*, 2022). Les alliages les plus connus sont l'A20XTM (Al-Cu-Mg-Ag-Ti) développé par Aeromet, le Scalmalloy® (Al-Mg-Mn-Sc-Zr) développé par Airbus Group Innovations et l'alliage 7A77

(Al-Zn-Mg-Cu-Zr) développé par HRL Laboratories (Kotadia *et al.*, 2021; J. H. Martin *et al.*, 2017; Spierings *et al.*, 2016).

2.2. Etat métallurgique des pièces obtenues par procédé L-PBF

2.2.1. Macrostructure & Microstructure

D'un point de vue élémentaire, les pièces en alliage d'aluminium et fabriquées par L-PBF, pourraient être représentées par un empilement de « cordons de soudure ». Cependant, la dimension des bains de fusion/cordons de soudure et les vitesses de balayage diffèrent entre la FA et le soudage. En effet, au cours du procédé L-PBF, les particules de poudre sont fondues localement par absorption d'énergie et les changements d'état solide-liquide permettent une connexion métallurgique entre les bains de fusion adjacents et les couches précédemment fondues et re-solidifiées. La densification s'effectue à deux niveaux : au niveau de la couche supérieure lasée, ainsi qu'entre la nouvelle couche et le matériau préalablement solidifié (Aboulkhair *et al.*, 2014). Comme dans le cas du soudage, il existe, en plus de la zone fondue, une zone affectée thermiquement qui se situe autour des bains de fusion. En effet, le lit de poudre absorbe l'énergie puis diffuse la chaleur. Le matériau préalablement solidifié et non refondu joue le rôle de dissipateur thermique : il subit ainsi un traitement thermique subséquent à sa solidification.

La morphologie de surface de chaque couche dépend du recouvrement et de la mouillabilité des bains. La forme de ces bains de fusion dépend, quant à elle, de leur tension de surface et de la densité de puissance (B. Zhang *et al.*, 2013). La forme et l'écoulement de liquide ainsi que la taille de la zone fondue sont fonction de la puissance mise en jeu. A faible puissance, la refusion du matériau déjà solidifié ainsi que la mouillabilité sont faibles. Une augmentation de la puissance augmente la fluidité du bain de fusion et donne lieu à des caractéristiques géométriques du bain plus favorables à la densification du lit de poudre. L'augmentation de l'énergie incidente accroît la température de la matière fondue, engendrant alors la diminution de sa viscosité. De plus, pour augmenter la capacité d'écoulement du bain de fusion, il est possible de diminuer la vitesse de lasage. Les bains sont alors plus larges car ils tendent à s'écouler sur la matière sous-jacente (Aboulkhair *et al.*, 2014). La profondeur du bain de fusion est quant à elle, gouvernée par la puissance laser et l'absorptivité du matériau (Aboulkhair *et al.*, 2017) (Figure 3).

A l'examen micrographique, les bains de fusion ne semblent pas toujours continus, en raison principalement de variations de la forme et de la profondeur. En effet, aux points correspondant au début et à la fin d'un passage du laser, il y a formation d'un bain plus profond par accumulation de chaleur. Dans le cas d'une stratégie unidirectionnelle, les bains sont aisément identifiables sur les vues supérieures, latérales et en coupe (Figure 3). La Figure 3 montre un empilement en forme « d'écailles » caractéristiques du procédé de fabrication (Thijs *et al.*, 2013). La taille des bains de fusion peut alors être mesurée : la largeur est environ égale à 170 μm (longueur de recouvrement égale à 65 μm) et la profondeur est d'environ 110 μm . Ces valeurs sont similaires dans le cas d'une stratégie bidirectionnelle. De même, Rao *et al.* ont également mesuré la largeur et la profondeur des bains de fusion dans le cas d'une stratégie bidirectionnelle avec une rotation de 90° entre deux couches successives, et pour deux températures de plateforme différentes (35 °C et 200 °C) (H. Rao *et al.*, 2016). La largeur d'un

bain de fusion est ici d'environ 100-105 μm (taux de recouvrement égal à 50 %) et la profondeur d'un bain est de 100 μm . Dans ce cas, il n'y a pas d'effet de la température de plateforme au niveau macrostructural, et une refonte partielle d'environ 70 μm a lieu (épaisseur de couche de 30 μm). Ainsi, les deux auteurs trouvent une profondeur de pénétration similaire pour des densités d'énergie volumique et linéique également similaires.

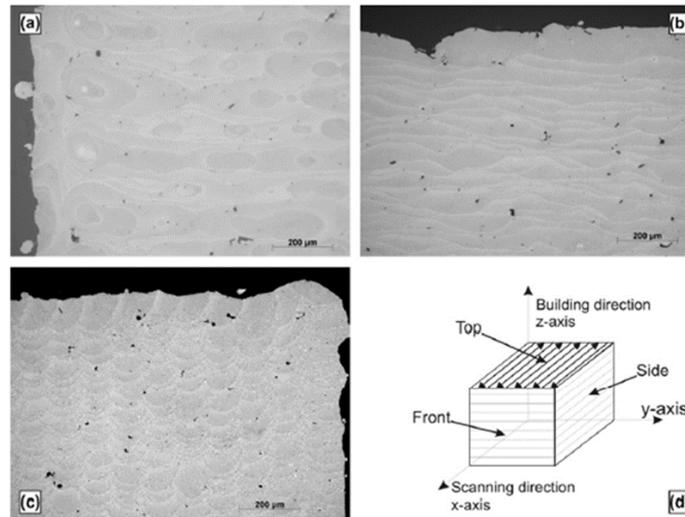


Figure 3 : Macrostructure de l'alliage AlSi10Mg élaboré par L-PBF. Vues (a) de la face supérieure (top), (b) de la face latérale (side) et (c) en coupe (front) pour (d) une stratégie unidirectionnelle – AlSi10Mg (Thijs et al., 2013).

La stratégie de balayage joue aussi un rôle sur l'empilement des bains de fusion : l'empilement en forme « écailles » est alors modifié comme cela peut être observé en Figure 4.

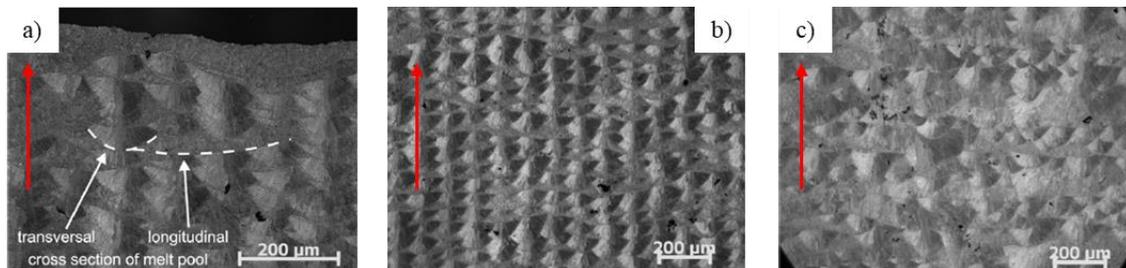


Figure 4 : Effet de différentes stratégies de balayage sur la macrostructure : (a) rotation de 90°, (b) stratégie en îlots et (c) stratégie en îlots avec décalage entre couches – AlSi10Mg (Thijs et al., 2013).
Flèche rouge = direction de fabrication.

La microstructure obtenue est une microstructure particulière qui évolue au sein des bains de fusion. Elle dépend de la valeur et de la direction des gradients thermiques au bord du bain en mouvement et elle est répétée de manière similaire pour chaque passage du laser (Thijs et al., 2013). Le mode de solidification et la finesse de la structure dépendent du gradient thermique G et de la vitesse de solidification R (vitesse de croissance). G est une fonction du temps et de l'espace et sa valeur est évaluée à 10^6 K/m. R dépend de la vitesse de déplacement de la source de chaleur, de l'angle entre la direction de déplacement de la source et la direction de croissance du matériau se solidifiant. Le rapport G/R détermine la stabilité du front de solidification et donc le mode de solidification. Lorsque la valeur du rapport passe d'élevée à

faible, les structures consécutives obtenues sont plane, cellulaire, colonnaire dendritique et dendritique équiaxe. Le produit $G \times R$ détermine quant à lui la finesse de la structure. Plus il est élevé plus la structure est fine. Ce produit est défini comme la vitesse de refroidissement : il donne donc une mesure de la longueur de diffusion des solutés des phases se formant au cours de la solidification.

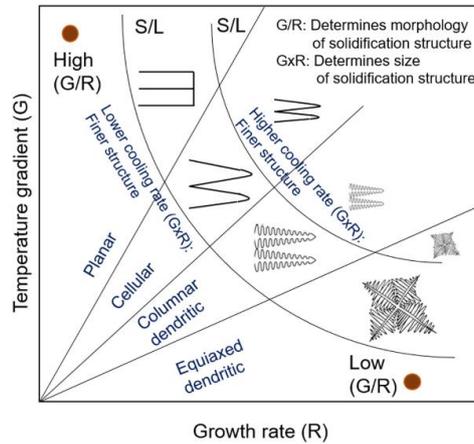


Figure 5 : Effet du gradient de température (G) et de la vitesse de croissance sur la morphologie et la taille des grains (Kotadia *et al.*, 2021; Stefanescu, 2002).

La source de chaleur étant en mouvement, G et R varient au sein du bain de fusion. Ils sont les plus élevés sur la ligne centrale et diminuent en se dirigeant vers les bords du bain. La vitesse de croissance est même nulle aux bords puisque le mouvement du laser est perpendiculaire à la direction du transfert thermique. Puisque G et R varient, le mode de solidification et la finesse de la structure varient également. Cependant, G et R fluctuent de la même manière, il n'y a donc pas de changement du mode de solidification. En revanche, le produit $G \times R$ varie de manière significative : il en est de même pour la finesse.

Lorsque le mode de solidification cellulaire est activé, les matériaux cubiques, tels que les alliages d'aluminium, sont connus pour faire croître préférentiellement leurs cellules le long de la direction cristallographiques $\langle 001 \rangle$. De plus, à chaque couche, les bains de fusion se forment au-dessus de la matière déjà solidifiée et, la chaleur s'écoulant radialement, les grains croissent vers le centre des bains de fusion. Cela génère ainsi une texture morphologique, associée à la texture cristallographique (Thijs *et al.*, 2013). L'étude de la section perpendiculaire d'un bain de fusion simple montre une structure fibreuse $\langle 100 \rangle$ et plus précisément une texture $\langle 100 \rangle$ demi-cylindrique autour de la direction de balayage. Dans les zones où la direction $\langle 100 \rangle$ du substrat est orientée le long de la direction du flux de chaleur (autour de la ligne centrale), les grains peuvent croître épitaxialement. Près des bords du bain, de nouveaux germes sont formés et une croissance compétitive apparaît (Thijs *et al.*, 2013).

2.2.2. Défauts & Santé matière

Les cycles thermiques à fort gradients induits par la fusion/solidification de nouvelles couches de poudre et l'accumulation de chaleur dans la pièce engendrent des défauts inhérents aux procédés de fabrication additive. Ceci est d'autant plus vrai compte-tenu des propriétés physico-chimiques des alliages d'aluminium. Galy *et al.* les ont regroupés selon quatre

catégories : porosité, pertes d'éléments d'alliage, oxydation et fissuration à chaud (Brennan *et al.*, 2021; Galy *et al.*, 2018).

• **Porosité**

La porosité est le défaut majeur en fabrication additive notamment pour les alliages d'aluminium. La taille et la forme des pores sont en général caractéristiques du phénomène l'ayant engendré. C'est également un indicateur de la santé matière des pièces car ils affectent leurs performances. Certains pores, dits « macro-pores », peuvent aisément être source de fissuration. Les « micro-pores » peuvent aussi être source de fissure, notamment après traitements thermiques, au cours desquels ils ont tendance à coalescer pour former des macro-pores. Deux catégories de pores sont classiquement définies :

- Les pores dits « métallurgiques » ont pour origine soit l'absorption des gaz présents dans la chambre de fabrication ou dissous dans les particules de poudre (N, H, O), soit l'évaporation d'éléments. Ils sont sphériques et de taille inférieure à 100 µm, et sont parfois appelés « pores hydrogène ».
- Les pores « défauts du procédé » résultent de paramètres inadéquats. Ils sont de formes irrégulières et de taille supérieure à 100 µm. Ils sont, par exemple, associés à des particules non fondues (Aboulkhair *et al.*, 2014; H. Rao *et al.*, 2016).

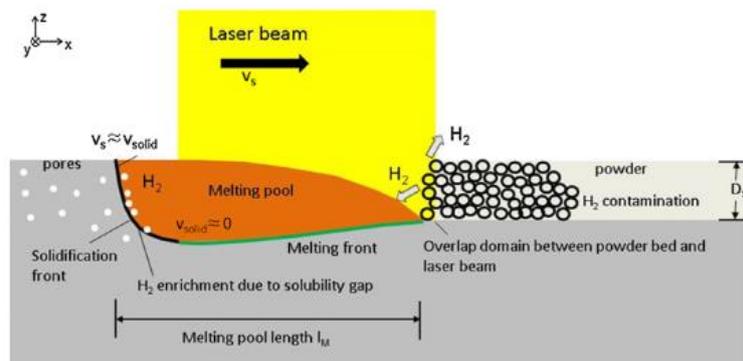


Figure 6 : Schématisation de la zone d'interaction entre le laser et la poudre. Principe de formation des pores « métallurgiques » par piégeage d'hydrogène (Weingarten *et al.*, 2015).

Les causes de porosité sont multiples pour les alliages d'aluminium : les paramètres du procédé, la présence d'impuretés dans et sur les particules de poudre, la faible absorption de l'énergie laser par l'aluminium, les problèmes de mouillabilité entre l'aluminium solide et liquide, les conditions atmosphériques dans la chambre de fabrication et les phénomènes d'évaporation d'éléments chimiques (Brennan *et al.*, 2021; Galy *et al.*, 2018).

Concernant l'influence des paramètres procédé, la densité d'énergie volumique influence fortement le taux de porosité (ou densité) des pièces (Figure 7). Une diminution de la densité d'énergie volumique (puissance faible ou écart-vecteur et vitesse importants) peut engendrer une fusion incomplète de la couche de poudre et favorise la formation de pores irréguliers (Aboulkhair *et al.*, 2014; Read *et al.*, 2015). Aboulkhair *et al.* proposent d'utiliser des écarts vecteurs compris entre 50 et 100 µm (Aboulkhair *et al.*, 2014). A l'inverse, l'augmentation de la densité d'énergie entraîne la formation de porosités sphériques (Galy *et al.*, 2018). Dans les deux études, une augmentation de la densité d'énergie volumique

s'accompagne de la formation de pores de type « défauts du procédé ». Il convient de noter qu'un même taux de porosité peut être obtenu avec différents paramètres et engendré par différents types de pores. Read *et al.* ainsi que Olakanmi ont respectivement donné une plage optimale d'énergie comprise entre 50-60 J/mm³ et 60-75 J/mm³ (Olakanmi *et al.*, 2015; Read *et al.*, 2015).

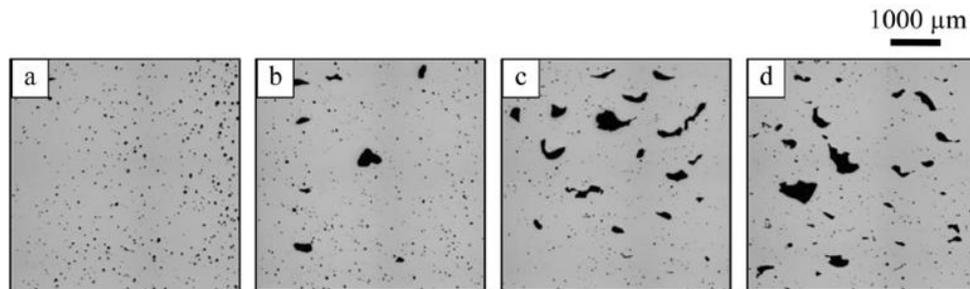


Figure 7 : Effet de l'évolution de la vitesse de balayage et de l'écart vecteur sur la porosité. (a) 250 mm/s, (b) 500 mm/s, (c) 750 mm/s et (d) 1000 mm/s – AlSi10Mg (Aboulkhair *et al.*, 2014).

Weingarten *et al.* ont déterminé la composition des gaz présents dans les pièces fabriquées : l'hydrogène est présent à 96 % (Weingarten *et al.*, 2015). Les pores sphériques des pièces seront donc par la suite appelés pores H (hydrogène). Deux sources d'hydrogène sont recensées : l'hydrogène présent sous forme de couche hydratée à la surface des particules de poudre (source prédominante générée lors du stockage ou de la manutention) et l'hydrogène piégé dans les particules (notamment au cours de l'atomisation) (Cordova *et al.*, 2020; Weingarten *et al.*, 2015). Les auteurs estiment que la quantité d'hydrogène dans la matière fondue peut être jusqu'à 50 fois supérieure à la solubilité du dihydrogène dans l'aluminium liquide pur à la température de fusion. Ainsi, si des atomes d'hydrogène restent dans le bain de fusion, il y a alors nucléation et croissance de pores. Afin de réduire la couche hydratée à la surface des poudres, Weingarten *et al.* proposent deux méthodes. La première consiste à effectuer un « séchage externe » de la poudre. Pour des températures de 90 °C ou 200 °C, la densité de pores de dihydrogène diminuent de 35 et 50 % respectivement, en comparaison avec la poudre non séchée (Weingarten *et al.*, 2015). Li, X.P. *et al.* observent la même tendance avec un chauffage à 100 °C de la poudre pendant 1 h (X. P. Li *et al.*, 2016b). Cette technique est limitée par la température de frittage de la poudre qui entraîne une agglomération de celle-ci. La seconde méthode consiste à « sécher » les particules de poudre au cours du procédé de fabrication : chaque couche est balayée deux fois par le faisceau laser (stratégie « *pre-sintering* ») ; une énergie plus faible est utilisée à la première passe pour obtenir un léger frittage sans passage à l'état liquide. L'augmentation de la vitesse de balayage permet une diminution du temps de croissance et de la concentration d'hydrogène piégé grâce à un dégazage. La densité de pores H diminue donc bien.

Les traitements thermiques effectués sur les pièces fabriquées vont également avoir une influence sur la taille et le nombre de pores gazeux. En effet, si la formation de pores est le résultat d'hydrogène piégé, alors le chauffage de la pièce fabriquée va augmenter la pression au sein des pores gazeux, ce qui peut aller jusqu'à déformer plastiquement le réseau cristallin d'aluminium. La taille de ces pores va donc augmenter (X. P. Li *et al.*, 2016b; Mauduit *et al.*, 2019) (Figure 8).

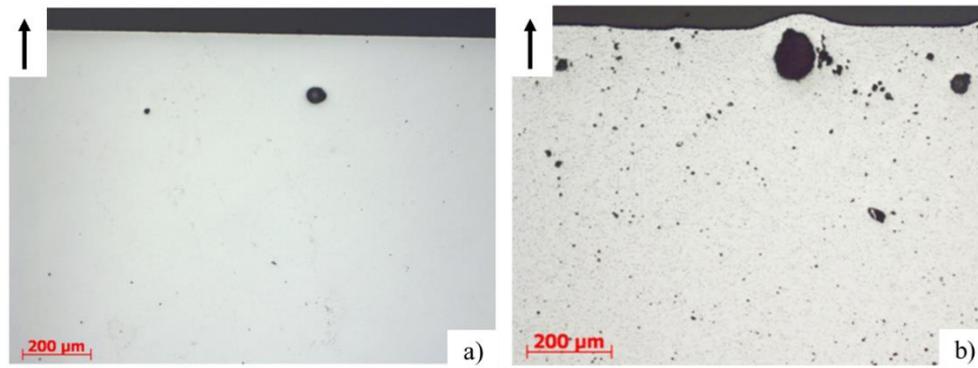


Figure 8 : Modification de la porosité entre l'état (a) brut et (b) traité T6 – AlSi7Mg0,6 (Mauduit et al., 2017).

Lorsque la puissance et l'écart vecteur sont fixés, toute augmentation de vitesse engendre une augmentation, un pic puis une diminution de la densité des pièces fabriquées. Lorsque l'écart vecteur et la vitesse sont fixés, l'augmentation de la puissance provoque une augmentation, puis une stagnation et enfin une diminution de la densité. Quelle que soit la température de la plateforme, la puissance (resp. la vitesse) affecte de manière importante la formation de porosités aux plus hautes vitesses (resp. aux plus basses puissances) (Figure 9) (H. Rao et al., 2016) .

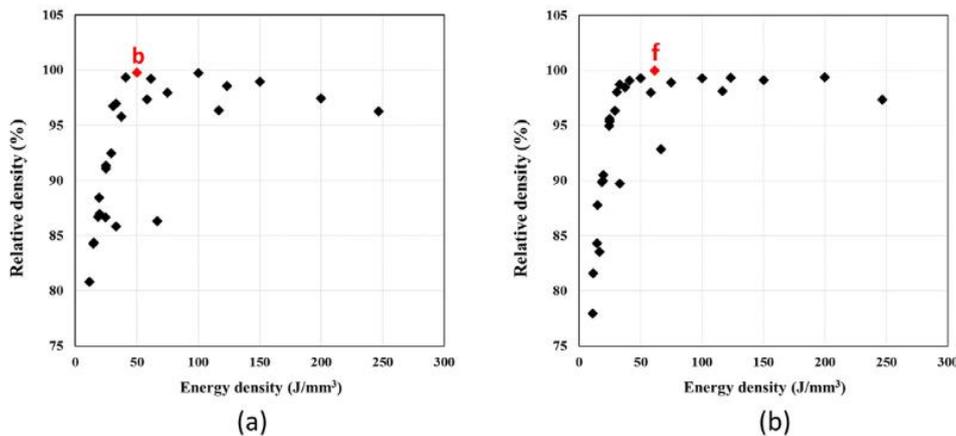


Figure 9 : Evolution de la densité relative en fonction de Evol pour deux températures de préchauffage, (a) 35 °C et (b) 200 °C. Les points rouges représentent le maximum pour chaque cas – AlSi7Mg0,6 (H. Rao et al., 2016).

Puisque l'empilement des bains de fusion est influencé par la stratégie de balayage, la densité est elle aussi une fonction de la stratégie employée. Thijs et al. ont mesuré la densité relative pour différentes stratégies (Thijs et al., 2013). Les résultats sont les suivants :

Stratégie de balayage	Masse volumique relative (%)
Unidirectionnelle	99,0
Bidirectionnelle	98,9
Bidirectionnelle et relasage à 90°	99,4
En îlots (5 × 5 mm ²)	98,2

Tableau 1 : Evolution de la densité en fonction de la stratégie de balayage utilisée – AlSi10Mg (Thijs et al., 2013).

Rao *et al.* ont donné les paramètres optimaux dans le cas d'une stratégie bidirectionnelle, avec une rotation de 90° entre deux couches successives et pour deux températures de préchauffage (H. Rao *et al.*, 2016). Les paramètres sont regroupés dans le Tableau 2.

Température de préchauffage (°C)	35	200
Epaisseur de couche e (μm)	30	
Ecart-vecteur E_v (μm)	100	
Puissance P (W)	300	370
Vitesse V (mm/s)	2 000	
Densité d'énergie volumique E_{vol} (J/mm^3)	50	62

Tableau 2 : Paramètres optimisés pour une densité relative maximale – AlSi7Mg0,6 (H. Rao *et al.*, 2016).

Enfin, la mise en œuvre d'un relasage au cours de la fabrication des pièces semble diminuer le taux de porosité. Liu, B. *et al.* ont mesuré une augmentation de la densité relative de 2,6 % après relasage (B. Liu *et al.*, 2019). Aboulkhair *et al.* ont également obtenu une réduction de la porosité irrégulière grâce à une fusion laser en deux temps : le premier balayage (« *pre-sintering* » joue le rôle de frittage et le second permet la fusion complète des particules de poudre (Aboulkhair *et al.*, 2014). Dans certaines conditions ($e = 40 \mu\text{m}$, $E_v = 50 \mu\text{m}$, $P = 100 \text{ W}$, $V = 500 \text{ mm/s}$ ($E_{\text{vol}} = 100 \text{ J}/\text{mm}^3$)), ils obtiennent une densité relative de $99,77 \pm 0,08 \%$.

- **Perte d'éléments d'alliage**

La perte d'éléments d'alliage apparaît par une évaporation générée par une forte surchauffe du bain de fusion (Altıparmak *et al.*, 2021; Wei *et al.*, 2015). En raison de l'énergie incidente élevée, les éléments les plus volatiles atteignent leur point de vaporisation. Dans ce cas, un écart de composition par rapport à l'état initial apparaît, ce qui va réduire les performances de l'alliage considéré (Kaufmann *et al.*, 2016; J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020; P. Wang *et al.*, 2017). La perte de certains éléments, comme le magnésium ou le zinc, ne va pas seulement réduire le renforcement par solution solide et par précipitation mais va aussi diminuer la stabilité des bains de fusion et le développement granulaire. Pour contrôler la perte des éléments au cours du procédé, Zhang *et al.*, pensent qu'il est nécessaire de bien évaluer la densité d'énergie volumique, qui est selon eux le paramètre clef (J. Zhang *et al.*, 2019). Malgré la perte de certains éléments par évaporation ou éjection, la composition finale du matériau après fusion reste conforme à la spécification de l'alliage dans la majorité des cas.

- **Oxydation**

La couche hydratée présente à la surface des particules de poudre est susceptible de réagir avec l'aluminium au cours du procédé de fabrication et de former des oxydes et des hydroxydes (X. P. Li *et al.*, 2016b). L'oxygène résiduel dans la chambre de fabrication peut également réagir pour former des oxydes ou bien être capté par l'écoulement turbulent à la surface du bain de fusion (Louvis *et al.*, 2011). De plus, les films d'oxydes se formant sur les bords des bains de fusion diminuent la mouillabilité et le recouvrement des bains adjacents. Ces phénomènes peuvent induire une diminution de la densité. Ces films d'oxyde présents à la

surface supérieure des couches solidifiées peuvent être brisés sous l'action du laser et du brassage du bain de fusion (Figure 10). Les résidus de ces films sont alors retenus et englobés dans le matériau solidifié formant des inclusions d'oxydes.

Afin d'éviter les phénomènes d'oxydation, il convient de sécher les particules de poudre avant la mise en place de la fabrication, de maintenir une pression partielle d'oxygène dans la chambre de fabrication la plus faible possible et d'utiliser une puissance laser suffisante (200 W) (Thijs *et al.*, 2013; J. Zhang *et al.*, 2019).

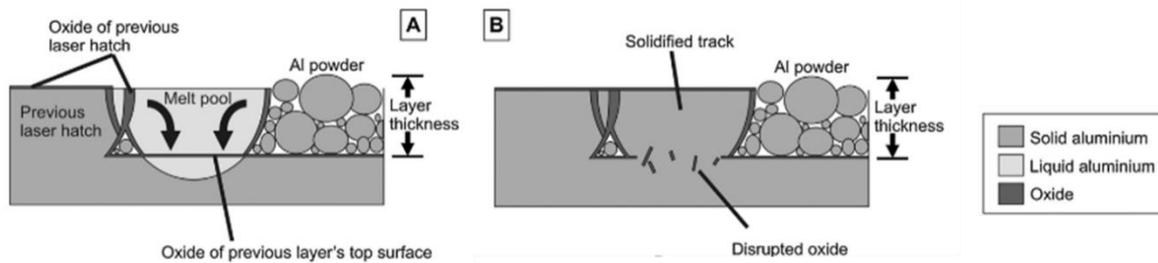


Figure 10 : a) Convection de Marangoni au sein du bain de fusion, b) rupture de la couche d'oxyde et solidification du bain de fusion (Louvis *et al.*, 2011).

• Fissuration

La fissuration est un défaut qui apparaît généralement au cours de la solidification ou bien lors du refroidissement. Dans la littérature sur le soudage laser, les mécanismes de fissuration sont classiquement regroupés en deux catégories : la fissuration à chaud et la fissuration à l'état solide.

La fissuration à chaud se produit au cours de la solidification et résulte de la présence d'un film liquide piégé aux espaces interdendritiques. Le retrait de matière par contraction thermique au moment de la solidification et les déformations de traction qui en résultent provoquent le développement de fissures. Cette fissuration à chaud peut elle-même être divisée en deux sous-catégories : fissuration de solidification et fissuration par liquation. Le premier type se produit, au cours de la solidification au sein de la zone fondue, le long des joints de grains dans les derniers instants de la solidification (Figure 11) (Kou, 2003). La fissuration par liquation apparaît dans des zones partiellement fondues, proches des zones de fusion et généralement aux joints de grains. Différents critères de sensibilité à la fissuration existent : le critère basé sur l'intervalle de solidification, le critère de Sindu Kou et le critère RDG (« Rappaz, Drezet, Gremaud ») (Kou, 2015; Rappaz *et al.*, 1999). La fissuration à chaud dépend de la composition de l'alliage considéré, de l'intervalle de solidification, de la microstructure (structure granulaire colonnaire/équiaxe, désorientation des joints de grains), de la teneur en gaz dissous, de la mouillabilité solide/liquide et du procédé (Galy *et al.*, 2018).

La fissuration à l'état solide se produit, quant à elle, sans la présence d'un film liquide : des intermétalliques fragiles se forment le long des joints de grains, ce qui entraîne une perte de ductilité et parfois une fissuration sous l'effet de contraintes internes.

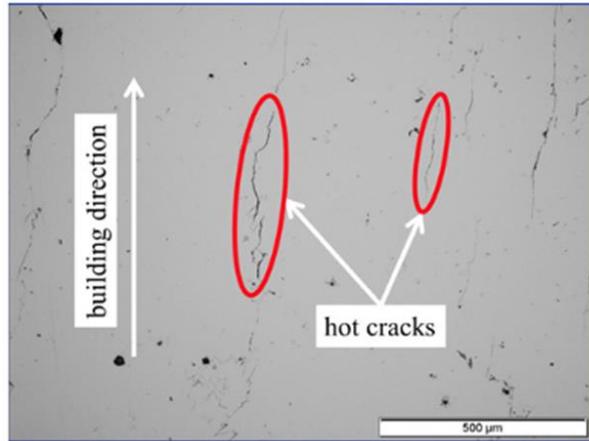


Figure 11 : Fissuration à chaud d'un alliage EN AW 7075 élaboré par L-PBF (Kaufmann *et al.*, 2016).

Différentes approches ont été étudiées pour réduire la susceptibilité à la fissuration de certains alliages (Aversa *et al.*, 2019) :

- Réduire le gradient thermique en préchauffant la plateforme de fabrication (Kaufmann *et al.*, 2016; Mertens *et al.*, 2018) ;
- Modifier le processus de solidification par la réduction de l'intervalle de solidification (Aversa *et al.*, 2018; Montero-Sistiaga *et al.*, 2016) ;
- Contrôler la solidification par la formation d'un agent nucléant (Al_3Sc , Al_3Zr , Al_3Ti , $Al_3Ta...$) (Galera-Rueda *et al.*, 2021; A. Martin *et al.*, 2022; J. H. Martin *et al.*, 2017, 2020; Mertens *et al.*, 2020; Opprecht *et al.*, 2020; Otani & Sasaki, 2020).

3. Alliages d'aluminium Al-Si élaborés par L-PBF

3.1. Composition chimique

Les alliages de fonderie les plus couramment utilisés en L-PBF appartiennent au groupe des alliages à durcissement structural Al-Si-Mg. L'ajout de silicium dans la composition chimique de l'alliage permet d'améliorer la coulabilité, et donc de diminuer le risque de criques de fonderie. De plus, le diagramme d'équilibre montre que la différence de température entre le liquidus et le solidus de ce type d'alliage est faible pour des teneurs en silicium inférieures et proches de 12,6 %m de Si, ce qui facilite leur traitement (Aboulkhair *et al.*, 2019). Le silicium est insoluble dans l'aluminium solide au-dessous de 277 °C (Vargel, 2010).

Des différences de composition massique ont été observées sur un alliage AlSi10Mg entre la composition des particules de poudre et celle de la matière fabriquée : il existe une légère baisse de la teneur en Si et une diminution d'environ 40 % de la teneur en Mg par rapport à la valeur initiale de la poudre « fraîche » (Aboulkhair *et al.*, 2014; Mauduit *et al.*, 2019). La perte de magnésium est attribuée à son évaporation au cours de la fabrication puisque c'est l'élément dont la température d'évaporation et sa tension de vapeur saturante sont les plus faibles. Les débris, ou scories, conséquences du balayage laser sont eux davantage riches en Si et Mg par rapport à la valeur initiale. Il y a donc un accord entre la composition de la poudre neuve avec celles des scories et des pièces fabriquées (Tableau 3).

Echantillon	Al (%m)	Si (%m)	Mg (%m)
Poudre « fraîche »	88,85	10,67	0,48
Poudre recyclée	88,60	10,90	0,49
Matériau imprimé	89,37	10,35	0,28
Débris	85,8	13,00	1,10

Tableau 3 : Composition chimique des poudres et du matériau massif élaboré par L-PBF – AlSi10Mg (Aboulkhair *et al.*, 2014).

3.2. Microstructure à l'état brut de fabrication

3.2.1. Phases en présence

Dans l'état brut de fabrication, sans préchauffage de la plateforme de construction, les phases détectées sont la solution solide d'aluminium et le silicium. Les diagrammes de diffraction sont identiques quelle que soit la section (Figure 12) (H. Rao *et al.*, 2016). Une texture semble se dégager, selon la direction $\langle 001 \rangle$. Rao *et al.* perçoivent également un léger pic de diffraction correspondant à la phase $Mg_2Si(220)$ (H. Rao *et al.*, 2016). Ainsi, il est supposé qu'à la suite du refroidissement rapide, il existe une solution solide riche en aluminium sursaturée avec présence des phases Si et Mg_2Si .

Lorsque la température de la plateforme est augmentée à 200 °C, la figure de diffraction obtenue est légèrement différente (Figure 12) : les pics de diffraction de la phase Si ((220) et (111)) et de Mg_2Si ont une intensité plus élevée. Ainsi, la teneur de la phase Si augmente et celle de la solution solide diminue. On observe également un décalage vers les angles de diffraction plus faibles pour les pics correspondant aux plans Al(200) et Al(111). Il est donc supposé qu'avec un préchauffage à 200 °C, une certaine quantité d'atomes de Si a précipité en dehors de la matrice d'aluminium. Ces atomes sont susceptibles de réagir avec les atomes de magnésium pour former la phase Mg_2Si . Il semble donc y avoir un vieillissement artificiel à cette température de préchauffage au cours de la fabrication (H. Rao *et al.*, 2016).

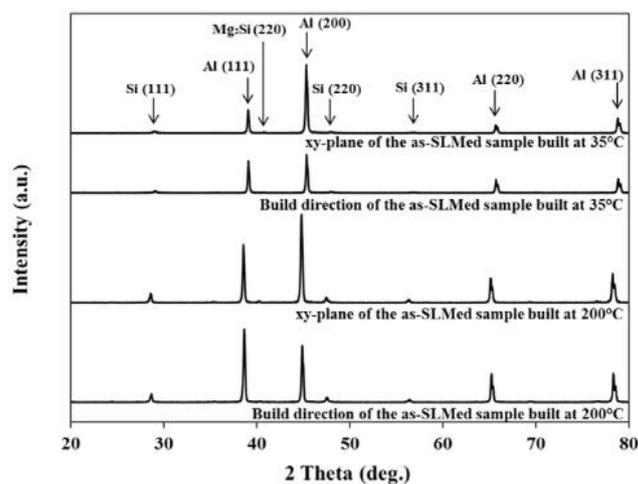


Figure 12 : Diagrammes de diffraction (DRX) de l'alliage AlSi7Mg0,6 obtenu par L-PBF, fabriqué à 35 °C et à 200 °C (H. Rao *et al.*, 2016).

3.2.2. Microstructure sans préchauffage de la plateforme

Le procédé L-PBF, basé sur la fusion locale d'un petit volume de poudre, est considéré comme un procédé de solidification rapide puisque les vitesses de solidification sont estimées entre 10^3 et 10^8 K/s (X. P. Li *et al.*, 2015). Ces vitesses, associées aux différents cycles thermiques internes au cours de la fabrication, engendrent des caractéristiques métallurgiques particulières ; par exemple : la formation de solutions solides très sursaturées, la génération de contraintes résiduelles, une croissance épitaxiale qui prend forme à partir des couches sous-jacentes et qui induit une croissance directionnelle, un traitement thermique du matériau déjà solidifié qui peut engendrer des transformations de phase.

L'histoire thermique des pièces élaborées par L-PBF contrôle donc la formation des microstructures. Au cours du procédé, le matériau subit des transferts thermiques directionnels, fait face à de forts gradients thermiques et subit des transferts thermiques internes (entre bains de fusions adjacents et entre couches). De plus, la pénétration du laser fait fondre plusieurs couches à chaque passage. Ainsi, le matériau, à un endroit donné du volume imprimé, a été refondu plusieurs fois et a subi différents cycles thermiques.

La section suivante vise à décrire la microstructure des alliages Al-Si élaborés par L-PBF à l'état brut de fabrication. Cette caractérisation s'effectue à différentes échelles.

• Microstructure cellulaire

Le procédé L-PBF engendre une première structure d'empilement de bains de fusion (Figure 3). Ces bains présentent une structure longitudinale ou bien en « écailles de poisson » dans les sections XY et XZ respectivement. Chaque bain est lui-même constitué d'une structure cellulaire, hétérogène, dont la taille et la forme évoluent en fonction de la position au sein du bain de fusion (Figure 13 – a et Figure 14) (Casati *et al.*, 2018; Kim *et al.*, 2016; B. Liu *et al.*, 2019; H. Rao *et al.*, 2016; J. H. Rao *et al.*, 2017; Thijs *et al.*, 2013). Les cellules sont composées principalement de phase α -Al, entourée par un réseau d'eutectique, riche en silicium, qui forme des joints de cellules (Figure 13 – b). Trois zones cellulaires coexistent, indépendamment de la section observée :

- Une structure cellulaire très fine (MP fine) localisée au centre des bains de fusion (Figure 13 – a et Figure 14). Les cellules sont les plus fines ; leur diamètre vaut environ $0,4 \mu\text{m}$ (Tableau 4) (Santos Macías *et al.*, 2020; Thijs *et al.*, 2013) ;
- Une structure cellulaire dite « grossière » positionnée à la frontière du bain de fusion. Dans cette zone, les cellules présentent un diamètre compris entre $0,5$ et $0,7 \mu\text{m}$ (Tableau 4) (Santos Macías *et al.*, 2020; Thijs *et al.*, 2013) ;
- Une zone affectée thermiquement (ZAT ou HAZ) localisée à la frontière entre deux bains de fusion adjacents. Le réseau intercellulaire riche en silicium est partiellement rompu par grossissement de la phase Si, formant même des particules plus ou moins rondes. Il est supposé que cette ZAT provienne d'une structure cellulaire fine qui a été affectée par la chaleur issue de la fusion de la couche supérieure et du bain adjacent (Delahaye *et al.*, 2019).

La zone à cellules très fines représente la majeure fraction du bain de fusion (88 % de la hauteur d'un bain (Santos Macías *et al.*, 2020). La transition entre les cellules très fines et les cellules plus grossières s'effectue à environ $7 \mu\text{m}$ de la frontière du bain de fusion (Delahaye *et al.*, 2019; Santos Macías *et al.*, 2020). Les cellules plus grossières occupent environ 9 % de la

surface d'un bain de fusion. Les 3 derniers pourcents sont occupés par la ZAT. Il semblerait que la taille de cette dernière dépende de la vitesse de balayage (Delahaye *et al.*, 2019). L'effet des paramètres du procédé sur la taille de la microstructure peut être évalué en utilisant les équations de Rosenthal et Matyja (Delahaye *et al.*, 2019; Matyja, 1968; D. Rosenthal, 1941; Tang *et al.*, 2016).

Les vitesses de refroidissement très importantes induisent la formation d'une solution solide sursaturée après fabrication. Dans l'état brut de fabrication, la concentration de silicium dissout dans l'aluminium a été estimée à 4 %m (Marola *et al.*, 2018; J. H. Rao, Zhang, Zhang, Wu, *et al.*, 2019).

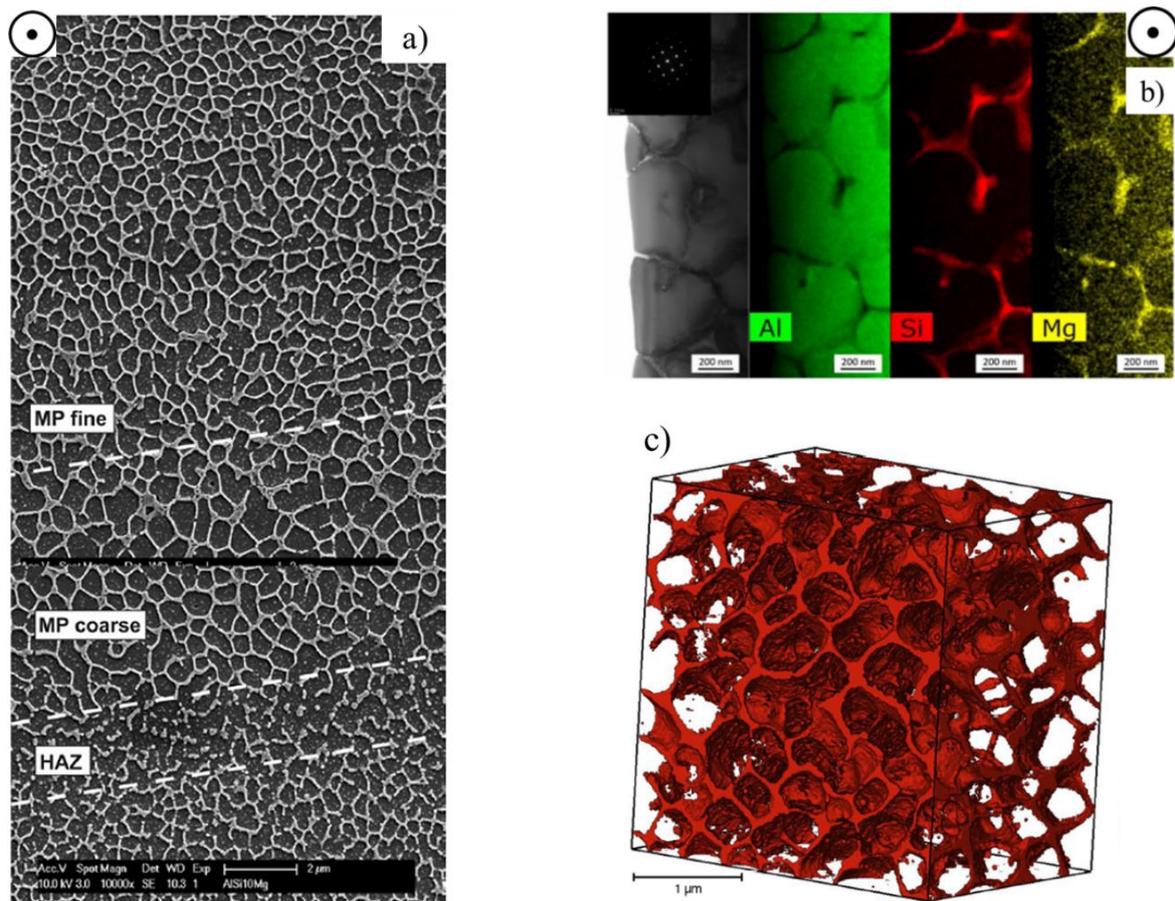


Figure 13 : Microstructure de l'alliage AlSi10Mg dans une section XY à l'état brut de fabrication, a) évolution de la structure cellulaire au niveau d'une jonction entre deux bains (Thijs *et al.*, 2013), b) images STEM et EDS dans la direction <001> montrant les distributions d'aluminium, de silicium et de magnésium (J. H. Rao *et al.*, 2017) et c) tomographie FIB/MEB ($3,5 \times 3,4 \times 2,5 \mu\text{m}^3$) de la phase riche en silicium dans une zone à cellules fines (Santos Macías *et al.*, 2020).

Analyse	Diamètre cellules fines (μm)	Longueur cellules fines (μm)	Diamètre cellules grossières (μm)	Longueur cellules grossières (μm)
2D - MEB	$0,32 \pm 0,06$	$1,66 \pm 0,36$	$0,53 \pm 0,06$	$1,65 \pm 0,26$
3D - FIB/MEB	0,37		0,50	

Tableau 4 : Mesure de la taille des cellules α -Al pour une fabrication sans préchauffage de la plateforme (Santos Macías *et al.*, 2020).

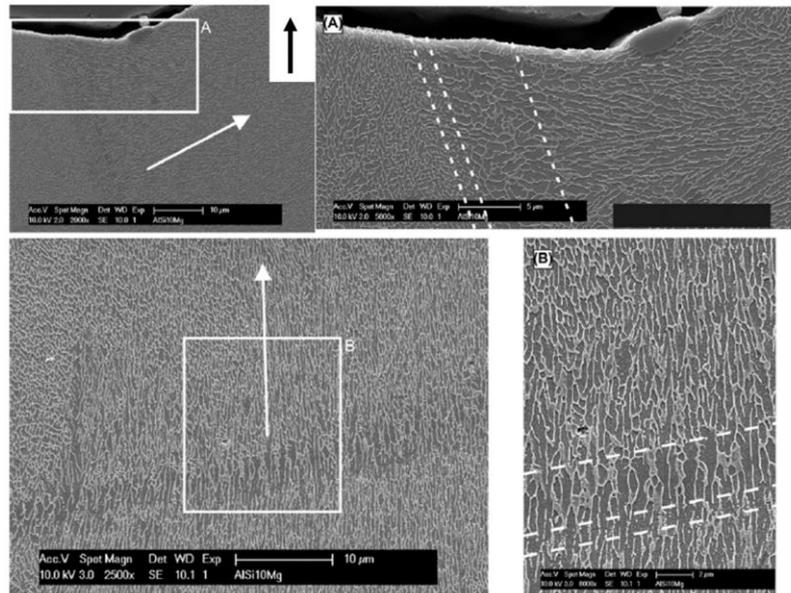


Figure 14 : Microstructure de l'alliage produit par une stratégie bidirectionnelle dans l'état brut de fabrication dans une section XZ. Les micrographies de droite sont obtenues par des grandissements plus importantes dans les zones encadrées sur les micrographies de gauche. Les lignes blanches indiquent les différentes zones – *AlSi10Mg* (Thijs et al., 2013).

- **Microstructure granulaire**

Des observations en microscopie électronique à balayage associées à des analyses EBSD permettent de révéler la microstructure granulaire du matériau élaboré ainsi que les orientations particulières (Figure 15).

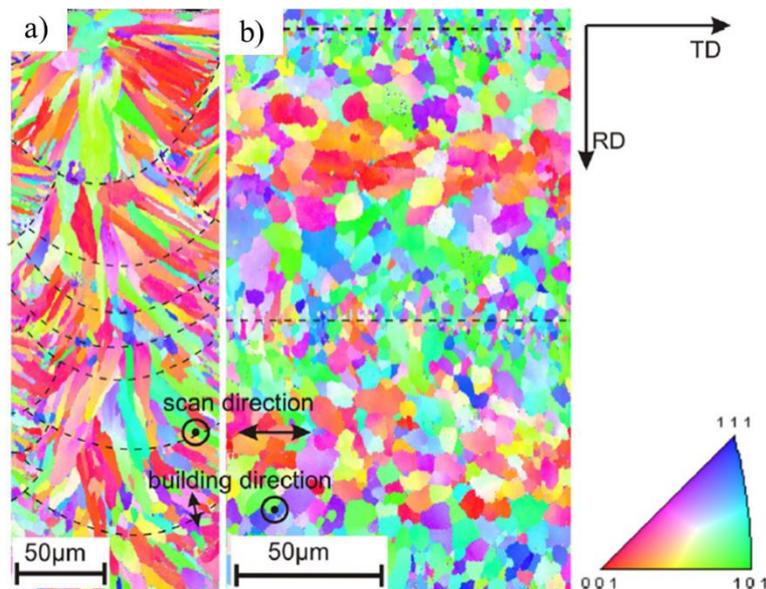


Figure 15 : Cartes d'orientation EBSD d'un alliage *AlSi10Mg* sur des sections a) XZ et b) XY. Les pointillés représentent les frontières des bains de fusion (Thijs et al., 2013).

Dans une section XZ (Figure 15 – a), les bains de fusion sont observables : ils contiennent des grains allongés, croissant vers le centre du bain (50 μm de long et 5 – 10 μm de large). Une croissance épitaxiale se produit uniquement à des endroits spécifiques, sur la

ligne médiane du bain. Au-delà de cette ligne, des grains de petite taille sont observés. Cela peut s'expliquer par le fait qu'il existe une croissance compétitive des grains au moment de la solidification et seulement certaines orientations peuvent croître davantage vers le centre du bain, c'est-à-dire dans le sens du gradient thermique. Au niveau de la dernière couche, il y a formation de grains équiaxes sur le dessus du bain. Pour toutes les autres couches, la partie supérieure du bain solidifié est refondue au moment du dépôt d'une nouvelle couche de poudre puisque la profondeur de refusion est d'environ 70 μm . Les grains équiaxes préalablement formés sur la partie supérieure sont alors refondus et disparaissent.

Sur une section XY (Figure 15 – b), des bandes de grains orientées dans le même sens que la direction de balayage sont observables. Autour des bords des bains de fusion, de petits grains (taille inférieure à 3 μm) sont présents et sont orientés aléatoirement. Au niveau de la ligne médiane du bain, les grains sont larges et mesurent environ 12 μm . Ces derniers sont orientés dans la direction $\langle 001 \rangle$, parallèlement à la direction de construction. Enfin, entre la ligne médiane et les bords des bains de fusion, des grains « intermédiaires » sont observés. Ils mesurent environ 6 μm et semblent être orientés dans les directions $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (Thijs *et al.*, 2013). Rao *et al.* ajoutent un autre aspect à cette étude EBSD en rapportant les angles de désorientations entre cellules. Les grains d'aluminium sont séparés par des joints de grains fortement désorientés, notamment aux bords des bains de fusion. Tous les grains sont eux-mêmes divisés en de plus petites cellules, séparées par des frontières peu désorientées

Ainsi, un bain de fusion solidifié contient plusieurs grains qui eux-mêmes contiennent une structure cellulaire. La forme et la taille des grains, mais aussi celles des cellules dépendent uniquement de leur position au sein du bain de fusion.

- **Texture et effet de la stratégie de balayage**

La solidification directionnelle au sein des bains de fusion est responsable d'une texture morphologique mais aussi d'une texture cristallographique. Thijs *et al.* ont étudié l'influence de la stratégie de balayage sur les textures obtenues après fabrication (Thijs *et al.*, 2013). Le balayage uni- ou bidirectionnel de chaque couche n'affecte pas la texture cristallographique : une forte texture $\langle 100 \rangle$ le long de la direction de balayage et une faible texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction. Cette affirmation a été confirmée par Santos Macías et ses co-auteurs (Santos Macías *et al.*, 2020).

Les échantillons balayés de manière bidirectionnelle et relâchés de la même manière avec une rotation de 90° du sens de balayage dans le plan de construction (imitation d'une rotation à 90° entre couches) présentent une texture cristallographique globalement diminuée. Les seconds bains de fusion sont moins profonds puisque la conductivité thermique et la réflectivité de la matière solide sont plus élevées que pour des particules de poudre. Ceci contribue à diminuer la texture par une plus grande dispersion d'orientation des grains. De même, lorsque la stratégie de balayage est une stratégie en îlots, la structure devient plus isotrope (Thijs *et al.*, 2013). Enfin, il faut noter que la texture ne varie pas le long de la hauteur. Il n'existe donc pas de mécanisme de croissance compétitive sur de plus grandes échelles (en dehors des bains).

3.2.3. Microstructure avec préchauffage de la plateforme

Le préchauffage de la plateforme de fabrication est un des paramètres du procédé L-PBF qui peut avoir une certaine importance puisqu'en fonction de la température choisie, les propriétés du matériau fabriqué peuvent être modifiées. A l'origine, le préchauffage était utilisé pour réduire les contraintes résiduelles ou pour réduire la susceptibilité à la fissuration à chaud de certains alliages (Bosio, Shen, *et al.*, 2021; Mertens *et al.*, 2018). Dans le cas des alliages d'aluminium à durcissement structural, le préchauffage peut engendrer des différences de propriétés par rapport à un matériau imprimé sans préchauffage.

Différentes études ont été menées sur des pièces fabriquées à partir d'une plateforme de construction préchauffée. Les températures généralement utilisées pour ces études sont comprises entre 150 et 200 °C. Cette section regroupe certaines modifications microstructurales engendrées par de tels préchauffages.

- **Microstructure cellulaire**

Avec un préchauffage de la plateforme fixé entre 140 et 200 °C, la forme des bains de fusion n'est pas modifiée par rapport au cas sans préchauffage. Les bains présentent une hauteur et une largeur similaires (Casati *et al.*, 2018; Santos Macías *et al.*, 2020).

La structure cellulaire est toujours présente, et possède toujours les trois mêmes zones : cellules très fines, cellules grossières et zone affectée thermiquement. Cependant, une légère augmentation de l'épaisseur des zones affectées thermiquement et à cellules grossières a été relevée par Santos Marías et ses co-auteurs. De plus, les dimensions de tous les types de cellule ont augmenté avec le préchauffage à 200 °C de la plateforme (Tableau 4 et Tableau 5) (Delahaye *et al.*, 2019; Santos Macías *et al.*, 2020; Siddique *et al.*, 2015). Le diamètre des cellules les plus fines a augmenté de 78 %, pour atteindre la taille des cellules grossières formées sans préchauffage. (H. Rao *et al.*, 2016; Santos Macías *et al.*, 2020). Un épaissement du réseau de silicium a également été observé (Santos Macías *et al.*, 2020).

Analyse	Diamètre cellules fines (µm)	Longueur cellules fines (µm)	Diamètre cellules grossières (µm)	Longueur cellules grossières (µm)
2D - MEB	0,57 ± 0,08	1,74 ± 0,39	0,85 ± 0,19	2,47 ± 0,59
3D - FIB/MEB	0,52		0,70	

Tableau 5 : Mesure de la taille des cellules α -Al pour une fabrication avec un préchauffage de la plateforme à 200 °C (Santos Macías *et al.*, 2020).

La structure cellulaire présente des précipités au sein des cellules, donc dans la matrice. Ces derniers ont été assimilés à des précipités riches en silicium et ont été observés pour des températures de préchauffage comprises entre 150 et 200 °C (Bosio, Shen, *et al.*, 2021; Casati *et al.*, 2018; Santos Macías *et al.*, 2020; Zhao *et al.*, 2019). Ces précipités sont présents dans les trois types de structures (cellules fines, grossières et ZAT) (particules en bleu sur la Figure 16). Deux populations de précipités sont présentes : l'une ronde et l'autre sous forme d'aiguille (Santos Macías *et al.*, 2020). Ces précipités peuvent être présents lorsqu'aucun préchauffage n'est appliqué, mais leur taille ne permet pas toujours de les observer aisément (L. Zhou *et al.*, 2018). Ainsi, le temps de maintien à plus haute température permet une diffusion plus

importante des éléments, induisant des phénomènes de sphéroïdisation dans le réseau de silicium, ainsi qu'une précipitation de Si à partir de la solution sursaturée au sein des cellules (Casati *et al.*, 2018). Avec un préchauffage à 200 °C, d'autres auteurs ont observé une précipitation supplémentaire : celle de Mg₂Si (Hadadzadeh *et al.*, 2019).

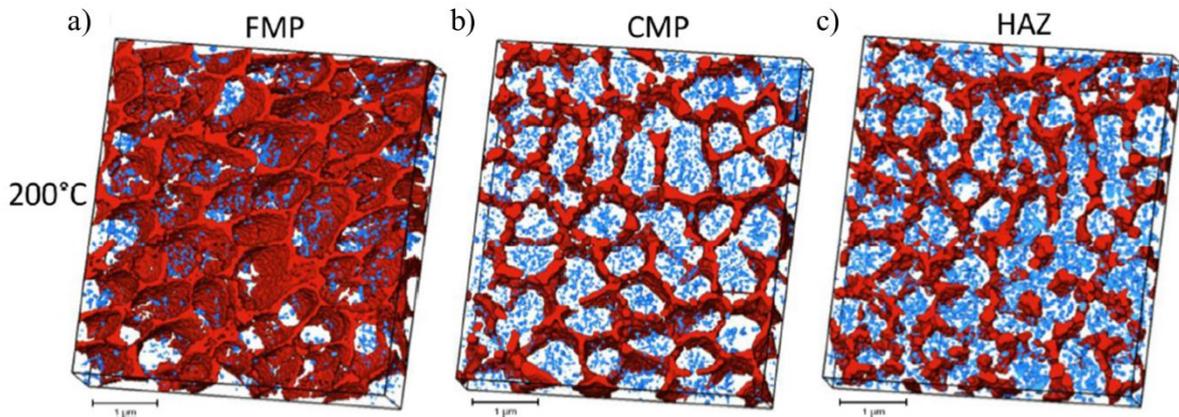


Figure 16 : Tomographies FIB/MEB des phases riches en Si, a) cellules fines, b) cellules grossières et c) ZAT de l'alliage AlSi10Mg élaboré par L-PBF avec un préchauffage à 200 °C. Les dimensions sont respectivement de $5,3 \times 5 \times 1 \mu\text{m}^3$, $5,3 \times 4,7 \times 0,7 \mu\text{m}^3$ et $5,3 \times 4,7 \times 0,7 \mu\text{m}^3$. Les précipités riches en silicium observés dans la matrice d'aluminium sont représentés en bleu (Santos Macías *et al.*, 2020).

- **Microstructure granulaire et texture**

De la même manière que sans préchauffage de la plateforme, deux structures de grains semblent se détacher : une structure granulaire grossière à l'intérieur des bains de fusion et une structure fine aux frontières (H. Rao *et al.*, 2016). Les variations de taille de grains obtenues sans et avec préchauffage sont très faibles, comme pour les variations de texture (Santos Macías *et al.*, 2020).

3.3. Microstructure après traitements thermiques

Les alliages de fonderie Al-Si-Mg ne sont généralement pas laissés à l'état brut de fonderie mais traités thermiquement afin d'augmenter leurs propriétés mécaniques par des traitements de trempe structurale ou de vieillissement. L'ajout de magnésium Mg associé à la présence de silicium permet un durcissement par précipitation de la phase Mg₂Si lors d'un traitement thermique de vieillissement. Différentes désignations sont utilisées pour définir ces traitements (Develay, 1986) :

- T5 : refroidissement contrôlé après solidification et vieillissement artificiel ;
- T4 : mise en solution et trempe suivies d'un vieillissement naturel (maturation) ;
- T6 : mise en solution et trempe suivies d'un vieillissement artificiel (revenu) maximal.

La séquence de précipitation se déroulant dans ce système est la suivante (Daoudi *et al.*, 2010; Edwards *et al.*, 1998) :



Les précipités β'' correspondent à des précipités métastables, semi-cohérents avec la matrice et se présentent sous forme d'aiguilles le long de la direction $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Leur

longueur est d'environ 20 à 100 nm et leur diamètre d'environ 6 nm. Ces précipités fournissent l'état le plus dur. Au cours du vieillissement, β'' perd sa cohérence pour former β' , puis β la phase d'équilibre. β' et β ne permettent pas d'améliorer les propriétés mécaniques (Edwards *et al.*, 1998).

Dans le cas de matériaux élaborés par L-PBF, la microstructure à l'état brut étant très différente de celle issue de fonderie, les post-traitements thermiques modifient de manière différente la microstructure de départ.

3.3.1. Influence d'un vieillissement artificiel T5

Pour des traitements à des températures inférieures à 300 °C, il n'y a pas de modification de la structure des bords de fusion et de la structure cellulaire (Figure 17). Entre 150 et 250 °C, la précipitation de Si à l'intérieur des cellules d'aluminium est caractérisée par la présence de particules de petite taille (Kimura & Nakamoto, 2016). Des précipités sous forme d'aiguille sont également détectés en MET après un vieillissement à 160 °C (200 nm de long et 5 nm de largeur) et ont été attribués à des précipités de silicium pur (Fousová *et al.*, 2018). Pour des températures supérieures à 300 °C, le réseau cellulaire est discontinu/rompu et le silicium apparaît sous forme de particules, dont la taille augmente avec la température (Fiocchi *et al.*, 2017; Kimura & Nakamoto, 2016). Au-delà du seuil des 500 °C, la différence de microstructure entre les sections XY et XZ est effacée (Kimura & Nakamoto, 2016).

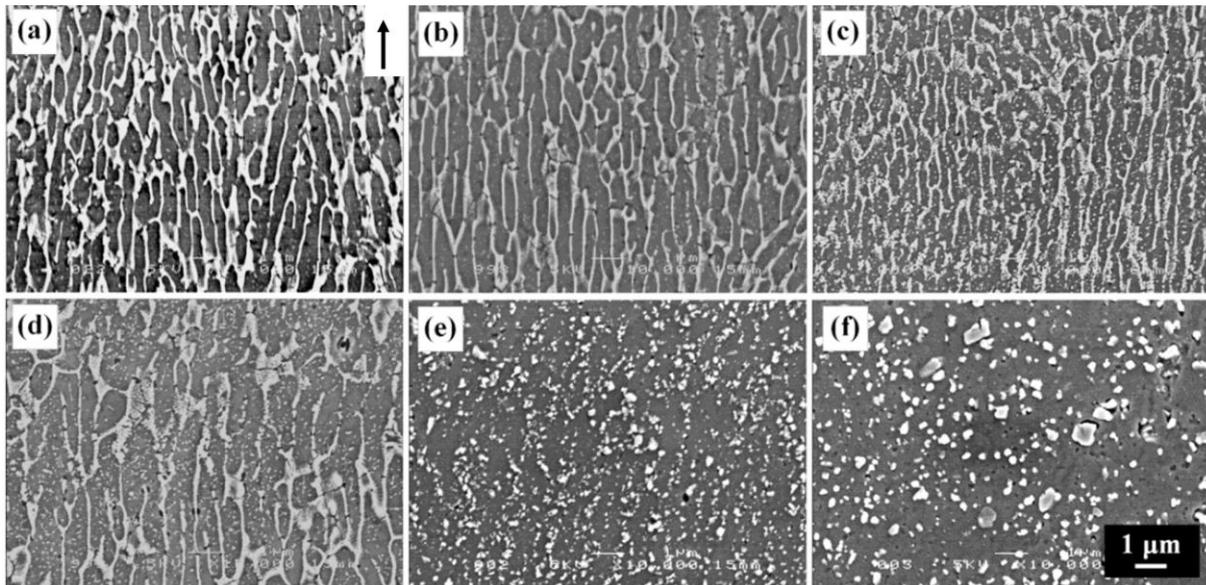


Figure 17 : Micrographies d'une section XY d'un échantillon a) dans l'état brut de fabrication, et traité pendant 5 h à b) 150, c) 200, d) 250, e) 300 et f) 350 °C – AlSi7Mg0,3 (Kimura & Nakamoto, 2016).

3.3.2. Influence d'un traitement T4

Dans le cas d'une mise en solution, les particules grossissent davantage : les grosses particules se développent au détriment des petites et atteignent une taille allant de 2 à 5 µm (Figure 18) (X. P. Li *et al.*, 2015; Mauduit *et al.*, 2017; J. H. Rao *et al.*, 2017). Le phénomène mis en cause ici est double : d'une part la diminution de la teneur en Si en solution et d'autre part le phénomène de maturation d'Ostwald (les petites particules se dissolvent et se redéposent

sur de plus grosses) (X. P. Li *et al.*, 2015). Ainsi, la maturation d'Ostwald et la coalescence de particules adjacentes engendrent une dissolution et une diminution du nombre de particules mais une augmentation de la fraction surfacique/volumique de particules au cours du temps. Cela correspond au grossissement global et continu des particules de Si (J. H. Rao *et al.*, 2017; J. Zhang *et al.*, 2019). Une étude par DRX permet de confirmer la présence de la phase silicium puisque les pics Si(111) apparaissent sur le diffractogramme dès la première heure de traitement, et les pics de diffraction de l'aluminium se décalent, confirmant la réduction de la sursaturation de la matrice et du niveau de contrainte (Casati *et al.*, 2018; J. H. Rao *et al.*, 2017).

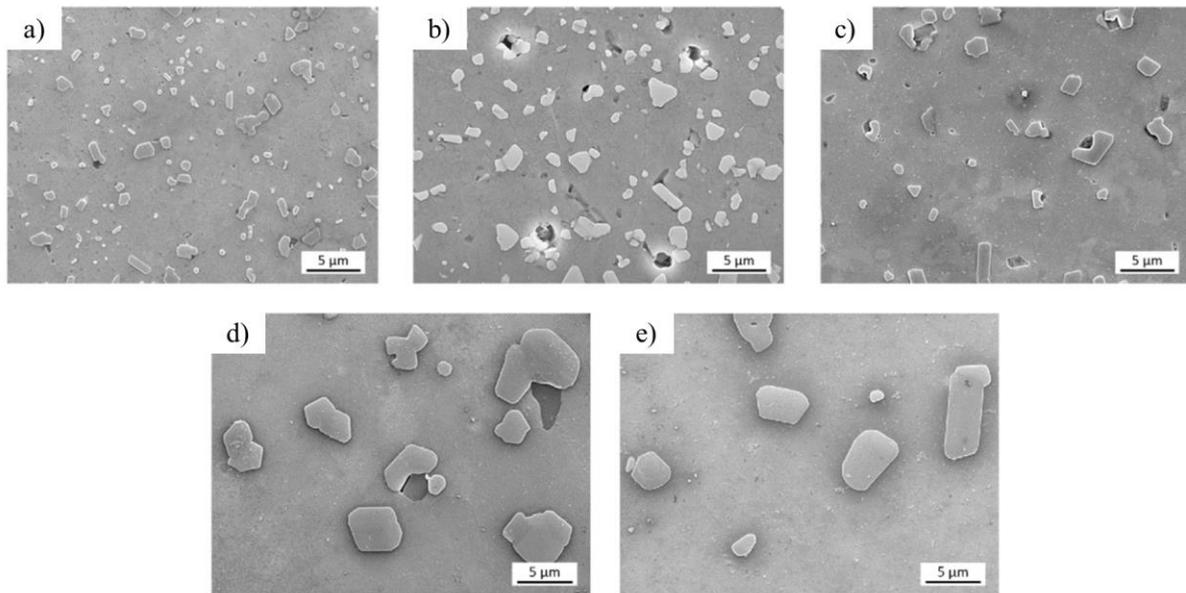


Figure 18 : Micrographies obtenues après mise en solution à 535 °C pendant a) 15 min, b) 1 h, c) 4 h et d) 24 h – AlSi7Mg0,6 (J. H. Rao *et al.*, 2017).

3.3.3. Influence d'un traitement T6

Le revenu à température intermédiaire (150 – 190 °C) après la mise en solution ne modifie pas la structure dans le sens où aucune différence n'existe entre la section XY et XZ. Les particules de Si grossissent au cours de ce traitement et des phases intermétalliques riches en fer peuvent apparaître. Bien que la microstructure évolue en fonction des traitements, la structure cristallographique reste inchangée (Yang, Rometsch, *et al.*, 2018).

3.3.4. Synthèse

A l'état brut, le matériau élaboré présente une structure cellulaire très fine composée de cellules d'aluminium entourées par un eutectique riche en silicium. La solution solide est sursaturée en Si. Au cours d'un vieillissement à une température inférieure à 300 °C, la structure cellulaire est conservée et une précipitation fine de Si a lieu à l'intérieur des cellules. Pour une température supérieure à 300 °C, le réseau eutectique est rompu et les cellules ne sont plus clairement définies mais les bains de fusion restent dissociables. La saturation de la solution solide est réduite. Dans le cas d'une mise en solution, les bains de fusion ne sont plus observables et la microstructure ne dépend plus de la section considérée. Un grossissement des particules se produit, d'autant plus lorsque le temps de maintien augmente. La diffusion du Si

depuis la solution solide et son réarrangement se produisent très vite, l'équilibre est atteint en moins d'une heure de traitement.

Lorsqu'un préchauffage de la plateforme de fabrication est effectué (150 – 200 °C), la microstructure obtenue se rapproche de celle obtenue après un vieillissement artificiel réalisé aux mêmes températures. Une schématisation de l'évolution de la microstructure globale est présentée en Figure 19.

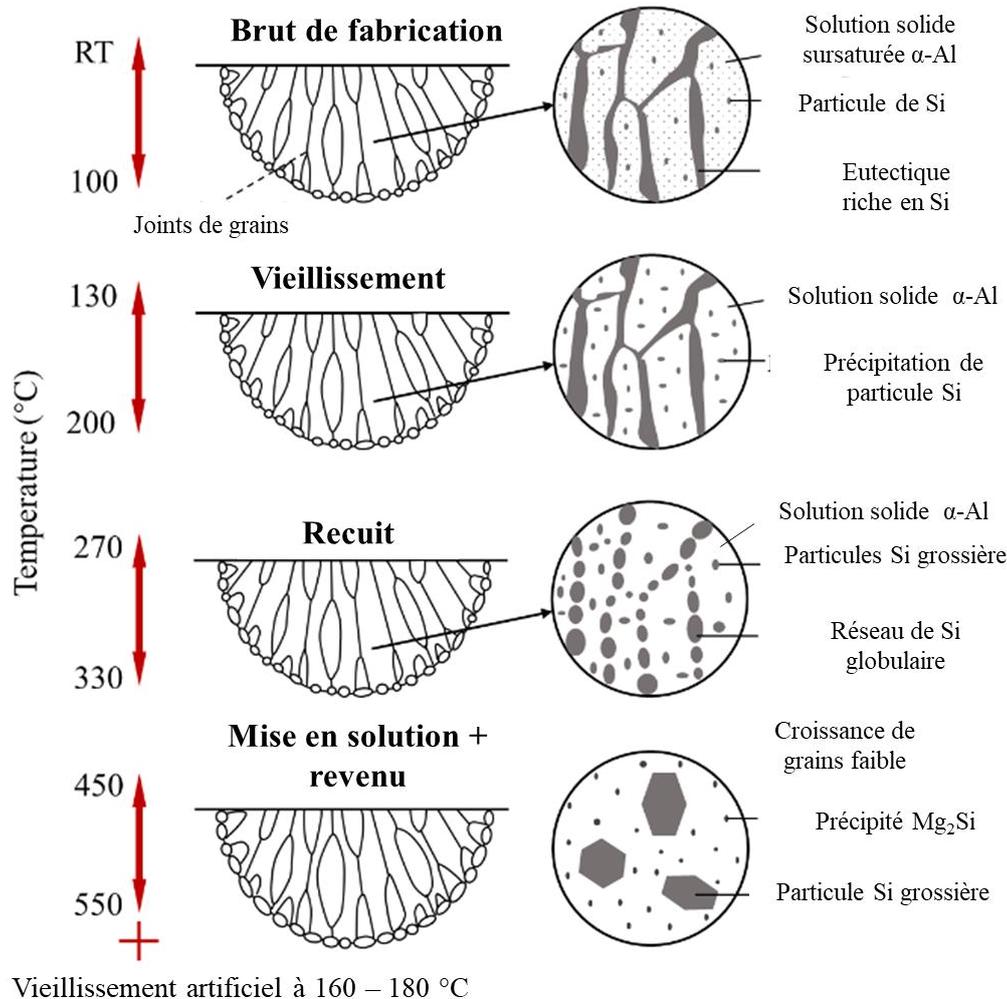


Figure 19 : Evolution de la microstructure selon différents traitements thermiques (adapté de (Zhao et al., 2022)).

3.4. Propriétés mécaniques

3.4.1. Dureté

• L-PBF brut vs fonderie

Les propriétés de l'alliage AlSi10Mg élaboré par fonderie et par L-PBF sont présentées dans le Tableau 6. La dureté à l'état brut de fabrication est élevée (110 – 130 HV en général) (Tableau 6). Elle est supérieure à celle du même alliage élaboré par fonderie. Des études ont montré que cet état de dureté était dû à la microstructure très fine obtenue par L-PBF (Aboulkhair *et al.*, 2015). Cette dureté évolue en fonction de la position dans le bain de fusion et de la taille des cellules : plus les cellules sont fines, plus la dureté est élevée (essais de nano-

indentation) (Delahaye *et al.*, 2019; Tang & Pistorius, 2017). La zone affectée thermiquement présente la dureté la plus faible. Le réseau eutectique à l'état brut de fabrication, riche en Si, entrave le mouvement des dislocations. De plus, la solution solide obtenue après refroidissement est une solution solide sursaturée en éléments d'alliage, ces derniers engendrent un durcissement par solution solide important (X. Liu *et al.*, 2019a).

Très peu d'informations sont fournies quant à l'éventuelle différence de propriété entre les plans XY et XZ.

- **Effet des traitements thermiques**

Un traitement dont la température est supérieure à celle de recuit (300 °C) diminue la dureté de manière importante (110 → 60 - 80 HV). Le traitement T6, permet d'obtenir une valeur de dureté légèrement supérieure à celle du matériau de fonderie dans son état T6. Enfin, les traitements de vieillissement artificiels à température modérée (160 – 190 °C) permettent d'obtenir un pic de dureté au cours du maintien.

- **Effet du préchauffage de la plateforme**

La température de préchauffage semble avoir un effet sur les mesures de dureté, notamment lorsque celle-ci est élevée et proche de la température de revenu de l'alliage. Il a été démontré qu'un préchauffage à 100 °C ne permettait pas d'améliorer la dureté au cours de la fabrication, mais qu'une température de 150 °C le permettait (Mauduit *et al.*, 2019). Cependant, le préchauffage de la plateforme peut engendrer des gradients sur la hauteur de fabrication sans que l'effet ne soit réellement compris (Bosio, Shen, *et al.*, 2021; Hitzler, Janousch, *et al.*, 2017; Mauduit *et al.*, 2019). Enfin, le préchauffage de la plateforme (150 – 200 °C) ne permet pas d'augmenter la dureté lors d'un traitement artificiel à basse température en raison d'un vieillissement au cours de la fabrication (Figure 20) (Casati *et al.*, 2018; Mauduit *et al.*, 2019).

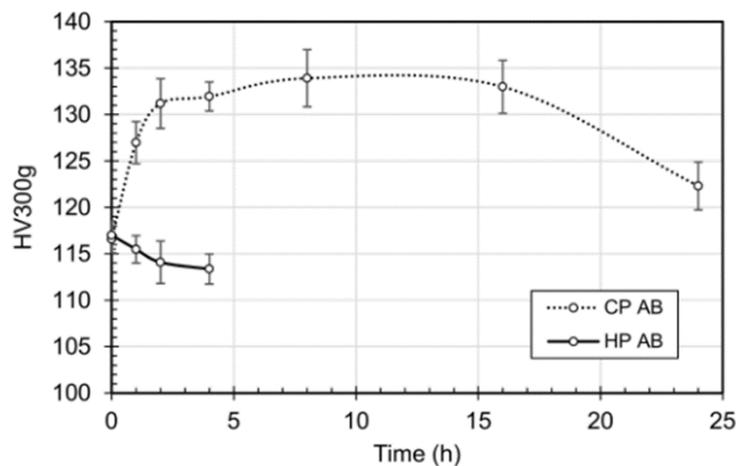


Figure 20 : Courbe de vieillissement à 160 °C de l'alliage AlSi10Mg fabriqué sur une plateforme non préchauffée (CP AB) et chauffée à 160 °C (HP AB) (Casati *et al.*, 2018).

Matériau	Préchauffage plateforme	Traitement thermique	Dureté (HV)	Source	
AlSi10Mg	Fonderie	T6	90	ASM Handbook	
AlSi7Mg0,6	Non	Brut	120	(J. H. Rao <i>et al.</i> , 2017)	
		535 °C – 1 h	60		
		535 – 1 h + 165 °C – 4 h	115		
AlSi10Mg	Non	Brut	127	(Thijs <i>et al.</i> , 2013)	
			116	(Casati <i>et al.</i> , 2018)	
			102	(Casati <i>et al.</i> , 2021; Casati & Vedani, 2018a)	
			127 (XY)	(Kempen <i>et al.</i> , 2012)	
			125	(Fousová <i>et al.</i> , 2018)	
			125	(Aboulkhair <i>et al.</i> , 2016)	
			132	(Takata <i>et al.</i> , 2017)	
		110	(Aboulkhair <i>et al.</i> , 2015)		
		160°C – 8 h	134	(Casati <i>et al.</i> , 2018)	
		160 °C – 4 h	137	(Casati <i>et al.</i> , 2021; Casati & Vedani, 2018a)	
		160 °C – 5h	140	(Fousová <i>et al.</i> , 2018)	
		300 °C – 2h	80 - 85	(Fousová <i>et al.</i> , 2018)	
		300 °C – 2 h	88	(Takata <i>et al.</i> , 2017)	
		520 °C – (1-4) h	62 – 68	(Aboulkhair <i>et al.</i> , 2015)	
		540 °C – 1 h	78	(Casati <i>et al.</i> , 2021; Casati & Vedani, 2018a)	
		530 °C – 6 h	60	(Takata <i>et al.</i> , 2017)	
		T6	113	(Casati <i>et al.</i> , 2021; Casati & Vedani, 2018a)	
	T6	105	(Fousová <i>et al.</i> , 2018)		
	T6	100	(Aboulkhair <i>et al.</i> , 2016)		
	520 °C – 1 h + 160 °C – (6-12) h	75 – 79	(Aboulkhair <i>et al.</i> , 2015)		
	520 °C – 4 h + 160 °C – (6-12) h	94 - 96			
	80		480-540 °C – 1-9 h	125 HBW	(Girelli, Tocci, <i>et al.</i> , 2019)
			480-540 °C – 1-9 h	60 HBW	
510-540 °C – 1-3 h + 160 °C 4 h			100 - 110 HBW		
480 °C – 6 h + 160 °C 4 h			80 HBW		
150		Brut	139 (XY)	(Raus <i>et al.</i> , 2016)	
		Brut	149 (XZ)		
160 °C		Brut	117	(Casati <i>et al.</i> , 2018)	
		160 °C – 4 h	113		

Tableau 6 : Exemples de valeurs de dureté relevées pour les alliages Al-Si élaborés par L-PBF.

3.4.2. Propriétés en traction

Un échantillonnage des propriétés en traction est présenté dans le Tableau 7. Une synthèse est proposée en suivant. Pour un panel plus exhaustif, il est possible de se reporter à la « review » de Zhao *et al.* (Zhao *et al.*, 2022).

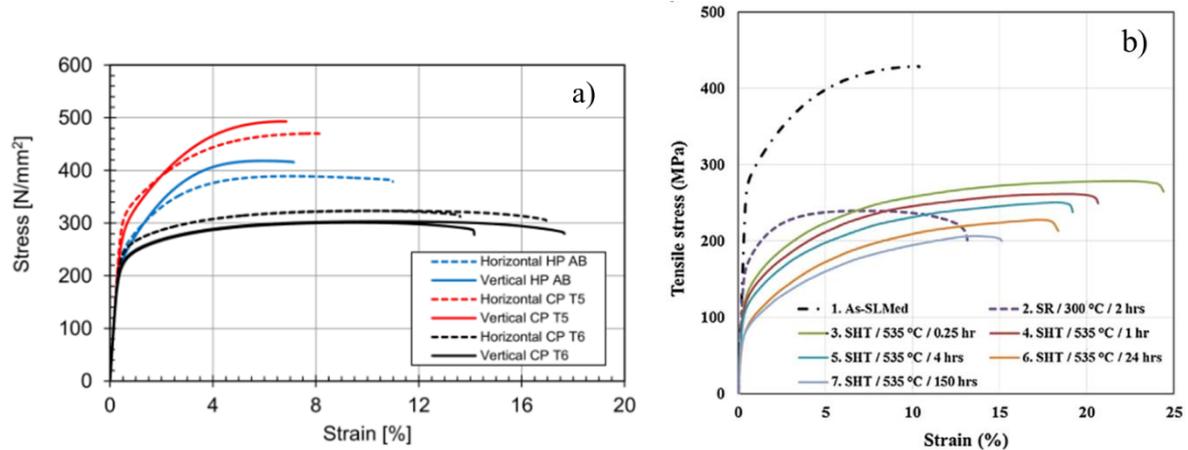


Figure 21 : Courbes de traction de l'alliage AlSi7Mg0,6 obtenues après, a) des traitements T5 et T6 pour un plateau non préchauffé (CP T5 et CP T6) et pour une plateforme préchauffée à 160 °C dans l'état brut (HP T5) (Casati *et al.*, 2018) et b) recuit et mises en solution à des températures et pour des temps plus ou moins longs – AlSi7Mg0,6 (J. H. Rao *et al.*, 2017).

- **L-PBF brut vs fonderie**

Dans l'état brut de fabrication non préchauffé, les valeurs de limite d'élasticité et de résistance à la traction se trouvent respectivement dans les intervalles : 280 – 300 et 400 – 500 MPa. Les allongements à rupture sont compris entre 1 et 10 %. Ces valeurs sont supérieures à celles obtenues pour le matériau élaboré par fonderie.

L'orientation de fabrication joue un rôle important dans le comportement en traction (Figure 21). La résistance est peu impactée par l'orientation alors que l'allongement en dépend fortement. Les éprouvettes verticales présentent des allongements plus faibles que les éprouvettes horizontales. Cette différence est liée à la superposition des couches de matériau solidifié et notamment à la frontière des bains de fusion qui présente une structure cellulaire plus grossière et une zone affectée thermiquement où le réseau de silicium est globulaire.

- **Effet du préchauffage et des traitements thermiques**

Pour une plateforme préchauffée à 160 ou 200 °C, la limite d'élasticité et la résistance mécanique diminuent (Casati *et al.*, 2018; J. H. Rao *et al.*, 2017; Santos Macías *et al.*, 2020). Cependant, Zhao *et al.* ont tracé l'évolution des propriétés en fonction des paramètres procédé pour plusieurs températures de préchauffage et aucune corrélation claire n'est ressortie (Zhao *et al.*, 2022).

Les traitements thermiques de vieillissement améliorent les résistances mécaniques mais réduisent la ductilité. Un recuit, en rompant le réseau de silicium améliore la ductilité aux dépens de la résistance, tout comme le traitement de mise en solution. Le traitement T6 permet de revenir aux propriétés de fonderie et fournit un bon compromis entre la résistance et la ductilité (Figure 21).

Préchauffage plateforme	Traitement thermique	Axe	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A(%)	Source
Fonderie	T6	-	300 – 360	220 – 290	1 – 8	ASM Handbook AlSi10Mg
Non	Brut	X	398	257	8	(Casati & Vedani, 2018a)
			471	321	9	(Casati <i>et al.</i> , 2018)
			426	280	10	(H. Rao <i>et al.</i> , 2016)
		Z	493	292	6	(Casati <i>et al.</i> , 2018)
			395	230	5	(H. Rao <i>et al.</i> , 2016)
	160 °C – 4h	X	411	310	5	(Casati & Vedani, 2018a)
	540 °C – 1 h + 160 °C – 4 h	X	306	256	4	
	T6	X	323	243	15	(Casati <i>et al.</i> , 2018)
		Z	302	223	16	
	150 °C	Brut	X	410	275	9
Z			400	255	4	
540 °C – 2 h + 170 °C – 6 h		X	350	295	10	
		Z	310	280	3	
160 °C	Brut	X	386	248	9	(Casati <i>et al.</i> , 2018)
		Z	412	228	7	
200 °C	Brut	X	308	205	11	(H. Rao <i>et al.</i> , 2016)
		Z	290	187	3	
Non	Brut	X	500	286	0,097	(Santos Macías <i>et al.</i> , 2020)
		Z	377	255	2	(Fousová <i>et al.</i> , 2018)
	160 °C – 5h	Z	342	268	1	
	300 °C – 2h		256	158	10	
	510 °C – 6h + 170 °C – 4h		284	210	5	
150 °C	Brut	XZ	412	242	6	(Raus <i>et al.</i> , 2016)
200 °C	Brut	X	350	203	0,096	(Santos Macías <i>et al.</i> , 2020)

Tableau 7 : Exemples de propriétés de traction observées dans la littérature pour différents alliages Al-Si (Gris : AlSi7Mg0,6 ; Noir : AlSi10Mg).

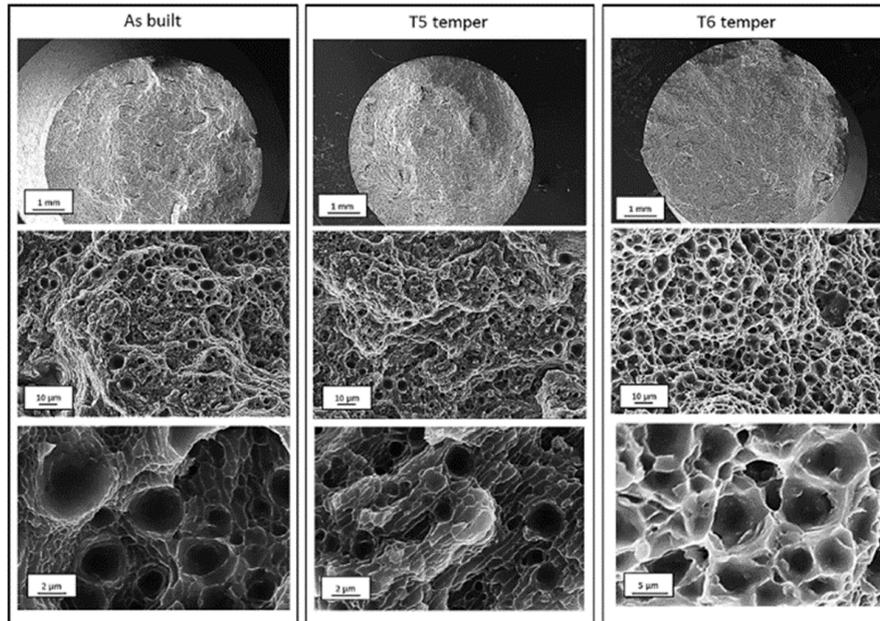


Figure 22 : Fractographies de l'alliage AlSi7Mg0,6 (de gauche à droite : brut, traité T5 et traité T6) (Casati & Vedani, 2018a).

Sur les faciès de rupture à l'état brut de fabrication, des formes rappelant celles des bains de fusion sont visibles pour certains auteurs ((Delahaye *et al.*, 2019; Tang & Pistorius, 2017)). A plus fort grossissement (Figure 22), les faciès présentent de fines cupules, signe d'un comportement ductile (Prashanth *et al.*, 2014). La taille de ces cupules est comparable à celle des cellules. Ainsi, l'endommagement est associé au réseau de silicium (Delahaye *et al.*, 2019; Santos Macías *et al.*, 2020; Zhao *et al.*, 2022). Le faciès issu de l'éprouvette T5 ne présente pas de réelle différence par rapport à l'état brut : la microstructure est peu modifiée entre les deux états. Au contraire, après une mise en solution et un revenu, les cupules s'amorcent sur les particules de silicium de taille importante (de l'ordre du micron), disjointes et uniformément réparties dans la matrice (Casati & Vedani, 2018a).

3.5. Synthèse

Les pièces obtenues par L-PBF à l'état brut de fabrication présentent des propriétés mécaniques élevées en raison de l'existence d'une microstructure cellulaire dendritique très fine ainsi qu'à la présence de grains fins. Les joints de cellules, riches en Si, peuvent entraver le mouvement des dislocations (J. H. Rao *et al.*, 2017). De plus, le caractère « directionnel » de la solidification génère une texture morphologique et cristallographique des grains selon la direction de construction (Thijs *et al.*, 2013). La taille et la forme des grains et des cellules varient cependant au sein des bains de fusion en fonction des gradients thermiques présents au cours de la solidification. Enfin, la solution solide obtenue après refroidissement est une solution solide sursaturée en éléments d'alliage, qui engendre un durcissement par solution solide important.

L'évolution des propriétés mécaniques est liée aux modifications microstructurales engendrées par les valeurs de températures et de temps de maintien. Pour des températures inférieures à 200 °C, il est possible d'augmenter la dureté du matériau, tandis que pour des

températures supérieures à 300 °C, un maintien en température engendre une diminution de la dureté mais une augmentation de la ductilité. L'état T6 permet de revenir aux propriétés classiques obtenues par fonderie. Une synthèse des évolutions microstructurales et mécaniques en fonction de différents traitements thermiques est présentée en Figure 23.

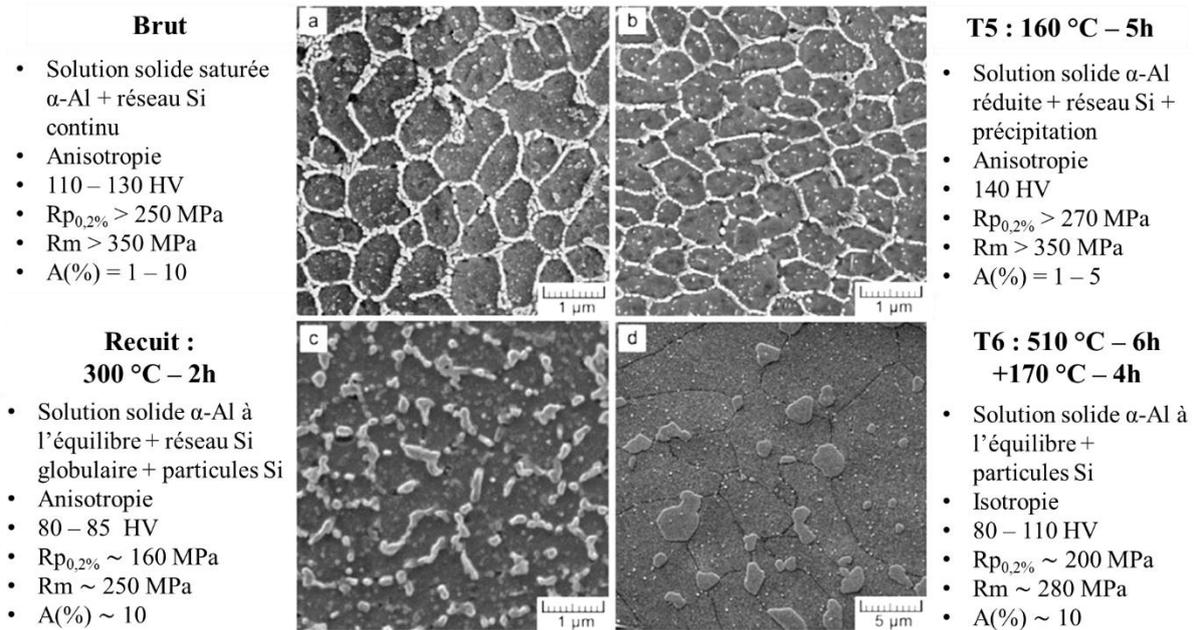


Figure 23 : Evolutions des microstructures et des propriétés mécaniques en fonction de différents traitements, a) état brut de fabrication, b) traitement T5, c) recuit et d) traitement T6 (micrographies : (Fousová *et al.*, 2018)).

4. Alliages d'aluminium Al-Zn-Mg-Cu-Zr élaborés par L-PBF

La majorité des alliages fabriqués par L-PBF sont des alliages d'aluminium de fonderie, tels que les alliages Al-Si (cf. partie précédente) et ne sont pas employés pour des applications structurales. Pour de telles applications, des alliages à hautes performances sont utilisés. Ces derniers sont élaborés par des procédés thermomécaniques (Raabe *et al.*, 2019). Les alliages de corroyage structurels sont essentiellement issus des série 2xxx, 6xxx et 7xxx. L'élaboration par L-PBF de ces alliages est difficile car ils présentent une susceptibilité à la fissuration à chaud (Dixit & Liu, 2022). Cette section s'intéresse aux alliages de la série 7xxx élaborés par L-PBF. L'étude se concentre principalement sur les deux alliages de référence 7075 et 7050. Ils sont d'abord vus comme des produits corroyés, puis leur non-imprimabilité par L-PBF est présentée. Enfin, les approches utilisées, et celle retenue, pour permettre leur élaboration par fabrication additive sont abordées.

4.1. Alliage de base : alliages 7075 et 7050

4.1.1. Composition chimique

Ces deux alliages sont choisis comme référence, car amplement utilisés pour des applications aéronautiques. L'alliage 7050 est utilisé pour des produits d'épaisseur supérieure

à 80 mm (Vargel, 2010). Sa composition chimique diffère de celle du 7075 par le remplacement du chrome par le zirconium (ce qui améliore la trempabilité et réduit la taille des grains) et par une augmentation de la teneur en cuivre (bon compromis résistance mécanique – résistance à la corrosion avec un double revenu) (Vargel, 2010).

Eléments (%m)	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Cr	Fe	Si	Mn
7075	Base	5,1 – 6,1	2,1 – 2,9	1,2 – 2	0	0,18 – 0,28	< 0,5	< 0,4	< 0,3
7050	Base	5,7 – 6,7	1,9 – 2,6	2 – 2,6	0,08 – 0,15	< 0,04	< 0,15	< 0,12	< 0,1

Tableau 8 : Composition chimique des alliages 7075 et 7050 (Davies, 1993).

4.1.2. Traitements thermiques, précipitation et propriétés mécaniques

- **Traitements thermiques de durcissement structural**

Le système quaternaire Al-Zn-Mg-Cu est un système dont les caractéristiques mécaniques élevées sont obtenues à l'aide d'un traitement de durcissement structural (défini au paragraphe 2.1.2). Celui-ci consiste en une série de traitements thermiques qui modifient la microstructure pour faire précipiter une phase durcissante (Figure 24). Le traitement thermique global est donc divisé en trois étapes :

- **La mise en solution** a pour but de dissoudre / remettre en solution les différents éléments d'addition participant à la précipitation durcissante (Zn, Mg et Cu) et d'obtenir une concentration élevée en lacunes. La température de traitement est comprise entre 450 et 475 °C ;
- **La trempe** permet de maintenir une solution solide sursaturée en éléments d'addition et en lacunes à température ambiante. Le système induit est métastable et évolue à température ambiante.
- **Le revenu** s'effectue à température modérée (120 – 180 °C) après une maturation, plus ou moins longue. Il contribue à accentuer la décomposition de la solution solide par dissolution des zones GP et à la précipitation de phases stables et métastables. Au cours du revenu, la dureté passe par un maximum, le pic de dureté, qui définit l'état T6. Au-delà du pic, le matériau est dit sur-revenu. Les propriétés du matériau dépendent à la fois de la nature, de la cohérence, de la taille et de la fraction volumique des précipités obtenus. Ces paramètres de précipitation dépendent eux-mêmes des paramètres des traitements effectués.

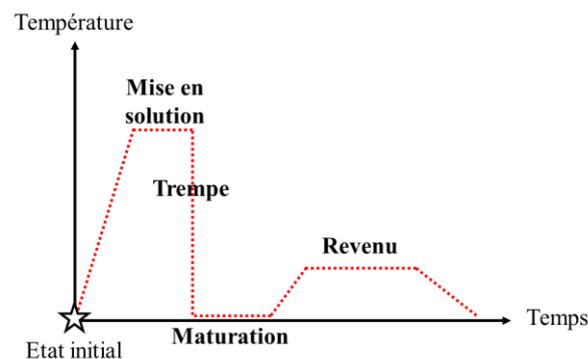


Figure 24 : Schématisation du traitement thermique de durcissement structural.

- **Séquence de précipitation**

La précipitation durcissante des alliages Al-Zn-Mg provient des interactions préférentielles entre les atomes de zinc et de magnésium (Polmear, 1957). Dans le cas du système Al-Zn-Mg-Cu plusieurs décompositions de la solution solide sont possibles en fonction des compositions chimiques :

- Solution solide sursaturée \rightarrow Zones GP \rightarrow η' \rightarrow η -MgZn₂
- Solution solide sursaturée \rightarrow Zones GP \rightarrow T' \rightarrow T

Les zones GP se forment à basse température par la décomposition de la solution solide. Ce sont des amas de soluté nanométriques qui possèdent la même structure que la matrice. Ils sont cohérents avec elle, et sont cisailables par les dislocations. Deux types de zones existent : les GP(I) qui se forment à partir de clusters riches en solutés à une température entre l'ambiante et 150 °C sous la forme de couches alternées de zinc et de magnésium, et les GP(II) qui apparaissent durant la trempe et évoluent au-dessus de 70 °C. Elles seraient des couches riches en zinc. Les zones GP sont parfois considérées comme des germes pour la formation de η' , bien que cela ne soit pas toujours nécessaire. Le cuivre semble favoriser la formation de ces zones GP permettant d'obtenir un durcissement plus important dans les premières heures de revenu (Develay, 1986; Dubost & Sainfort, 1991; Marlaud, 2008; Oger, 2017).

La phase η' est une phase métastable, de structure hexagonale et de composition possible Mg₃Zn₁₁Al. Elle est la principale phase durcissante et se forme lors d'un revenu entre 120 et 180 °C. Son domaine de stabilité augmente en présence de cuivre. Elle est (semi)-cohérente avec la matrice et se présente sous forme de petites plaquettes d'épaisseur de l'ordre de 2 nm.

La phase η est la forme stable de la phase η' . Elle possède également une structure hexagonale, mais est incohérente avec la matrice. Sa composition est généralement donnée comme étant MgZn₂, mais sa composition probable, dans le système Al-Zn-Mg-Cu, est Mg(Al, Zn, Cu)₂.

Pour les alliages revenus dont la teneur en magnésium est importante (Mg > 2 %) ou lorsque l'alliage est sur-revenu après une trempe rapide, les phases T'-Al₂Mg₂Zn₃ (métastable, semi-cohérente) / T-Mg₃₂(Al,Zn)₄₉ (stable, incohérente) peuvent se former, sous forme cubique (Dubost & Sainfort, 1991).

Dans les alliages présentant du cuivre, la phase η est souvent accompagnée de la phase S-Al₂CuMg- (Develay, 1986). De plus, des particules dispersées peuvent se former aux cours des différents traitements thermiques. Ces dispersoïdes sont souvent composés d'éléments à faible solubilité et à faible diffusivité dans l'aluminium solide (Sc, Zr) (Mächler *et al.*, 1991). Des phases intermétalliques peuvent également exister, telles que Mg₂Si ou Al₇Cu₂Fe.

- **Propriétés mécaniques résultantes**

Les propriétés mécaniques des deux alliages de référence, traités thermiquement, sont présentées ci-dessous (Tableau 9).

Alliage	Rp _{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)	HV
7075 (T6)	460 – 505	525 – 572	8 – 11	71	170 – 180
7050 (T73651)	425 – 455	510 – 524	7 – 11	70,3	160 – 170

Tableau 9 : Grandeurs mécaniques des deux alliages corroyés après traitement thermique (Davies, 1993).

4.1.3. Fabricabilité par L-PBF : difficultés et perspectives

Lorsque l'alliage 7075 est élaboré par L-PBF, une fissuration se produit avec des fissures orientées le long de la direction de fabrication (Figure 25). Cette fissuration se produit au cours du processus de solidification au niveau des joints de grains ; elle est favorisée par la différence de retrait et la contraction thermique entre la zone semi-liquide et son environnement solide (Stopyra *et al.*, 2020; T. Wang *et al.*, 2022).

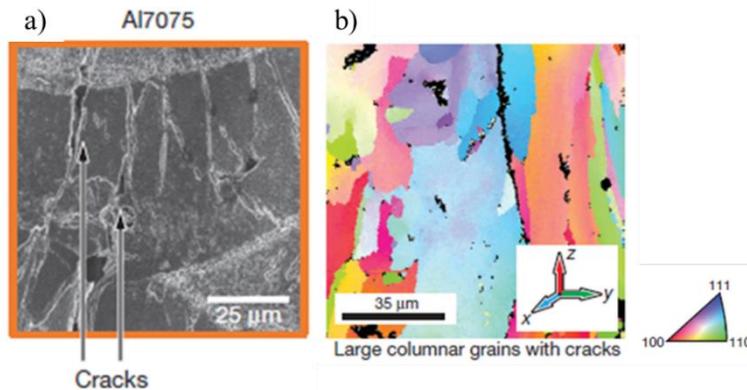


Figure 25 : a) Micrographie électronique de l'alliage 7075 élaboré par L-PBF montrant la présence de fissures le long de la direction de fabrication, b) Cartographie EBSD et présence de fissures intergranulaires (J. H. Martin *et al.*, 2017).

La première approche (paragraphe 2.2.2) testée dans la littérature pour réduire la densité de fissure est la réduction du gradient thermique en préchauffant la plateforme de fabrication (Kaufmann *et al.*, 2016; Mertens *et al.*, 2018). Des préchauffages à 200 et 400 °C ont été évalués mais cela n'a pas permis la fabrication sans fissure de l'alliage.

La deuxième approche cherche à modifier le processus de solidification en réduisant l'intervalle de solidification. Pour cela, différents auteurs ont ajouté à la composition de l'alliage 7075 du silicium (Aversa *et al.*, 2018; Montero-Sistiaga *et al.*, 2016; Otani *et al.*, 2019; Otani & Sasaki, 2020). L'ajout de 4 %m de Si a permis d'éliminer la fissuration et a permis la formation de grains fins. Lorsque le silicium est ajouté par un mélange de poudre, une hétérogénéité de distribution peut apparaître, ce qui n'est pas le cas avec une poudre déjà pré-alliée. La limite d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement à rupture du matériau obtenu dépendent de la quantité de silicium. Des propriétés intéressantes sont obtenues avec une addition de 5 %m, mais l'augmentation de la concentration accroît la fragilité (Otani & Sasaki, 2020).

La dernière approche référencée est le contrôle de la solidification par la formation de phase de germination, de type Al₃Sc ou Al₃Zr par exemple. Cette approche se base sur l'affinement des grains par une germination hétérogène puisque les microstructures fines

équiaxes supportent plus facilement la déformation dans l'état semi-liquide que des structures granulaires dirigées. Cependant, la solidification de ces structures équiaxes requière une surfusion importante, difficile à obtenir en fabrication additive en raison des forts gradients thermiques et des vitesses de solidification mis en jeu. En fournissant une forte densité de sites de germination hétérogènes à faible barrière énergétique en amont du front de solidification, la quantité critique de surfusion nécessaire pour induire une croissance équiaxe est réduite (J. H. Martin, 2018). Cette approche a notamment été utilisée dans le cas d'alliages Al-Mg (Croteau *et al.*, 2018, 2018; Spierings *et al.*, 2016), Al-Cu (X. Nie *et al.*, 2018; H. Zhang *et al.*, 2017), Al-Zn (A. Martin *et al.*, 2022; J. H. Martin *et al.*, 2017; L. Zhou *et al.*, 2019).

Pour développer cette dernière approche, nous nous contenterons de discuter de l'ajout de zirconium à la composition chimique initiale de l'alliage d'aluminium. Au cours de la fusion des particules de poudre, les atomes de zirconium sont entraînés dans le bain de fusion et réagissent avec les atomes d'Al pour former le composé Al_3Zr , de structure $L1_2$. Ces particules sont cohérentes et présentent plus de vingt interfaces équivalentes avec la phase primaire CFC de l'aluminium avec moins de 0,52 % de décalage de paramètre de maille et 1 % de variation de densité atomique (J. H. Martin *et al.*, 2017). Elles fournissent ainsi des sites idéaux de germination hétérogène à faible énergie. La germination de nouveaux grains en avant du front de solidification requiert à la fois une condition favorable énergétiquement et un grand nombre de sites pour assurer la formation de ces nouveaux grains avant que le front de solidification principal ne devance la croissance de ces grains (Dai *et al.*, 2022; Kotadia *et al.*, 2021; J. H. Martin, 2018). La solidification de l'aluminium à partir de ces précurseurs s'effectue selon une réaction péritectique ($L_{Al} + Al_3Zr \rightarrow (Al)$), à 660,8 °C. On suppose généralement qu'un unique grain d'aluminium se forme à partir d'un seul précipité primaire métastable Al_3Zr de forme cubique (Buttard *et al.*, 2023).

4.2. Composition chimique des alliages modifiés

Pour l'incorporation du zirconium aux particules de poudre deux techniques sont principalement adoptées :

- Utilisation d'une poudre pré-alliée. Cette poudre provient généralement de l'atomisation d'un alliage modifié et enrichi en éléments (Zn, Mg, Zr) qui a préalablement été élaboré par fonderie à partir de l'alliage de référence (A. Martin *et al.*, 2022; Mertens *et al.*, 2020).
- Utilisation d'un mélange de poudres d'aluminium 7075 et d'hydrure de zirconium ZrH_2 pour fonctionnaliser les particules de l'alliage de référence. Les deux types de particules présentent des granulométries différentes : les particules de ZrH_2 étant bien plus fines. Les poudres sont mélangées, ce qui induit le dépôt discontinu de particules de ZrH_2 sur les particules d'aluminium (Galera-Rueda *et al.*, 2021; J. H. Martin *et al.*, 2017, 2020; Opprecht *et al.*, 2020). Les particules de zirconium stabilisées par l'hydrogène (ZrH_2) ont été sélectionnées pour leur stabilité dans l'air et leur capacité à se décomposer à la température de fusion (J. H. Martin *et al.*, 2017). Elles permettent la formation favorable de la phase de germination Al_3Zr . Cette phase a déjà été décrite comme étant un affineur de grains, mais peut être difficile à incorporer dans de nombreux alliages d'aluminium en raison d'un grossissement rapide et d'une température de liquidus élevée, ce qui rend difficile l'atomisation par gaz de ce nouveau

matériau (Murray *et al.*, 1992; Murty *et al.*, 2013). Le procédé de fonctionnalisation délivre au moment de la fusion, l'ajout de Zr, ce qui permet un mélange homogène et une densité élevée de sites de germination (J. H. Martin *et al.*, 2017).

Eléments (%m)	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Cr	Fe	Si	Mn
(J. H. Martin <i>et al.</i> , 2017)	Base	5,4	2,25	1,54	1 % vol ZrH ₂	0,19	0,17	0,13	0,02
(A. Martin <i>et al.</i> , 2022)	Base	8,1	3,8	1,5	0,95	0,18	0,1	0,076	< 0,03
(Mertens <i>et al.</i> , 2020)	Base	12,3	2,45	1,94	0,96	-	-	-	-

Tableau 10 : Composition chimique des poudres avant fabrication.

Les éléments légers et à faible température d'évaporation, ont tendance à s'évaporer au passage du balayage laser. Le zinc et le magnésium présentent des températures d'évaporation respectivement égales à 907 °C et 1091 °C (Aversa *et al.*, 2019; Mauduit *et al.*, 2017). Ces éléments vont donc s'évaporer de manière significative par rapport à l'aluminium dont la température d'évaporation est d'environ 2470 °C (Galera-Rueda *et al.*, 2021; Kaufmann *et al.*, 2016; Stopyra *et al.*, 2020; P. Wang *et al.*, 2017). La diminution de la teneur de ces éléments peut engendrer une baisse de la résistance du matériau fabriqué puisqu'ils ne pourront pas participer au durcissement par solution solide ou précipitation. En modifiant la composition chimique, cette évaporation peut perturber la dynamique du bain de fusion et le comportement du matériau au cours de la solidification. De plus, l'évaporation des éléments contamine la chambre de fabrication et peut jouer sur la stabilité du procédé (Mertens *et al.*, 2020). Une augmentation de la concentration de ces éléments dans les poudres est généralement effectuée afin d'anticiper cette évaporation et permettre à l'alliage de rester dans les intervalles de compositions souhaités. Les compositions chimiques des alliages 7075 et 7050 modifiés sont présentées au Tableau 10 pour des poudres, puis pour les matériaux imprimés au Tableau 11 pour les matériaux imprimés. Les compositions chimiques après fabrication sont cohérentes avec les compositions chimiques des alliages de référence pour les éléments Zn, Mg et Cu (Tableau 8). La concentration en Zr est bien supérieure à celle des alliages 7075 et 7050. L'incorporation de Zr par fonctionnalisation ou par pré-alliage est donc efficace d'un point de vue composition.

Eléments (%m)	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Cr	Fe	Si	Mn
(J. H. Martin <i>et al.</i> , 2017)	Base	4,5 – 6,1	1,8 – 2,9	1,1 – 2,1	0,5 – 2,8	< 0,15 -			
(A. Martin <i>et al.</i> , 2022)	Base	5,80	2,60	2,70	1,10	0,40	0,50	< 0,05	

Tableau 11 : Composition chimique des matériaux imprimés. Les données relatives à l'impression de l'alliage obtenues par J.H. Martin *et al.* proviennent de la fiche technique du fabricant de poudre HRL Laboratories.

4.3. Microstructure à l'état brut de fabrication

La fissuration à chaud se produit au moment de la solidification des grains d'aluminium. Par leur capacité de nucléant, les précipités Al_3Zr doivent permettre la formation de grains fins équiaxes, facilitant l'accommodation des déformations lors de la solidification rapide. Il doit donc exister une réduction de la fissuration intergranulaire. Il s'avère que la quantité de zirconium incorporé dans l'alliage au moment de la fusion joue sur l'inhibition de la croissance épitaxiale des grains. Certaines études ont montré que lorsque le taux de zirconium est inférieur à 1 %m (0,4 – 0,5 %m dans les études recensées) les grains sont des grains longs colonnaires et allongés, traversant plusieurs bains de fusion (Figure 26) (A. Martin *et al.*, 2022). Une concentration de 0,4 %m ne permet pas d'éviter la formation de fissures (Mertens *et al.*, 2020). Cependant, lorsque la concentration de Zr est supérieure à 1 %m, les pièces imprimées ne présentent plus de fissure (Figure 26 et Figure 27). Ce 1 %m est valable pour l'ajout de Zr seul ou de (Sc + Zr) qui possèdent les mêmes propriétés (Croteau *et al.*, 2018; Griffiths *et al.*, 2020; J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020; X. Nie *et al.*, 2019; Spierings, Dawson, Heeling, *et al.*, 2017; Yang, Shi, *et al.*, 2018; H. Zhang *et al.*, 2017; L. Zhou *et al.*, 2019).

Des pores résiduels subsistent après la fabrication des alliages modifiés (Figure 27). Dans le cas de l'alliage pré-allié, les pores sphériques ont été attribués à de l'hydrogène piégé et l'évaporation des gaz de Zn et Mg au cours de la fabrication. La densité maximale atteinte est alors de $99,0 \pm 0,1$ % (mesure par analyse d'image) (Tableau 12) (A. Martin *et al.*, 2022). Dans le cas des poudres fonctionnalisées, les pores sont eux associés au piégeage de l'hydrogène lors de la dissociation de ZrH_2 . Dans ce dernier cas, la densité maximale obtenue est de 94,7 % (mesure par poussée d'Archimède) et de 98,3 % (analyse d'image) (Tableau 12) (Galera-Rueda *et al.*, 2021; Mertens *et al.*, 2020).

Auteurs	Densité (%)	P (W)	V (mm/s)	Ev (μm)	e (μm)	E _{vol} (J/mm ³)
(Galera-Rueda <i>et al.</i> , 2021) 7075 + ZrH₂	94,7	321	1 000	80	30	123,7
(Mertens <i>et al.</i> , 2020)	98,3	350	600	100	30	194,4
(A. Martin <i>et al.</i> , 2022) Poudre pré-alliée	99,0	225	889	120	30	70,2

Tableau 12 : Paramètres utilisés pour l'impression des alliages modifiés.

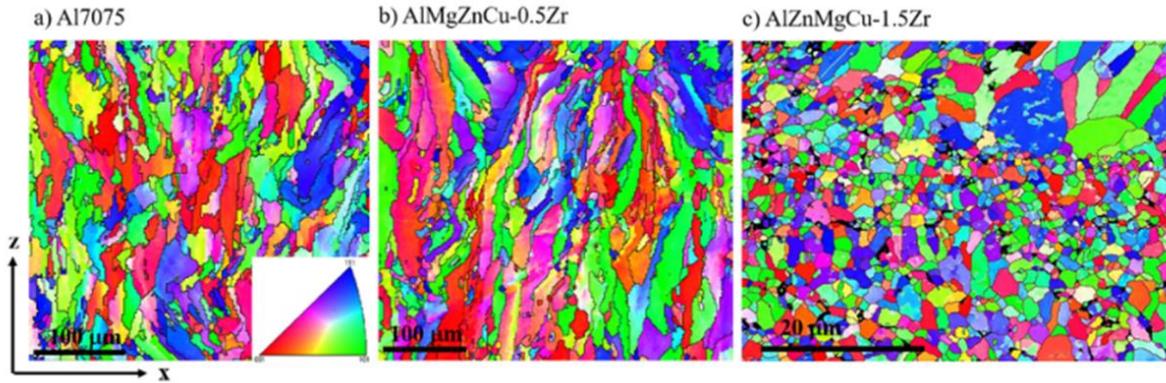


Figure 26 : Cartographies EBSD des alliages a) 7075, b) AlZnMgCu-0,5Zr et c) AlZnMgCu-1,5Zr dans l'état brut de fabrication. Les cartographies IPF sont prises le long du plan XZ et présentent l'orientation dans la direction de fabrication (désorientation angulaire de 15°) (A. Martin *et al.*, 2022).

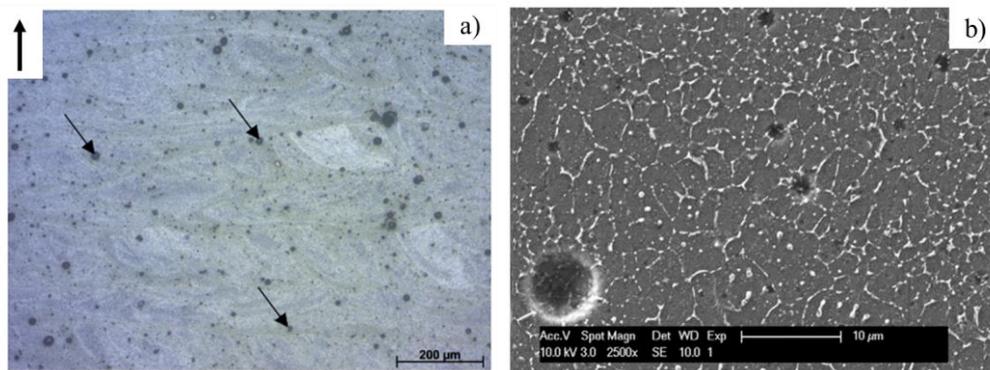


Figure 27 : Micrographies a) optique et b) électronique de l'alliage 7050 + 7 %m Zn + 1 %m Zr, sans fissure (Mertens *et al.*, 2020).

L'ajout de 1 %m de Zr permet l'inhibition d'une croissance épitaxiale et la formation d'une structure de grain bimodale. Cette structure est composée de grains allongés (10 – 15 μm de long) au centre des bains de fusion et des grains équiaxes (2 – 4 μm de diamètre) à la base des bains de fusion (Croteau *et al.*, 2018; Griffiths *et al.*, 2020; A. Martin *et al.*, 2022). Les deux types de grains sont orientés aléatoirement, le matériau imprimé ne présente pas de texture (Galera-Rueda *et al.*, 2021; A. Martin *et al.*, 2022). A. Martin *et al.* expliquent que la densité élevée qu'ils obtiennent est liée à l'augmentation de la surface des joints de grains avec l'ajout du zirconium, ce qui facilite l'accommodation des déformations lors de la solidification.

La formation de la structure bimodale pour les matériaux modifiés par l'ajout de Zr et/ou Sc a été associée à la formation hétérogène de particules de germination Al_3Zr ou Al_3Sc au sein du bain de fusion liquide. La concentration de ces particules dépend de la température et de la vitesse de solidification. Dans le cas d'alliages Al-Mg-(Sc-)Zr, il a été montré que les germes présentés ne peuvent exister qu'à une température inférieure à 800 °C (Croteau *et al.*, 2018; Spierings *et al.*, 2016; Spierings, Dawson, Heeling, *et al.*, 2017; Yang, Shi, *et al.*, 2018). Aux frontières des bains, la température est considérée inférieure à 800 °C, les particules Al_3Zr existent et peuvent jouer leur rôle de germe pour la solidification de la phase α -Al. Les grains formés sont alors très fins et aléatoirement orientés. Au centre des bains de fusion, où la température est plus élevée, les particules Al_3Zr sont dissoutes. Lors du refroidissement, avec l'augmentation de la vitesse de solidification, les atomes de Zr se retrouvent en solution solide

(Figure 28). La faible concentration de germes à l'intérieur du bain favorise la croissance colonnaire des grains le long du gradient thermique et perpendiculairement au bain de fusion (A. Martin *et al.*, 2022; Opprecht *et al.*, 2021).

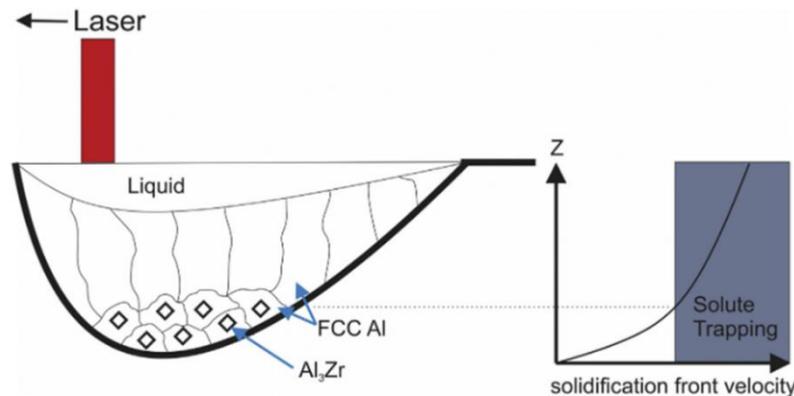


Figure 28 : Schématisation d'un bain de fusion et de l'effet de la vitesse de solidification en fonction de la profondeur du bain (Griffiths *et al.*, 2018).

A la frontière des bains de fusion, là où les grains sont les plus fins, il apparaît des précipités cubiques au centre des grains. Ces précipités n'apparaissent pas dans les grains les plus grossiers (Figure 29). Par diffraction et analyse chimique (STEM-EDS), il a été montré que ces précipités sont des précipités Al_3Zr de structure L1_2 (Croteau *et al.*, 2018; Opprecht *et al.*, 2020). A l'intérieur des grains grossiers et fins, d'autres particules sont observables. Ces particules sont des oxydes et des précipités riches en Zr. Il existe également des précipités de taille nanométrique. Des analyses HAADF-STEM-EDS (Figure 30) ont permis de montrer que ces précipités sont principalement des précipités de type Al-Cu.

Les joints de grains, des grains grossiers et fins, sont peuplés de précipités allongés et de particules plus rondes (Figure 29) (Galera-Rueda *et al.*, 2021). Ces particules ont été identifiées par A. Martin comme étant des particules riches en Mg-Zn mais aussi à des particules riches en zirconium (A. Martin *et al.*, 2022). De leur côté, Galera-Rueda *et al.* précisent que les joints de grains présentent principalement des précipités Al-Cu (Figure 30) (Galera-Rueda *et al.*, 2021).

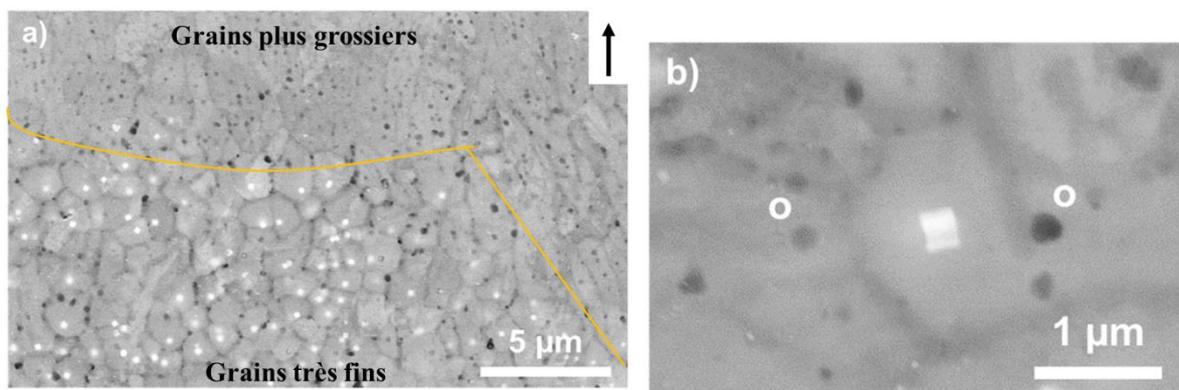


Figure 29 : Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés) d'un alliage Al-Mg-Zr élaboré par L-PBF présentant a) une région à grains plus grossiers allongés et une zone à grains très fins dans laquelle des précipités cubiques Al_3Zr sont localisés aux centres des grains ; b) précipité cubique Al_3Zr au centre d'un grain très fin. Des particules d'oxyde sont également visibles (notées « O »). Figures adaptées de (Croteau *et al.*, 2018).

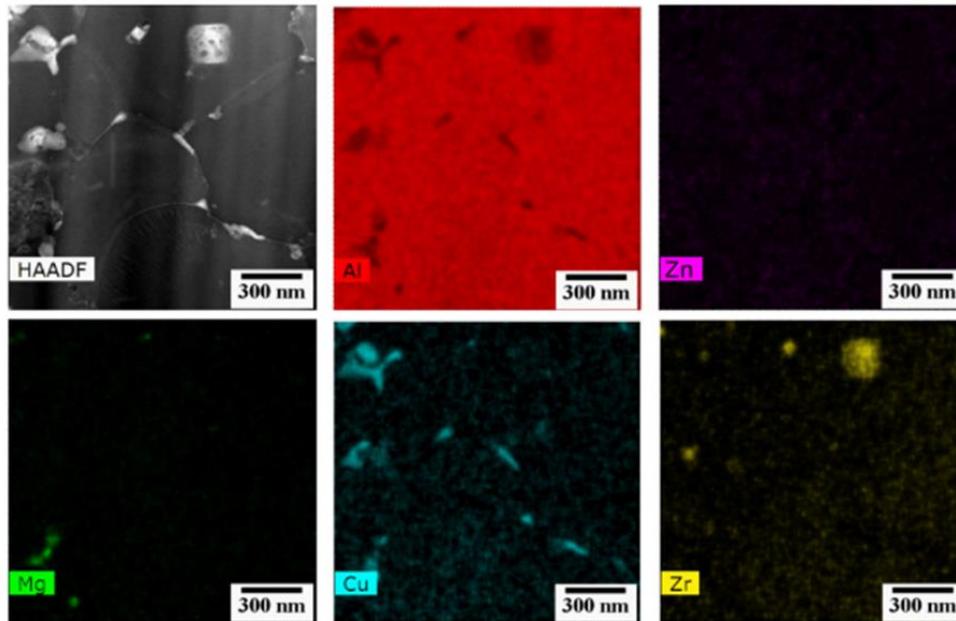


Figure 30 : Cartographies HAADF-STEM présentant la composition chimique des précipités pour l'alliage 7075 + ZrH₂ à l'état brut de fabrication (Galera-Rueda *et al.*, 2021).

Ainsi, l'incorporation de zirconium au matériau au cours de la fusion permet, au cours du refroidissement, la formation de particules Al₃Zr sous l'isotherme 800 °C. Ces particules servent de germe pour la solidification de l'aluminium, qui forme des grains très fins équiaxes. En raison d'une augmentation de la vitesse du front de solidification, le Zr est piégé en solution solide au-dessus de l'isotherme 800 °C. Il ne peut donc plus agir comme germe et la solidification de l'aluminium est colonnaire. Une microstructure bimodale, sans texture particulière se forme. Les joints de grains sont riches en particules, essentiellement de type Al-Cu. A l'intérieur des grains, une dispersion de précipités existe ; elle est formée par des particules Al-Cu et Al-Zr.

La formation de cette structure limite la susceptibilité à la fissuration à chaud, et des densités relatives élevées peuvent être atteintes. Cependant, cette solidification particulière n'est possible que si la quantité de zirconium ajouté à l'alliage de référence est suffisamment importante ; la valeur seuil pour cette solidification se situe dans l'intervalle]0,5 – 1] %m. Cette valeur est supérieure à celle requise pour les procédés de fonderie ou de corroyage. L'augmentation de la teneur en Zr nécessaire pour l'affinement des grains par L-PBF est due à l'augmentation de la solubilité du Zr au cours du procédé L-PBF et les conditions hors équilibre qu'il engendre.

4.4. Microstructure après traitements thermiques

Les traitements thermiques employés pour augmenter les propriétés des matériaux de la série 7xxx modifiés et élaborés par L-PBF sont principalement des traitements T6, très proches des traitements optimisés pour les matériaux de référence. Les mises en solution s'effectuent entre 465 et 480 °C pour des durées comprises entre 30 min et 2 h. Les matériaux sont ensuite trempés dans de l'eau à température ambiante, avant de subir un revenu entre 120 et 135 °C pendant 3 à 18 h (A. Martin *et al.*, 2022; J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020).

Une fissuration au cours du traitement complet n'a pas été rapportée. Cependant, une diminution de la masse volumique a été notée par Mertens *et al.* : la densité est passée de 98,3 % à 96 % après traitement (Mertens *et al.*, 2020). Les auteurs ont associé cela à la libération de l'hydrogène piégé au cours du traitement thermique. Lors de l'élaboration par L-PBF, l'hydrogène se retrouve en partie piégé en solution solide et lorsque la température augmente au cours du traitement à haute température, la vitesse de diffusion de l'hydrogène augmente. L'hydrogène libéré tend à former des pores. Cette augmentation de porosité peut aussi être liée à l'effet de relâchement des contraintes et à la mobilité des pores au cours du traitement (Mertens *et al.*, 2020).

La structure granulaire (Figure 31) est très stable thermiquement puisque le traitement ne modifie pas la structure bimodale et que le grossissement des grains reste faible. Les grains fins sont toujours situés aux frontières des bains de fusion et possèdent un diamètre de l'ordre de 3 à 6 μm . Les grains les plus grossiers occupent le reste du volume des bains de fusion, et sont de taille d'environ 15 à 20 μm . La stabilité de la structure issue de la solidification est due à la présence de précipités riches en Zr au niveau des joints de grains (A. Martin *et al.*, 2022; Mertens *et al.*, 2020).

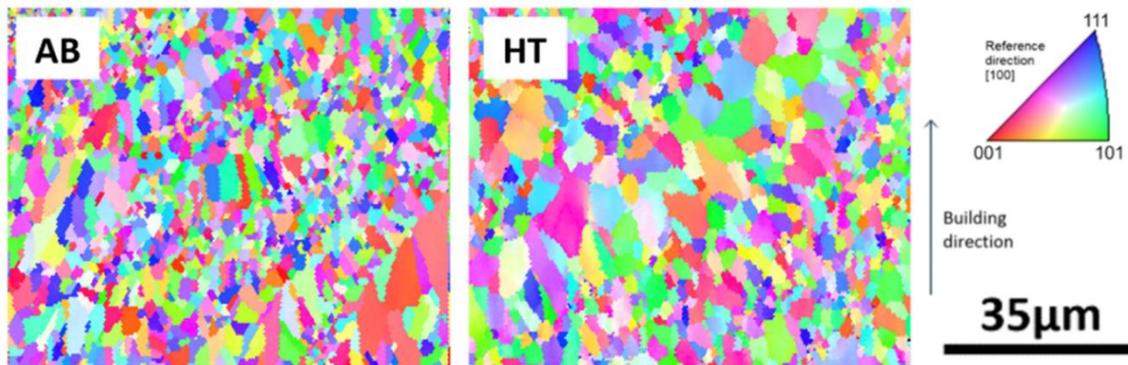


Figure 31 : Cartographies EBSD de l'alliage 7050 + 7 %m Zn + 1 %m Zr élaboré par L-PBF dans les état brut de fabrication (AB) et traité T6 (HT) (Mertens *et al.*, 2020).

Dans des régions proches de la frontière des bains de fusion, une diversité de précipités présentant des contrastes différents existe à la fois aux joints de grains et à l'intérieur des grains (Figure 32). Les précipités présents initialement aux joints de grains ont été majoritairement dissous lors de la mise en solution. Les précipités Al_3Zr observés après fabrication le sont toujours. Les plus petits précipités riches en Zr ont pu être dissous lors du maintien à haute température, réduisant ainsi l'effet d'épinglage des joints de grains et donc leur migration. A l'intérieur des grains, le traitement T6 permet la précipitation homogène d'une grande densité de précipités (Figure 33). Les micrographies obtenues par MET-champ clair et HAADF-STEM montrent la présence d'un grand nombre de précipités MgZn_2 de taille nanométrique (4 – 5 nm de diamètre). De plus, la décomposition de la solution solide sursaturée en Zr peut engendrer la formation de précipités métastables Al_3Zr de taille nanométrique. Ces derniers se formeraient à l'étape de mise en solution en raison de la faible diffusivité de Zr dans Al et peuvent également contribuer à l'effet de renforcement par précipitation (Croteau *et al.*, 2018; A. Martin *et al.*, 2022).

Ainsi, le traitement thermique T6 ne modifie pas la structure bimodale obtenue par la solidification rapide au cours du procédé L-PBF malgré un passage à haute température. La stabilité des précipités Al_3Zr permet de maintenir les joints de grains, même si un léger grossissement des grains a été observé. L'étape de mise en solution assure la dissolution des précipités présents aux joints de grains, ainsi que la précipitation de précipités Al_3Zr . Le revenu a quant à lui permis la précipitation de la phase durcissante MgZn_2 .

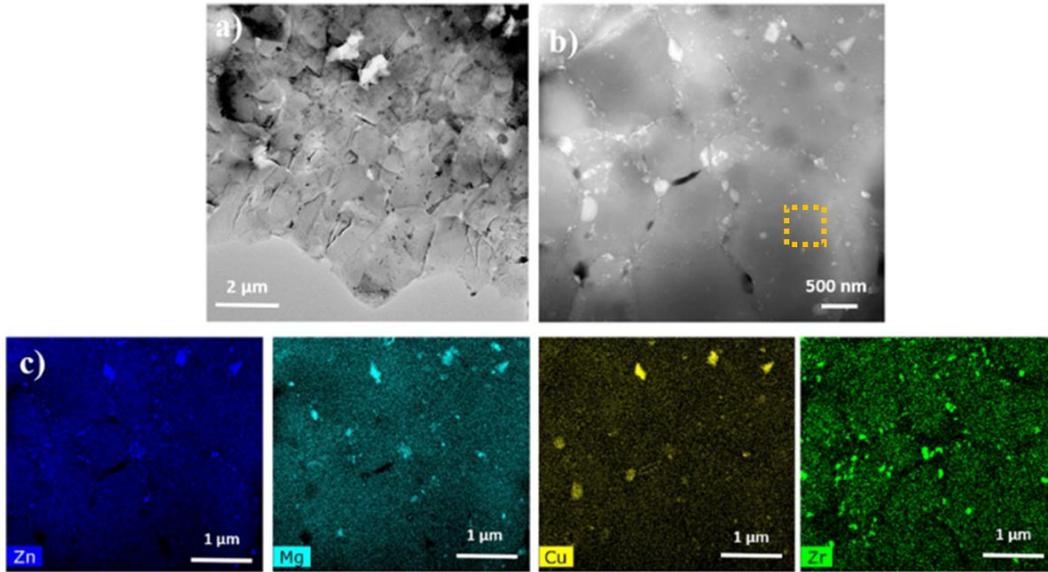


Figure 32 : Caractérisation par MET de l'alliage AlZnMgCu-1,5Zr dans l'état T6. a) Champ clair présentant une vue générale des grains, b) micrographie HAADF-STEM, c) cartographies EDS des éléments Zn, Mg, Cu, et Zr (A. Martin et al., 2022).

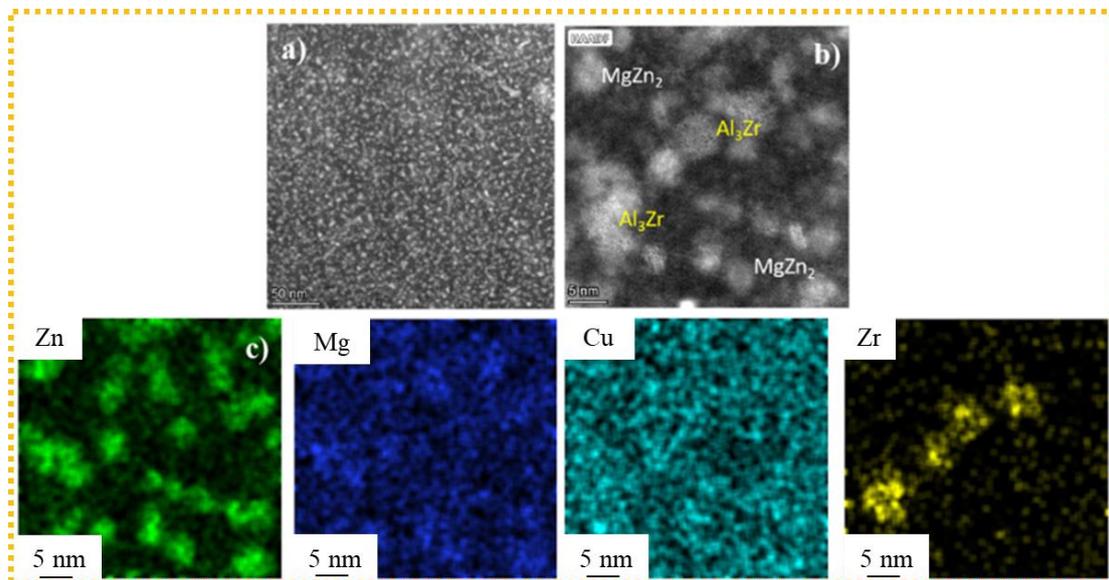


Figure 33 : Caractérisation par MET de l'alliage AlZnMgCu-1,5Zr dans l'état T6. a) Champ clair présentant une vue générale des grains, b) micrographie HAADF-STEM montrant des nano-précipités MgZn_2 et Al_3Zr , c) cartographies EDS des éléments Zn, Mg, Cu, et Zr (A. Martin et al., 2022).

4.5. Propriétés mécaniques

4.5.1. Dureté

Les propriétés du matériau imprimé sont évaluées à l'état brut de fabrication et à l'état traité (Tableau 13). Pour l'état brut, la différence entre les auteurs peut provenir de la densité relative des matériaux obtenus. Pour A. Martin *et al.*, la densité relative obtenue atteint 99 %, contre 98,3 % pour Mertens *et al.* La dureté obtenue après fabrication est pratiquement égale à celle des alliages 7075 et 7050 dans leur état traité. Cette dureté est probablement due à une taille de grain faible, une solution solide sursaturée en éléments d'addition et au renforcement par la présence de précipités Al_3Zr . Cependant, cette valeur ne dépasse pas celle de l'alliage 7075 en raison des précipités grossiers présents le long des joints de grains, au contraire d'une dispersion fine de précipités Mg_2Si dans l'alliage corroyé traité.

Après traitement thermique T6, il y a une augmentation de dureté très importante (A. Martin *et al.*, 2022; Mertens *et al.*, 2020). La différence entre ces deux auteurs peut provenir une nouvelle fois de la différence de densité relative : elle chute à 96 % pour Mertens *et al.* après traitement. Les duretés atteintes pour ces deux auteurs sont supérieures à celles des deux alliages de référence. Pour A. Martin et ses co-auteurs, cette valeur de 223 $\text{HV}_{0,5}$ démontre l'efficacité de leur approche, dans laquelle ils ont ajouté des quantités supplémentaires de Zn et de Mg dans le matériau avant fabrication afin de compenser leur vaporisation au cours de la fabrication. Pour eux, la mise en solution est nécessaire pour dissoudre les précipités riches en Mg-Zn sur-vieillis lors de la fabrication. De son côté, le revenu permet d'obtenir la dureté la plus élevée (Babu *et al.*, 2021; A. Martin *et al.*, 2022). Cela contredit ce que d'autres auteurs affirmaient : le seul moyen d'augmenter les propriétés d'un alliage 7075 modifié était un vieillissement direct après la fabrication, en conservant la structure L-PBF (Montero-Sistiaga *et al.*, 2016).

La valeur de dureté obtenue par J.H. Martin *et al.* après traitement thermique est relativement faible pour un alliage de ce type. Ils associent ce manque de résistance à l'évaporation de zinc lors de la fabrication (J. H. Martin *et al.*, 2017). L'alliage sur lequel ils ont effectué les mesures de dureté (7075 ou 7075 + Zr) n'est pas clairement identifié.

Auteurs	Alliage	Etat brut	T6
(J. H. Martin <i>et al.</i> , 2017)	7075 (+ ZrH ₂ ?)	-	140 HV_{0,2}
(A. Martin <i>et al.</i> , 2022)	AlZnMgCu + 1,5Zr	159 ± 2 HV_{0,5}	223 ± 3 HV_{0,5}
(Galera-Rueda <i>et al.</i> , 2021)	7075 + 2,5 % vol ZrH ₂	133 ± 3 HV	-
(Mertens <i>et al.</i> , 2020)	7050 + 7 %m Zn + 1 %m Zr	98 ± 10 μHV	202 ± 13 μHV

Tableau 13 : Duretés obtenues dans la littérature pour des alliages 7xxx modifiés et élaborés par L-PBF. Etats brut et traité T6.

4.5.2. Propriétés en traction

Auteurs	Rp _{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)
(Mertens <i>et al.</i> , 2020)	230 ± 18	249 ± 51	7,3 ± 5,7	60 ± 5

Tableau 14 : Propriétés en traction de l'alliage 7075 + 7%*m* + 1%*m* Zr élaboré par L-PBF dans l'état brut de fabrication.

Auteurs	Rp _{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)
(J. H. Martin <i>et al.</i> , 2017)	325 – 373	383 – 417	3,8 – 5,4	63 - 66
(Mertens <i>et al.</i> , 2020)	483 ± 63	506 ± 34	3,0 ± 2,6	62 ± 8

Tableau 15 : Propriétés en traction de différents alliages 7xxx modifiés élaborés par L-PBF et traités thermiquement (traitement T6).

Les grandeurs caractéristiques obtenues pour le matériau 7075/7050 modifié sont présentées dans le Tableau 14 pour l'état brut de fabrication et dans le Tableau 15 pour l'état T6. Les éprouvettes testées ont été imprimées dans les plans XY et XZ.

L'alliage 7050 modifié possède, à l'état brut de fabrication, une ductilité relativement importante. La résistance mécanique atteinte est cependant faible. Les courbes de traction (Figure 34 – a) montrent l'existence d'un plateau plastique. Après traitement thermique, la résistance mécanique atteint 500 MPa, mais l'allongement à rupture est réduit. L'augmentation de la résistance est due à la présence de fins précipités MgZn₂ alors que la réduction d'élongation serait causée par une augmentation du taux de porosité après la mise en solution (Mertens *et al.*, 2020).

L'alliage 7075 fabriqué additivement avec l'incorporation de germes Al₃Zr possède des propriétés inférieures à celles obtenues pour le même alliage non modifié et obtenu par corroyage (Tableau 9 et Tableau 15). La ductilité observée dans le matériau fonctionnalisé (7075 + Zr) par les nanoparticules Al₃Zr indique l'élimination complète des fissures délétères (Figure 34 – b) (J. H. Martin *et al.*, 2017). Selon les auteurs, les faibles valeurs de résistance peuvent s'expliquer par un adoucissement de la déformation, « strain softening », dû à la réduction de la taille de grain et l'évaporation de Zn (élément renforçant important), lors du processus de fusion par lasage. Les différences de propriétés entre l'alliage fonctionnalisé et l'alliage de référence peuvent être résolues, en augmentant la concentration de zinc dans la poudre initiale pour améliorer la résistance et en optimisant le traitement thermique pour obtenir une taille de grain optimale et éliminer l'adoucissement. De même, l'allongement et le module d'Young peuvent être augmentés par l'amélioration du choix des paramètres de fabrication, en réduisant notamment les porosités engendrées par une densité d'énergie excessive et la présence de gaz piégé. Les pièces fabriquées par fabrication additive sont parfois soumises à des traitements HIP pour réduire leur porosité et améliorer leurs propriétés. Ce traitement n'a pas été effectué par l'auteur afin de conserver les mêmes conditions de traitement entre les alliages 7075 et 7075+Zr (J. H. Martin *et al.*, 2017). Il faut néanmoins noter que le taux de porosité de l'alliage modifié élaboré n'a pas été fourni par les auteurs.

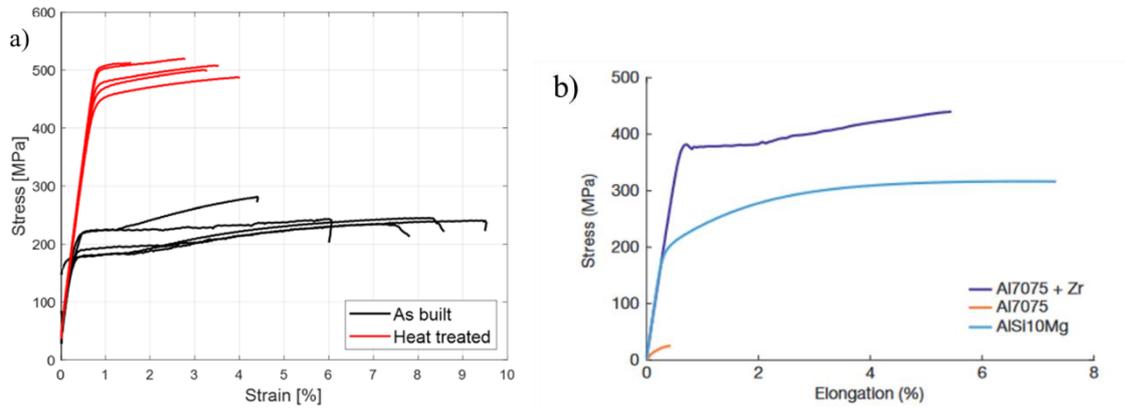


Figure 34 : Courbes de traction des alliages a) 7050 + 7 %m Zn + 1 %m Zr élaborés par L-PBF dans les état brut de fabrication (« As built ») et traité T6 (« Heat treated ») (Mertens *et al.*, 2020), et b) 7075 + Zr dans l'état brut (J. H. Martin *et al.*, 2017).

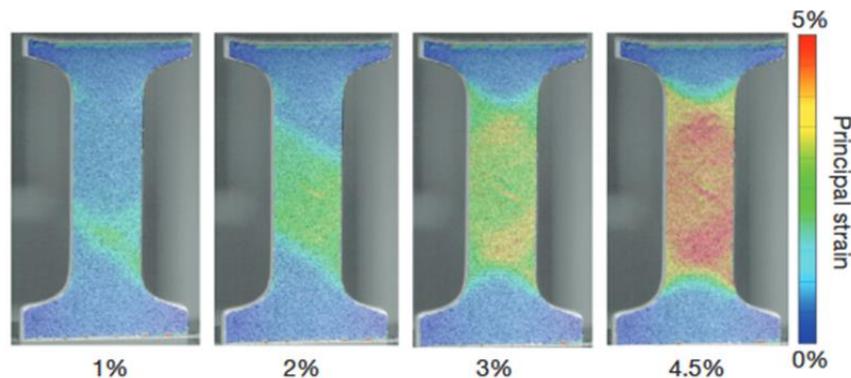


Figure 35 : Représentation de la déformation de l'alliage 7075 + Zr, dans un état traité thermiquement, au cours d'un essai de traction uniaxiale (J. H. Martin *et al.*, 2017).

L'étude de la déformation par corrélation d'image (Figure 35) montre la présence de bandes de Lüders lors de la déformation du matériau dans l'état T6, ce qui est caractéristique d'un alliage d'aluminium avec une taille de grains inférieure à $10 \mu\text{m}$ (J. H. Martin *et al.*, 2017; Yu *et al.*, 2005). De plus, un pic de contrainte apparaît à la sortie du domaine d'élasticité, puis un plateau avant que la contrainte ne réaugmente lorsque la déformation totale dépasse les 2 %. Cela est le signe d'une instabilité plastique (Figure 34 – b).

Dans le cas d'un alliage Al-Cu-Mg-Mn élaboré par L-PBF et pour lequel a été ajouté du zirconium selon différents niveaux, Nie *et al.* ont observé des dentelures sur la courbe contrainte-déformation après le passage de la limite d'élasticité lorsque la teneur en Zr dépasse 1 %m, et un plateau plastique pour une teneur égale à 2 %m (X. Nie *et al.*, 2019; H. Zhang *et al.*, 2017). Les dentelures ont également été observées sur d'autres nuances Al-Zn-Mg et Al-Mg pour lesquelles au moins 1 %m de (Sc + Zr) a été ajouté (Shi *et al.*, 2018; L. Zhou *et al.*, 2019). L'une des forces motrices de l'instabilité plastique est l'interaction entre les atomes en solution solide (notamment Cu) et les précipités (Al_3Zr , MgZn_2) avec les dislocations. De plus, l'augmentation de Zr, au-delà de 1 %m, tend à réduire la taille des grains et à transformer les grains colonnaires en grains fins équiaxes (Mertens *et al.*, 2020). Ainsi, l'affinement des grains augmente la densité de dislocations et bloque le mouvement des dislocations mobiles. L'interaction dislocations – atomes en solution solide est donc plus importante (X. Nie *et al.*,

2019). L'ajout de Zr induit la formation de grains ultrafins, équiaxes qui permettent d'augmenter la résistance ainsi que l'isotropie des propriétés (le rapport des limites d'élasticité en fonction des directions est proche de 1). Néanmoins, la loi de Hall-Petch (contrainte de friction de 20 MPa, constante k égale à $0,17 \text{ MPa}\sqrt{m}$) ne permet pas de justifier à elle seule l'augmentation de la limite d'élasticité avec la réduction de la taille de grain (H. Zhang *et al.*, 2017). Les renforcements par précipitation et par solution solide contribuent donc à augmenter les propriétés mécaniques en traction.

4.6. Synthèse

Le choix de l'alliage de haute performance s'est porté sur l'alliage 7075, très employé dans l'industrie pour des applications structurales. Cependant, cet alliage présente une susceptibilité à la fissuration qui le rend non imprimable pour des applications mécaniques puisqu'au cours de la solidification des fissures se forment dans le sens de fabrication. Plusieurs techniques ont été recensées pour permettre la fabrication sans fissure de cet alliage ; celle retenue pour la suite de ce travail est le contrôle de la solidification par la formation de phases de germination. La composition chimique de l'alliage 7075 est alors modifiée par l'ajout de zirconium. Cette modification est effectuée soit par des procédés de fonctionnalisation des particules de poudre, soit à partir d'alliages pré-alliés.

Lors de la fusion, le zirconium est réparti dans le bain de fusion. Au cours de la solidification, des précipités Al_3Zr se forment. Leur paramètre de maille est proche de celui de la phase $\alpha\text{-Al}$, ce qui permet la solidification de l'aluminium à partir de ces précipités. La microstructure ainsi obtenue après solidification est très particulière : c'est une structure bimodale avec présence de grains très fins aux frontières des bains et de grains plus grossiers au centre. Les premiers se forment directement à partir des germes alors que les seconds se forment par croissance épitaxiale. La fissuration est inhibée et des pores résiduels sont observables. Ils sont notamment dus au piégeage d'hydrogène. A l'intérieur des grains et au niveaux des joints de grains, des précipités riches en zirconium et en cuivre sont observés.

Après un traitement thermique T6, la structure reste bimodale avec un léger grossissement des grains. Les précipités aux joints de grains sont dissous et des précipités durcissants MgZn_2 sont présents à l'intérieur des grains.

Les propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication sont relativement élevées pour des alliages d'aluminium mais restent inférieures à celles de l'alliage 7075-T6. Après traitement thermique, la dureté est bien supérieure à celle de l'alliage non modifié et les propriétés en traction sont équivalentes à la référence. L'allongement est néanmoins inférieur en raison du taux de porosité.

Ainsi, l'ajout de zirconium permet de réduire la susceptibilité à la fissuration à chaud en permettant la solidification hétérogène de petits grains. Une amélioration des propriétés mécaniques est constatée notamment par une microstructure fine, une solution solide sursaturée et la précipitation de phases durcissantes.

5. Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté dans un premier temps le procédé de fusion laser sélective ainsi que les alliages d'aluminium élaborés par L-PBF. Les alliages soudables Al-Si (notamment les alliages hypo-eutectiques) sont facilement imprimables en raison de leur faible intervalle de solidification. Leur élaboration par L-PBF leur fournit une structure granulaire colonnaire engendrée par une croissance épitaxiale. Un grain peut traverser plusieurs bains de fusion. Au sein de chaque bain, une structure cellulaire composée de cellules d'aluminium entourées d'une phase riche en silicium se forme au cours du refroidissement rapide. Cette structure dépend des conditions opératoires mises en œuvre mais permet, dans le cas général, d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques à l'état brut. Néanmoins, cet état n'est pas stable à haute température, et un traitement supérieur à 200 °C induit une perte de résistance mécanique. Un vieillissement artificiel à température modérée permet d'améliorer les propriétés mécaniques. D'autre part, les alliages de la série 7xxx, recherchés pour leurs bonnes propriétés mécaniques, ne sont pas imprimables. La modification chimique de l'alliage par ajout de zirconium permet de modifier le comportement de solidification et de fabriquer par L-PBF des pièces non fissurées. Leur microstructure granulaire est bimodale au sein de chaque bain de fusion, avec les grains les plus fins à la frontière. Cette microstructure particulière est stable en température ce qui permet d'effectuer des traitements thermiques et d'obtenir un état de dureté supérieur à la référence, l'alliage 7075.

Ainsi, les deux alliages présentent des caractéristiques différentes (Tableau 16) et l'approche d'étude sera également différente (Chapitre 3 et Chapitre 4). Pour l'alliage AlSi10Mg, l'influence des orientations de fabrication et des traitements thermiques *in situ* sur certaines propriétés mécaniques, notamment face à la présence d'entaille seront étudiées. Pour l'alliage 7075 modifié, l'accent sera davantage mis sur les caractéristiques métallurgiques et leur évolution en fonction des traitements thermiques. Les deux alliages concernés par cette étude seront présentés au Chapitre 2.

Alliages	AlSi10Mg	Al-Zn-Mg-Cu-Zr
Fissuration / Porosité	Non / Oui	Non / Oui
Structurale granulaire	Colonnaire et épitaxiale	Bimodale et équiaxe
Microstructure	Cellulaire Hétérogène dans un bain	Joint de grains décorés Hétérogène dans un bain
Stabilité thermique	Non	Oui
Précipitation possible	Oui	Oui
Anisotropie mécanique	Oui	Non renseigné
Dureté supérieure à l'alliage de fonderie / corroyé dans état T6	Oui selon paramétries et traitements	Oui selon paramétries et traitements

Tableau 16 : Comparaison entre les deux alliages étudiés à travers les informations de la littérature.

Chapitre 2 : Développement et fabrication des alliages de l'étude

AlSi10Mg
Al-Zn-Mg-Cu – Zr

Fonctionnalisation
Paramétrie
Santé matière
Analyse chimique

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation du premier matériau de l'étude, à savoir l'AlSi10Mg. La chimie de la matière première ainsi que les paramètres utilisés pour la fabrication de l'alliage sont décrits. Une analyse de la santé matière du matériau imprimé par L-PBF est également présentée.

La deuxième partie de ce chapitre fait appel au principe de la fonctionnalisation par ajout d'élément(s) chimique(s) à la surface des particules de poudre. Après avoir effectué une caractérisation chimique des particules de poudre, un plan d'expériences a été mis en place afin de définir une gamme paramétrique permettant l'impression d'un nouvel alliage : Al-Zn-Mg-Cu modifié.

Enfin, une synthèse a été effectuée et a permis de différencier les deux alliages en matière d'axes d'étude. Les principales méthodes et analyses mises en œuvre au cours de ces travaux de recherche font également l'objet de ce chapitre.

1. Alliage de référence : AlSi10Mg

1.1. Poudre mise en œuvre

La poudre d'aluminium utilisée est une poudre de la nuance AlSi10Mg-0403, de taille moyenne comprise entre 20 et 63 μm . Cette poudre a été achetée auprès de la société Renishaw. La composition de la poudre est donnée par le revendeur ; elle suit la norme EN-AC-AlSi10Mg (Tableau 17).

Elément chimique	Composition donnée par le fabricant (%m)
Al	Base
Si	9,0 – 11,0
Mg	0,25 – 0,45
Fe	< 0,25
Ti	< 0,20
Zn	< 0,10

Tableau 17 : Composition chimique de la poudre d'AlSi10Mg fournie par la société Renishaw.

L'étude bibliographique a montré que les particules de poudre d'aluminium présentent une enveloppe d'oxydes et d'hydroxydes à leur surface (Aboulkhair *et al.*, 2014; Cordova *et al.*, 2019; X. P. Li *et al.*, 2016a). Les hydroxydes de surface peuvent engendrer de la porosité dans les pièces par le piégeage d'hydrogène au cours de la solidification, en raison de la différence de solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium liquide et solide. La solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium solide est très faible comparée à celle dans l'aluminium liquide (0,036 contre 0,69 $\text{cm}^3/100 \text{ g}$ au point de fusion à 660 °C (Tiryakioğlu, 2020)). Pour quantifier la présence d'hydrogène de cette poudre, un dosage a été effectué par la société EVANS ANALYTICAL GROUP par la méthode *Inert Gas Analysis*. Cette méthode consiste à chauffer l'échantillon de poudre jusqu'à l'état liquide dans une atmosphère inerte. Les gaz générés dans le four (CO, CO₂, N₂ et H₂) sont libérés dans le flux de gaz inerte et analysés par infrarouge pour l'oxygène, ou par conductivité thermique pour l'azote ou l'hydrogène. La séparation et l'analyse des gaz donnent une analyse quantitative massique de chaque élément. Ainsi, l'échantillon de poudre neuve analysé présente une concentration massique d'hydrogène de 27 ppm wt. Il est supposé que ce taux provienne uniquement de l'enveloppe d'hydroxyde des particules de poudre.

Un échantillon de particules de poudre, observé par microscopie électronique, est présenté en Figure 36. Il révèle des particules plutôt non sphériques avec des protubérances, issues du procédé d'atomisation. Une analyse EDS de cet échantillon de poudre fournit une estimation de la composition chimique de la poudre étudiée. Les compositions suivantes sont données en %m : 88,33 % Al, 11,36% Si et 0,31 % Mg.

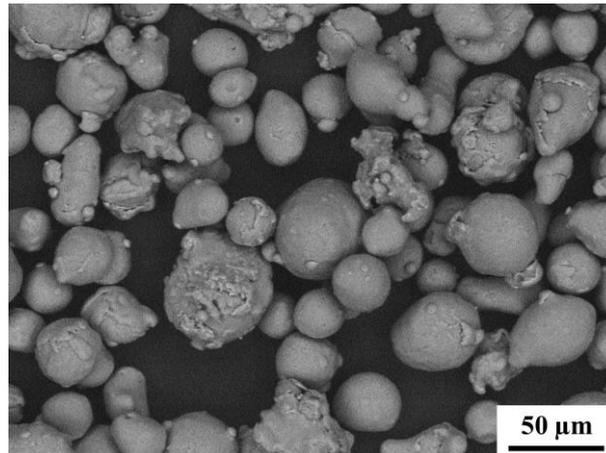


Figure 36 : Particules de poudre de l'alliage AlSi10Mg, à l'état de réception (MEB, $\times 1000$, $WD = 10,0$ mm).

1.2. Machine et paramètres de fabrication

La machine de fabrication utilisée pour les fabrications de cette thèse est une Renishaw AM400, située sur la plateforme de « Structure Mutualisée de Recherche CEF3D » de l'ENIT. Le plateau en aluminium sur lequel ont été fabriquées les pièces a une surface de 280×280 mm². La hauteur de fabrication maximale est de 300 mm. La machine fonctionne avec un laser pulsé de longueur d'onde égale à 1070 nm : la fabrication se fait donc point par point. Le gaz utilisé pour protéger la fusion du lit de poudre est l'Argon 5.0 (pur à 99,999 %). Le système de dépôt de poudre est constitué d'un silo situé au-dessus de la machine, d'un doseur et d'un racleur dont la partie en contact avec la poudre est en silicone. Les paramètres utilisés pour cette fabrication sont les paramètres par défaut fournis par Renishaw pour le matériau étudié, avec une température de préchauffage de la plateforme pouvant aller de 25 °C à 170 °C. Les paramètres de fabrication sont référencés dans le Tableau 18. Le repérage spatial utilisé pour les fabrications et les analyses est présenté en Annexe 1.

La densité d'énergie volumique (E_{vol}) utilisée pour la construction des pièces est de $57,3$ J/mm³. Elle est définie, pour un laser pulsé selon la relation :

$$E_{vol} = \frac{P \cdot t_{exposition}}{e \cdot E_v \cdot d_{points}} \quad (2)$$

Paramètres de fabrication	e (µm)	P (W)	$t_{exposition}$ (µs)	d_{points} (µm)	E_v (µm)	Taille de la tâche laser (µm)	Température préchauffage T_p (°C)
Valeurs	30	275	40	80	80	70	25 ou 170

Tableau 18 : Paramètres utilisés pour l'élaboration de l'alliage AlSi10Mg par L-PBF ; Paramétrie Renishaw.

La stratégie de balayage impose au système optique de balayer en premier le centre des pièces, puis d'effectuer le contour de celles-ci. La stratégie est une stratégie « stripes » (par bandes) avec une rotation de 67° entre deux couches. Certains paramètres utilisés pour le contour sont différents de ceux précédemment indiqués pour le corps des pièces : $P = 375$ W, $d_{points} = 80$ µm, $t_{exposition} = 40$ µs.

1.3. Santé matière du matériau imprimé

1.3.1. Masse volumique et taux de porosité

Le taux de porosité est une grandeur très largement étudiée par la communauté scientifique s'intéressant à l'élaboration de pièces par fabrication additive. L'étude des défauts peut s'effectuer par différentes approches : radiographie, tomographie, microscopie. Cependant, un moyen plus simple et répétable permettant de caractériser l'état de porosité d'un matériau est de déterminer sa densité relative. Deux techniques sont généralement utilisées dans la littérature : la méthode de la double pesée, dite méthode d'Archimède, et une méthode par analyse d'images (Spierings *et al.*, 2011).

La méthode d'Archimède est non destructive et consiste à réaliser deux pesées d'un même échantillon, chacune dans un fluide distinct. En général, le fluide de référence est l'air ; la masse de l'échantillon dans l'air est notée m_{air} . Le second fluide dépend de la nature de l'échantillon testé. Il s'agit souvent d'eau distillée ou d'éthanol. Ce fluide doit être mouillant et sa masse volumique doit être connue avec précision (notamment son évolution en fonction de la température). La masse de l'échantillon immergé dans le fluide choisi est notée m_{fluide} .

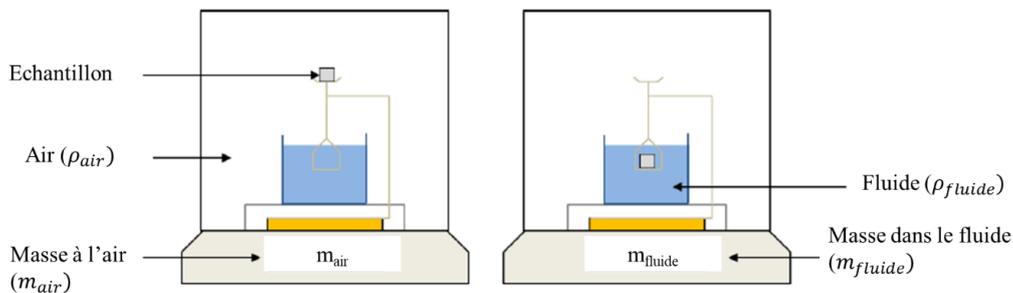


Figure 37 : Principe de la méthode de la double pesée ou méthode d'Archimède (Arvieu *et al.*, 2020).

On calcul ensuite la masse volumique à l'aide de la formule ci-dessous, où ρ_{fluide} est la masse volumique du fluide :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{fluide}} (\rho_{fluide} - \rho_{air}) + \rho_{air} \quad (3)$$

La densité relative $D_{relative}$ du matériau est définie comme le rapport entre la masse volumique de l'échantillon $\rho_{\text{échantillon}}$ et de la masse volumique théorique $\rho_{théorique}$ du matériau.

$$D_{relative} = \frac{\rho_{\text{échantillon}}}{\rho_{théorique}} \cdot 100 \quad (4)$$

La densité relative donne une information sur l'ensemble du volume de l'échantillon étudié. La masse volumique théorique fait appel à un matériau « idéal » d'un point de vue santé matière dans lequel aucun défaut, tel que des porosités, ne serait présent. L'écart obtenu entre les masses volumiques de l'échantillon et la masse volumique théorique peut avoir plusieurs origines comme la présence de pores ou d'inclusions (particules d'oxydes, poudre non fusionnée). Les pores ouverts ne sont pas pris en compte puisque le fluide choisi doit être

mouillant. L'origine de l'écart obtenu n'est ainsi pas connue. Dans la pratique, la masse volumique théorique prise comme référence est celle de l'alliage équivalent élaboré en fonderie.

L'équipement utilisé au laboratoire est une balance METTLER TOLEDO XPR3003S équipée du dispositif adéquat. La précision de cet équipement de mesure est de 10^{-3} g. Le fluide utilisé au cours de l'essai est de l'eau distillée, dont la température est suivie au cours du temps à l'aide d'un thermomètre. La température est relevée avant l'immersion de chaque échantillon. Un agent mouillant est ajouté afin d'éviter la formation de bulles à la surface des échantillons étudiés. Chaque mesure, dans l'air ou dans l'eau, est répétée *a minima* trois fois. Aucune préparation particulière des échantillons n'a été mise en place, exceptée le nettoyage des pièces dans un bain à ultrasons, suivi d'un séchage, afin d'éliminer toute trace de poudre résiduelle à leur surface. Les pesées dans l'air et dans le fluide, ainsi que la détermination des masses volumiques des deux fluides dépendent des instruments de mesure et des températures relevées au cours de l'essai. Ces grandeurs sont donc sujettes à une incertitude. De plus, celles-ci sont utilisées pour déterminer la masse volumique de l'échantillon étudié ; l'incertitude relative de cette dernière grandeur provient donc de la propagation des incertitudes précédentes, détaillées en Annexe 2.

Une étude de la masse volumique a été menée sur des éprouvettes de 60 mm de haut localisées en différents points sur le plateau de fabrication et fabriquées sur une plateforme préchauffée à 170 °C : une éprouvette au centre du plateau et une autre sur le bord. Ces éprouvettes ont été découpées tous les centimètres dans le sens de la hauteur. Le volume de chaque échantillon est de 2,56 cm³, supérieur aux 2 cm³ recommandés par de Terris *et al.* (de Terris *et al.*, 2019). Une potentielle évolution de la masse volumique en fonction de la hauteur de fabrication (distance à la plateforme) a été évaluée. Les résultats sont répertoriés dans le Tableau 19 ; les échantillons sont repérés par leur cote la plus basse sur la hauteur de construction.

Distance à la plateforme (mm)	Zone centrale		Zone au bord	
	Masse volumique (g/cm ³)	Masse volumique relative (%)	Masse volumique (g/cm ³)	Masse volumique relative (%)
50	2,647 ± 0,002	99,14 ± 0,09	2,646 ± 0,003	99,09 ± 0,10
40	2,647 ± 0,002	99,12 ± 0,09	2,645 ± 0,003	99,08 ± 0,10
30	2,639 ± 0,002	98,85 ± 0,09	2,640 ± 0,003	98,89 ± 0,10
20	2,631 ± 0,002	98,54 ± 0,09	2,636 ± 0,003	98,74 ± 0,10
10	2,638 ± 0,002	98,82 ± 0,09	2,638 ± 0,003	98,80 ± 0,10
0	2,640 ± 0,002	98,87 ± 0,09	2,640 ± 0,003	98,89 ± 0,10
Moyenne	2,640 ± 0,002	98,89 ± 0,09	2,641 ± 0,003	98,91 ± 0,10
Ecart-type	0,006	0,22	0,004	0,14

Tableau 19 : Evolution de la masse volumique en fonction de la distance à la plateforme de fabrication, pour deux localisations différentes (Paramètres recommandés par Renishaw ; Plateforme préchauffée à 170 °C).

Pour les deux zones étudiées, la masse volumique moyenne calculée par poussée d'Archimède est identique. De plus, cette masse volumique ne présente pas de réelle évolution

en fonction de la hauteur de fabrication. Ainsi, il n'y a pas de gradient de masse volumique marqué, que ce soit dans le plan de fabrication ou bien sur la hauteur.

Pour le calcul de la masse volumique relative, il a été montré par Arvieu *et al.* que le choix de la masse volumique théorique présentait une forte influence sur les résultats (Arvieu *et al.*, 2020). Pour cette étude, la masse volumique de l'alliage de fonderie ($2,67 \text{ g/cm}^3$) a été prise comme référence. L'alliage imprimé est donc dense à 99 % selon les mesures effectuées par cette technique. En considérant les incertitudes de mesure calculées pour cette méthode de caractérisation, il s'avère que cette technique ne permet pas de mettre en évidence une variation marquée entre deux conditions. Ces conclusions sont valables indépendamment de la température de préchauffage de la plateforme de fabrication.

En complément de la méthode par poussée d'Archimède, la santé matière des pièces a été caractérisée à partir d'observations métallographiques couplées à une analyse d'images. Par rapport à la première technique, celle-ci est destructive et permet de mesurer un taux de porosité surfacique et son complémentaire, la densité surfacique. Elle permet aussi de qualifier les défauts morphologiquement et quantitativement. Pour chaque section considérée, l'image est acquise par un système optique. L'image obtenue est traitée numériquement afin d'extraire l'aire relative aux défauts et la densité surfacique. La taille des défauts ne peut pas être inférieure à la résolution de l'appareil d'acquisition.

La détermination du taux de porosité par cette seconde méthode repose sur le fait que le taux de porosité surfacique calculé est supposé représentatif de l'échantillon : il y a donc une extrapolation 2D-3D. Il est ainsi nécessaire de prendre certaines précautions avec l'échantillonnage choisi. Arvieu *et al.* se sont intéressés à l'influence du grossissement et de la représentativité de la surface sélectionnée (Arvieu *et al.*, 2020). Dans leur cas, un grossissement $\times 40$ est retenu et 5 images sont prises par surface. La position de la section examinée semble également avoir un impact sur les résultats. De manière générale, le taux de porosité obtenu semble être sous-estimé par cette technique. Cette dernière ne fournit pas non plus d'information volumique sur les porosités (Arvieu *et al.*, 2020; de Terris *et al.*, 2019).

Dans le cadre de l'étude, la caractérisation de la porosité par analyse d'images s'est concentrée sur le taux de porosité surfacique. La méthodologie suivante a été suivie :

1) Définir les zones étudiées :

Ces dernières se situent sur les plans XY et XZ centraux des échantillons sans prendre en compte les potentiels contours.

2) Préparer les échantillons :

Dans un premier temps les sections sélectionnées sont extraites des pièces brutes par une découpe à l'aide d'une micro-tronçonneuse Mecatome T210. Dans un second temps un polissage mécanique est effectué (polisseuse Mecatech 334). Cette seconde étape peut être précédée par un enrobage à froid, dans de la résine époxy. Le polissage mécanique est effectué sur une succession de papier abrasif (SiC), dont les grains sont de plus en plus fins. La séquence utilisée est la suivante : P600, P1000 et P4000. Un polissage de finition est ensuite réalisé à l'aide d'une suspension diamantée de $3 \mu\text{m}$, et enfin par une solution à la silice colloïdale sur un support en feutre. A chaque passage à un papier/une solution plus fine, l'échantillon est rincé

à l'eau, à l'alcool dans un bain à ultrason, et séché. La préparation est jugée satisfaisante lorsque la surface polie présente un état « miroir » non rayé.

3) Choisir le système d'acquisition, l'optique et déterminer sa résolution :

Les micrographies sont prises par un microscope optique OLYMPUS PMG3. Un grossissement $\times 50$ a été sélectionné afin de permettre le traitement d'une zone suffisamment importante. La taille des porosités observables est directement liée à ce choix puisqu'il dépend de l'ouverture numérique de l'optique. La distance permettant de distinguer deux objets distincts est définie comme suit :

$$D = 0,61 \frac{\lambda}{NA} \quad (5)$$

avec NA l'ouverture numérique de l'optique ($NA = 0,13$), λ la longueur d'onde ($\lambda = 550 \text{ nm}$). Cette distance est donc de $2,6 \text{ }\mu\text{m}$. La surface minimale d'un pore observable est $6,76 \text{ }\mu\text{m}^2$ (16 pixels pour représenter un élément, $0,65 \text{ }\mu\text{m/ pixel}$).

4) Définir la taille de la zone à analyser :

D'après de Terris *et al*, 45 micrographies seraient nécessaires pour estimer de manière pertinente le taux de porosité (de Terris *et al.*, 2019). Dans notre cas, pour chaque échantillon, une dizaine de micrographies ont été prises par plan d'observation. Ce nombre a été jugé satisfaisant grâce au tracé du taux de porosité moyen en fonction du nombre de micrographies analysées (Figure 38).

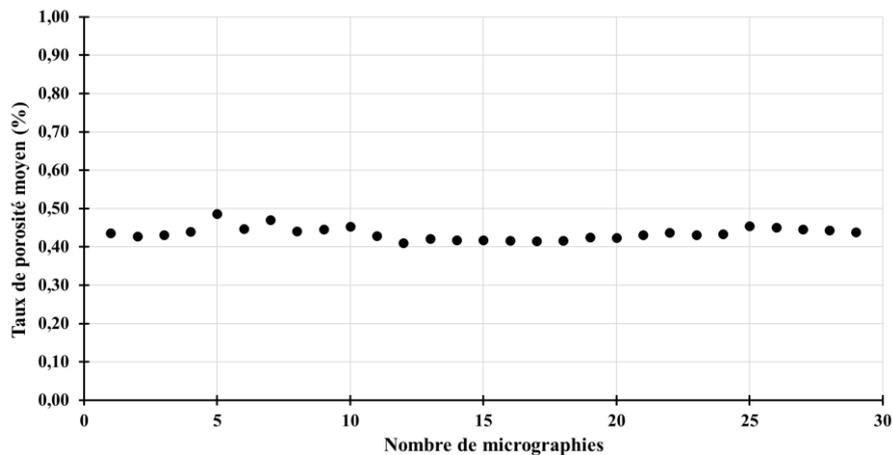


Figure 38 : Evolution du taux de porosité moyen en fonction du nombre de micrographies étudiées.

5) Traiter les micrographies :

Le logiciel ImageJ a été choisi pour réaliser l'analyse d'images. Pour chaque plan étudié, les images optiques sont concaténées, puis l'ensemble est converti en niveaux de gris. Un seuillage, défini par l'opérateur, transforme l'image digitale en image binaire (Figure 39). En ajustant ce seuillage, il est alors possible d'extraire des informations sur les éléments sélectionnés. Pour chaque micrographie, il est alors possible d'obtenir l'aire relative à la porosité par rapport à la surface totale.

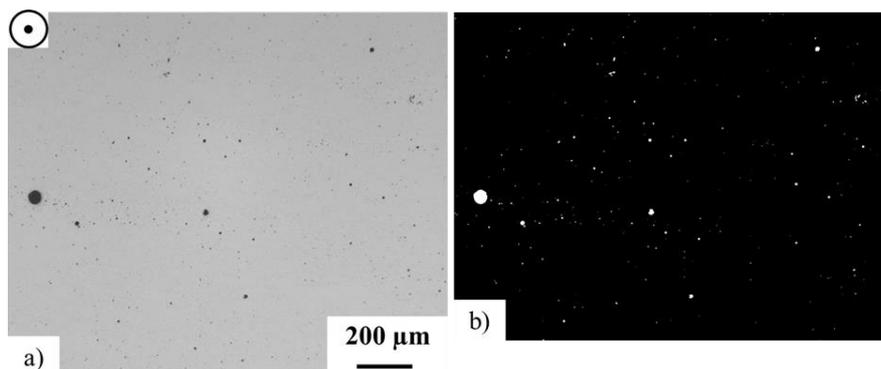


Figure 39 : a) Micrographie optique (grossissement $\times 50$) et micrographie après seuillage (Plan XY, distance à la plateforme = 40 mm).

Cette méthodologie a été appliquée sur des pièces imprimées avec la paramétrie de lasage recommandée par Renishaw et un préchauffage de la plateforme à 170 °C. Les deux plans XY et XZ sont considérés. De plus, la mesure a été répétée pour plusieurs plans XY positionnés à différentes distances de la plateforme de fabrication. Les résultats relatifs à l'évaluation du taux de porosité par analyse d'images sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Plan d'étude	Distance à la plateforme (mm)	Taux de porosité (%)	Densité surfacique (%)
XY	60	0,78	99,21
	40	1,49	98,51
	0	0,21	99,73
XZ	30	0,44	99,56
	Moyenne	0,73	99,27
	Ecart-type	0,56	0,56

Tableau 20 : Taux de porosité surfaciques pour différents plans et hauteurs de fabrication, et densité surfacique associée. Les mesures sont effectuées sur des échantillons fabriqués avec la paramétrie recommandée par Renishaw pour l'alliage AlSi10Mg avec un préchauffage à 170 °C.

Les taux de porosité calculés présentent l'alliage imprimé comme dense à plus de 99 %. Les échantillons étudiés ont été fabriqués avec les paramètres recommandés par le fabricant de la machine, il est donc rassurant d'obtenir de tels taux. La densité surfacique associée ne semble pas évoluer sur la hauteur de fabrication et la différence entre les deux plans étudiés est négligeable. Comme avec la technique précédente, aucun gradient de densité (par extrapolation 2D-3D) n'est observable.

Les mesures de densité obtenues sont cohérentes avec celles relevées dans la littérature (environ 99 %) (Aboulkhair *et al.*, 2014; Cordova *et al.*, 2019; B. Liu *et al.*, 2019; H. Rao *et al.*, 2016; Thijs *et al.*, 2013; S. Zhou *et al.*, 2018).

1.3.2. Composition chimique de la matière imprimée

Au cours du processus de fusion-solidification de la poudre, certains éléments chimiques peuvent atteindre leur température de vaporisation, notamment lorsque celle-ci est

faible. C'est ici le cas pour les éléments légers, tels que le zinc et le magnésium, qui présentent respectivement des températures de vaporisation d'environ 900 °C et 1090 °C. Une analyse chimique des pièces imprimées est alors nécessaire afin de connaître la composition chimique de l'alliage dans son état brut de fabrication. Il est possible de déterminer la composition par spectrométrie à étincelle ou bien par spectroscopie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES).

L'appareil utilisé au laboratoire LGP est l'ACTEMIUM NDT-PES Foundry Master Xpert. Le logiciel associé est le logiciel WasLab3. Dans le cadre de cette thèse, il a permis de mesurer la composition chimique d'échantillons parallélépipédiques (16×16×60 mm³) dans différentes zones suivant leur hauteur. Les deux plans d'étude (XY et XZ) ont été considérés. Les surfaces sur lesquelles l'étincelle a été faite, et donc la mesure effectuée, ont préalablement été polies grossièrement à l'aide d'une bande P60 comme il est indiqué par le fournisseur de l'équipement. Un minimum de trois analyses a été effectué par point de mesure.

	Plans XZ		Plan XY		Moyenne (%m)	Ecart-type
	Moyenne (%m)	Ecart-type	Moyenne (%m)	Ecart-type		
Al	88,938	0,252	89,099	0,331	89,018	0,291
Si	10,564	0,227	10,416	0,323	10,490	0,275
Mg	0,276	0,006	0,281	0,004	0,279	0,005
Fe	0,154	0,015	0,144	0,026	0,149	0,020
Cu	0,015	0,038	0,007	0,021	0,011	0,029
Mn	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Zn	0,005	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002
Cr	0,005	0,001	0,005	0,004	0,005	0,003
Ni	0,004	0,001	0,004	0,003	0,004	0,002
Ti	0,008	0,001	0,008	0,001	0,008	0,001

Tableau 21 : Composition chimique d'un barreau parallélépipédique (16×16×60 mm³). Moyenne de mesures effectuées tous les cm, dans les deux plans d'étude.

La composition chimique de la pièce imprimée ne dépend pas de la direction de la mesure et est constante sur la hauteur de fabrication. Il est à noter que la teneur en Mg se situe au niveau de la borne inférieure de composition nominale établie selon la norme NF EN 1706 pour cet alliage. Cela peut être dû à une évaporation d'une partie de cet élément au cours du procédé de fabrication, comme observé par certains auteurs (Aboulkhair *et al.*, 2014; Mauduit *et al.*, 2019). Dans leur étude respective, l'évaporation (en concentration massique) de Mg peut atteindre 50 % de la valeur initiale obtenue par analyse des poudres. En contrepartie, les scories sont plus riches en Si et Mg que la valeur de départ.

Pour quantifier la présence d'hydrogène restant après fabrication, un dosage nouveau a été effectué par la même technique (IGA) par la société EVANS ANALYTICAL GROUP. L'échantillon massif analysé présente une concentration massique d'hydrogène de $8,0 \pm 0,1$ ppm wt. Ainsi, 70 % de l'hydrogène, présent dans les poudres, a été évacué lors de la fusion.

2. Développement d'un nouvel alliage : Al-Zn-Mg-Cu-Zr

2.1. Matière première : Ajout de Zirconium à l'alliage Al-7075

2.1.1. Poudre fonctionnalisée

La société HRL Laboratories LCC a développé une technologie, la *Nano-fonctionnalisation*, qui permet l'assemblage direct de nanoparticules sur la surface de particules de poudre. Les poudres et les nanoparticules sont assemblées par un procédé hydrostatique. Les microparticules utilisées sont de taille inférieure à celle des particules de base (environ un ordre de grandeur). Leur positionnement à la surface de chaque particule de poudre est aléatoire, et ne modifie pas leur forme. La taille de ces nanoparticules ne modifie pas non plus la coulabilité de la poudre fonctionnalisée. Les nanoparticules présentent une distribution uniforme dans le lot de poudre, qui permettra une bonne dispersion des inoculants au moment de la formation du bain de fusion liquide (Galera-Rueda *et al.*, 2021; J. H. Martin *et al.*, 2017, 2018).

Dans le cadre de ces travaux de thèse, la poudre 7A77 a été achetée auprès de HRL Laboratories LCC. C'est une poudre d'alliage 7075 (Al-Zn-Mg-Cu) qui a été modifiée par fonctionnalisation de la poudre par de l'hydroxyde de zirconium ZrH_2 . Les particules de la poudre initiale ont été revêtues avec 1 %vol d'hydroxyde de zirconium stabilisé (J. H. Martin *et al.*, 2017). L'alliage fonctionnalisé sera appelé Al-Zn-Mg-Cu-Zr dans la suite du texte. Deux alliages seront pris comme référence : l'alliage 7075 qui est l'alliage de base avant fonctionnalisation, et l'alliage 7050 qui présente une chimie proche du 7075 avec du zirconium.

2.1.2. Granulométrie laser de la poudre fonctionnalisée

Une analyse granulométrique de la poudre réceptionnée a été effectuée avant la première utilisation de celle-ci selon la norme ISO 13320:2020. Cette analyse a été effectuée par le laboratoire FILAB à Dijon. La technique employée est la granulométrie laser par voie sèche ; un granulomètre laser de type Mastersizer 3000 de la marque Malvern Instrument (module Aero S) a été mis en œuvre.

La distribution granulométrique d'un échantillon peut être caractérisée par différents paramètres représentatifs de l'allure de la distribution. Les paramètres utilisés sont :

- Dv_{10} : 10 % des particules de l'échantillonnage analysé sont inférieures à $x \mu m$;
- Dv_{50} : 50 % des particules de l'échantillonnage analysé sont inférieures à $x \mu m$;
- Dv_{90} : 90 % des particules de l'échantillonnage analysé sont inférieures à $x \mu m$;
- $Dv[4 :3]$: taille moyenne des particules relatives au volume.

Pour chaque échantillon, six mesures sont réalisées afin de vérifier la répétabilité des résultats, en accord avec la norme suivie.

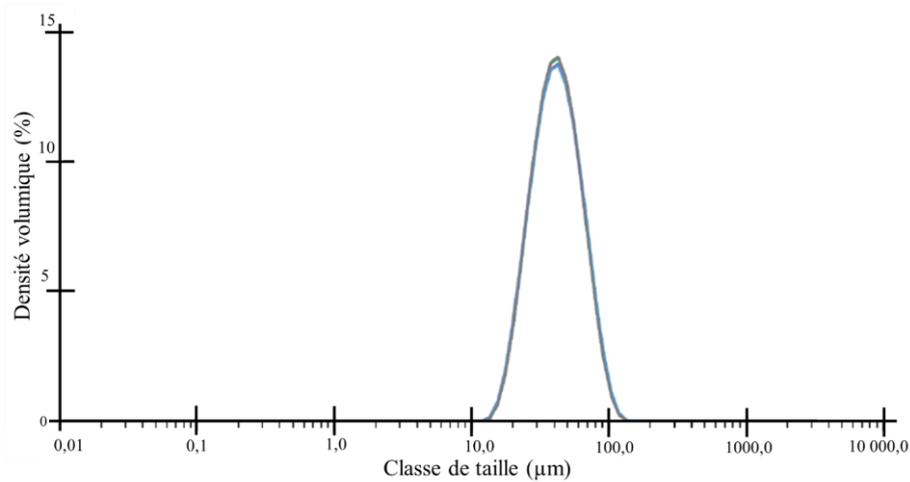


Figure 40 : Distribution granulométrique de la poudre d'aluminium 7A77 à sa réception, obtenue par diffraction laser.

La distribution granulométrique de l'échantillon de poudre analysé est monomodale avec un pic principal centré à environ 40 µm. La taille moyenne des particules est de 44,6 µm. Les différents paramètres de la distribution granulométrique de cet échantillon de poudre sont récapitulés dans le tableau suivant :

Paramètres	Valeurs (µm)
Dv10	24,2 ± 0,2
Dv50	41,2 ± 0,2
Dv90	70,3 ± 0,5
Dv[4 :3]	44,6 ± 0,3

Tableau 22 : Paramètres granulométriques de la poudre d'aluminium 7A77 obtenus par diffraction laser.

Les particules de poudre présentent donc une granulométrie plutôt resserrée autour de la taille moyenne, en prenant en compte le diamètre équivalent sphérique.

2.1.3. Morphologie de la poudre fonctionnalisée

Un échantillon de particules de poudre, observé par microscopie électronique à balayage, est présenté en Figure 41 et met en avant des particules non parfaitement sphériques. Selon HRL Laboratories, le procédé de *nano-fonctionnalisation* ne modifie pas la forme des particules, ainsi la morphologie des poudres provient uniquement de l'étape d'atomisation.

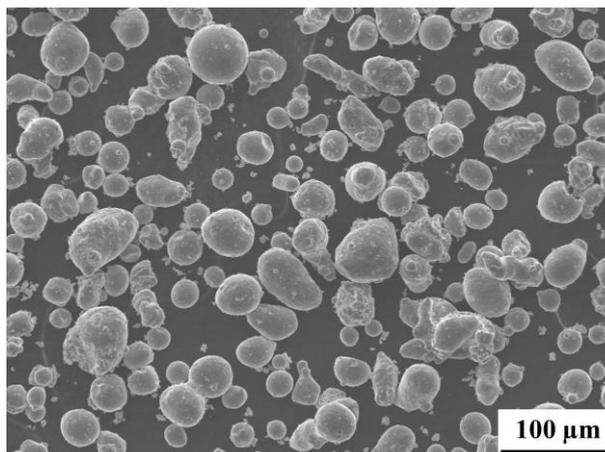


Figure 41 : Micrographie des particules de poudre dans leur état de réception ($\times 500$, $WD = 11,5$ mm).

2.1.4. Analyse chimique de la poudre fonctionnalisée

Lorsque l'on s'intéresse à une particule de poudre choisie aléatoirement, il s'avère qu'elle présente à sa surface des protubérances irrégulières (Figure 42 – a, b et d). Ces protubérances présentent une chimie différente de la particule elle-même puisqu'elles ressortent avec un contraste différent lorsqu'elles sont observées en électrons rétrodiffusés (Figure 42 – b). Le contraste étant plus clair, les protubérances sont composées d'éléments chimiques plus lourds que l'aluminium. Une analyse EDS par point ou par cartographie a mis en évidence que ces protubérances sont riches en zirconium, alors que la particule n'en possède pas.

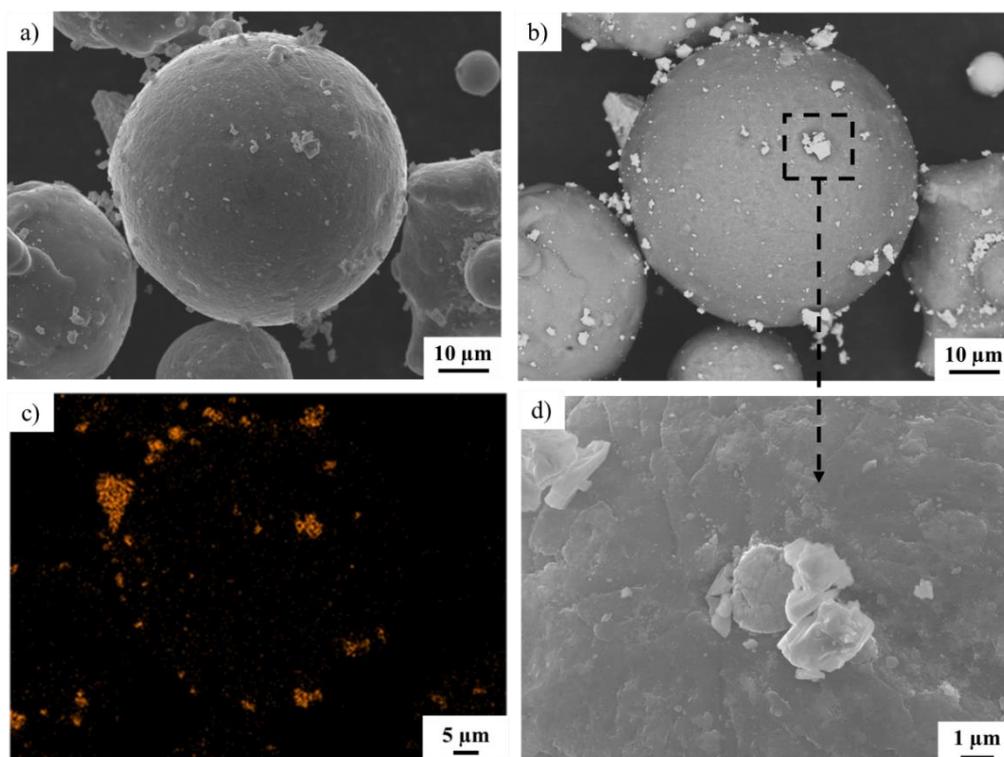


Figure 42 : Micrographies d'une particule de poudre à l'état de réception : observation globale en mode a) électrons secondaires, b) électrons rétrodiffusés et c) cartographie EDS Zr La1 ($\times 3000$, $WD = 10,5$ mm), d) observation locale d'une particule ZrH_2 en mode électrons secondaires ($\times 20000$, $WD = 14,5$ mm).

Ces informations sont conformes à celles de Galera-Rueda *et al.* qui ont eux-mêmes effectué leur fonctionnalisation à partir d'une poudre de 7075 sphérique et de microparticules de ZrH₂ irrégulières. La fonctionnalisation de la poudre est donc bien effective (Galera-Rueda *et al.*, 2021)

Une analyse chimique de la poudre a ensuite été effectuée par EAG EVANS ANALYTICAL GROUP, par ICP-OES et IGA. Pour les éléments d'addition de l'alliage, les teneurs massiques sont représentées dans le Tableau 23 (les écarts types ont été obtenus à partir de la réalisation de 3 essais). Pour ce qui est du taux d'hydrogène présent dans l'échantillon de poudre analysé, celui-ci s'élève à 420 ppm wt.

[%m]	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Si	Cr	Fe
7075 AlZn5,5MgCu	Base	5,1 – 6,1	2,1 – 2,9	1,2 – 2,0	0	< 0,4	0,18 – 0,28	< 0,5
7050 AlZn6CuMgZr	Base	5,7 – 6,7	1,9 – 2,6	2,0 – 2,6	0,08 – 0,15	< 0,12	< 0,04	< 0,15
HRL 7A77.50	Base	7,1 – 9,0	3,0 – 4,6	1,1 – 2,1	0,50 – 2,8	< 0,4	< 0,1	< 0,4
Al-Zn-Mg-Cu+Zr Poudre	Base	8,4 ± 0,1	3,8 ± 0,03	1,70 ± 0,02	1,08 ± 0,02	0,076 ± 0,002	0,011 ± 0,001	0,099 ± 0,002

Tableau 23 : Compositions chimiques d'alliages de référence 7075 et 7050 (Davies, 1993) et de la poudre reçue.

La composition chimique de l'alliage de base (hors hydrure de zirconium) correspond à la composition de l'alliage 7075, ou de l'alliage 7050 pour lequel la teneur en éléments Zn et Mg est plus importante. Une partie de ces deux éléments se vaporisant au cours du procédé, le fabricant a donc décidé d'augmenter leur teneur afin qu'après fabrication, ces éléments restent dans l'intervalle de composition défini par la norme. Le taux de zirconium provient quant à lui du procédé de fonctionnalisation et résulte des agglomérats de nanoparticules présents à la surface des particules de poudre comme le montre l'analyse EDS présentée en Figure 42. Il est à noter que le taux d'hydrogène est quasiment 16 fois supérieur à celui présent dans la poudre d'AlSi10Mg. Il est supposé que cette différence provient de l'ajout d'hydroxyde de zirconium au cours du procédé de fonctionnalisation.

2.2. Détermination des paramètres de fabrication à l'aide de plans d'expériences

La poudre d'aluminium a été livrée avec un *Material Process Guide* regroupant différentes informations relatives à son utilisation, notamment un guide des paramètres de construction. Ce dernier ne fournit qu'une fenêtre opératoire initiale pour l'impression de la poudre de Al-Zn-Mg-Cu-Zr : des stratégies de balayage et des intervalles (minimum – maximum) pour chaque paramètre sont proposés, et cela pour deux types de machine donnés (laser pulsé et laser continu). Dans cette étude, la stratégie de balayage retenue est la stratégie en bandes (*Stripe*) avec une rotation de 67° entre deux couches successives. L'épaisseur de couche a été fixée à 40 µm et le diamètre de la tache laser à 70 µm. La protection gazeuse est un flux d'Argon, dont le débit a dû être augmenté par rapport à celui utilisé pour l'AlSi10Mg en raison des fumées et des nombreux débris éjectés lors de chaque balayage du laser. Dans

cette section, nous allons chercher une ou plusieurs solutions de lasage à partir de la santé matière (porosité) et de la dureté du matériau imprimé.

2.2.1. Méthodologie de développement du plan d'expériences

Souhaitant étudier l'influence des paramètres de fabrication de la machine Renishaw AM400 sur la santé matière du matériau imprimé, tout en limitant le nombre d'échantillons, il a été décidé d'utiliser un outil de construction de plans d'expériences. Il permet d'élaborer une stratégie expérimentale pour un objectif fixé en faisant varier au mieux, les différents paramètres que l'on souhaite étudier. Les variables étudiées sont les paramètres usuels suivants :

- La puissance laser (P en W) ;
- Le temps d'exposition (t en s) ;
- La distance entre deux points de lasage successifs (D en μm) ;
- L'écart vecteur ou *hatching* (E_v en μm).

Pour chaque paramètre ci-dessus une plage de variation a été donnée par le fournisseur de poudre :

- Puissance de 180 à 400 W ;
- Temps d'exposition de 20 à 70 μs ;
- Distance entre points de 60 à 100 μm ;
- Ecart vecteur de 20 à 100 μm .

Le plan d'expériences a été généré à l'aide du logiciel CORICO[®]. Il permet de créer un plan d'expériences à partir de la définition de facteurs et de leur plage de variation. Pour chaque facteur il est possible de définir un nombre entier de niveaux de variation sur la plage renseignée. Un premier plan d'expériences de trente paramétries avec cinq niveaux par facteur a donc été généré en prenant les plages de variation données par le fabricant de poudre.

Dans la littérature, il est usuel de travailler avec des paramètres combinés à partir des paramètres de lasage définis ci-dessus. Par exemple, l'évolution de la masse volumique est généralement considérée en fonction de la densité d'énergie volumique E_{vol} . Il existe également d'autres paramètres combinés, tels que :

- La densité d'énergie linéique E_l , rapport entre la puissance et la vitesse : $E_l = \frac{P \cdot t}{D}$
- La densité d'énergie déposée E_t , puissance multipliée par le temps $E_t = P \cdot t$.

Pour chaque paramétrie générée par le logiciel CORICO[®], les paramètres combinés ont été calculés. Le premier plan d'expériences a ensuite été réduit à 16 paramétries en fonction des valeurs de densité d'énergie volumique. Il a été décidé d'encadrer la valeur de la densité d'énergie de l'alliage AlSi10Mg, qui est égale à 57,3 J/mm³. Ainsi, les paramétries sélectionnées présentent une densité d'énergie volumique comprise en 40 et 105 J/mm³. Les paramètres de ces 16 premières conditions sont présentés dans le Tableau 24.

L'impression s'est déroulée sur le système *Reduced Build Volume* (RBV) de la machine Renishaw. Ce dispositif est un dispositif annexe de la machine qui vient se fixer sur la plateforme usuelle. Il est, le plus souvent, utilisé pour tester l'imprimabilité d'une poudre avant de lancer des productions de manière plus conventionnelle. Le système de dépôt de couche

diffère du dispositif usuel car il est constitué d'un réservoir et repose sur un système de vases communicants (Figure 43 – a). Le volume d'impression est de $78 \times 78 \times 55 \text{ mm}^3$. Huit échantillons ont été fabriqués par construction, avec une géométrie de $12 \times 12 \times 30 \text{ mm}^3$ (Figure 43 – b). Deux fabrications ont été réalisées pour fabriquer les 16 pièces. Le dispositif ne permettant pas le préchauffage de la plateforme, la température de fabrication est égale à $25 \text{ }^\circ\text{C}$ au début de la production.

Ces premières fabrications permettront d'évaluer l'évolution de la masse volumique (déterminée par poussée d'Archimède pour chaque paramétrie) en fonction des paramètres de fabrication et des paramètres combinés. Les résultats permettront d'affiner les intervalles de variation des paramètres, et deux autres fabrications seront ensuite réalisées. Le plan d'expériences est donc effectué en deux temps.

Numéro	P (W)	E_v (μm)	t (μs)	D (μm)	E_{vol} (J/mm^3)	E_l (J/m)	E_t (J)	V (mm/s)
1	180	20	25	100	56,3	45,0	0,0045	4000
2	180	20	25	60	93,8	75,0	0,0045	2400
3	200	20	25	100	62,5	50,0	0,0050	4000
4	200	20	25	60	104,2	83,3	0,0050	2400
5	180	40	35	80	49,2	78,8	0,0063	2286
6	300	35	25	80	67,0	93,8	0,0075	3200
7	350	40	25	100	54,7	87,5	0,0088	4000
8	200	60	45	90	41,7	100,0	0,0090	2000
9	180	60	60	60	75,0	180,0	0,0108	1000
10	235	40	45	90	73,4	117,5	0,0106	2000
11	345	80	35	70	53,9	172,5	0,0121	2000
12	345	40	35	90	83,9	134,2	0,0121	2571
13	290	60	45	80	68,0	163,1	0,0131	1778
14	235	80	60	80	55,1	176,3	0,0141	1333
15	200	80	70	60	72,9	233,3	0,0140	857
16	300	60	45	80	70,3	168,8	0,0135	1778
17	200	60	45	85	44,1	105,9	0,0090	1889
18	200	60	45	60	62,5	150,0	0,0090	1333
19	300	70	45	65	74,2	207,7	0,0135	1444
20	200	70	70	80	62,5	175,0	0,0140	1143
21	200	60	70	60	97,2	233,3	0,0140	857
22	275	80	60	60	85,9	275,0	0,0165	1000
23	250	100	70	60	72,9	291,7	0,0175	857
24	350	100	50	65	67,3	269,2	0,0175	1300
25	250	80	70	60	91,1	291,7	0,0175	857
26	400	60	45	60	125,0	300,0	0,0180	1333
27	300	80	60	80	70,3	225,0	0,0180	1333
28	350	80	60	85	77,2	247,1	0,0210	1417
29	350	90	65	80	79,0	284,4	0,0228	1231
30	400	60	65	85	127,5	305,9	0,0260	1308
31	400	90	65	70	103,2	371,4	0,0260	1077
32	400	100	70	85	82,4	329,4	0,0280	1214

Tableau 24 : Paramétries définies par le plan d'expériences et valeurs des paramètres hybrides (E_{vol} , E_l , E_t , V). Les paramétries en rouge et en bleu correspondent respectivement aux fabrications 1-2 (paramétries 1 à 16) et 3-4 (paramétries 17 à 32).

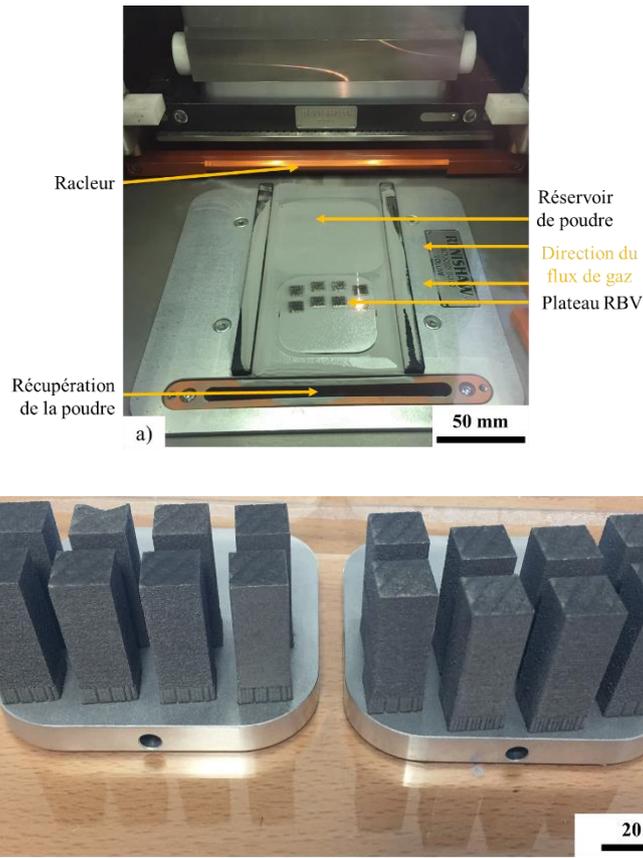


Figure 43 : Représentation du dispositif RBV de Renishaw venant se fixer sur la plateforme de fabrication usuelle. a) Dépôt de couche selon le principe des vases communicants ; b) Echantillons imprimés sur la plateforme RBV – Plateaux 1 et 2 (respectivement à gauche et à droite).

2.2.2. Evolution de la masse volumique en fonction des paramètres de fabrication

L'évolution de la masse volumique en fonction des 16 premiers paramètres de fabrication est présentée en Figure 44 et en Figure 45 (points en rouge). Elle ne semble pas suivre de tendance claire quant à la variation d'un ou plusieurs paramètres dans leur plage de variation (Figure 44). Cependant, malgré la dispersion des points, il est possible de déterminer des intervalles pour certains paramètres pour lesquels la masse volumique est plus élevée : un temps d'interaction supérieur à $45 \mu\text{s}$, une distance entre points inférieure à $90 \mu\text{m}$ et un écart vecteur supérieur à $60 \mu\text{m}$. Pour ce qui est de l'évolution en fonction des paramètres combinés (Figure 45), il s'avère qu'une vitesse plus faible puisse améliorer les valeurs de masse volumique. De plus, la représentation en fonction des densités d'énergie ($P.t$) et d'énergie linéique ($P.t/D$) présentent une forme de demi-cloche.

Il est admis dans la littérature que l'évolution de la masse volumique en fonction de la densité d'énergie suit une courbe en cloche et que la paramétrie « optimisée » est celle pour laquelle la masse volumique est maximale. Dans notre cas, il semble que les paramétries choisies ne décrivent qu'une moitié de la courbe.

Il a donc été décidé de générer un second plan d'expériences avec 16 nouvelles paramétries comprenant cinq niveaux par paramètre. Pour les générer, les plages de variation

de chaque paramètre ont été modifiées selon les résultats précédents. Ces plages sont les suivantes :

- Puissance de 200 à 400 W ;
- Temps d'exposition de 45 à 70 μs ;
- Distance entre points de 60 à 85 μm ;
- Ecart vecteur de 60 à 100 μm .

Les 16 dernières paramétries (17 à 32) sont répertoriées dans le Tableau 24 et présentent une densité d'énergie volumique comprise en 44 et 128 J/mm^3

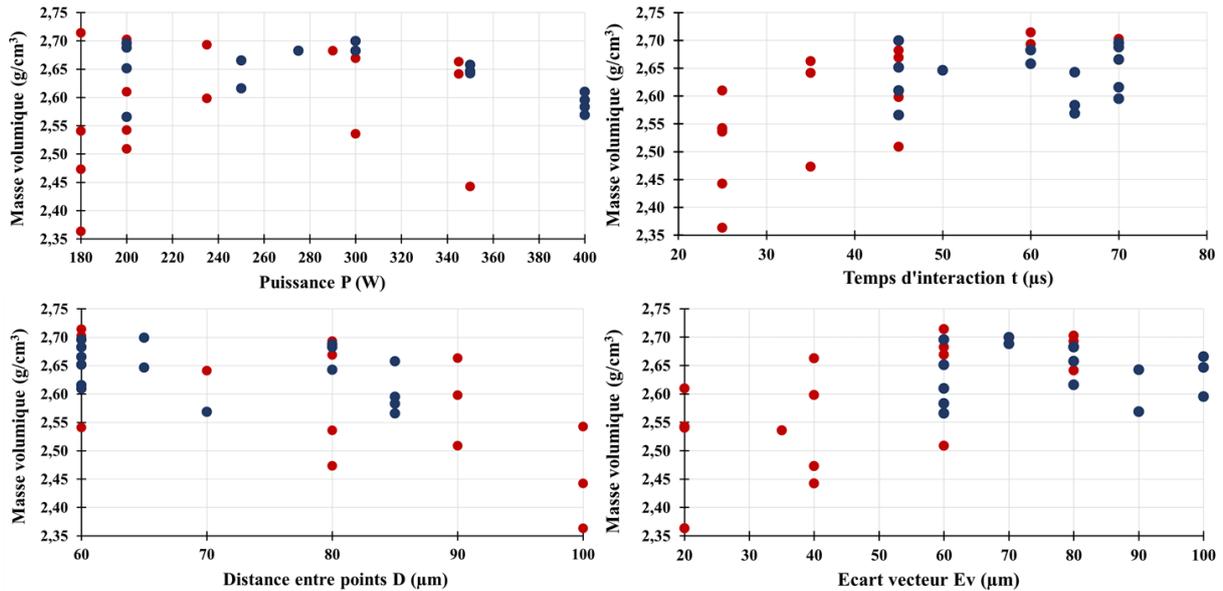


Figure 44 : Evolution de la masse volumique en fonction des paramètres de fabrication pour les quatre plateaux imprimés sur le dispositif RBV. Les incertitudes relatives pour la détermination de la masse volumique sont en moyenne égales à 0,002 g/cm^3 .

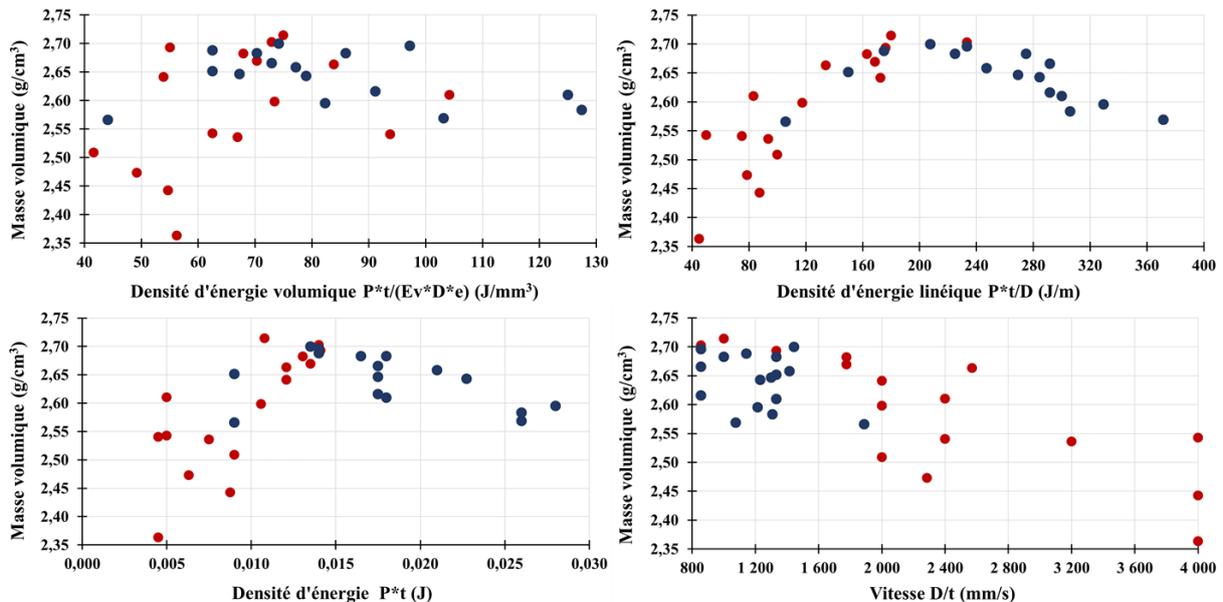


Figure 45 : Evolution de la masse volumique en fonction des paramètres combinés pour les quatre plateaux imprimés sur le dispositif RBV. Les points en rouge et en bleu correspondent respectivement aux fabrications 1-2 (paramétries 1 à 16) et 3-4 (paramétries 17 à 32).

L'évolution de la masse volumique en fonction de tous les paramètres combinés présente une variation en cloche. Cette variation est marquée pour les densités d'énergie et d'énergie linéique. Ainsi, pour obtenir une masse volumique supérieure ou égale à $2,65 \text{ g/cm}^3$, il est préférable d'avoir :

- Une densité d'énergie volumique comprise entre 70 et 85 J/mm^3 ;
- Une densité d'énergie linéique appartenant à l'intervalle $130 - 290 \text{ J/m}$;
- Une densité d'énergie comprise entre $0,0108$ et $0,0210 \text{ J}$;
- Une vitesse inférieure à 1800 mm/s .

La masse volumique maximale obtainable ici est d'environ $2,7 \text{ g/cm}^3$ (masse volumique relative de $96,59$ et $95,91\%$ en prenant comme référence respectivement les alliages 7075 ($2,81 \text{ g/cm}^3$) et 7050 ($2,83 \text{ g/cm}^3$)).

Galera-Rueda et ses co-auteurs ont également travaillé sur un alliage 7075 auquel a été ajouté $2,5 \%$ vol de ZrH_2 . Ils obtiennent une masse volumique relative de $94,7 \%$ avec une densité d'énergie volumique de $80,3 \text{ J/mm}^3$ et une densité d'énergie linéique égale à 321 J/m ($P = 321 \text{ W}$; $E_v = 80 \mu\text{m}$; $V = 1000 \text{ mm/s}$; $e = 50 \mu\text{m}$ machine Realizer 125). Selon eux, une densité relative plus élevée n'est pas possible en raison du piégeage du dihydrogène gazeux libéré à partir des particules de ZrH_2 au cours du procédé (Galera-Rueda *et al.*, 2021).

Dans cette section, nous avons recherché une ou plusieurs solutions de lasage à partir de la santé matière (masse volumique) et de la dureté. Un plan d'expériences en deux temps a permis de déterminer des plages paramétriques (paramètres combinés) pour lesquelles un maximum de masse volumique est atteint. Afin de poursuivre les caractérisations visées, il est à présent nécessaire d'évaluer l'évolution de la dureté en fonction de ces mêmes paramètres. Les paramètres conservés pour les essais de dureté sont celles présentant les masses volumiques supérieures à $2,65 \text{ g/cm}^3$ dans l'intervalle de densité d'énergie linéique compris entre 130 et 290 J/m , soit 14 paramètres. Les 12 paramètres présentant les masses volumiques les plus élevées ont été sélectionnés.

2.2.3. Evolution de la dureté $\text{HV}_{0,5}$ en fonction des paramètres de fabrication

Une évaluation de la dureté dans des plans XY et XZ a été menée pour les paramètres sélectionnés et l'évolution de cette grandeur a été évaluée en fonction de paramètres combinés. L'idée étant d'analyser, comme pour la masse volumique, s'il existe une variation de la dureté en fonction des paramètres testés en vue de choisir des conditions de lasage optimales pour lesquelles des analyses seront réalisées.

Les essais ont été menés sur une machine Zwick/Roel ZHU2,5 selon la norme ISO 6507. Une trentaine de mesure a été effectuée pour chaque plan caractérisé.

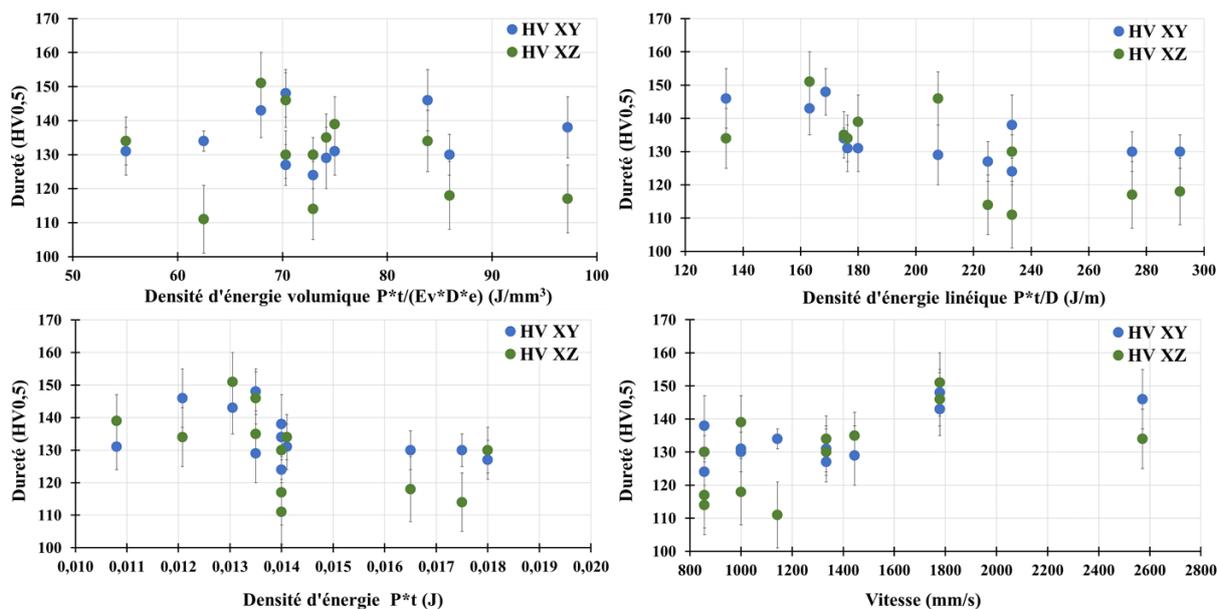


Figure 46 : Evolution de la dureté $HV_{0,5}$ en fonction des paramètres combinés.

Les 12 paramétries sélectionnées présentent une masse volumique strictement supérieure à $2,65 \text{ g/cm}^3$. La dureté varie de manière assez importante, de 110 à $150 \text{ HV}_{0,5}$ en fonction des paramétries. Contrairement à la masse volumique, l'évolution des résultats de dureté ne fait pas ressortir de tendance claire en fonction des paramètres combinés. Cela peut s'expliquer par le fait que la masse volumique est directement liée au taux de porosité globale de la pièce alors que la dureté peut varier en fonction de la présence de porosité de taille plus ou moins importante et de l'état métallurgique du matériau imprimé. Les pores peuvent être des pores dits « hydrogène » plutôt sphériques (issus du piégeage de l'hydrogène au cours de la fabrication) ou bien des pores provenant d'autres sources (infondus, piégeages d'oxydes, etc.). La taille de l'empreinte de dureté $HV_{0,5}$ est d'environ $80 \mu\text{m}$; de nombreux essais n'ont pas pu être pris en compte car l'indentation s'est effectuée sur un pore. De plus, certains essais comptabilisés (empreinte non déformée, courbe chargement-déchargement sans anomalie) ont probablement été effectués sur une zone pour laquelle un pore était présent sous la surface, ce qui tend à diminuer la dureté. Dans la suite du document, la charge utilisée pour les essais de dureté sera réduite afin de limiter l'influence de la porosité et d'obtenir une variation de la dureté en fonction de l'état métallurgique du matériau.

Pour différencier les paramétries entre elles, les valeurs de masse volumique et celles de dureté pour chaque section testée sont représentées sur un même graphique à la Figure 47. Trois populations de pièces se distinguent en fonction de ces caractéristiques :

- Valeurs de dureté plus élevées et faibles différences entre les deux plans d'étude : paramétries 13 et 16 ;
- Valeurs de dureté intermédiaires et faibles différences entre les deux plans d'étude : paramétries 9,12, 14, 15, 23 et 27 ;
- Valeurs de dureté intermédiaires et fortes différences entre les deux plans d'étude (valeur de dureté faible dans le plan XZ) : paramétries 19, 20, 21 et 22.

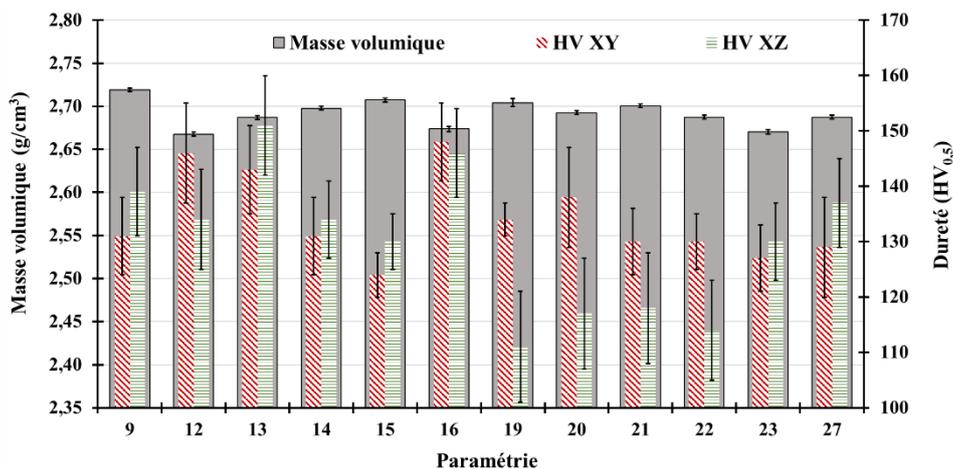


Figure 47 : Représentation graphique de la masse volumique et de la dureté de différentes paramétries.

L'impression d'échantillons sur le dispositif RBV a donc permis de tester l'imprimabilité de la poudre. Quels que soient les paramètres choisis, des échantillons en alliage Al-Zn-Mg-Cu ont été obtenus, sans fissuration extérieure apparente. Des premiers résultats sur l'évolution de la masse volumique en fonction des paramètres combinés ont servi à la réduction du nombre de paramétries envisageables pour réaliser des échantillons sur une plateforme classique. La masse volumique renseigne sur la santé matière des échantillons élaborés, présentant des pores de formes, de tailles et de distributions diverses. Ces analyses ont été complétées par des mesures de dureté sensibles à la présence de défauts mais également à l'état métallurgique de la matière. Cette évaluation de la dureté a été menée pour tenter de réduire davantage le nombre de paramétries recevables. Ainsi, pour poursuivre l'étude sur un nombre limité de conditions, deux critères de sélection ont été établis : masse volumique la plus élevée possible et différence de dureté la plus faible entre les plans XY et XZ. Les paramétries retenues pour poursuivre l'étude sont présentées dans le Tableau 25.

Paramétrie	P (W)	Ev (µm)	t (µs)	D (µm)
9	180	60	60	60
14	235	80	60	80
15	200	80	70	60
16	300	60	45	80
23	250	100	70	60
27	300	80	60	80

Tableau 25 : Paramétries conservées pour la suite de l'étude.

2.2.4. Santé matière du matériau imprimé sur une plateforme usuelle

Comme cela a déjà été écrit, le dispositif RBV diffère du dispositif usuel utilisé pour l'impression de pièces. Il est donc possible qu'une différence au moment de l'impression ait lieu au passage d'un dispositif à l'autre. En effet, le système de dépôt de couche est différent, la plateforme de fabrication étant plus grande, l'influence du flux de gaz et les temps de

refroidissement entre deux couches successives sont également différents. Il est alors nécessaire de caractériser de nouveau les pièces imprimées avec les paramètres sélectionnés (Tableau 25).

Il a été décidé de fabriquer huit échantillons par paramétrie, ce qui fait 48 échantillons au total (Figure 48). Les échantillons sont répartis de telle manière à ce que les quatre premiers échantillons de chaque configuration se retrouvent dans la zone centrale de la plateforme. Les zones extérieures regroupent les derniers échantillons (la disposition précise de chaque pièce est présentée en Figure 50). Les pièces sont des parallélépipèdes à base carrée de dimensions $16 \times 16 \times 30 \text{ mm}^3$. Pour limiter le risque d'un choc du racleur sur une arête, les échantillons sont pivotés de 15° selon l'axe Z. Les pièces sont espacées d'environ 22 mm selon l'axe X et 10 mm selon l'axe Y. La production a duré 42 h 11 min et la température maximale enregistrée sous la plateforme a été de 55°C . La fabrication est nommée « Plateau EZE » dans la suite du document.

Il faut noter, qu'au cours du procédé, d'importantes fumées sont dégagées et que les scories, se redéposant à la surface du lit de poudre ou sur la matière solidifiée, sont visibles à l'œil nu. Il est clairement possible d'apercevoir des particules plus grosses que les particules de poudre se déplacer dans la chambre de fabrication. Dans le cas de l'AlSi10Mg, les scories sont également visibles mais uniquement sous la forme d'un léger assombrissement du lit de poudre, et en général à une distance assez proche des pièces imprimées. Aucune fissure externe n'a été constatée lors de la récupération des échantillons (Figure 48).

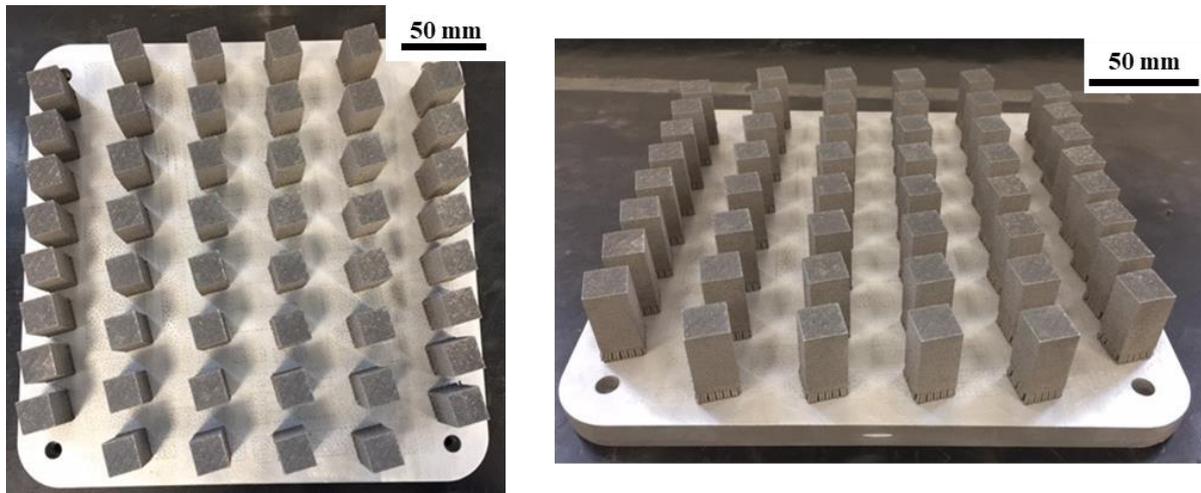


Figure 48 : Echantillons imprimés sur la plateforme de fabrication usuelle – 48 parallélépipèdes.
Plateau EZE

Afin de caractériser les échantillons imprimés et d'évaluer les différences éventuelles entre les deux dispositifs et l'influence du positionnement des pièces, la masse volumique de chaque échantillon a été déterminée par poussée d'Archimède. Les défauts ont ensuite été caractérisés par analyse d'images. Enfin, pour chaque paramétrie, la dureté $HV_{0,1}$ a été évaluée dans les deux plans d'étude (un échantillon par paramétrie).

La masse volumique a été déterminée pour les 48 échantillons imprimés sur la plateforme et une moyenne a été effectuée pour chaque paramétrie. Un écart-type a ainsi été calculé en fonction de la valeur moyenne. Les résultats sont présentés dans le Tableau 26, et

sont comparés aux masses volumiques déterminées dans le cas d'échantillons imprimés sur le dispositif RBV. Il convient de noter que l'incertitude de mesure a été calculée pour chaque échantillon de la même manière que pour l'AlSi10Mg, et qu'elle vaut en moyenne $0,002 \text{ g/cm}^3$. L'incertitude sur la moyenne est identique, mais non considérée, car ici, l'écart-type présente un ordre de grandeur plus élevé. De plus, la base des échantillons a été polie grossièrement afin de retirer les résidus de supports.

Paramétrie	Masse volumique RBV (g/cm^3)	Masse volumique Plateau usuel (g/cm^3)	Ecart-type Plateau usuel (g/cm^3)
9	2,714	2,682	0,025
14	2,693	2,619	0,046
15	2,703	2,658	0,042
16	2,669	2,624	0,051
23	2,666	2,637	0,024
27	2,683	2,641	0,043

Tableau 26 : Masses volumiques obtenues par la méthode de la poussée d'Archimède pour les six paramétries retenues ; échantillons imprimés sur le dispositif réduit RBV et sur une plateforme usuelle (Plateau EZE).

En valeur moyenne, les masses volumiques sont inférieures à celles déterminées pour les pièces fabriquées sur le dispositif réduit. Néanmoins, en prenant l'écart-type, il s'avère que pour les conditions 15, 16 et 27, les valeurs RBV rentrent dans l'intervalle de tolérance (Tableau 26 et Figure 49). De la même manière que précédemment, les pièces ne sont pas entièrement denses : si l'on prend la masse volumique de l'alliage 7075 comme référence, les masses volumiques relatives moyennes sont comprises entre 93,2 et 95,5 %. Ainsi, la matière imprimée est moins dense lors d'une fabrication sur une plateforme usuelle.

Il a été précisé dans la partie précédente que la densité d'énergie linéique semblait être le paramètre combiné le plus influent. Nous nous intéressons donc ici à l'évolution de cette courbe lors du passage du dispositif réduit au dispositif usuel (Figure 49). La variation de masse volumique n'est estimée que sur 6 conditions mais aucun changement majeur n'apparaît entre 160 et 290 J/m. Le passage du dispositif RBV à la plateforme ne semble donc pas modifier les évolutions déterminées au cours de l'étude précédente.

A ce stade, nous pouvons donc dire que le passage du dispositif réduit à la plateforme usuelle ne semble pas modifier fondamentalement la sensibilité du matériau aux paramètres combinés. Une réduction de la masse volumique des pièces (pièces *a priori* plus poreuses) apparaît néanmoins, mais l'écart-type important signifie que la dispersion autour de la valeur moyenne est importante. Afin de comprendre l'origine des observations faites, différentes questions se posent alors :

- Quel rôle joue le positionnement des pièces sur la plateforme ?
- Comment peut-on décrire la porosité ?

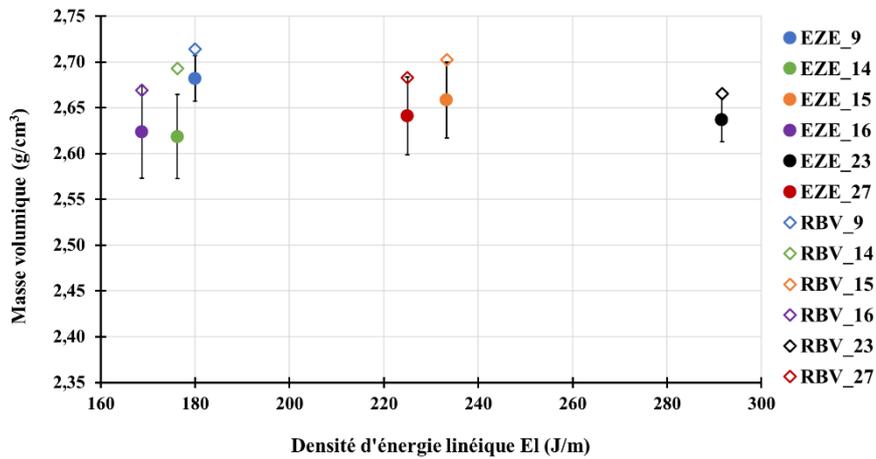


Figure 49: Evolution de la masse volumique en fonction de la densité d'énergie linéique pour les paramètres sélectionnés (dispositif RBV et fabrication sur une plateforme usuelle (Plateau EZE)).

• Positionnement des pièces sur la plateforme de fabrication

Pour évaluer l'influence du positionnement des pièces sur la plateforme sur la masse volumique, il faut d'abord représenter la répartition des valeurs des masses volumiques pour chaque paramétrie sur la plateforme. Cette répartition est représentée schématiquement par un code couleur (Figure 50). Le positionnement est considéré en fonction de la place de la pièce par rapport au passage du racleur et au flux de gaz.

D'un point de vue général, il apparaît que les pièces présentant une masse volumique supérieure à $2,66 \text{ g/cm}^3$ se situent sur la gauche du plateau, près de la sortie du flux de gaz. Les maximums sont situés sur le coin en bas à gauche. Quelles que soient les conditions, des masses volumiques faibles sont atteintes sur la première colonne à droite, près de l'entrée du gaz dans la chambre de fabrication. De plus, les échantillons proches du début de dépôt de couche (première ligne en haut) semblent présenter des masses volumiques plus élevées que ceux situés sur la dernière ligne du plateau.

Au cours de la production, la quantité de poudre déposée par le racleur a été augmentée par rapport à un fonctionnement normal. Cela signifie qu'en revenant à sa position initiale le racleur prenait davantage de poudre. Cela a permis d'éviter un phénomène de « short feed », pour lequel un manque de poudre apparaît lors du dépôt de la couche, le plus souvent vers le bas du plateau ($Y = 280 \text{ mm}$). Il n'est pas impossible que malgré cette augmentation de volume de poudre déposé à chaque couche, la quantité déposée en bas de la plateforme soit inférieure à celle déposée en haut, ce qui pourrait expliquer la différence de masse volumique entre les pièces $Y = 0$ et $Y = 280 \text{ mm}$.

Les fumées dégagées lors de la fusion du lit de poudre étant importantes, le débit d'argon a été augmenté dès le début de la production de 24 Hz (utilisation normale pour l'AlSi10Mg) à 30 Hz. De plus, le flux d'argon semblait plus perturbé sur la droite du plateau (au niveau de l'entrée du gaz dans la chambre de fabrication) ce qui peut engendrer des redépôt de scories sur de plus courtes distances. La fabrication s'effectuant de gauche à droite, dans le sens contraire au flux gazeux, il est possible que les éjectas formés par la fusion des échantillons à gauche soit directement aspirés par la sortie du flux de gaz, limitant les redépôts dans cette zone, d'autant

plus que des mesures effectuées par la plateforme CEF3D ont montré que le flux gazeux était plus rapide sur la gauche de la plateforme.

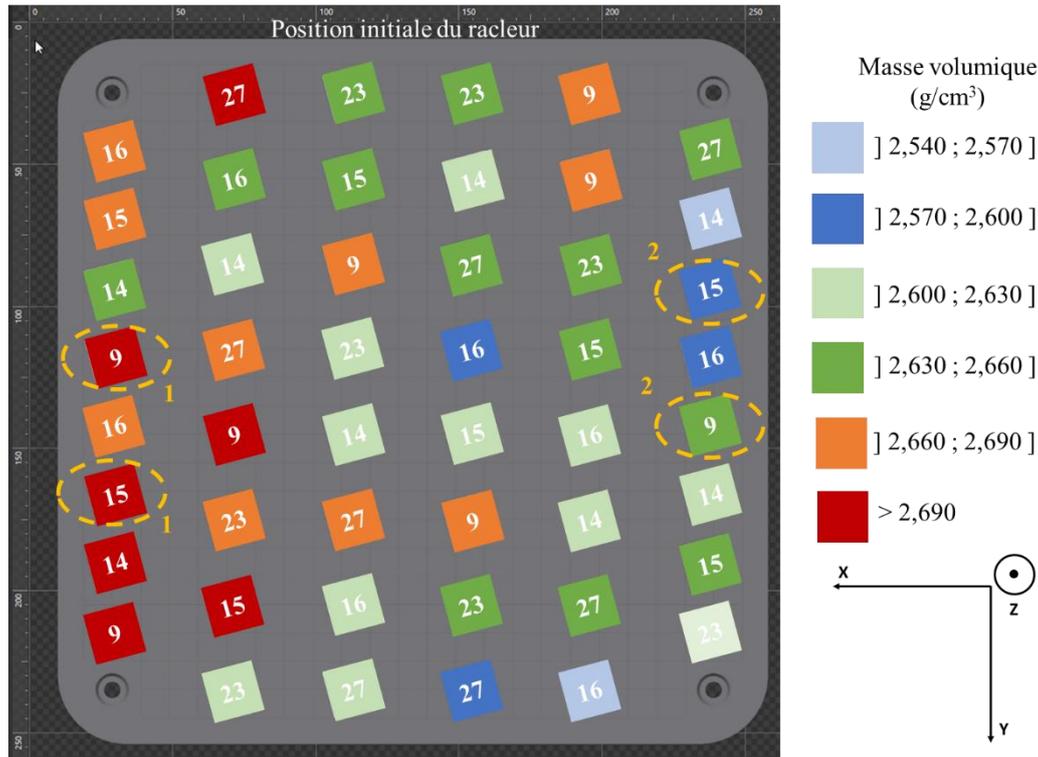


Figure 50 : Représentation graphique de l'évolution de la masse volumique en fonction de la position sur la plateforme de fabrication, pour chaque paramétrie de lasage définie (Plateau EZE). Le flux de gaz est dirigé selon l'axe des X. Les cercles et chiffres en jaune seront présentés dans le texte.

Anwar *et al.* ont montré dans le cas d'une pièce, dont la plus grande section est fabriquée parallèlement au flux de gaz, que les éjectas les plus imposants, en matière de masse et de taille, se déposaient le plus près de la zone lasée et diminuaient graduellement en aval du flux. De plus, ces éjectas sont majoritairement orientés dans la direction du balayage laser. La distribution orthogonale est quasi négligeable. L'augmentation de la vitesse engendre une augmentation du transport d'éjectas plus lourds et plus grossiers, ce qui leur a permis d'obtenir une distribution plus uniforme en aval du flux de gaz (Anwar & Pham, 2018).

Dans ses travaux de thèse, C. Galy s'est intéressée à l'influence du flux de gaz sur les projections : la formation de trois pièces alignées sur le flux de gaz (gauche, centre, droite) a été suivie à l'aide d'une caméra rapide (Galy, 2019). Il s'avère que le mouvement des éjectas, bien que lié au déplacement du faisceau laser comme dit précédemment, est également lié à la direction du gaz. Lorsque les échantillons sont sur la gauche du plateau, les éjectas sont aspirés en partie par la sortie du gaz de la chambre. Au centre, le mouvement des scories ne semble pas être influencé par le flux de gaz et les éjectas se dirigent selon l'axe de lasage (Galy, 2019). Sur la droite de la plateforme, le déplacement des projections est à la fois lié au déplacement du faisceau laser et au flux de gaz.

Ainsi, il est possible d'avancer le scénario suivant. Le balayage laser commence par le côté gauche de la plateforme. Les éjectas de la première colonne sont aspirés en majorité par la sortie de gaz. Seules quelques projections se retrouvent sur le lit de poudre ou sur de la matière

préalablement solidifiée. Plus on s'éloigne de cette première colonne, moins les scories sont aspirées par la sortie de gaz. Le flux d'argon ayant été augmenté, le mouvement des projections s'effectue majoritairement selon la direction du flux (de droite à gauche). Il y aura alors une contamination par des projections relativement grosses. Lorsque le laser balaye la dernière colonne à droite, le flux de gaz est perturbé et de nombreuses scories se déposent sur cette même colonne.

Lorsque l'on se déplace de gauche à droite, il semble que la pollution due aux projections augmente. L'augmentation de cette pollution engendre *a priori* une augmentation de la porosité et donc une baisse de la masse volumique (Taheri Andani *et al.*, 2018). Andani et ses co-auteurs ont démontré que dans le cas d'un balayage laser avec deux lasers, un plus grand nombre de scories étaient éjectées et la masse volumique des pièces était plus faible (Taheri Andani *et al.*, 2017).

La poudre est riche en éléments Zn et Mg, ainsi qu'en hydrogène, il est donc possible que les projections soient dues à une vaporisation et à un dégazage de ces éléments au moment du passage de la poudre à l'état liquide (Aboulkhair *et al.*, 2019; Kaufmann *et al.*, 2016; X. P. Li *et al.*, 2016a; J. H. Martin *et al.*, 2017; Weingarten *et al.*, 2015).

- **Caractérisation de la porosité**

Le positionnement des pièces et les projections résultant de la fusion semblent être des éléments explicatifs pour la compréhension de la dispersion des masses volumiques autour des valeurs moyennes. Les masses volumiques obtenues par poussée d'Archimède sont différentes en fonction des paramétries utilisées. Une caractérisation par analyse d'images a également été réalisée. Elle fournit des éléments supplémentaires sur la porosité, notamment la densité surfacique de pores, la forme et le nombre de pores présents sur une surface.

Pour caractériser la porosité par analyse d'images pour chacune des paramétries et les comparer entre elles, la méthodologie suivie est la même que pour le premier alliage. Pour chaque paramétrie, les quatre échantillons à l'état brut de fabrication localisés sur les bords de la plateforme ont été utilisés. Pour chaque échantillon, 5 micrographies ont été prises par plan d'observation (XY et XZ) ; cela fait au total 40 micrographies par paramétrie. Comme pour le premier alliage, il est possible d'obtenir l'aire relative à la porosité par rapport à la surface totale. De plus, pour caractériser individuellement chaque pore, il faut en premier lieu calibrer l'échelle (1 pixel = 0,65 μm – 4x4 pixels² pour définir un pore). Ensuite, chaque pore est assimilé à une ellipse pour laquelle le logiciel fournit l'axe principal et l'axe secondaire. En moyenne, plus de 25 000 pores ont été comptabilisés par paramétrie.

Pour chaque pore, on calcule son rapport d'aspect, qui est défini comme le rapport de son axe principal sur son axe secondaire. Ce rapport d'aspect est supérieur ou égal à 1. Les pores seront divisés en deux catégories : pores sphériques et pores non sphériques. La première catégorie regroupe les pores dont le rapport d'aspect est inférieur ou égal à 1,1 (variation de 10 % par rapport à un cercle, projection d'une sphère en 2D) et la seconde rassemble les pores de rapport d'aspect strictement supérieur à 1,1. Il est alors possible de déterminer pour chaque catégorie le pourcentage de porosité représenté. De plus, en connaissant la surface de chaque pore, on peut déterminer un diamètre surfacique équivalent, D_{seq} , qui correspond au diamètre qu'aurait un cercle de même surface projetée que le pore. Pour une bonne cohérence des

comparaisons, ce diamètre équivalent sera défini de la même façon, que la porosité soit sphérique ou non sphérique. Par définition : $D_{Seq} = \sqrt{4 \cdot Aire/\pi}$. La représentation en fréquence de ces diamètres, le maximum et le diamètre moyen sont les grandeurs d'intérêt.

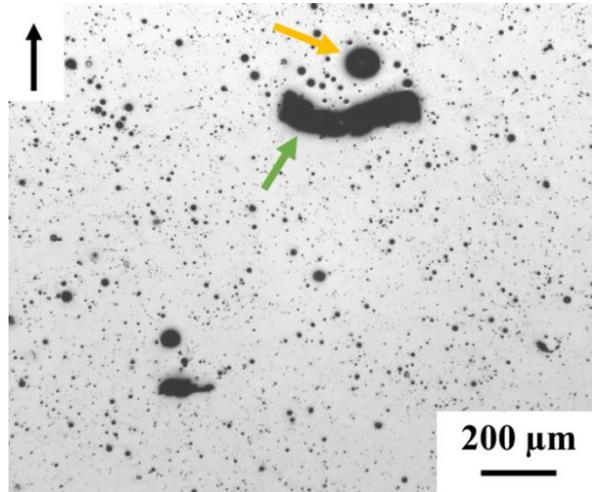


Figure 51 : Micrographie optique (grossissement $\times 50$). Les flèches jaune et verte pointent respectivement vers un pore sphérique et un défaut non sphérique.

L'analyse micrographique des échantillons imprimés sur la plateforme usuelle a permis de mettre en évidence une non-fissuration des pièces au cours de leur élaboration. Même si cela n'est pas étonnant, un transfert du système réduit au système usuel n'a semble-t-il pas donné lieu à des modifications d'un point de vue solidification et incorporation du zirconium au bain de fusion.

L'ensemble des six paramétries ont été étudiées. En ce qui concerne la paramétrie 9, les échantillons centraux ont également été considérés. Leurs résultats associés seront appelés 9_centre.

Les densités surfaciques, déterminées par analyse d'images (Figure 52 – a) sont cohérentes avec celles déterminées par poussée d'Archimède dans le sens où les paramétries 14 et 16 sont les moins denses. Les densités surfaciques obtenues sont inférieures à celles calculées précédemment (93,2 et 95,5 %). Cette différence peut provenir d'un nombre de micrographies non suffisant pour le calcul de la densité.

La répartition des taux (en aire ou en nombre) de porosité sphérique et non sphérique montre que pour l'ensemble des conditions, les pores non sphériques sont plus nombreux et occupent davantage d'espace. Le taux en nombre de pores sphériques est compris entre 30 et 40 % pour toutes les conditions.

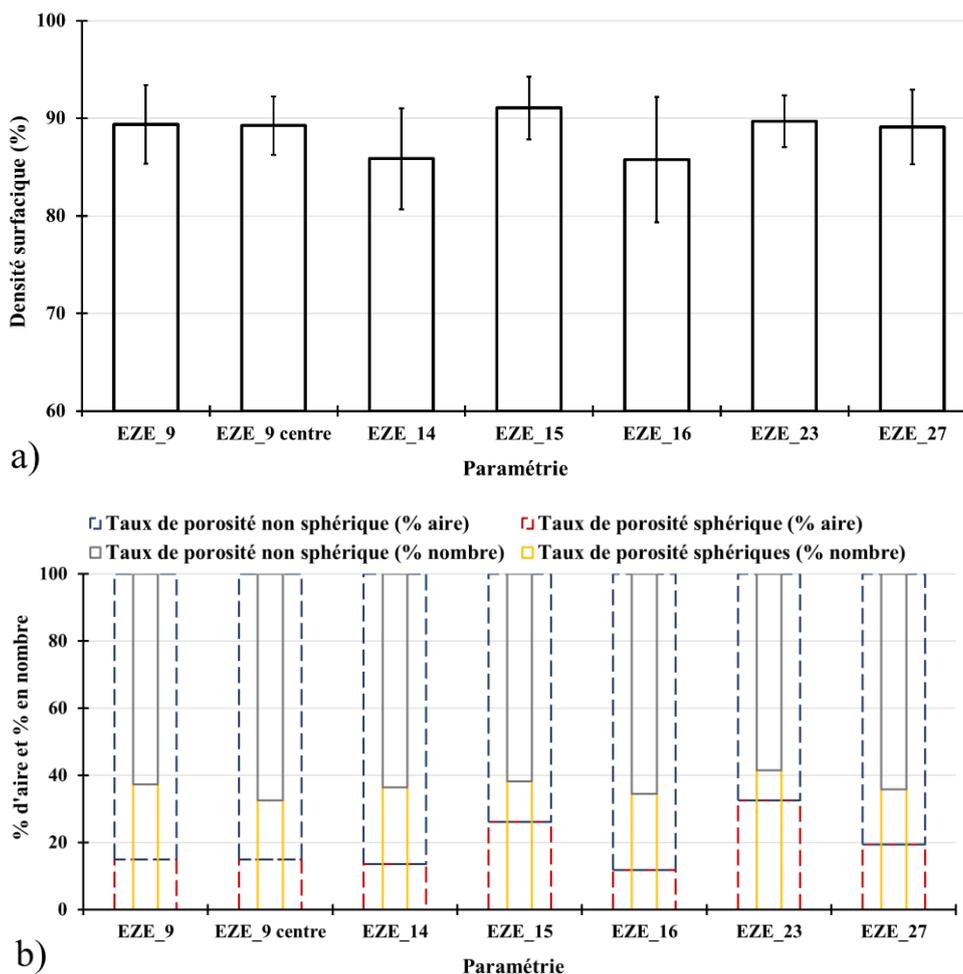


Figure 52 : Représentations a) de la densité surfacique, b) des taux de porosité (non)-sphériques (en % d'aire et % en nombre) en fonction des différentes paramétries (Plateau EZE).

Les paramétries possédant la densité d'énergie linéique la plus élevées (15, 23 et 27) présentent des taux surfaciques de porosité non sphérique inférieurs aux autres conditions. Il est donc possible que ces paramétries favorisent davantage la formation de pores gazeux par réassociation des atomes d'hydrogène. Cela est cohérent avec certaines études bibliographiques (Aboulkhair *et al.*, 2014; Weingarten *et al.*, 2015) montrant qu'une densité d'énergie volumique élevée favorisait la formation de pores gazeux en réduisant la quantité de pores non sphériques.

Il semblerait également que le taux en nombre de porosité non sphérique soit plus important pour les échantillons situés au centre qu'aux bords de la plateforme de fabrication (paramétrie 9). Le redépôt de scories sur le lit de poudre et la matière solidifiée peut-être l'origine de cette différence par fusion incomplète lors du passage laser aux alentours des scories.

Les considérations précédentes sont associées à une réflexion portant sur plusieurs pièces par paramétrie réparties sur toute la plateforme. Il est également possible de regarder l'influence de la position des pièces sur les taux de porosité sphérique et non sphérique pour chaque paramétrie. Pour cela, deux conditions (9 et 15) sont présentées (Tableau 27). Pour chaque paramétrie, deux échantillons ont été retenus pour exprimer les différences, ce sont les échantillons présentant la masse volumique la plus élevée et la plus faible. Les premiers se

situent sur la colonne de gauche et les seconds sur la colonne de droite de la représentation en Figure 50. Le chiffre 1 est donné aux échantillons de masse volumique plus élevée et 2 pour les autres.

Comme pour le cas global, les pores non sphériques sont plus nombreux et occupent davantage d'espace. La paramétrie 15 présente également le taux de pore sphérique le plus élevé. En revanche, pour chacune des conditions, le taux de pore sphérique (% aire) est plus élevé pour les échantillons « 1 » situés sur la colonne de gauche. Le taux de porosité en nombre est quant à lui indifférent de la position des pièces. Ainsi, une masse volumique plus élevée semble être liée à un taux de porosité des pores sphériques (% aire) plus important.

Paramétrie	Taux porosité sphérique (% Aire)	Taux porosité non sphérique (% Aire)	Taux porosité sphérique (% Nombre)	Taux porosité non sphérique (% Nombre)	Masse volumique (Archimède – g/cm ³)
15 – 1	32	68	36	64	2,72
15 – 2	22	78	40	60	2,59
9 – 1	16	84	36	64	2,72
9 – 2	11	89	38	62	2,64

Tableau 27 : Taux de porosité sphérique et non sphérique associés aux pièces présentant la masse volumique la plus élevée et la plus faible pour les paramétries 9 et 15. Pour chaque paramétrie le chiffre 1 ou 2 correspond à la position de l'échantillon sur la plateforme (Figure 50).

L'analyse et l'interprétation des surfaces doit prendre en compte la taille des pores. Pour cela, il est possible de calculer les diamètres équivalents surfaciques, et d'en tirer une moyenne (Figure 53). Ces diamètres sont de l'ordre de 8 µm, quels que soit la paramétrie et le type de pore considérés. Pour les conditions les plus énergétiques (15, 23, 27), le diamètre moyen des pores non sphériques paraît plus petit.

En s'intéressant à deux échantillons par paramétrie (Tableau 28), il s'avère que le diamètre de chaque type de pore est plus faible pour les échantillons « 1 » localisés sur la gauche de la plateforme et plus denses. La différence entre les diamètres des pores non sphériques est la plus importante. La faible masse volumique est donc associée à la présence de pores non sphériques plus gros.

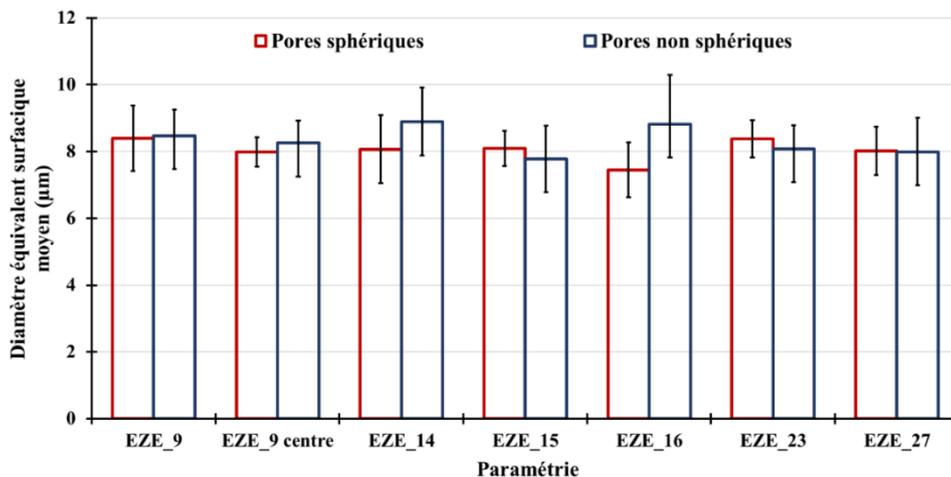


Figure 53 : Diamètre équivalent surfacique moyen obtenu pour les pores sphériques et non sphériques.

Diamètre moyen / Paramétrie	Porosité sphérique (µm)	Porosité non sphérique (µm)	Masse volumique (Archimède – g/cm ³)
15 – 1	7,9	6,8	2,72
15 – 2	8,5	9,1	2,59
9 – 1	8,0	7,9	2,72
9 – 2	8,2	8,7	2,64

Tableau 28 : Diamètre équivalent surfacique moyen associé aux pièces présentant la masse volumique la plus faible et la plus élevée pour les paramètres 9 et 15. Pour chaque paramétrie le chiffre 1 ou 2 correspond à la position de l'échantillon sur la plateforme (Figure 50).

La résolution de l'appareil ne permettant pas de mesurer des particules de moins de 2,6 µm de côté, le diamètre équivalent surfacique représenté ne peut pas être inférieur à 3 µm. Les répartitions du diamètre équivalent surfacique pour les pores sphériques et non sphériques sont respectivement présentées, pour la paramétrie 9_bords, en Figure 54 et en Figure 55 sur un intervalle allant de 3 à 20 µm inclus. Les données sont fournies pour les deux plans d'étude, et pour la combinaison des deux.

Les deux répartitions présentent des formes différentes. Pour ce qui est des pores sphériques, la répartition semble avoir une forme de cloche, tandis que pour les pores non sphériques, la répartition est décroissante lorsque le diamètre augmente. La taille correspondant au maximum de fréquence est comprise entre 3 et 4 µm. Ces résultats sont identiques quel que soit le plan d'étude considéré. Les allures des répartitions sont identiques pour toutes les conditions considérées.

La représentativité des caractérisations a été démontrée sur la condition 9 centre. Pour ce faire, les résultats associés à un échantillon (5 micrographies) ont été comparés à ceux calculés pour 2, 3 et 4 échantillons (Figure 56 et Figure 57). Seuls les plans XY sont considérés. Pour les deux types de pores, la répartition des diamètres équivalents surfaciques ne dépend pas du nombre d'échantillons. Pour les pores non sphériques, deux échantillons sont suffisants pour assurer une représentativité. Pour les pores sphériques, trois échantillons sont nécessaires. Ces considérations sont identiques pour les plans XZ.

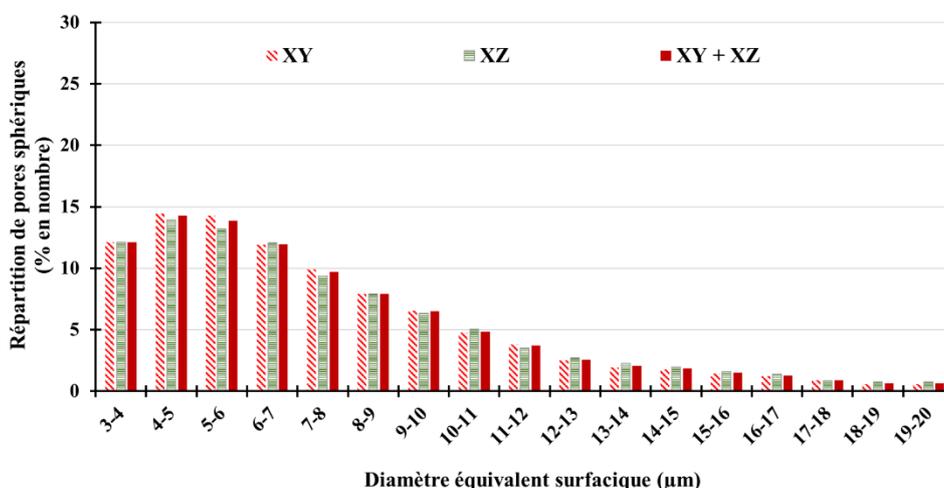


Figure 54 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores sphériques relativement aux deux directions examinées (Paramétrie 9 ; Plateau EZE).

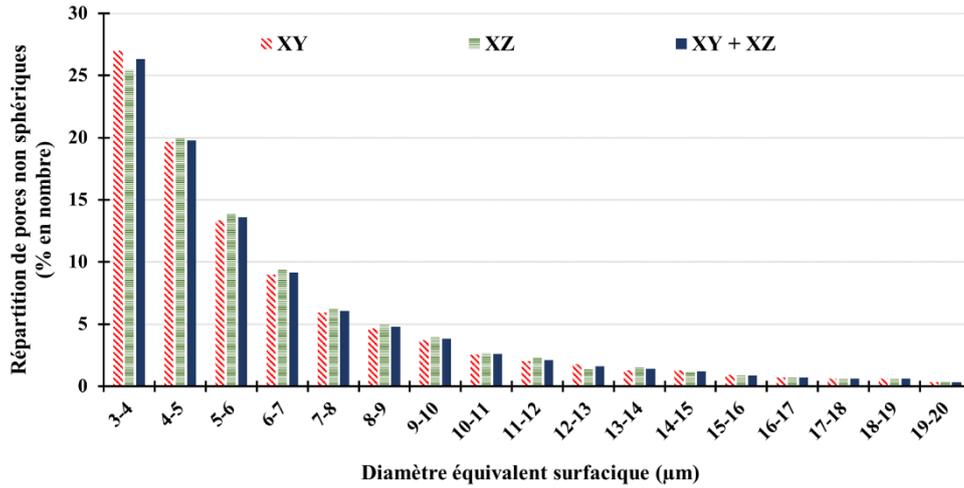


Figure 55 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores non sphériques relativement aux deux directions examinées (Paramétrie 9 ; Plateau EZE).

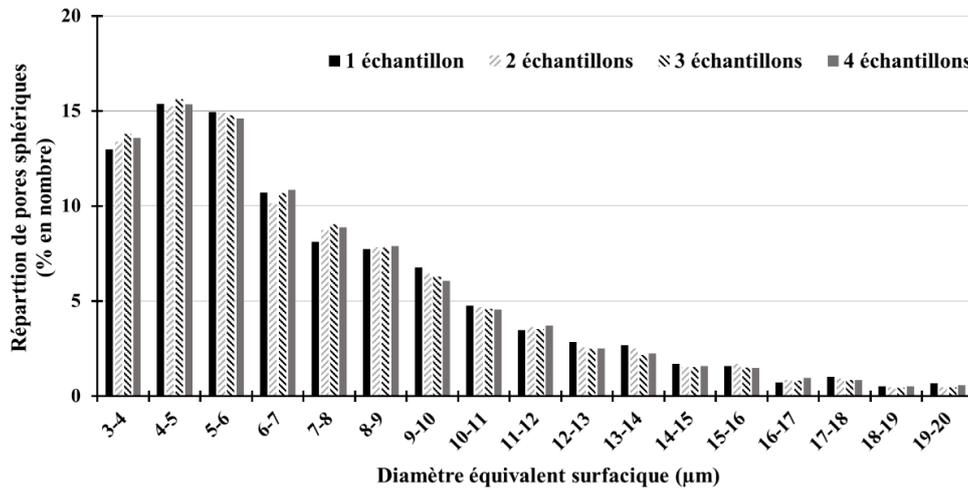


Figure 56 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores sphériques en fonction du nombre d'échantillons étudiés (Paramétrie 9 centre ; Plan XY ; Plateau EZE).

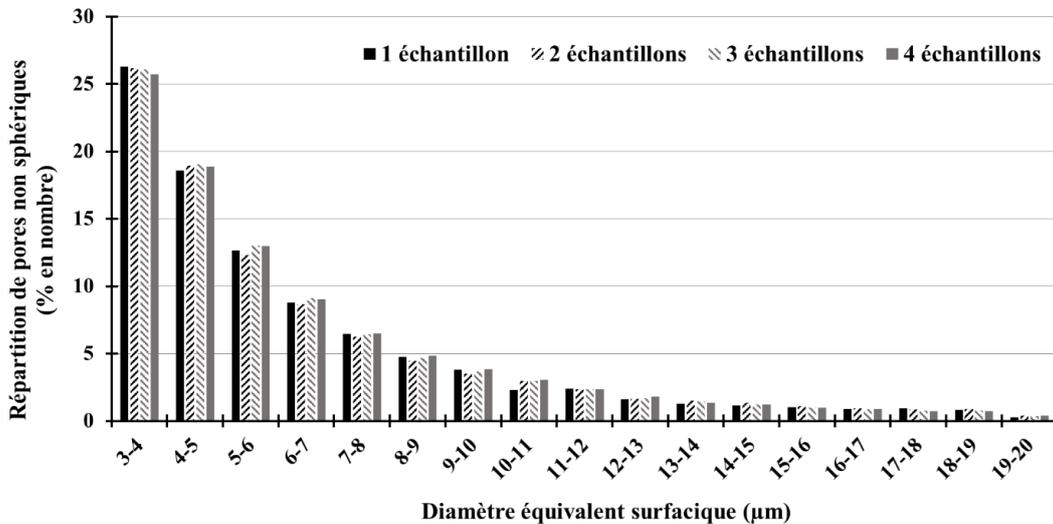


Figure 57 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores non sphériques en fonction du nombre d'échantillons étudiés (Paramétrie 9 centre ; Plan XY ; Plateau EZE).

Pour tenter de discriminer les conditions opératoires et de répartir les pores selon différentes classes de taille, il est possible de définir des intervalles de taille et de donner les pourcentages cumulés en nombre de pores associés (Tableau 29). Pour toutes les conditions, il s'avère que plus de 95 % des pores, sphériques et non sphériques, présentent une taille strictement inférieure à 20 μm . Moins de 2 % des pores présentent une taille supérieure à 50 μm . Les très gros pores représentent une très faible quantité de pores, bien que leur aire associée soit évidemment plus importante que pour des pores plus petits.

La répartition des taux (en aire ou en nombre) de porosité sphérique et non sphérique montre que pour l'ensemble des conditions, les pores non sphériques sont plus nombreux et représentent une surface plus importante. Le diamètre équivalent surfacique est en général plus grand pour ces pores non sphériques. Néanmoins, les paramétries possédant la densité d'énergie linéique la plus élevée (15, 23) présentent des taux surfaciques et un diamètre moyen de porosité non sphérique inférieurs aux autres conditions.

Pores sphériques							
Taille (μm)	9 bord	9 centre	14	15	16	23	27
≤ 5	26,40	30,11	29,97	28,21	32,53	27,7	29,14
≤ 10	76,39	78,08	78,60	76,49	81,83	75,54	76,93
≤ 20	96,37	96,52	96,31	96,67	97,23	96,19	96,14
≤ 50	99,86	99,89	99,82	99,92	99,82	99,90	99,87

Pores non sphériques							
Taille (μm)	9 bord	9 centre	14	15	16	23	27
≤ 5	46,08	44,98	45,15	47,11	47,58	45,96	46,45
≤ 10	83,47	82,46	81,44	82,27	83,57	80,10	82,12
≤ 20	95,53	95,61	95,05	95,97	95,29	94,92	95,59
≤ 50	98,71	99,02	98,64	99,34	98,53	99,47	99,29

Tableau 29 : Pourcentages cumulés en nombre pour différents intervalles de taille de pore.

De plus, la taille et les taux de porosité (sphérique et non sphérique) dépendent de la position des échantillons sur la plateforme. Plus un échantillon est dense, plus le diamètre moyen des pores est petit.

La répartition en taille des porosités ne dépend pas des conditions de fabrication, mais uniquement de l'aspect sphérique ou non des pores. De même les répartitions cumulées des diamètres en classe de taille ne permettent pas de différencier de manière franche les paramétries entre elles. Pour tenter davantage de les différencier, il est possible d'étudier leur comportement au cours d'un essai de dureté.

Les essais ont été menés sur des échantillons répartis sur les bords de la plateforme de fabrication. Un échantillon par paramétrie a été utilisé et a été sollicité en son cœur. Les essais ont été menés dans un plan XY et dans un plan XZ avec un microduromètre Zwick/Roell EMCO-TEST. Une centaine de point a été effectuée par plan avec une charge de 100 g ($HV_{0,1}$). Cette dernière permet de solliciter la matière entre deux pores visibles à la surface. Les résultats sont répertoriés sur le graphique Figure 58. Les barres d'erreurs correspondent aux écarts-types associés aux mesures.

A l'examen des résultats, la différence de dureté entre les différentes paramétries n'est pas franche. Les duretés obtenues pour chaque plan sont également similaires en raison des écarts-types importants. En ce qui concerne l'effet de la position sur la dureté, des essais ont été menés sur les quatre échantillons 9 de la zone centrale de la plateforme : leurs duretés sont équivalentes pour chaque plan (XY : 145 ± 10 HV_{0,1} ; XZ : 150 ± 11 HV_{0,1}). Ces mesures sont identiques à celles obtenues pour l'échantillon prélevé sur le bord de la plateforme (XY : 142 ± 9 HV_{0,1} ; XZ : 150 ± 9 HV_{0,1}). Il n'y a donc pas d'effet de positionnement dans la détermination de la dureté. Enfin, aucun lien masse volumique – dureté ne peut être établi.

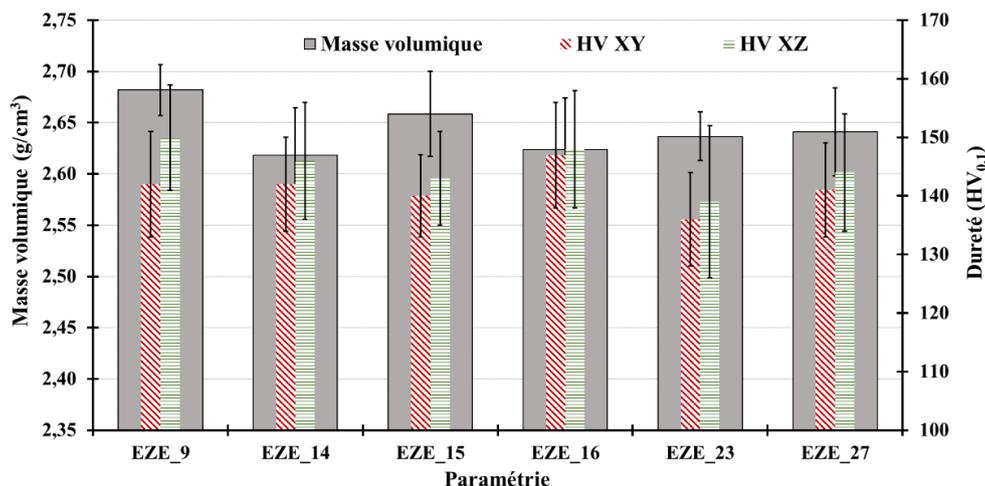


Figure 58 : Masse volumique et dureté HV_{0,1} (XY et XZ), pour les six paramétries retenues et imprimées sur une plateforme de usuelle. Un échantillon par paramétrie a été choisi, sur le bord de la plateforme.

• Synthèse

Il a été montré que lors du passage du dispositif RBV à la plateforme de fabrication usuelle, l'alliage ne présentait toujours pas de fissures issues du processus de solidification.

La densité des pièces imprimées a diminué avec le changement de dispositif, tout en gardant une évolution en fonction de la densité d'énergie linéique similaire. Il s'est avéré que les pièces présentaient deux types de pores : des pores sphériques et des pores non sphériques. Ces derniers sont des infondus liés à des inclusions ou des particules. Ils sont plus nombreux et occupent une surface plus importante bien que leur diamètre surfacique moyen soit équivalent. Leur répartition montre qu'ils sont plus petits puisque le pourcentage de pores ayant une taille inférieure à 10 µm est supérieur, mais présentent aussi des pores de grande taille, supérieure à 50 µm.

Les pores sphériques sont connus pour se former par la réorganisation des atomes d'hydrogène lors du refroidissement du bain de fusion depuis l'état liquide. L'alliage présentant une teneur en hydrogène élevée à l'état de poudre, il est fortement probable que cette quantité d'hydrogène soit à l'origine d'un nombre important de pores sphériques. La couche hydroxydée et les hydrures de zirconium étant uniformément réparties à la surface des particules de poudre, les atomes d'hydrogène sont également uniformément répartis dans le bain de fusion et peuvent engendrer des pores de manière uniforme. En parallèle du piégeage d'hydrogène, une vaporisation et un dégazage sont susceptibles de se produire dans le bain de fusion. Ces pertes d'éléments engendrent des projections en dehors du bain et peuvent se redéposer à la surface

du lit de poudre. Nous en avons déduit que ces projections étaient à l'origine de la baisse de la masse volumique des pièces en fonction de leur positionnement sur la plateforme de fabrication. En se redéposant sur la matière solidifiée, les projections modifient l'interaction laser-matière au moment de la fusion et sont susceptibles d'engendrer la formation de pores, notamment de forme non sphérique. La réduction du diamètre moyen des pores non sphériques sur la zone gauche du plateau pour laquelle le flux gazeux est moins perturbé permet d'appuyer cette hypothèse.

Enfin, il a été montré par Thijs *et al.* que la fin d'une trajectoire laser était une situation privilégiée pour la formation de pores. Ainsi, dans le cas d'un laser pulsé, il est probable que la formation de pores soit également due au cycle d'extinction du laser (Khairallah *et al.*, 2016; Thijs *et al.*, 2013).

A partir de cette étude paramétrique sur une plateforme de taille conventionnelle, il a été décidé de ne conserver que deux paramètres pour la suite de l'étude. Le choix s'est basé sur différents critères classés comme suit : masse volumique à l'état brut de fabrication, pourcentage d'aire des porosités sphériques, taille des pores sphériques et non sphériques et dureté moyenne. Les deux paramètres ainsi retenues pour le reste de l'étude sont les paramètres 9 et 15.

2.2.5. Effet du nombre d'échantillons sur la plateforme et du relasage

Dans la partie précédente, il a été montré que des pores sphériques et non sphériques sont présents pour toutes les conditions de fabrication. Les pores sphériques ont été assimilés à la réorganisation de l'hydrogène dans la matière solidifiée. Pour les pores non sphériques, l'hypothèse mise en avant pour leur formation est le redépôt de particules éjectées du bain de fusion à la surface du lit de poudre. L'hypothèse avancée est que ces projections proviennent en partie du dégazage de l'hydrogène et de l'évaporation de Zn et Mg (éléments légers à bas point de vaporisation) au cours du procédé.

Afin de discuter cette hypothèse, il a été décidé de fabriquer un plateau composé de seulement quatre éprouvettes, alignées dans la direction du dépôt de couche, et donc à 90° du flux de gaz dont l'une des fonctions est de déplacer les scories vers l'extérieur de la zone de fabrication. Les quatre échantillons étant relativement espacés les uns des autres (30 mm selon l'axe Y) (Figure 59), ils sont supposés « indépendants ». Le dégazage et l'évaporation d'éléments issus de la fusion d'un échantillon ne doivent donc pas influencer la fusion des autres. La production a duré 8 h 20 (5 fois moins que pour le plateau chargé) et la température maximale enregistrée sous la plateforme a été de 45 °C.

Les deux échantillons centraux sont fabriqués avec les paramètres précédemment retenues. Les deux échantillons excentrés présentent un relasage après la première fusion de la surface de l'échantillon. Les paramètres de relasage sont identiques à ceux utilisés pour le premier passage laser. Chaque échantillon présente donc un choix de construction unique.

De la même manière que pour la fabrication précédente, une caractérisation de la santé matière a été réalisée. Dans un premier temps, la détermination de la masse volumique a été effectuée par poussée d'Archimède. Les résultats sont exposés (masse volumique, incertitude)

en Tableau 30. Notons tout d'abord, qu'aucun des quatre échantillons ne présente de fissure et que le double lasage ne modifie donc pas le comportement de l'alliage au cours de sa solidification.

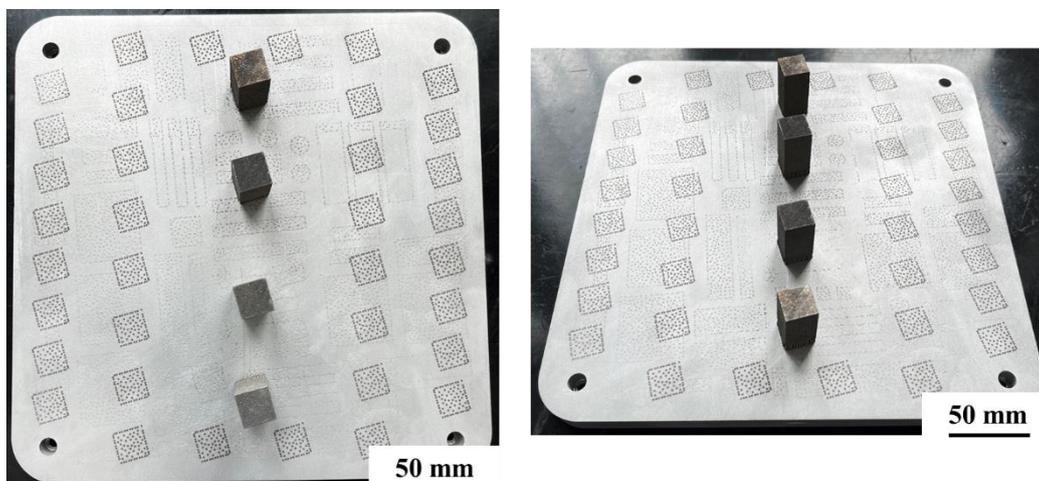


Figure 59 : Echantillons imprimés sur la plateforme de fabrication usuelle – 4 parallélépipèdes – Conditions de haut en bas : 9-relasage, 9, 15, 15-relasage. Dépôt de couche de haut en bas, et flux gazeux de droite à gauche. Plateau SCL

Paramétrie	Lasage simple	Lasage double
9	2,741 ± 0,005	2,717 ± 0,004
15	2,730 ± 0,004	2,679 ± 0,005

Tableau 30 : Masses volumiques obtenues par la méthode de la poussée d'Archimède pour les deux paramétries retenues pour la qualification d'une fabrication avec un nombre réduit de pièces ; échantillons imprimés sur une plateforme de taille usuelle (Plateau SCL).

Pour les deux stratégies de lasage, la paramétrie 9 donne une masse volumique supérieure à celle issue de la paramétrie 15. Bien que proches, les écarts sont significatifs. D'autre part, dans les deux cas, la stratégie de double lasage amène une baisse de la masse volumique des échantillons. Notons également que les masses volumiques obtenues pour cette fabrication sont supérieures à celle de la fabrication précédente (Tableau 26).

Comme pour la fabrication précédente, nous avons caractérisé la distribution de la porosité des pièces imprimées à partir d'une étude par analyse d'images. Le même protocole que celui précédemment mis en œuvre a été utilisé.

La densité surfacique vaut 96 % pour chaque paramétrie (Figure 60, les valeurs issues de la dernière production présentent un motif de remplissage). Concernant la morphologie et la répartition des pores (Figure 60 – b), les taux de pores non sphériques sont supérieurs aux taux des pores sphériques, qu'ils soient considérés en termes d'aire ou de nombre pour les deux conditions et les deux stratégies de balayage. Néanmoins, le relasage permet de réduire le taux de porosité non sphérique, pour les deux paramétries. Cela signifie que le relasage engendre un grossissement des pores sphériques. La paramétrie 15 présente proportionnellement un pourcentage d'aire de pores sphériques plus important que la condition 9, quelle que soit la condition de lasage.

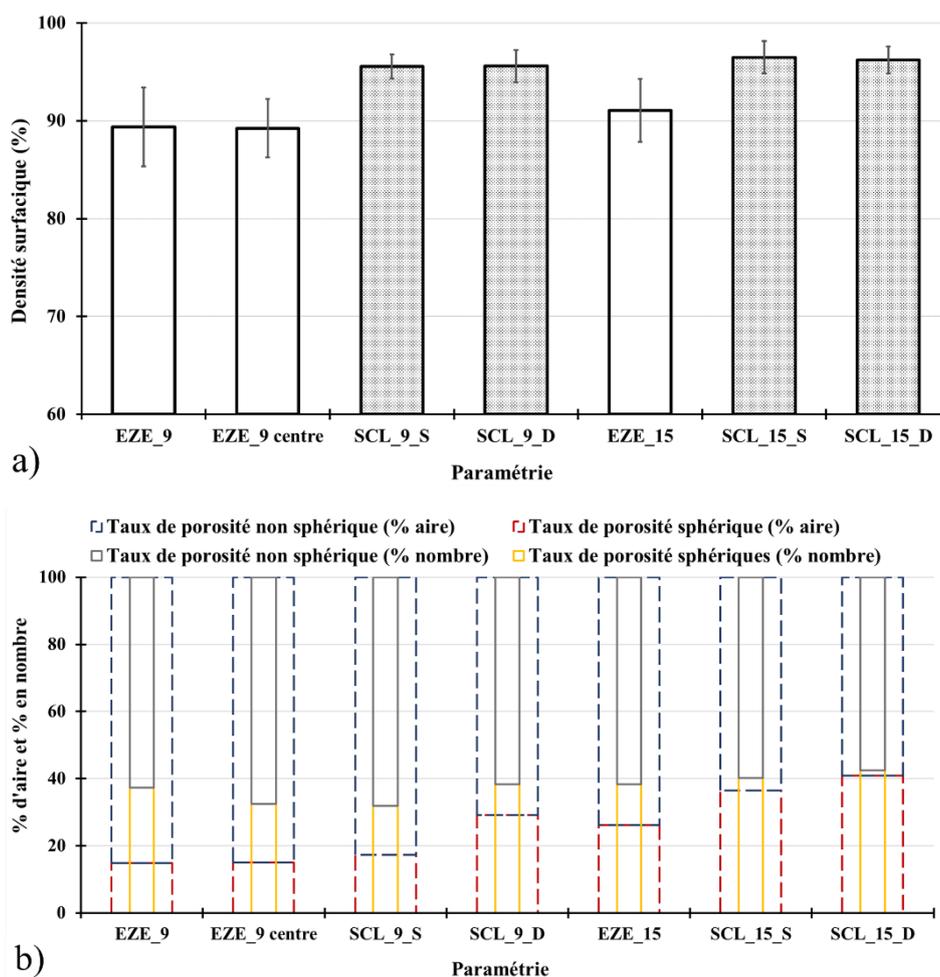


Figure 60 : Représentations a) de la densité surfacique, b) des taux de porosité (non)-sphériques (en % d'aire et en % en nombre) en fonction des différentes paramétries (Plateaux EZE et SCL).

S : lasage simple ; D : lasage double

En comparant les résultats obtenus pour le plateau EZE (48 échantillons) et le plateau SCL (4 échantillons), il s'avère que le taux de porosité est inférieur lorsque peu d'éprouvettes sont fabriquées. Il y a également une diminution du taux de porosité non sphérique et relativement une augmentation du taux de porosité sphérique. Ces évolutions sont visibles pour des considérations d'aire ; elles le sont moins lorsque le nombre de porosités est pris en compte. Du point de vue de la densité surfacique, il semble que le nombre d'échantillons à imprimer ait une influence sur les pourcentages de porosité obtenus. Le double lasage semble augmenter la part surfacique des pores sphériques ou diminuer celle des pores non sphériques. Il est probable qu'au cours de la seconde fusion, une partie des pores non sphériques soient comblés. L'hydrogène restant après le premier passage laser peut se réarranger pour former de nouveaux pores sphériques ou agrandir les pores déjà existants. L'évaporation des éléments légers doit également avoir lieu au cours de ce second balayage.

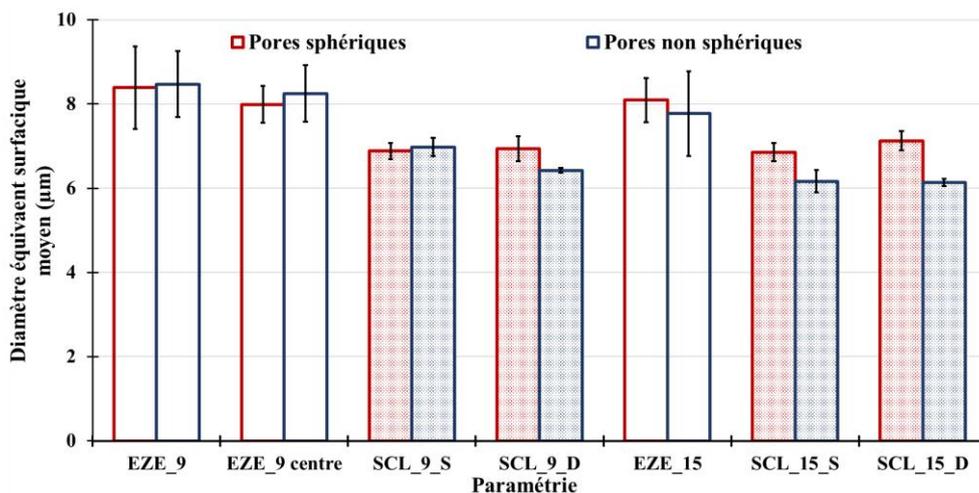


Figure 61 : Diamètre équivalent surfacique moyen obtenu pour les pores sphériques et non sphériques.

En ce qui concerne le diamètre moyen des pores (Figure 61) :

- Pour la paramétrie 9, le simple lasage n'induit pas de différence entre les deux types de pores, alors que le double lasage réduit la taille des pores non sphériques ;
- Pour la paramétrie 15, les pores sphériques présentent un diamètre équivalent moyen plus grand. Le relasage engendre un grossissement des pores sphériques. Les pores non sphériques sont plus petits avec la paramétrie 15 simplement lasée ;
- Pour chaque paramétrie, le diamètre moyen des pores en général diminue d'au moins 1 µm lorsque la plateforme contient moins d'échantillons. Cela peut être dû à une réduction de la pollution des surfaces par les projections qui engendrent la formation de pores.
- Le relasage limite les infondus grâce à la seconde fusion ce qui permet d'expliquer la réduction plus importante du diamètre moyen des pores non sphériques.

Pores sphériques				
Taille (µm)	9 Simple	9 Double	15 Simple	15 Double
≤ 5	34,22	33,51	35,68	32,06
≤ 10	85,63	85,77	85,69	83,72
≤ 20	99,13	98,81	98,99	98,67
≤ 50	99,98	99,96	99,98	99,98

Pores non sphériques				
Taille (µm)	9 Simple	9 Double	15 Simple	15 Double
≤ 5	43,13	52,52	54,37	54,52
≤ 10	84,57	89,59	89,43	90,10
≤ 20	98,25	98,30	98,65	98,66
≤ 50	99,65	99,63	99,79	99,81

Tableau 31 : Pourcentage cumulé en nombre pour différents intervalles de taille de pore (Plateau SCL).

Pour tenter de discriminer les conditions, une analyse de la répartition des pores selon différentes classes de taille est effectuée (Tableau 31). Pour les quatre conditions étudiées, il s'avère que plus de 98 % des pores, sphériques et non sphériques, présentent une taille strictement inférieure à 20 µm. Moins de 1 % des pores présentent une taille supérieure à 50 µm.

Les pores de taille supérieure à 50 μm représentent donc une très faible quantité, et sont *a priori* davantage des pores non sphériques.

Ces résultats confirment les tendances relevées avec les diamètres surfaciques équivalents puisque proportionnellement les pores sont plus petits dans les échantillons fabriqués sur une plateforme faiblement chargée. Il semble que pour les pores sphériques, la différence entre les deux fabrications est notable pour une taille inférieure à 10 μm . Pour les pores non sphériques, la différence est visible pour un diamètre inférieur à 20 μm . Les répartitions des pores en fonction du diamètre équivalent surfacique suivent les mêmes tendances que pour le plateau à 48 échantillons (Figure 62 et Figure 63). La paramétrie 15 met en avant des pores non sphériques plus petits.

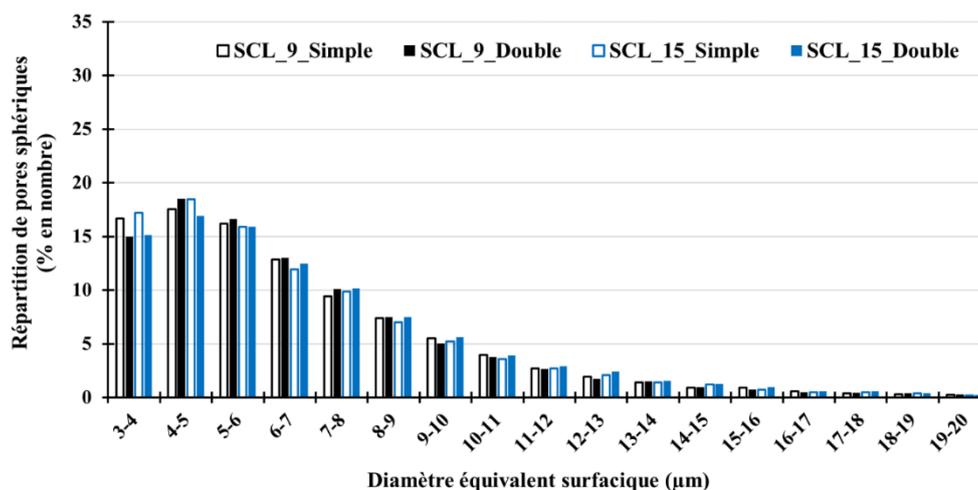


Figure 62 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores sphériques.

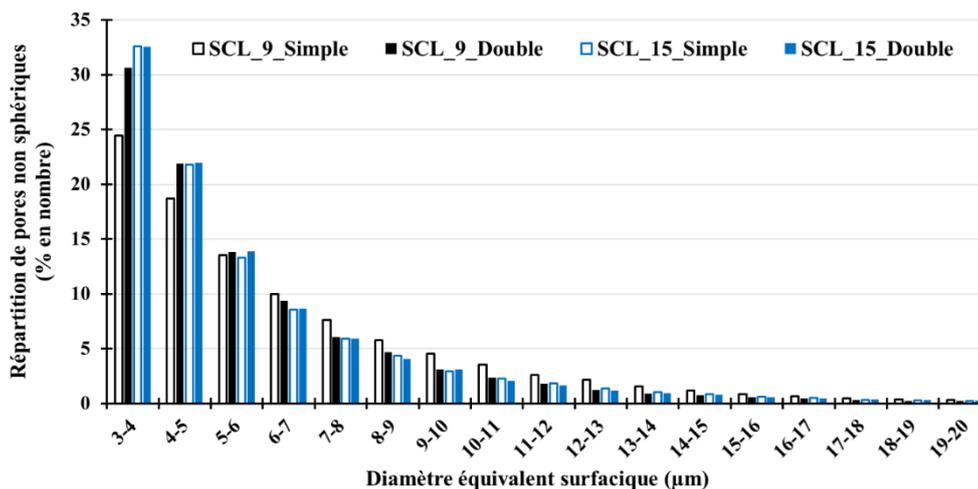


Figure 63 : Répartition du pourcentage en nombre des diamètres équivalents pour les pores non sphériques.

Il vient d'être montré que la fabrication d'un plateau à faible nombre d'échantillon améliorerait la santé matière des pièces imprimées, et cela pour les deux conditions de lasage étudiées. Des essais de microdureté $HV_{0,1}$ ont été menés sur les quatre échantillons, et dans les deux plans d'étude dans le but de discriminer les conditions. A cette fin, une moyenne de quatre-vingts indents ont été effectués pour chaque plan étudié.

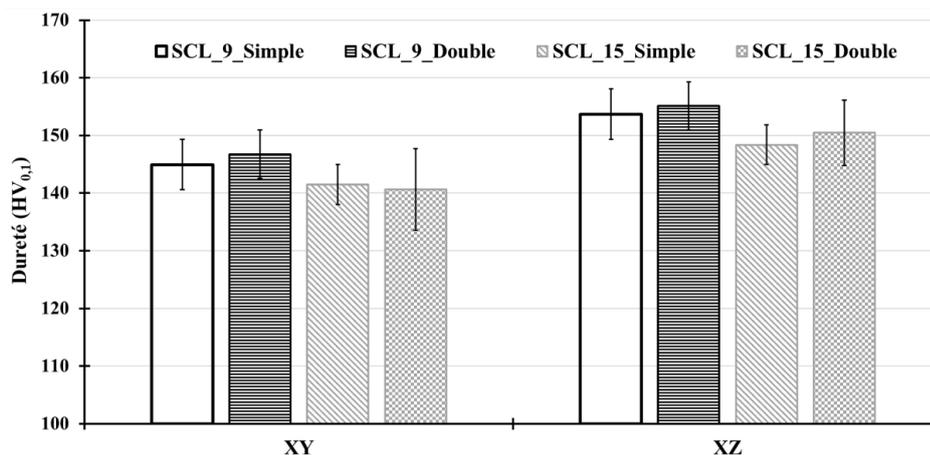


Figure 64 : Evaluation de la dureté dans les deux plans d'étude (XY et XZ) pour chacun des échantillons.

Pour une paramétrie donnée et un plan donné, il ne semble pas y avoir de différence notable entre simple et double lasage (Figure 64).

Les duretés obtenues pour les plans XZ sont légèrement supérieures à celles obtenues pour les plans XY. De plus, une légère différence entre les paramétries 9 et 15 se dessine : les échantillons imprimés avec la paramétrie 9 (simple et double lasage, plans XY et XZ) présentent des duretés supérieures à ceux fabriqués avec la deuxième paramétrie. Cependant, des essais ont été effectués avec une charge de 10 kg (HV₁₀) dans le cas du simple lasage et les duretés obtenues sont identiques : 133 ± 6 HV_{0.1} et 143 ± 7 HV₁₀ (respectivement plans XY et XZ, paramétrie 9), 131 ± 2 HV_{0.1} et 138 ± 3 HV₁₀ (respectivement plans XY et XZ, paramétrie 15). Ainsi, la légère différence entre les paramétries n'est sans doute que l'effet du chargement appliqué au cours de l'essai de dureté. Nous pensons qu'il en est de même pour les conditions avec un second lasage.

En comparant les valeurs obtenues avec celles du plateau à 48 échantillons (Plateau EZE), il s'avère que les duretés déterminées sur des échantillons de ce plateau sont légèrement inférieures à celles du plateau à 4 échantillons (Figure 65). L'explication la plus plausible est le taux de porosité, dont la proportion est plus importante pour les échantillons du plateau chargé (48 pièces).

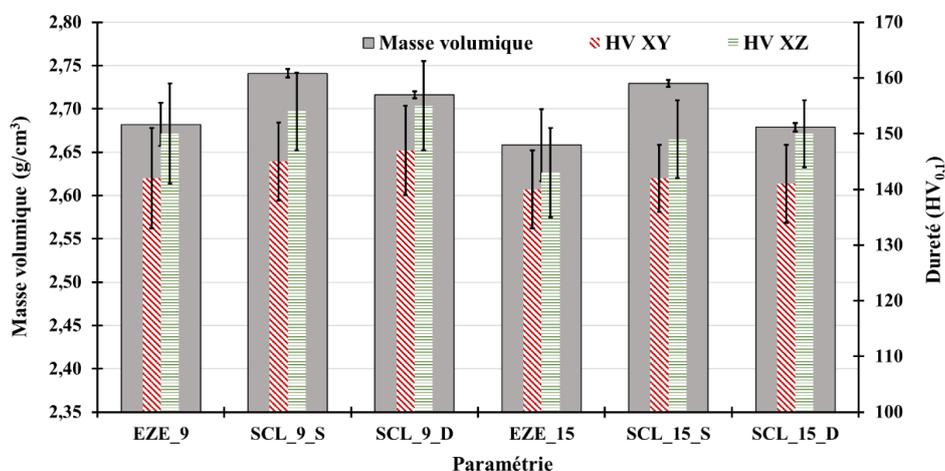


Figure 65 : Masse volumique et dureté HV_{0.1} en fonction des paramétries utilisées, selon différentes fabrications. S : simple lasage ; D : double lasage

2.2.6. Synthèse de l'étude paramétrique

La première étape a consisté à évaluer l'imprimabilité de ce nouveau matériau, sur le dispositif réduit de la machine de fabrication. Le logiciel CORICO® a permis de générer 32 paramétries à partir des intervalles d'évolution pour les quatre paramètres de lasage (P, t, D et Ev). L'impression de toutes les pièces a montré que le matériau s'imprimait, et cela sans fissure. Cette non-fissuration résulte d'une fonctionnalisation efficace de la poudre.

La détermination de la masse volumique des pièces par la méthode de la poussée d'Archimède a mis en évidence que son évolution était principalement influencée par les paramètres hybrides calculés à partir des paramètres de lasage. Le paramètre hybride le plus influent est la densité d'énergie linéique : son augmentation donne à l'évolution de la masse volumique correspondante une forme en cloche. Cette forme est recherchée puisqu'elle permet de fournir une évolution passant par un maximum. Un premier tri entre les paramétries générées a pu être fait sur cette base-là. Pour discriminer les conditions restantes entre elles, des essais de dureté ont été menés. Les valeurs obtenues dépendent des propriétés métallurgiques intrinsèques au matériau mais aussi de sa santé matière. Le choix de six paramétries a alors été effectué en fonction des valeurs de dureté obtenues et de la différence qu'il y a pu avoir entre les deux plans considérés.

L'imprimabilité du matériau ayant été démontrée, il a alors été décidé de l'imprimer sur une plateforme usuelle. Le plateau imprimé était constitué de 48 pièces (6 par paramétrie retenue). La masse volumique des pièces était inférieure à celle obtenue sur le dispositif réduit, et cela pour toutes les conditions. L'une des explications possibles à première vue est la différence dans le système de mise en couche, compactant moins la poudre dans le système conventionnel. Cependant, l'étude de la masse volumique en fonction de la position de la pièce sur la plateforme a montré une hétérogénéité des résultats. Il s'avère que les pièces situées dans le coin bas gauche présentent des masses volumiques plus importantes, et celles situées à droite (près de l'entrée de gaz dans la chambre) des masses volumiques plus faibles. De plus, au cours de la fabrication d'importantes projections étaient visibles à l'œil nu (Figure 66). Ainsi, les projections ont été données comme source de porosité possible, d'autant plus que la poudre est riche en hydrogène et que les éléments Zn et Mg possèdent un point de vaporisation à plus basse température. Enfin, une étude de la santé matière par analyse d'images a été menée. Celle-ci a permis de mettre en avant la présence d'une double population de pores : des pores sphériques (associés au piégeage d'hydrogène) et des pores non sphériques (issus d'une fusion incomplète). Ces derniers représentent un pourcentage d'aire plus important que les pores sphériques, bien qu'ils présentent le même diamètre équivalent surfacique. La répartition en fréquence des pores en fonction de leur taille montre : que les pores non sphériques sont en majorité plus petits ; que ceux de taille supérieure à 50 μm sont moins nombreux. A ces résultats se sont ajoutés des résultats de dureté, qui ont permis de choisir deux conditions pour le reste de l'étude.

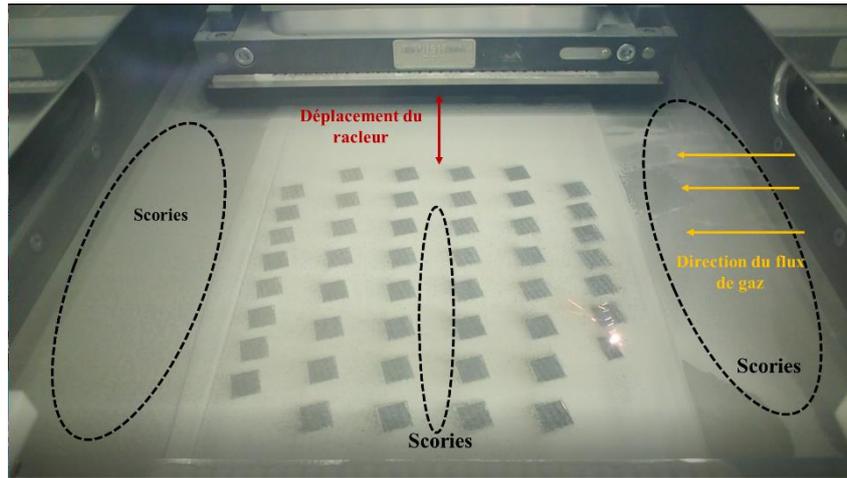


Figure 66 : Photographie de la chambre de fabrication au cours de la production.

Pour déterminer l'influence du nombre d'échantillons fabriqués sur la plateforme, une fabrication a été réalisée avec seulement quatre pièces : deux lasées simplement et deux lasées deux fois avec la même paramétrie. Lorsque la plateforme est peu chargée, le taux de porosité, estimé par poussée d'Archimède ou par analyse d'image, diminue. De plus, la taille des deux types de pores diminue et le taux de pores sphériques augmente proportionnellement. La distribution des diamètres équivalents n'est pas modifiée et le nombre de pores de taille supérieure à 50 μm semble être réduit. Ainsi, le chargement du plateau et donc le nombre de projections éjectées au total semble jouer sur la santé matière du matériau. La comparaison entre les masses volumiques et les duretés obtenues pour les deux conditions retenues des pièces imprimées dans les deux derniers plateaux est mise en avant.

Les conditions 9 et 15 semblent équivalentes en matière de masse volumique et de dureté. La condition 15 présente un taux de pores, sphériques et non sphériques, de taille inférieure à 20 et 50 μm plus important que la paramétrie 9. De plus, les taux de pores non sphériques, associés à des problèmes de fusion, sont plus faibles pour la condition 15, il a donc été décidé de conserver cette paramétrie pour la suite de l'étude.

Très récemment, une nouvelle étude portant sur un alliage 7075 modifié a été publiée (A. Martin *et al.*, 2022). L'alliage est également modifié avec l'addition de zirconium ; celui-ci n'est pas ajouté par fonctionnalisation mais par l'élaboration d'un matériau pré-allié, atomisé. Le matériau a été fabriqué sur la même machine que celle utilisée dans cette étude, sur le dispositif RBV. Une densité de 99 % est obtenue par analyse d'image (« au moins trois micrographies » ont été prises pour la détermination de cette densité). La paramétrie est présentée ci-dessous et comparée à la paramétrie retenue dans cette étude. Les deux paramétries et les paramètres combinés qui en découlent sont relativement proches. De plus, on peut supposer que le taux d'hydrogène inclus dans les poudres fabriquées par Martin *et al.* présente un taux d'hydrogène plus faible que celui mesuré dans le cas notre alliage fonctionnalisé. La chimie des particules de poudre (concentration de Zn, Mg, Cu et Zr) est également proche entre les deux alliages. Ainsi, le dégazage de l'hydrogène dans notre étude peut être vu comme la principale différence de densité entre notre alliage imprimé et celui de A. Martin *et al.* Ceci peut donc être un argument supplémentaire quant à l'effet de l'hydrogène sur la porosité (sphérique et non sphérique) de l'alliage fonctionnalisé.

Paramètres de fabrication	e (µm)	P (W)	V (mm/s)	Ev (µm)	E _{vol} (J/mm ³)	E _l (J/m)
(A. Martin <i>et al.</i> , 2022)	30	225	889	120	70	253
Paramétrie 15	40	200	857	80	73	233

Tableau 32 : Comparatif des paramètres employés par A. Martin *et al.* et la paramétrie 15 retenue.

2.3. Analyse chimique de la matière imprimée

Une analyse chimique du matériau imprimé n'a pas été possible par spectrométrie à étincelle au laboratoire, notamment en raison du taux élevé de porosité. Une analyse par ICP-OES a été effectuée par la société EAG EVANS ANALYTICAL GROUP. La composition du matériau imprimé est présentée dans le Tableau 33.

Comme attendu, une évaporation partielle des éléments à bas point de vaporisation (Zn, Mg) a lieu au cours du procédé de fusion/solidification. Cette perte est évaluée à environ 21 % et 19 % respectivement pour le zinc et le magnésium. La quantité massique de ces éléments reste néanmoins supérieure à la borne supérieure de composition de l'alliage 7075 utilisé comme référence. Une augmentation massique de cuivre et de zirconium est à noter.

Une seconde analyse a été menée par IGA afin de déterminer la teneur en hydrogène après fabrication : celle-ci s'élève à 45 ppm wt. Cette valeur correspond à 11 % de la valeur initiale. Il y a donc un dégazage important au cours de la fabrication, mais le taux initial étant très élevé, la quantité restante demeure toutefois importante. De plus, cette teneur reste deux fois supérieure à celle présente dans la poudre d'AlSi10Mg.

(%m)	Al	Zn	Mg	Cu	Zr
7075 - AlZn5,5MgCu	Base	5,1 – 6,1	2,1 – 2,9	1,2 – 2,0	0
7050 - AlZn6CuMgZr	Base	5,7 – 6,7	1,9 – 2,6	2,0 – 2,6	0,08 – 0,15
HRL 7A77.60L	Base	4,5 – 6,1	1,8 – 2,9	1,1 – 2,1	0,5 – 2,8
Al-Zn-Mg-Cu-Zr Imprimé	Base	6,61 ± 0,05	3,07 ± 0,02	1,86 ± 0,01	1,86 ± 0,02

Tableau 33 : Compositions chimiques massiques des alliages de référence 7075 et 7050 (Davies, 1993), de l'alliage d'étude imprimé au laboratoire (analyse ICP-OES) et composition fournie par HRL Laboratories.

3. Conclusion

L'alliage AlSi10Mg élaboré par L-PBF étant l'un des alliages les plus étudiés en fabrication additive, les fabricants de machine ont travaillé à la recherche de paramètres de fabrication adaptés, qui peuvent différer selon l'application finale de la pièce. Ils cherchent notamment à optimiser la masse volumique et les propriétés mécaniques afin de se rapprocher de celles du même alliage produit en fonderie.

La paramétrie développée par Renishaw pour l'alliage considéré sur leur machine AM400 permet d'obtenir des échantillons denses, de masse volumique relative proche de 1. La composition chimique du matériau après impression reste dans les intervalles de la norme. Il est à noter que la teneur en Mg est proche de la limite basse spécifiée dans la norme.

Au contraire de l'alliage AlSi10Mg, l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr est un matériau nouveau et donc peu connu. C'est un alliage façonné sur la base de l'alliage 7075 : la poudre de 7075 est fonctionnalisée par un dépôt d'hydrures de zirconium. Ces hydrures se présentent sous forme de protubérances à la surface des particules de poudre. Le zirconium a pour objectif de modifier le comportement de l'alliage au cours de la solidification. Par son incorporation au bain de fusion lorsque la poudre passe à l'état liquide, le zirconium forme avec l'aluminium un précipité Al_3Zr . Celui-ci agit comme germe pour la solidification de la matrice, évitant ainsi la fissuration au cours de la solidification. Les propriétés mécaniques espérées sont élevées et peuvent laisser entrevoir l'utilisation d'un alliage d'aluminium de haute performance en fabrication additive sur lit de poudre.

Néanmoins, cet aspect novateur implique que l'alliage n'ait pas encore été l'objet d'études poussées, notamment au niveau des paramètres de fabrication. Il a ainsi été nécessaire d'effectuer une sorte de « recalage paramétrique », à la fois pour tester l'imprimabilité de l'alliage, mais aussi pour évaluer l'influence des paramètres de fabrication sur sa santé matière.

Les premiers résultats ont montré que la fonctionnalisation était efficace puisque le matériau imprimé ne présentait pas de fissure, et cela pour toutes les conditions examinées. Cependant, l'étude de la santé matière a mis en évidence la présence de nombreux pores, à la fois sphériques et non sphériques. Les pores sphériques semblent être dus à la présence d'hydrogène, incorporé au cours de la fusion des particules de poudre, et provenant de deux sources distinctes : la couche d'hydroxyde et l'ajout d'hydrures de zirconium à la surface des grains de poudre. Les pores non sphériques semblent quant à eux provenir des éjectas/scories qui se déposent sur la matière préalablement solidifiée et perturbent alors la fusion.

Enfin, la composition chimique du matériau, en dehors de l'hydrogène, fait ressortir une concentration massique importante de zirconium qui ne permet pas de trouver de référence « classique » pour cet alliage, au moins de ce point de vue-là.

Le Chapitre 3 sera consacré à l'étude de l'alliage AlSi10Mg. Cet alliage est le plus référencé mais certains points de compréhension restent à approfondir. L'influence de la température de préchauffage et l'effet de revenu qu'il induit sont abordés. De plus, l'influence des orientations de fabrication sur les propriétés mécaniques est traitée. Ces propriétés sont notamment évaluées par des essais de résilience et de mécanique de la rupture.

Le Chapitre 4 sera dédié à l'étude de l'alliage 7075 élaboré par L-PBF. Les connaissances sur cet alliage sont moins avancées que pour l'alliage AlSi10Mg. Les propriétés microstructurales, l'influence des traitements thermiques post-fabrication et les propriétés mécaniques seront évaluées.

Chapitre 3 : Etude microstructurale et mécanique de l'alliage AlSi10Mg

AlSi10Mg

Microstructure

Propriétés mécaniques

Traitements thermiques

Essais de traction

Essais de résilience

Essais de ténacité

Ce troisième chapitre est consacré à l'alliage AlSi10Mg. Dans un premier temps, le matériau est élaboré sans préchauffage de la plateforme de fabrication. Les propriétés microstructurales et mécaniques sont étudiées, notamment en fonction d'orientations de fabrication variées. Des caractérisations usuelles sont menées et d'autres plus originales, notamment l'examen du comportement en présence d'entaille et de fissure.

Dans un deuxième temps, les modifications engendrées par le préchauffage de la plateforme sur toute la durée de la fabrication sont analysées. Comme pour la première partie, les propriétés microstructurales et mécaniques sont évaluées.

Enfin, l'influence des post-traitements thermiques sur les propriétés est étudiée afin de définir le traitement optimal permettant d'améliorer les propriétés mécaniques.

1. Conception et impression des éprouvettes

1.1. Conception

Il a été montré dans la littérature que les matériaux imprimés par fusion laser sur lit de poudre présentent des différences de comportement, notamment en traction, en fonction des orientations de construction considérées. Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus au cours de l'étude à ceux issus de la bibliographie, plusieurs orientations de construction ont été choisies : Z (verticale), X (horizontale) et XZ45° (angle de 45° entre l'orientation de construction et la direction de fabrication). Le comportement du matériau a été caractérisé à partir d'essais mécaniques plus originaux, tels que des essais de rupture par choc (essai Charpy/de résilience) ou de rupture avec présence d'une fissure. Ces essais permettent d'obtenir respectivement l'énergie de rupture et la ténacité. Néanmoins, la définition d'orientations d'entaille et de fissuration est nécessaire, celle-ci dépend également de l'orientation de fabrication. Les différentes orientations de fabrication et d'entaille/fissuration sont représentées en Figure 67 pour les divers essais envisagés. La définition de la géométrie des éprouvettes suit les normes ISO EN 6892-1, ASTM E23 et ASTM E1820, respectivement pour les essais de traction, de résilience et de ténacité.

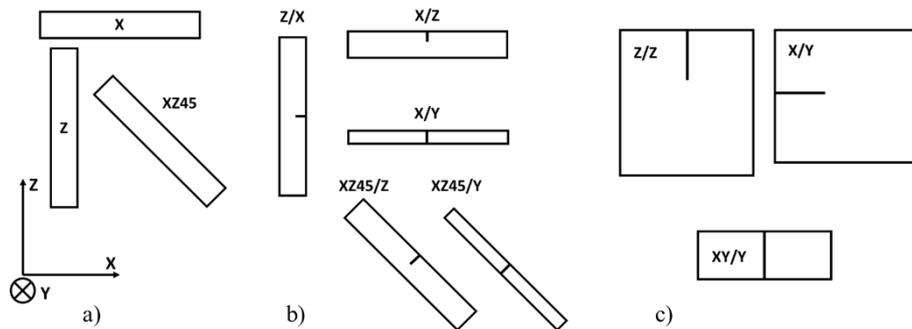


Figure 67 : Représentation et désignation a) des orientations de fabrication en traction ; des orientations de fabrication et d'entaille, b) pour les essais de résilience et c) de mécanique de la rupture. Echelle arbitraire.

Les notations présentées en Figure 67, ont été élaborées à partir des considérations suivantes :

- Pour les éprouvettes de traction cylindriques, seule l'orientation de construction est considérée : X et Z, respectivement pour des éprouvettes horizontales et verticales ;
- Pour les éprouvettes de résilience, la première lettre correspond à l'orientation de fabrication (X et Z) et la seconde à l'orientation d'entaille (X et Z) ;
- Pour les éprouvettes CT, la ou les deux premières lettres correspondent à l'orientation de fabrication et la dernière à l'orientation d'entaille.

Pour pouvoir respecter les géométries des éprouvettes (traction, résilience, CT), des ébauches « brutes de fabrication » ont été conçues et imprimées. Ces ébauches sont des parallélépipèdes à base carrée ou des cylindres, surépaissis d'environ 0,5 mm par rapport aux cotes nominales cherchées. L'usinage des éprouvettes a été réalisé après fabrication et traitement thermique. L'entaille des éprouvettes de résilience est obtenue par brochage.

1.2. Impression des différents plateaux

Les paramètres utilisés pour la fabrication sont rappelés ci-dessous (Tableau 34) :

Paramètres de fabrication	e (µm)	P (W)	t (µs)	D (µm)	Ev (µm)	Taille de la tâche laser (µm)	Température préchauffage Tp (°C)
Valeurs	30	275	40	80	80	70	25 ou 170

Tableau 34 : Paramètres de fabrication utilisés pour l'élaboration de l'alliage AlSi10Mg.

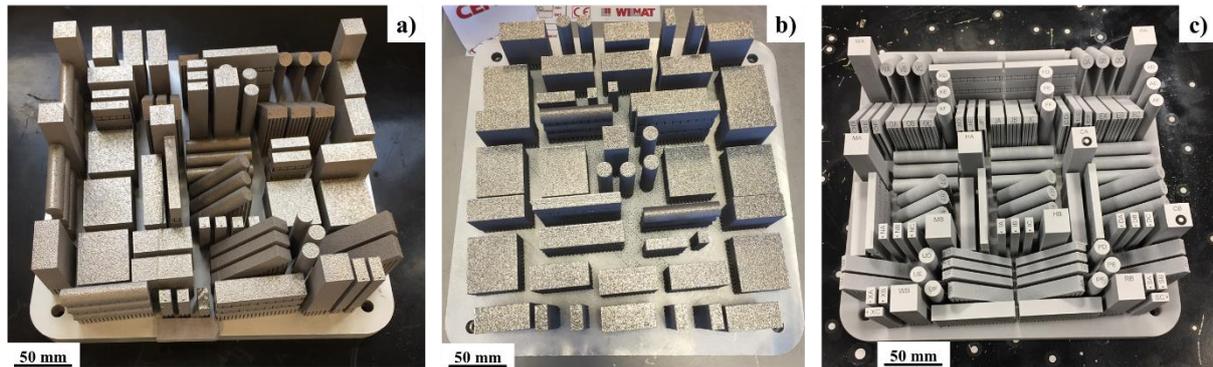


Figure 68 : Photographies des différents plateaux imprimés : a) et b) plateforme non préchauffée (Plateaux 1 et 2 respectivement), c) plateforme préchauffée (Plateau 3).

Plateau imprimé	Préchauffage de la plateforme	Hauteur production (mm)	Température maximale relevée (°C)	Nombre de pièces	Estimation temps de production (h)	Etat de la poudre
1	Non	70	60	96	80	Neuve
2	Non	65	60	64	71	Neuve et recyclée
3	Oui – 170°C	65	170	130	74	Neuve et recyclée

Tableau 35 : Caractéristiques des plateaux imprimés en AlSi10Mg.

Les différents plateaux fabriqués sont présentés en Figure 68 et leurs caractéristiques sont données dans le Tableau 35.

Pour les deux dernières fabrications, aucun problème de production n'a été observé. Pour la première fabrication, plusieurs difficultés ont été rencontrées. En premier lieu, un « short feed » partiel (manque de poudre déposée à la fin de la course du racleur) est apparu au cours de la production, à une hauteur de 14 mm et s'étendant sur environ 4 mm. Dans la zone impactée, certaines éprouvettes présentent un défaut traversant et l'une des éprouvettes est même entièrement coupée. Il est supposé que ce manque de poudre ait entraîné un endommagement du racleur par le soulèvement de pièce en raison de relasages successifs sans poudre. La zone endommagée du racleur a de son côté engendré un surplus de poudre, créant une sorte de bourrelet à la surface des pièces rencontrées le long de sa course. De plus, un endommagement de la lentille du laser a été observée : le lasage de toute la surface était

homogène, sauf sur une zone au centre du plateau. Les zones d'influence des différents défauts de production rencontrés sont schématisées sur la Figure 69.

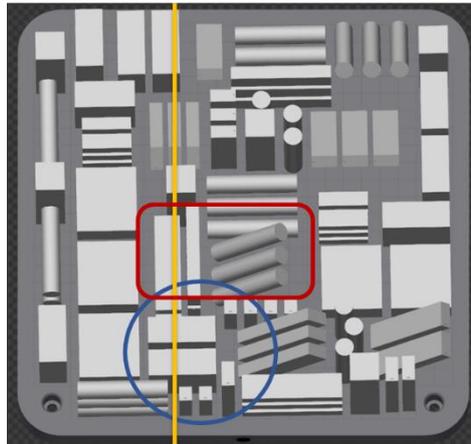


Figure 69 : Plateau 1 – Schématisation des zones où des défauts de production ont été observés.
 Ellipse bleue : « short feed » ; Rectangle rouge : lasage de mauvaise qualité
 Ligne jaune : ligne représentant la trajectoire de la zone endommagée du racleur

2. Elaboration à température ambiante

Les résultats présentés dans cette section sont issus d'essais menés sur des éprouvettes des deux premiers plateaux, c'est-à-dire sans préchauffage de la plateforme de fabrication. Il a été montré que la position des pièces sur la plateforme de fabrication pouvait avoir un impact sur la masse volumique et les propriétés mécaniques des pièces élaborées (Galy, 2019). Ainsi, lors de la conception du plateau 1, celui-ci a été découpé en deux zones, de surfaces équivalentes et ayant le même nombre de pièces brutes (parallélépipèdes, traction, résilience) : une bande centrale et deux bandes latérales réparties de part et d'autre de la bande centrale (Figure 70). Les deux sous-parties de la zone latérale sont réparties de façon en amont et en aval par rapport au dépôt de poudre. Il s'agit à présent de regarder l'influence de la position des pièces à la surface de la plateforme et sur la hauteur de fabrication pour les éprouvettes superposées.

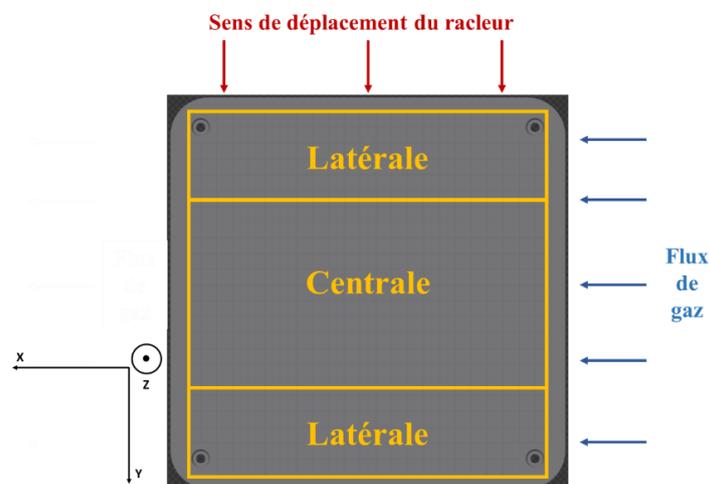


Figure 70 : Représentation schématique de la division du plateau de fabrication en une zone centrale et deux zones latérales. Les flèches rouges et bleues symbolisent respectivement les directions du dépôt de poudre et du flux de gaz à travers la chambre de fabrication.

2.1. Propriétés microstructurales

L'étude bibliographique a montré que le matériau obtenu par L-PBF présente une structure multi-échelle. Ainsi, plusieurs niveaux d'observation et d'analyse sont nécessaires pour caractériser la structure interne du matériau imprimé.

La méthode de préparation des échantillons pour l'analyse métallurgique est identique à celle présentée au Chapitre 2. Une attaque chimique a été effectuée au réactif Keller (acide fluo-chloro-nitrique) pour terminer la préparation et révéler les structures.

2.1.1. Bains de fusion

Dans le cas d'une observation optique, il est possible de distinguer les bains de fusion selon les deux plans d'observations XY et XZ. Ces bains ne présentent pas la même morphologie en fonction de la section considérée (Figure 71).

Dans le plan XY, les bains sont juxtaposés. Ils laissent paraître l'angle de rotation qui existe entre deux couches successivement lasées, ainsi qu'une succession de bains ellipsoïdaux, caractéristiques du balayage laser en mode pulsé. Il n'est pas possible de déterminer par analyse d'image la longueur d'un cordon ; cela n'a d'ailleurs pas nécessairement lieu d'exister puisqu'un bain de fusion résulte d'une succession de points de lasage. Néanmoins, une largeur de bain de fusion peut être évaluée. Une estimation a été effectuée à l'aide du logiciel ImageJ et de micrographies optiques obtenues par un grossissement $\times 500$. Les valeurs ont été obtenues par la mesure sur plusieurs bains de fusion, et pour chaque bain, plusieurs largeurs ont été mesurées comme sur la Figure 71 – c. Un total de 80 mesures a été réalisé.

Dans le plan XZ, les bains ressemblent davantage à des « écailles de poissons ». Il est possible d'estimer une largeur et une hauteur du bain de fusion. Cela a comme précédemment été fait à l'aide du logiciel ImageJ et de micrographies optiques obtenues avec un grossissement $\times 500$. Les mesures ont été effectuées comme sur la Figure 71 – d.

Les valeurs moyennes obtenues sont présentées dans le Tableau 36, pour des hauteurs de fabrication de 0 et 60 mm.

Hauteur de fabrication (mm)	Plan d'étude	Largeur maximale du bain (μm)	Hauteur du bain (μm)
0	XY	80 ± 14	-
	XZ	132 ± 23	52 ± 16
60	XY	84 ± 23	-
	XZ	138 ± 31	56 ± 15

Tableau 36 : Paramètres géométriques des bains de fusion selon les deux plans d'étude et à deux hauteurs de fabrication (Plateau 1).

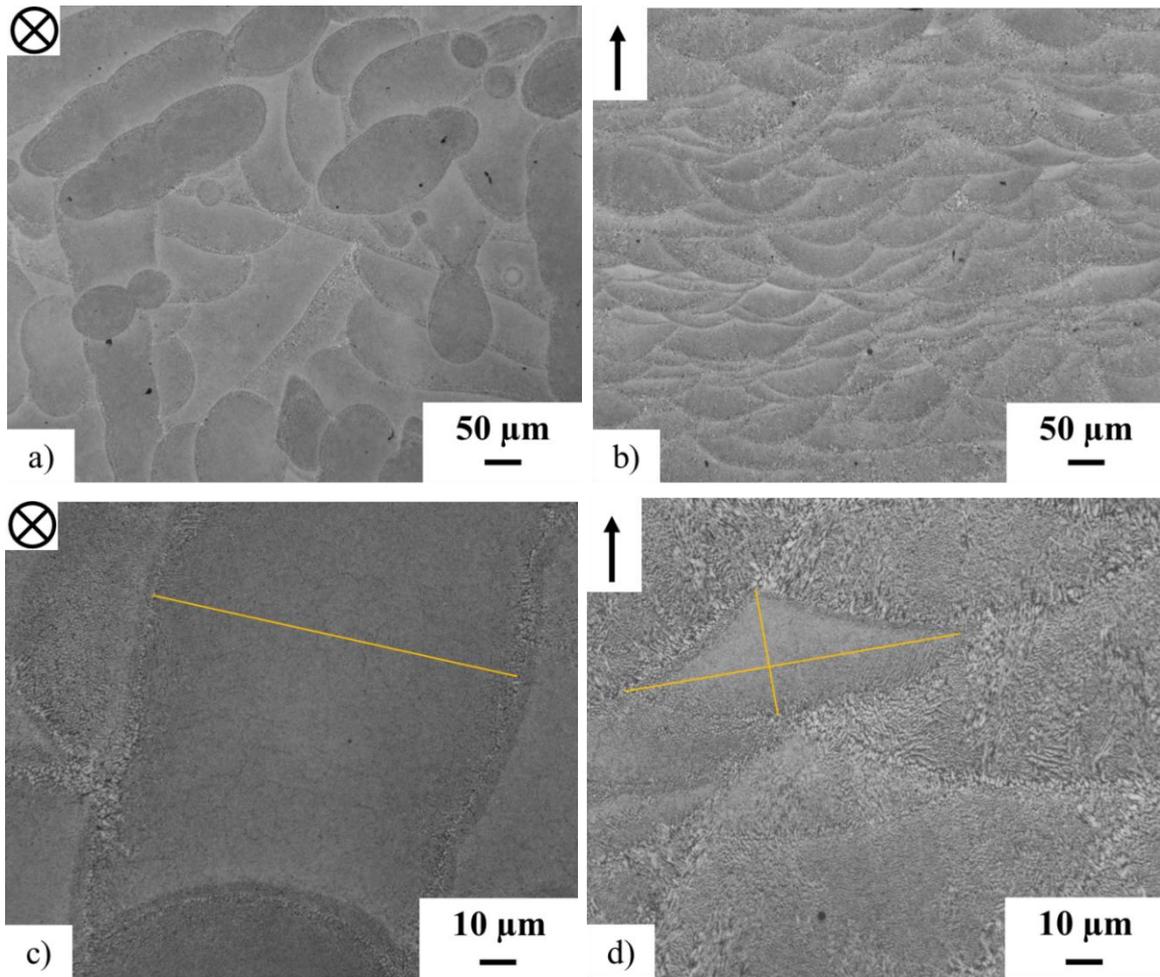


Figure 71 : Micrographies optiques (MO) dans les plans : a - c) XY et b - d) XZ de l'alliage AlSi10Mg. a et b : $\times 100$; b et d : $\times 500$ (0 mm de hauteur)

La géométrie des bains de fusion présentés en Figure 71 montre que le mode de fabrication est un mode de conduction : les bains sont notamment plus larges que profonds. La mesure de hauteur du bain de fusion dans le plan XZ peut s'avérer difficile en raison de la superposition des couches successives et de leur rotation. Tous les bains ne sont pas définis de la même manière. La mesure a été menée sur les bains représentatifs, tels que ceux présentés en Figure 71 – c et d. Les résultats obtenus pour la largeur et la hauteur des bains ne montrent pas d'évolution entre le bas et le haut de la fabrication.

2.1.2. Réseau cellulaire

A une échelle plus fine, la structure de solidification cellulaire est observable au sein des bains de fusion. Comme discuté au Chapitre 1, chaque cellule se forme au cours du refroidissement. Elle est composée d'une matrice d'aluminium, en son centre et à sa frontière se concentre la phase eutectique riche en silicium. En considérant un unique bain de fusion, le centre est composé d'un réseau continu de fines cellules, les bords présentent un réseau également continu mais de cellules plus grosses. Deux bains adjacents sont séparés par une « zone affectée thermiquement » (ZAT), pour laquelle le réseau de cellules est discontinu. Cette ZAT provient du traitement thermique du réseau de fines cellules retraité lors du passage du

laser à proximité de la zone préalablement solidifiée (X. Liu *et al.*, 2019b). Cette ZAT est composée de dispersoïdes riches en silicium. Dans un plan XY, les cellules ont un aspect plutôt circulaire (on parlera de diamètre pour la taille des cellules), alors que dans un plan XZ, elles présentent un aspect plus ellipsoïdal dont l'axe principal est orienté dans le sens du gradient thermique (Figure 72 – b et d).

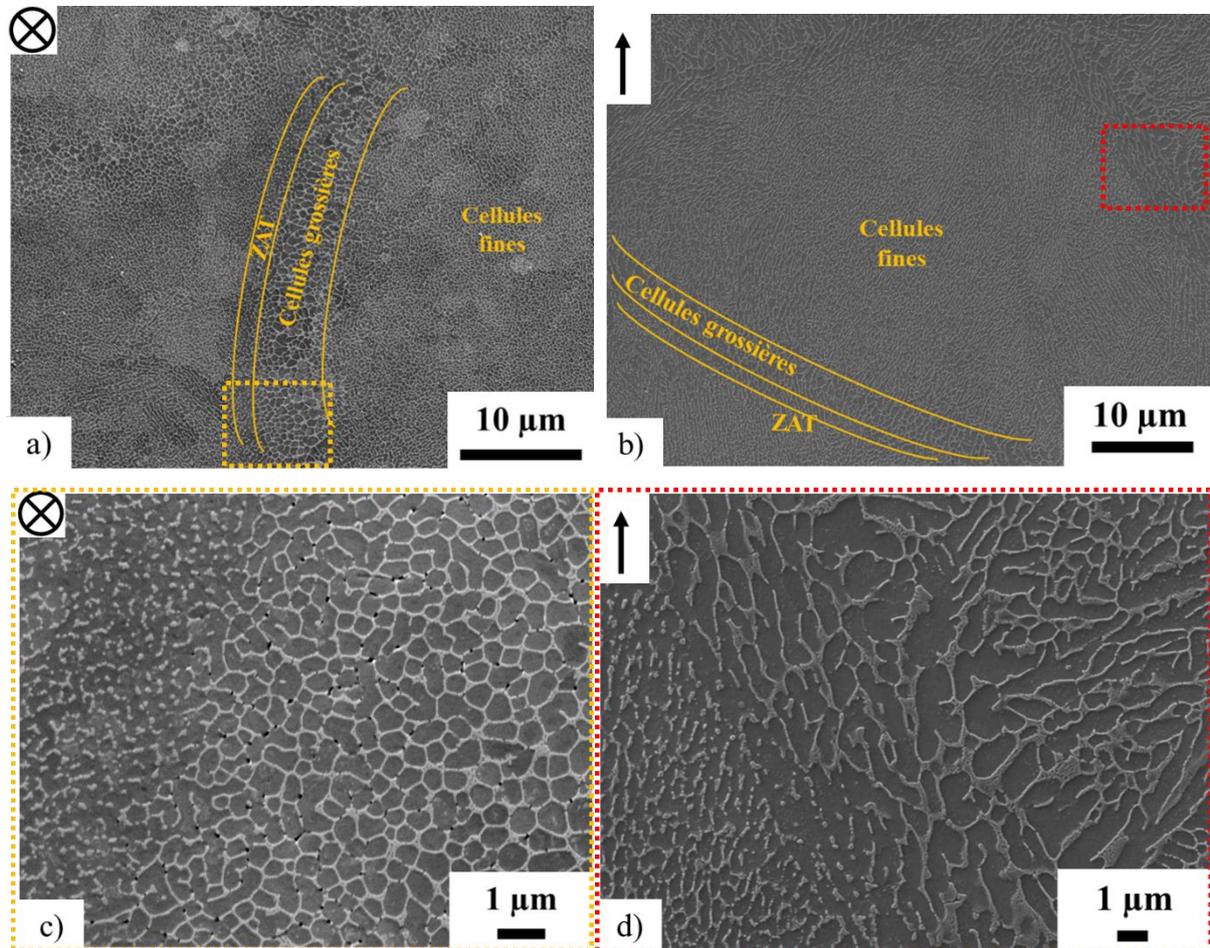


Figure 72 : Microstructures obtenues dans les plans : a – c) XY et b – d) XZ (0 mm de hauteur).

a et b : MEB, $\times 2500$ et $\times 10000$, 15 et 10 kV, 9,9 mm, électrons secondaires

c et d : MEB, $\times 5000$ et $\times 15000$, 15 kV, 7,5 mm, électrons secondaires

La taille des différents objets microstructuraux est estimable par analyse d'images (Tableau 37 et Tableau 38). La largeur de la ZAT et celle de la bande de grains grossiers n'évoluent que très légèrement sur la hauteur de fabrication. Ce constat est identique pour les tailles des cellules grossières et fines, dans les deux plans d'observation. Les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeurs que celles de la littérature (Santos Macías *et al.*, 2020).

Hauteur (mm)	Largeur ZAT (XY)	Largeur ZAT (XZ)	Bande cellules grossières (XY)	Bande cellules grossières (XZ)
0	$0,9 \pm 0,2 \mu\text{m}$	$2,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$	$5,5 \pm 0,9 \mu\text{m}$	$5,1 \pm 0,7 \mu\text{m}$
60	$1,4 \pm 0,4 \mu\text{m}$	$1,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$	$4,7 \pm 1,2 \mu\text{m}$	$3,0 \pm 0,4 \mu\text{m}$

Tableau 37 : Largeur de la ZAT et de la bande de cellules grossières dans les deux sections considérées et à deux hauteurs différentes.

Hauteur (mm)	Diamètre cellules grossières (XY)	Longueur cellules grossières (XZ)	Largeur cellules grossières (XZ)	Diamètre cellules fines (XY)	Longueur cellules fines (XZ)	Largeur cellules fines (XZ)
0	0,5 ± 0,2 µm	1,4 ± 0,5 µm	0,6 ± 0,1 µm	0,4 ± 0,2 µm	1,1 ± 0,4 µm	0,4 ± 0,1 µm
60	0,6 ± 0,2 µm	1,7 ± 0,9 µm	1,2 ± 0,5 µm	0,4 ± 0,1 µm	0,7 ± 0,2 µm	0,3 ± 0,1 µm

Tableau 38 : Taille des différents types de cellules dans les deux sections considérées et à deux hauteurs différentes.

2.2. Propriétés mécaniques

2.2.1. Dureté

- **Valeurs moyennes**

Les essais de dureté ont été menés sur une machine Zwick/Roell ZHv 2.5 avec une charge de 500 g, selon la norme EN ISO 6507-1. Pour chaque échantillon testé, les valeurs de dureté et les écarts-types associés ont été obtenus par la moyenne d'environ 300 indents pour le plan XZ. Pour le plan XY, les essais de dureté ont été menés sur des coupes effectuées tous les 10 mm, sur une distance allant de 0 à 60 mm depuis la plateforme de fabrication (7 sections). Environ 200 indents ont donc été réalisés au total pour ce plan. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 39, et proviennent des moyennes sur 2 et 5 échantillons, respectivement pour les plans XY et XZ. La dureté moyenne dans le plan XY est supérieure à celle dans le plan XZ. La différence de dureté entre les deux plans peut s'expliquer par une texture, une forme et une taille de grains et de cellules différentes. Les valeurs obtenues sont cohérentes avec celles qui ont été relevées dans la littérature (Casati *et al.*, 2018; Fousová *et al.*, 2018; Kempen *et al.*, 2012).

Plan d'étude	HV _{0,5}
XY	128 ± 3
XZ	113 ± 1

Tableau 39 : Valeurs moyennes de dureté HV_{0,5} obtenues pour les deux plans considérés sur l'ensemble des parallélépipèdes (Plateaux 1 et 2).

- **Répétabilité et influence du positionnement**

Les valeurs discutées au paragraphe précédent sont issues de moyennes effectuées sur des échantillons répartis à la fois sur différentes zones du plateau 1 (latérale, centrale) et sur le plateau 2. Il s'agit de regarder si les tendances observées sont conservées pour chaque zone et s'il existe des différences entre zones/plateaux. Les résultats de chaque échantillon sont présentés à la Figure 73. Les duretés obtenues dans les sections XY sont supérieures à celles des sections XZ, la différence entre les deux valeurs est donc similaire pour tous les échantillons. De plus, aucune différence ne semble apparaître en fonction de la zone ou du plateau de fabrication.

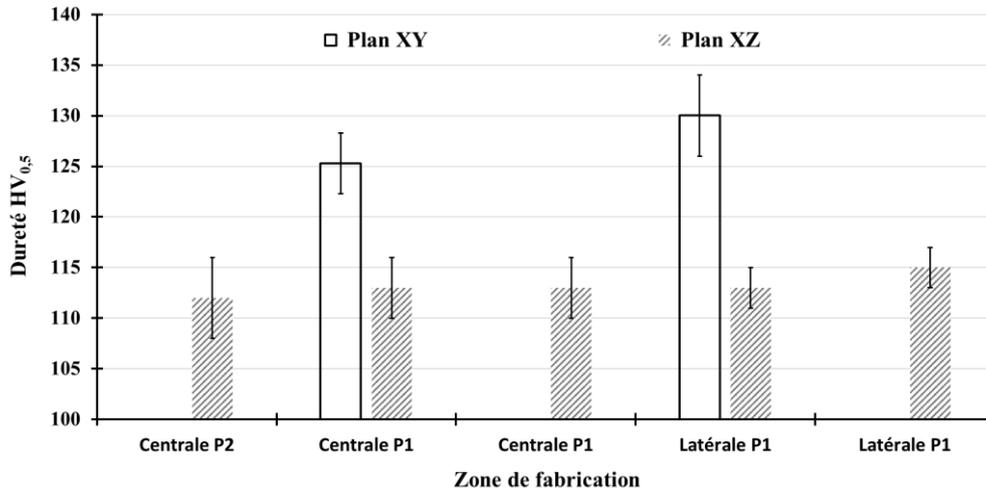


Figure 73 : Duretés moyennes en fonction du plan considéré et des zones de fabrication (Plateaux 1 et 2).

Le positionnement des pièces fait à la fois référence à la zone, mais aussi à la position sur la hauteur de fabrication. On s'intéresse ici à l'évolution de la dureté, sur la section XY, en fonction de cette hauteur (Figure 74). L'évolution est peu marquée. Il n'y a donc pas de gradient de dureté en fonction de la distance à la plateforme. Ce résultat est également vérifié sur les sections XZ.

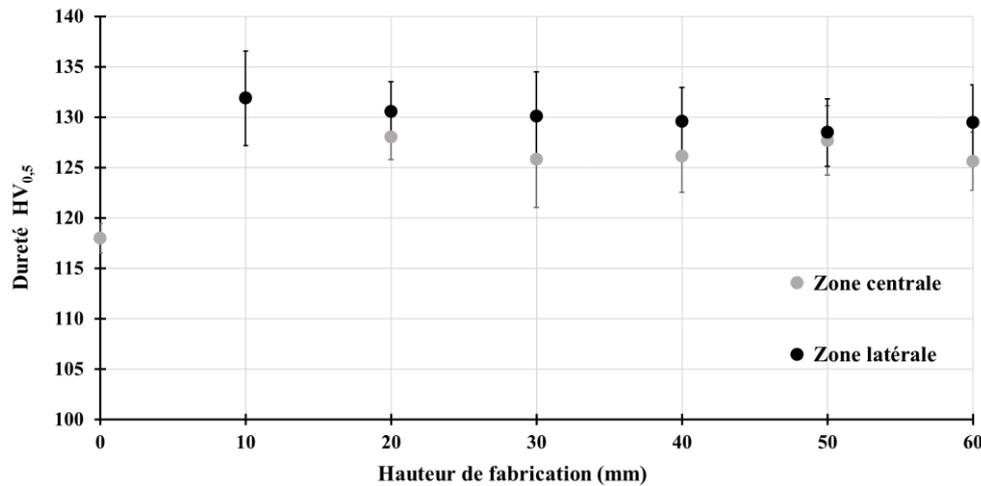


Figure 74 : Evolution de la dureté HV_{0,5} en fonction de la hauteur de fabrication pour chaque zone considérée. Section XY ; Plateau 1

2.2.2. Propriétés en traction

Des essais de traction uni-axiale ont été menés pour caractériser le comportement statique du matériau selon différentes orientations de fabrication. Les essais ont été effectués selon la norme ASTM E8. Les éprouvettes testées sont de géométrie cylindrique, de diamètre 4 mm et de longueur utile 22 mm (norme ISO EN 6892-1). Les essais ont été réalisés à température ambiante sur une machine de traction électromécanique INSTRON 5892, avec une vitesse de déplacement de la traverse égale à 0,3 mm.min⁻¹ (vitesse de déformation de 2,5 × 10⁻⁴.s⁻¹). Un extensomètre mécanique a été utilisé pour les faibles taux de déformation (inférieurs à 1%), et un extensomètre vidéo a permis l'enregistrement de la déformation pour

des taux plus importants. Les essais ont été répétés trois fois pour chacune des orientations et positions des échantillons afin d'assurer une répétabilité des résultats.

• **Valeurs moyennes**

Les valeurs moyennes des propriétés de traction obtenues pour l'ensemble des éprouvettes testées sont présentées dans le Tableau 40. Certaines courbes conventionnelles contrainte-déformation sont représentées en Figure 75. Les courbes n'affichent pas de réduction de contrainte avant la rupture (pas de striction). Les éprouvettes imprimées horizontalement possèdent l'allongement à rupture le plus important, la limite d'élasticité à 0,2% ainsi que la résistance à la traction les plus élevées. Les éprouvettes verticales présentent la limite d'élasticité la plus faible. La résistance à la traction et l'allongement à rupture sont comparables pour les éprouvettes verticales ou fabriquées à 45°. Ainsi, la limite d'élasticité et la résistance mécaniques dépendent de l'orientation de fabrication, le comportement élasto-plastique en traction est globalement anisotrope. Néanmoins, la valeur du module d'Young est indépendante de l'orientation de fabrication, le comportement élastique est donc isotrope. Les résultats obtenus sont cohérents avec certains de la littérature et supérieurs à ceux de l'alliage AlSi10Mg élaboré par fonderie (Casati *et al.*, 2018; Fousová *et al.*, 2018; H. Rao *et al.*, 2016).

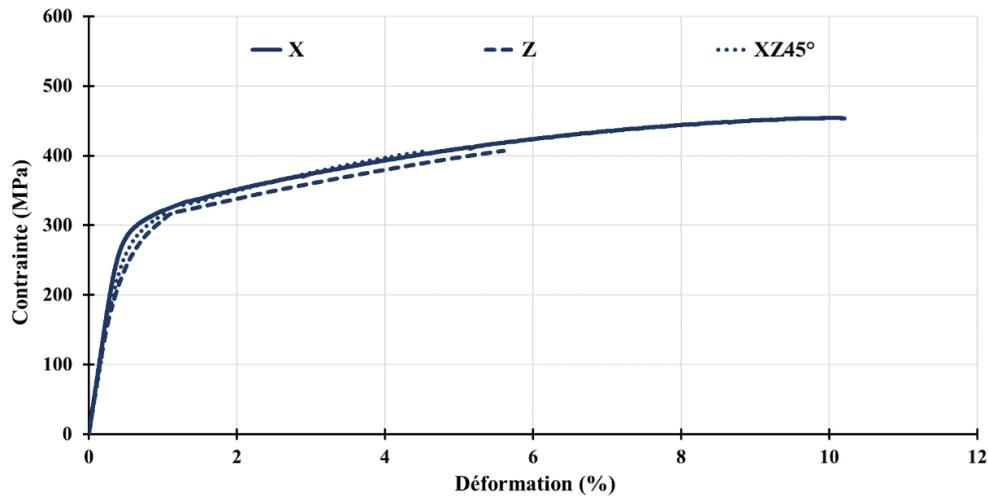


Figure 75 : Courbes conventionnelles de traction en fonction des différentes orientations de construction considérées (Zone 4 ; Plateau 1).

Orientation	Rp0,2% (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)
X – Horizontal	300 ± 6	450 ± 12	9 ± 2	68 ± 3
Z – Vertical	255 ± 6	410 ± 11	5 ± 1	66 ± 2
XZ45°	285 ± 1	400 ± 15	4 ± 1	67 ± 2

Tableau 40 : Grandeurs caractéristiques moyennes de traction obtenues pour chaque orientation de construction considérée (Plateau 1).

• **Répétabilité et influence du positionnement**

Les valeurs caractéristiques de comportement en traction obtenues pour le plateau 2 sont répertoriées dans le Tableau 41. Les éprouvettes horizontales présentent une limite d'élasticité, une contrainte de traction et un allongement à rupture également plus élevés que les éprouvettes

verticales. Cela est cohérent avec les résultats énoncés précédemment pour le plateau 1. De plus, les valeurs de $R_{p0,2\%}$ et de R_m sont du même ordre de grandeur entre les deux fabrications

Orientation	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	E (GPa)
X – Horizontal	310 ± 5	465 ± 6	10 ± 1	74 ± 6
Z – Vertical	254 ± 8	370 ± 8	3 ± 2	74 ± 5

Tableau 41 : Grandeurs caractéristiques moyennes de traction obtenues pour chaque orientation de construction considérée (Plateau 2).

Les résultats moyens présentés au Tableau 40 sont dissociés en fonction des deux zones de fabrication, trois éprouvettes ont été rompues pour chaque orientation par zone (Figure 76). La limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement à rupture pour les orientations X-horizontale et Z-verticale ne dépendent pas de la position des éprouvettes sur la plateforme de fabrication. Les éprouvettes orientées à 45° et appartenant à la zone centrale ne sont pas présentées car les tests ont été menés sur des éprouvettes présentant un défaut dû au « short feed » sur toute une section de la partie utile, et ont rompu au maximum à 100 MPa (Figure 69).

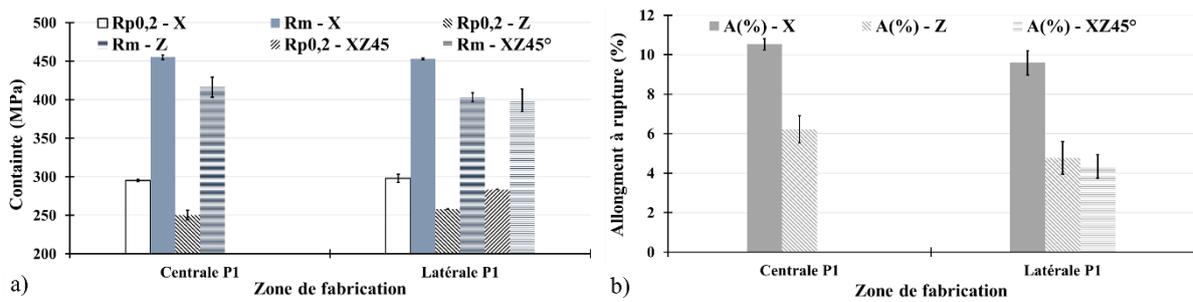


Figure 76 : a) Limites d'élasticité et résistances mécaniques moyennes, et b) allongements à rupture pour chaque zone de fabrication et orientation de construction (Plateau 1).

Comme pour les essais de dureté, on peut s'intéresser à l'évolution des propriétés en traction sur la hauteur de fabrication. Dans ce cas, trois lots de trois éprouvettes superposées ont été disposés sur la plateforme. Ces éprouvettes sont orientées horizontalement (X). Les résultats en fonction de la hauteur de fabrication (la hauteur de fabrication est prise au centre du barreau brut) sont présentés en Figure 77. Il s'avère qu'il n'y a pas d'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la hauteur de fabrication. De plus, il est possible de comparer les résultats obtenus pour les éprouvettes les plus basses avec ceux obtenus sur la zone centrale et la zone latérale où les éprouvettes ne sont pas superposées : la superposition d'éprouvettes ne modifie pas les propriétés mécaniques en traction. Enfin, le passage du plateau 1 au plateau 2, a permis de mettre en évidence une répétabilité des propriétés obtenues en fonction de la hauteur.

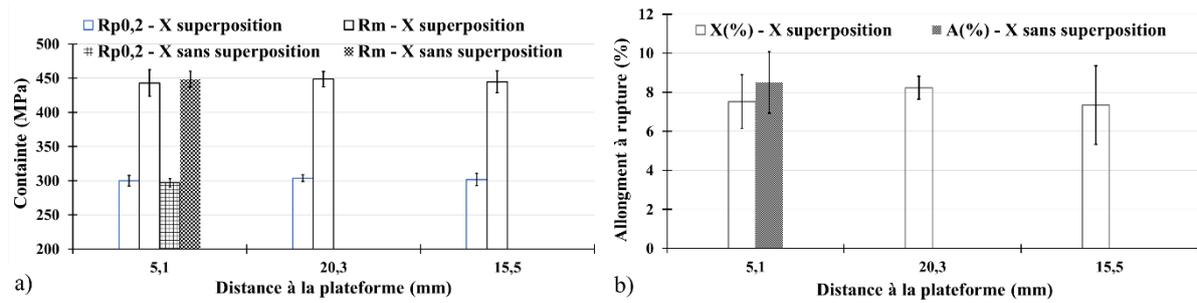


Figure 77 : a) Limites d'élasticité et résistances mécaniques moyennes, et b) allongements à rupture des éprouvettes horizontales en fonction de la distance à la plateforme (Plateau 1).

• **Fractographies**

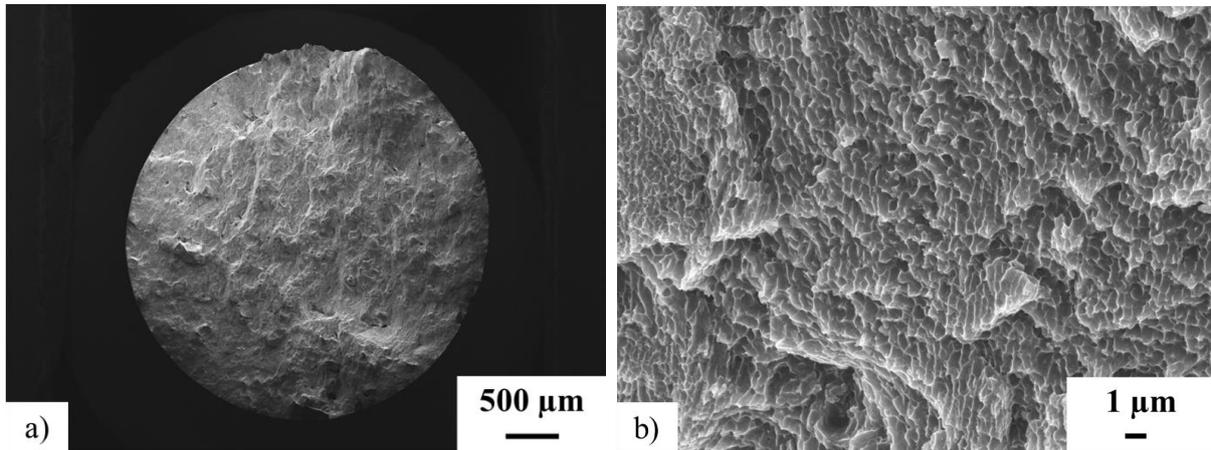


Figure 78 : Faciès de rupture d'une éprouvette horizontale X (Plateau 2). a et b : MEB, $\times 50$ et $\times 10000$, 15 kV, 18 mm, électrons secondaires

L'étude des faciès de rupture pour les trois orientations du plateau 1 a été menée. A faible grossissement, la surface de rupture n'est pas plane (Figure 78 – a) ; à grossissement intermédiaire des formes rappelant celles des bains de fusion sont visibles, et à plus fort grossissement (Figure 78 – b), les surfaces de rupture présentent de petites structures micrométriques, typiques d'une rupture ductile. A cette dernière échelle, les différences entre les deux orientations opposées, horizontale et verticale, ne sont visibles que dans l'orientation des cellules : allongées et équiaxes respectivement pour les orientations horizontale et verticale. Ces cupules ont une taille inférieure au micromètre et certains auteurs ont attribué ces cupules aux cellules observées au sein des bains de fusion. La rupture se produirait alors par décohésion entre le réseau de silicium et la matrice d'aluminium, préférentiellement à la frontière des bains de fusion (ZAT) (Delahaye *et al.*, 2019).

• **Synthèse**

Il est supposé que l'hétérogénéité microstructurale au sein des bains représentent les sites préférentiels de la rupture. Leurs frontières (ZAT et cellules grossières) présentent une résistance mécanique plus faible que les cellules fines (résistance obtenue par nano-indentation (Delahaye *et al.*, 2019; Song *et al.*, 2022)). La rupture est cependant contrôlée par une étape d'amorçage, de croissance et de coalescence des cavités. Chaque zone du bain de fusion

(cellules fines, grossières et ZAT) possède son propre niveau de déformation pour l'amorçage (Delahaye *et al.*, 2019; Kim *et al.*, 2016), et l'évolution de l'endommagement varie en fonction de la taille, de la localisation et des espacements entre chaque cavité (Song *et al.*, 2022). L'endommagement s'initie au niveau du réseau de silicium par la rupture de celui-ci à faible déformation, mais à charge élevée (Delahaye *et al.*, 2019). Lorsque ce réseau se rompt, la charge est transférée à la phase d'aluminium et au réseau non endommagé qui se rompt rapidement. Les cavités se connectent alors les unes aux autres. Ce mécanisme explique la présence des petites structures sur les faciès de rupture.

L'hétérogénéité microstructurale engendre donc une distribution hétérogène des cavités, en fonction des orientations de sollicitation. Pour les éprouvettes horizontales, les sites d'endommagement sont principalement localisés au niveau du réseau cellulaire, fin et grossier, alors que pour les éprouvettes verticales, des cavités sont en plus visibles dans la ZAT (Song *et al.*, 2022). L'anisotropie de ductilité se manifeste donc par une anisotropie de l'endommagement qui dépend de la répartition du chargement entre les différentes phases, en fonction de la direction du chargement, et du chemin de propagation de la rupture. Ce chemin est principalement localisé aux frontières des bains pour les éprouvettes verticales (Figure 13).

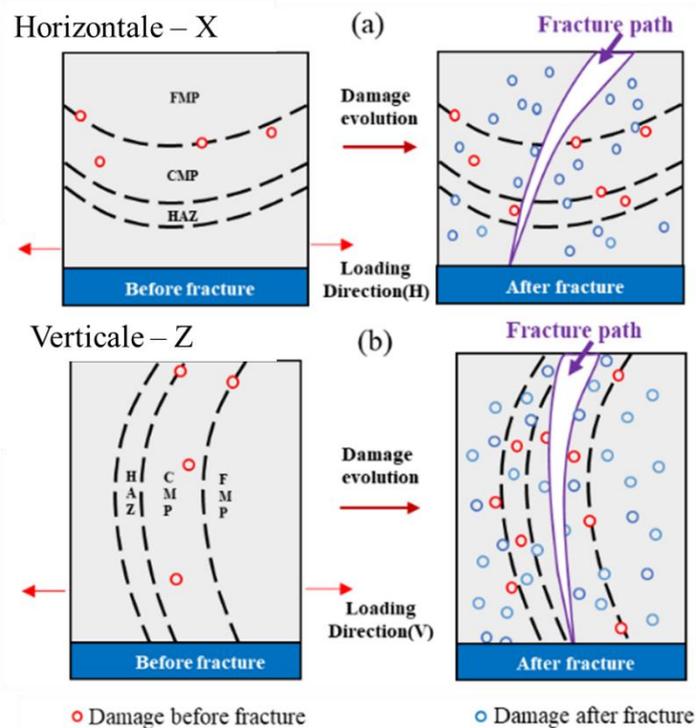


Figure 79 : Représentation schématique de l'évolution de l'endommagement (Song *et al.*, 2022).
 FMP : Cellules fines ; CMP : Cellules grossières ; HAZ : Zone Affectée Thermiquement

2.2.3. Résilience

Des essais de résilience ont été menés pour caractériser le comportement du matériau face à la présence d'entaille, selon différentes orientations de fabrication et d'entaille (Figure 67). Les éprouvettes de résilience ont été usinées pour respecter la norme ASTM E23 : $5 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$. Les entailles en V (angle de 45° , 0,25 mm de rayon à fond d'entaille et profondeur de 2 mm) ont été brochées en utilisant une machine Blacks Charpy (CNB30-027A2) équipée

d'une broche de type C. Pour les éprouvettes X/Z, l'entaille a été brochée depuis la face supérieure de l'éprouvette. Les essais Charpy ont ensuite été effectués, à température ambiante, sur un pendule instrumenté de 50 J (Zwick/Roell HIT50P). La grandeur analysée par la suite est l'énergie de rupture. Trois éprouvettes ont été testées pour chacune des orientations de fabrication et d'entaille considérées.

- **Valeurs moyennes**

En considérant, tout d'abord, l'orientation de fabrication, on peut remarquer que les énergies de rupture en dépendent. Les éprouvettes orientées horizontalement (X/Z et X/Y) et verticalement (Z/X) présentent respectivement les énergies de rupture les plus élevées et les plus faibles. Lorsque l'énergie de rupture est plus élevée, cela signifie que le matériau est plus résistant à l'initiation et à la propagation de fissures. En faisant le lien avec les propriétés de traction, il a été montré (Tableau 40) que les éprouvettes orientées horizontalement présentaient l'allongement à la rupture le plus élevé. Ici, un parallèle peut être fait entre les deux propriétés mécaniques : l'orientation capable d'absorber plus d'énergie se déforme davantage avant la rupture. Tout comme en traction, le comportement du matériau apparaît anisotrope pour cette grandeur mécanique.

En regardant ensuite l'influence de l'orientation de l'entaille, seules les configurations X/Z et X/Y sont considérées. Pour ces deux configurations, les énergies de rupture sont différentes en fonction de l'orientation de l'entaille : l'énergie est la plus élevée pour l'entaille orientée selon Y.

Dans le cas des éprouvettes orientées à 45°, les valeurs des énergies de rupture obtenues sont des valeurs intermédiaires entre les configurations verticale et horizontale. Pour cette orientation de construction, il ne semble pas y avoir d'influence de l'orientation d'entaille sur les énergies obtenues.

Orientation	Z/X	X/Z	X/Y	XZ45°/Y	XZ45°/Z
Energie de rupture (J)	1,42 ± 0,23	2,26 ± 0,18	2,71 ± 0,25	1,92 ± 0,24	1,93 ± 0,07

Tableau 42 : Energie de rupture moyenne pour chaque orientation de construction et d'entaille considérée.
Plateau 1

Les énergies de rupture relevées dans la littérature sont comprises entre 3,4 et 6 J, obtenues (section sous l'entaille de 8×10 mm²) (Giovagnoli *et al.*, 2021, 2022; Girelli, Giovagnoli, *et al.*, 2019; Kempen *et al.*, 2012; Padovano *et al.*, 2020; I. Rosenthal *et al.*, 2018; L. Wang *et al.*, 2017). Des différences entre les directions d'orientation et d'entaille sont également observées et sont de même nature que pour ces travaux (Giovagnoli *et al.*, 2022; Girelli, Giovagnoli, *et al.*, 2019; L. Wang *et al.*, 2017). La résilience calculée est comprise entre 4,25 et 7,5 J/cm². Elle s'étend de 3,55 à 6,78 J/cm² dans le cas de notre étude, ce qui est comparable (tout en sachant que les éprouvettes réduites utilisées ici ne sont pas identiques mécaniquement aux éprouvettes plus larges).

- **Répétabilité et influence du positionnement**

Les énergies de rupture des deux fabrications sont comparées dans le Tableau 42 : les énergies obtenues pour chaque configuration sont très légèrement différentes, notamment pour

les cas X/Y et X/Z. Néanmoins, les écarts-types relatifs du plateau 1 sont élevés et ne permettent pas de conclure quant à un éventuel problème de répétabilité.

Orientation	Z/X	X/Z	X/Y
Energie de rupture (J)	1,36 ± 0,05	2,36 ± 0,06	2,93 ± 0,05

Tableau 43 : Energie de rupture moyenne pour chaque orientation de construction et d'entaille considérée. Plateau 2

En ce qui concerne le positionnement des pièces (Figure 80), les valeurs obtenues sur la bande centrale sont plus élevées pour les orientations Z/X et XZ45/Y. Pour les éprouvettes X/Y et X/Z, les énergies sont supérieures sur la bande latérale. Les orientations présentant les écarts-types les plus élevés sont placées dans les zones affectées par les problèmes de production.

Les éprouvettes Z/X sont les seules à ne pas être dans une zone possiblement affectée par les divers soucis de production. Ils permettent ainsi de voir qu'une très légère différence d'énergie de rupture est visible entre les deux zones de production. Dans le cas du plateau 2, les éprouvettes Z/X sont également dans la zone latérale et présentent une énergie de rupture plus faible que celles du plateau 1 dans la zone centrale. Cependant, les éprouvettes X/Z et X/Y sont placées au centre du plateau 2 et possèdent la même énergie de rupture moyenne que celle de la zone latérale du plateau 1.

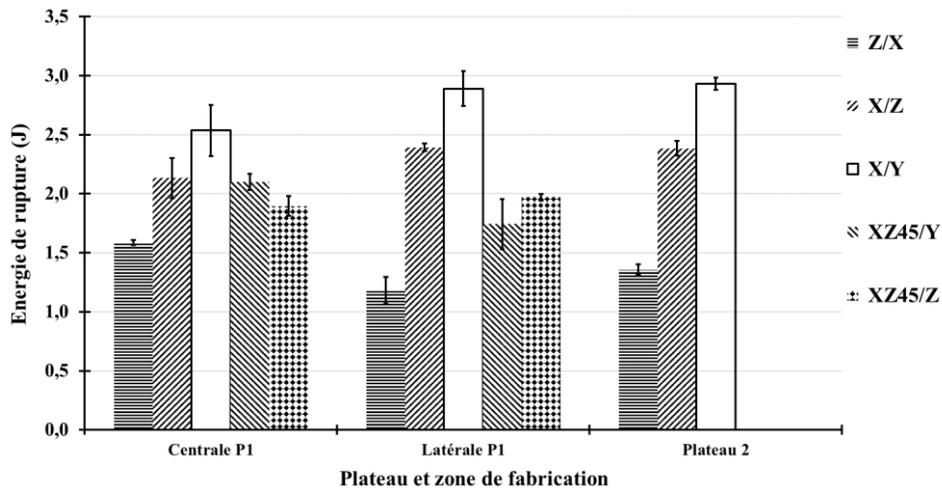


Figure 80 : Energies de rupture moyennes pour chaque zone de fabrication, et chaque orientation de construction et d'entaille considérée (Plateaux 1 et 2).

Pour les configurations X/Z et X/Y, les éprouvettes testées, pour chaque configuration, étaient superposées par lot de trois sur la hauteur de fabrication. Puisqu'il y a peu de différence d'énergie de rupture entre les zones de production, l'évolution des énergies peut être vue en fonction de la hauteur de l'entaille. Dans le cas des éprouvettes X/Z, le point de référence est pris en fond d'entaille de l'éprouvette usinée, et pour les éprouvettes X/Y ce point est pris à la moitié de l'épaisseur finale. Les résultats sont présentés en Figure 81. Ils montrent, comme pour les grandeurs précédemment étudiées, qu'il n'y a pas d'évolution de l'énergie de rupture en fonction de la hauteur de fabrication. Les valeurs plus faibles pour la zone centrale du plateau 1 sont probablement dues à l'altération de la lentille à l'aplomb de cette zone-là.

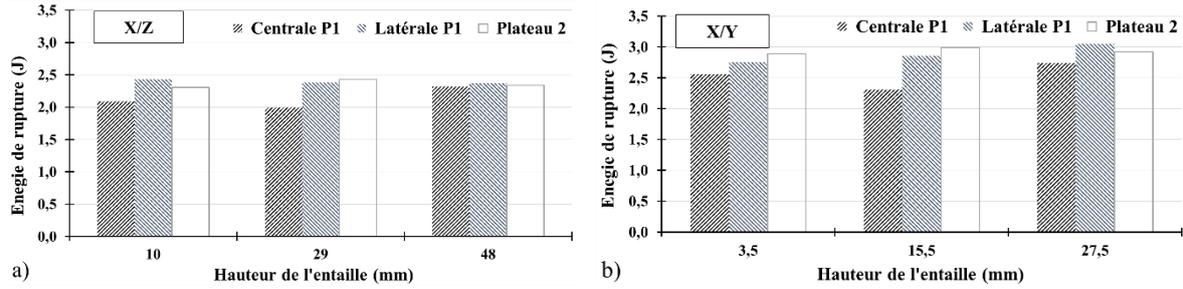


Figure 81 : Energies de rupture moyennes pour des éprouvettes : a) X/Z et b) X/Y en fonction de la distance à la plateforme (Plateaux 1 et 2).

• Fractographies

Les faciès de rupture sont plutôt plans mais présentent de petites lèvres de cisaillement. De très fines structures sont visibles à fort grandissement (Figure 82 - b). Ces dernières sont orientées le long de la direction de fabrication et sont de taille inférieure au micromètre. Comme pour les essais de traction, il est supposé que ces structures proviennent de la décohésion du réseau de silicium avec la matrice d'aluminium.

Afin de déterminer les chemins suivis par la fissure, des coupes métallographiques ont été effectuées sous la surface de propagation (Figure 83). Pour la configuration Z/X, les bains semblent être contournés ; la fissuration suivrait alors les frontières des bains. Pour la configuration X/Y, les bains de fusion sont traversés par la fissure. Dans le dernier cas, la fissure semble à la fois contourner et traverser les bains de fusion.

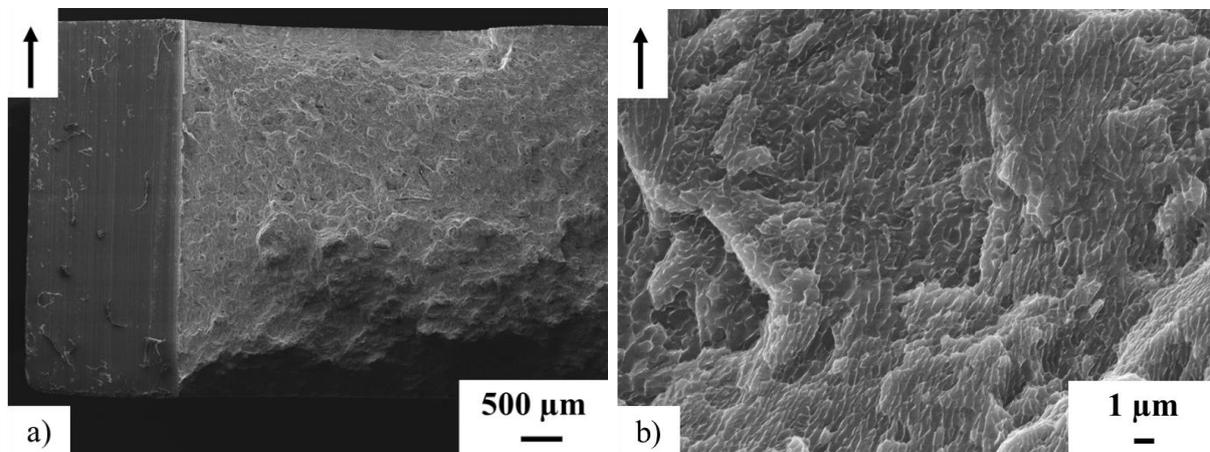


Figure 82 : Faciès de rupture d'une éprouvette X/Y (Plateau 2).
a et b : MEB, $\times 40$ et $\times 10000$, 15 kV, 24 mm, électrons secondaires

• Synthèse

Certains auteurs ont cherché à déterminer les mécanismes de rupture associés aux différentes orientations. Les fissures se propagent le long des zones les moins résistantes, donc selon les zones de recouvrement entre les bains de fusion. Dans le cas des éprouvettes Z/X, le plan de rupture coïncide avec les couches fabriquées. La rupture se propage le long des interfaces entre les couches successives (Giovagnoli *et al.*, 2022; Girelli, Giovagnoli, *et al.*, 2019; I. Rosenthal *et al.*, 2018; Suryawanshi *et al.*, 2016). La rupture est donc inter-couches. Dans le cas des éprouvettes X/Z, le plan de rupture est perpendiculaire aux couches. Le chemin

de fissuration diffère du premier cas, il peut à la fois être inter-bains, inter-couches ou même traverser un bain de fusion. La propagation dépend donc des bains, des frontières entre bains adjacents d'une même couche et des bains superposés. Elle est plus tortueuse que dans le premier cas, ce qui donne une énergie de rupture plus importante (Girelli, Giovagnoli, *et al.*, 2019). Pour la dernière orientation, X/Y, la rupture traverse les bains de fusion. Le chemin est alors encore plus tortueux et l'énergie résultante plus élevée.

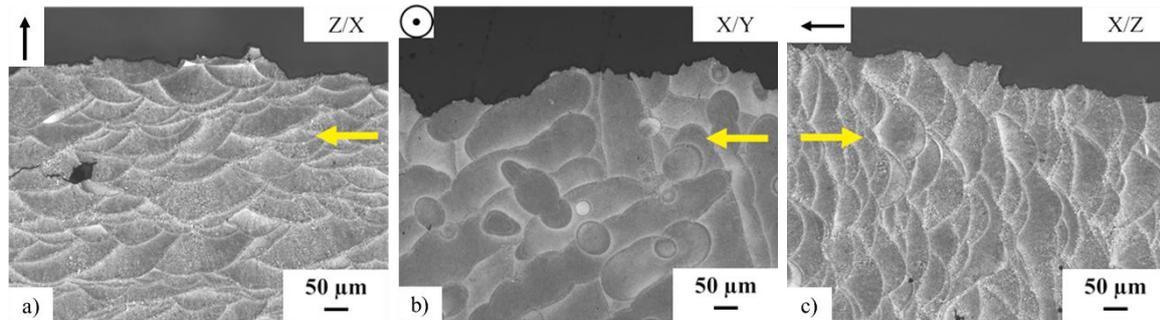


Figure 83 : Micrographies optiques ($\times 100$) obtenues perpendiculairement à la direction de propagation de la fissure (flèche jaune) pour chaque configuration (Plateau 2).

2.2.4. Ténacité

Des essais de ténacité ont été réalisés pour caractériser le comportement du matériau face à la présence d'une fissure. Différentes orientations de fabrication et d'entaille sont considérées (Figure 67 - c). La géométrie choisie pour les éprouvettes est de type CT (« Compact Tension ») et suit la norme ASTM E1820. Leur épaisseur a été fixée à 12,5 mm. Cette dernière détermine toutes les autres dimensions de l'éprouvette. L'entaille est une entaille en V (profondeur comprise entre 10 et 11 mm, largeur 1,5 mm, angle de 30° et rayon à fond d'entaille de 0,08 mm) obtenue par fraisage.

- **Réalisation des essais**

Les essais de ténacité ont été menés en deux étapes : une préfissuration par fatigue suivie d'un essai de traction jusqu'à rupture (norme ASTM E1820). Les essais ont été réalisés sur une machine de fatigue servo-hydraulique Schenk. Un extensomètre particulier (clip gauge Instron ref 2670-130, $l_0 = 5 \text{ mm}$) a permis de suivre l'ouverture de l'éprouvette. La préfissuration a pour but d'initier et de propager une fissure à partir de l'entaille. La longueur de la fissure doit être d'au moins 1,3 mm. Le rapport entre la longueur de fissure initiale (entaille et fissure) et l'épaisseur de l'éprouvette doit être compris entre 0,9 et 1,1. La propagation de la fissure est suivie visuellement grâce à une loupe. Le cyclage est réalisé à 20 Hz pour une charge comprise en 500 et 2500 N. Il est arrêté lorsque la fissure atteint un repère préalablement tracé sur l'éprouvette à 1,3 mm du fond d'entaille, perpendiculairement à la direction de propagation. L'essai de traction uniaxiale est ensuite mené jusqu'à rupture de l'éprouvette à température ambiante. La vitesse de déplacement de la traverse est fixée à 0,05 mm/s. La force appliquée, P , est enregistrée en fonction de l'ouverture de l'éprouvette, v .

La méthode de détermination de la ténacité consiste à définir un effort P_Q à partir de la courbe de l'essai de traction puis de calculer le facteur d'intensité de contrainte K_Q

correspondant. Sous certaines conditions, précisées ci-dessous, K_Q est égale la ténacité K_{IC} . La détermination de P_Q s'effectue par construction à partir de la courbe P-v. Le début de cette courbe est une droite, dont le coefficient directeur est désigné par $(P/v)_0$. Un effort P_5 est défini ; il correspond à l'intersection entre la courbe P-v et la droite passant par l'origine, dont le coefficient directeur est égal à $0,95 \times (P/v)_0$. La valeur de ce point est déterminée à l'aide d'un programme Python. Si entre le début de l'essai et P_5 il n'existe pas d'effort supérieur à P_5 alors celui-ci est par définition P_Q . Au contraire, si un point est supérieur à P_5 alors ce dernier est considéré comme étant égal à P_Q . Le facteur d'intensité de contrainte K_Q correspondant à l'effort P_Q est défini par l'expression ci-dessous :

$$K_Q = \frac{P_Q}{B \sqrt{W}} \times \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right)}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \times \left[0,886 + 4,64 \cdot \frac{a}{W} - 13,32 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^4\right] \quad (6)$$

Avec P_Q la charge, B l'épaisseur de l'éprouvette, a la longueur de fissure totale et W la distance entre la ligne de charge et l'extrémité de l'éprouvette ($W = 2 \times B$).

Pour que K_Q soit qualifiée en tant que K_{IC} , la valeur obtenue doit vérifier deux conditions qui permettent de s'assurer que la propagation stable a été suffisamment petite au cours de l'essai et que la zone plastifiée en pointe de fissure est confinée (François, 2007). Ces deux conditions s'expriment ainsi :

- 1) $P_{max} < 1,1 \times P_Q$
- 2) $2,5 \times \left(\frac{K_Q}{R_{p0,2\%}}\right)^2 < W - a = b, B$

P_{max} désigne la valeur de la charge maximale atteinte au cours de l'essai, $R_{p0,2\%}$ la limite d'élasticité conventionnelle et b le ligament restant.

Pour déterminer la valeur de K_Q , la mesure de la longueur de fissuration est nécessaire. Celle-ci est déterminée de manière optique après rupture totale de l'éprouvette testée. La longueur de propagation est calculée à partir de la moyenne de neuf points de mesure, dont l'emplacement est spécifié par la norme ASTM E1820.

• Valeurs moyennes et répétabilité

Une représentation des courbes P-v obtenues pour chaque orientation est fournie en Figure 84. La forme des courbes et l'effort maximal obtenu dépendent des orientations de fabrication et d'entaille. L'effort maximal le plus important est atteint pour les éprouvettes XY/Y et le plus faible est obtenu pour les éprouvettes X/Y (Figure 84 et Tableau 44). Pour chaque condition d'essai présenté, les valeurs calculées sont la moyenne de 3 éprouvettes. L'effort maximal moyen obtenu pour chaque orientation présente une certaine répétabilité, la variation de l'écart type autour de la moyenne est de l'ordre de 10 %. La différence de résultats suivant les orientations suit ce qui a déjà été relevé pour les autres grandeurs mécaniques.

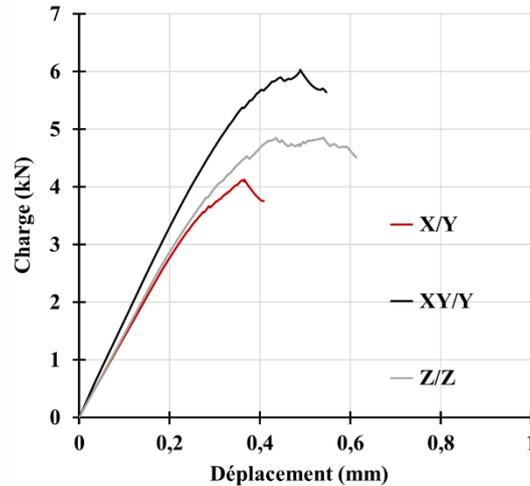


Figure 84 : Courbes charge – déplacement obtenues pour différentes orientations de fabrication et de fissuration

Le calcul de la ténacité a été effectué à partir de la détermination du point P_Q , dépendant de la pente $(P/v)_0$ calculée. La détermination de cette pente à l'origine a été effectuée pour des chargements compris entre 0,5 et 0,8 kN afin de s'affranchir des non linéarités pouvant apparaître au début du chargement. Le calcul de K_Q fait apparaître la longueur de fissure dont la valeur calculée respecte les exigences de la norme pour la majorité des éprouvettes. Les valeurs moyennes de P_Q et de K_Q , ainsi que les écarts-types correspondants, sont données ci-dessous (Tableau 44).

Contrairement aux valeurs de P_{max} , les valeurs de P_Q dépendent légèrement moins des orientations de fabrication et d'entaille. En particulier, les orientations X/Y et Z/Z possèdent les mêmes valeurs de P_Q . Les valeurs de K_Q correspondantes présentent les mêmes caractéristiques : $K_{Q-X/Y/Y} > K_{Q-Z/Z} \geq K_{Q-X/Y}$. Pour la transformation du facteur d'intensité de contrainte K_Q en K_{IC} , les rapports entre P_{max}/P_Q et $2,5 \times (K_Q/Rp_{0,2\%})^2$ doivent respectivement être inférieur à 1,1 et 12 mm (moyenne des valeurs du ligament). Le choix de $Rp_{0,2\%}$ dépend de la direction de sollicitation : X pour les éprouvettes XY/Y et Z/Z et Z pour les éprouvettes X/Y (Tableau 40 et Tableau 41). Les exigences ne sont donc pas vérifiées : les valeurs de K_Q dépendent de la taille des éprouvettes.

Enfin, les grandeurs obtenues restent constantes d'une fabrication à une autre. Une répétabilité existe donc à ce niveau.

Plateau	Orientation	P_Q (kN)	P_{max} (kN)	P_{max} / P_Q	K_Q ($MPa\sqrt{m}$)	$2,5 \times (K_Q/Rp_{0,2\%})^2$ (mm)
1	X/Y	$3,7 \pm 0,3$	$4,3 \pm 0,4$	$1,2 \pm 0,1$	$17,4 \pm 0,7$	$11,4 \pm 0,7$
	XY/Y	$4,3 \pm 0,5$	$6,3 \pm 1,0$	$1,4 \pm 0,1$	$21,3 \pm 1,1$	$12,6 \pm 1,3$
	Z/Z	$3,7 \pm 0,3$	$5,1 \pm 0,5$	$1,4 \pm 0,1$	$18,2 \pm 0,9$	$9,2 \pm 0,9$
2	X/Y	$3,6 \pm 0,1$	$4,4 \pm 0,4$	$1,2 \pm 0,1$	$17,5 \pm 0,8$	$11,8 \pm 1,1$
	XY/Y	$4,4 \pm 0,3$	$6,2 \pm 1,0$	$1,4 \pm 0,1$	$23,3 \pm 4,1$	$15,2 \pm 5,5$
	Z/Z	$3,7 \pm 0,1$	$4,8 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$	$18,6 \pm 1,7$	$9,7 \pm 1,8$

Tableau 44 : Valeurs moyennes de P_Q et K_Q pour chaque orientation de fabrication et d'entaille pour les deux plateaux de fabrication, et calculs des conditions permettant de transformer K_Q en K_{IC} .

• **Fractographies**

Les faciès de rupture des trois configurations sont présentés en Figure 85. Trois zones sont identifiables par faciès : l'entaille, la préfissuration par fatigue et la zone de propagation de la fissure. Pour les configurations X/Y et XY/Y, les surfaces de ruptures sont planes. Pour l'orientation Z/Z, des lèvres de cisaillements sont observables ainsi qu'une déviation du plan de propagation par rapport au plan de préfissuration. Cette déviation apparaît dès le début de la propagation et d'autres bifurcations peuvent apparaître au cours de la rupture. Ces observations ont été constatées pour toutes les éprouvettes Z/Z. A une échelle intermédiaire (non présentée), des structures semi-elliptiques, faisant penser à des bains de fusion, sont observées pour les conditions XY/Y et Z/Z. A plus fort grossissement, de petites structures, de l'ordre du micromètre, apparaissent. Ces dernières semblent ne pas présenter de géométrie particulière dans le cas X/Y alors qu'elles ont un aspect plus allongé pour les deux autres configurations. Pour ces cas, la dimension la plus grande semble orientée parallèlement à la direction de fabrication. Ces structures peuvent potentiellement être des traces du réseau cellulaire (Zhao *et al.*, 2021). Le comportement à rupture du matériau serait donc corrélé à l'orientation de la phase eutectique.

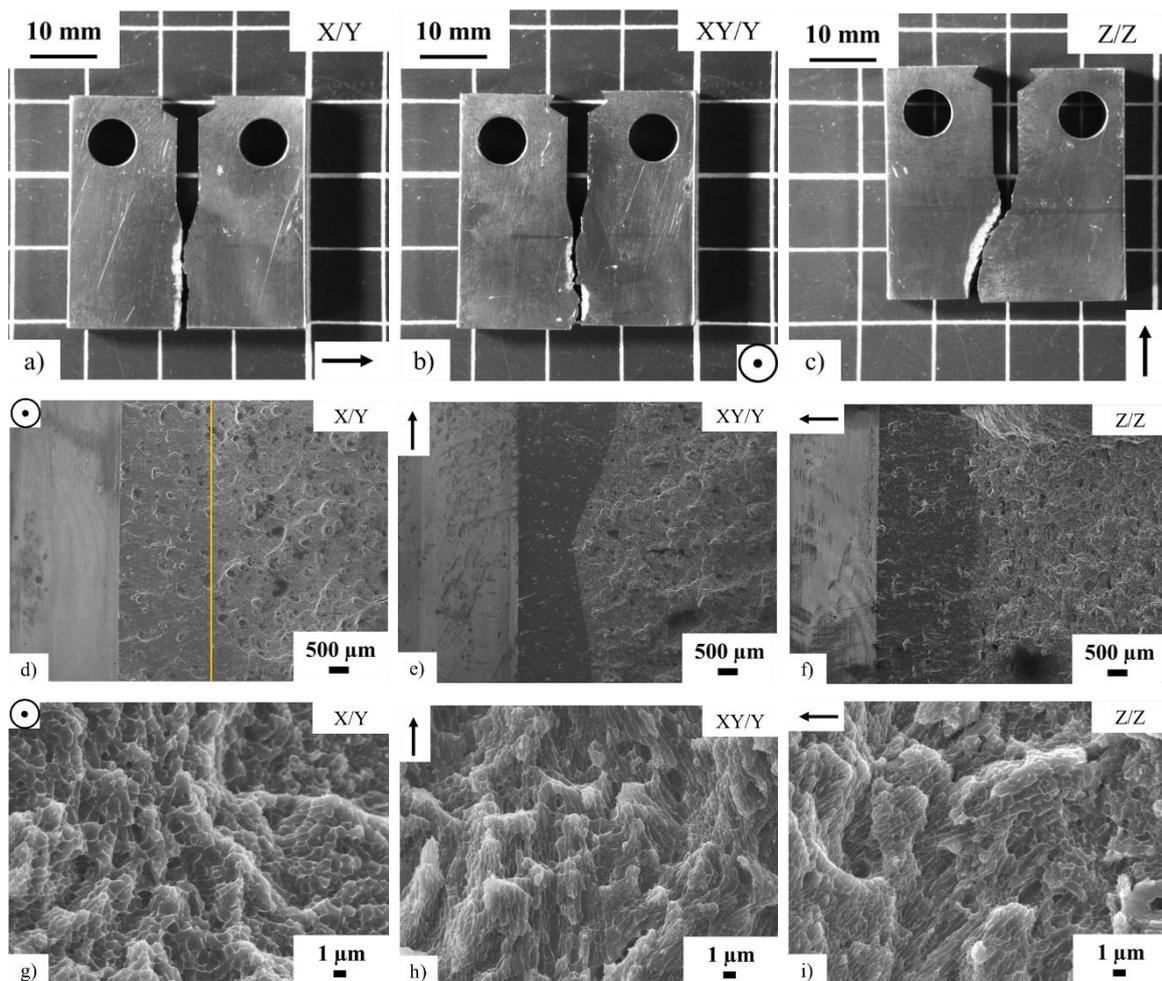


Figure 85 : Faciès de rupture d'éprouvettes CT à l'état brut (Plateau 2).

a, b, c : Micrographies optiques

d, e, f : MEB, $\times 30$, 15 kV, 39 mm, électrons secondaires

g, h, i : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 10 – 10 – 15 mm, électrons secondaires

Afin de déterminer les chemins suivis par la fissure, des coupes métallographiques ont été effectuées sous la surface de propagation (Figure 86). Pour la configuration X/Y, les bains semblent être contournés ; la fissuration suivrait alors les frontières des bains. Pour la configuration XY/Y, les bains de fusion sont traversés par la fissure. Dans le dernier cas, la fissure semble à la fois contourner et traverser les bains de fusion.

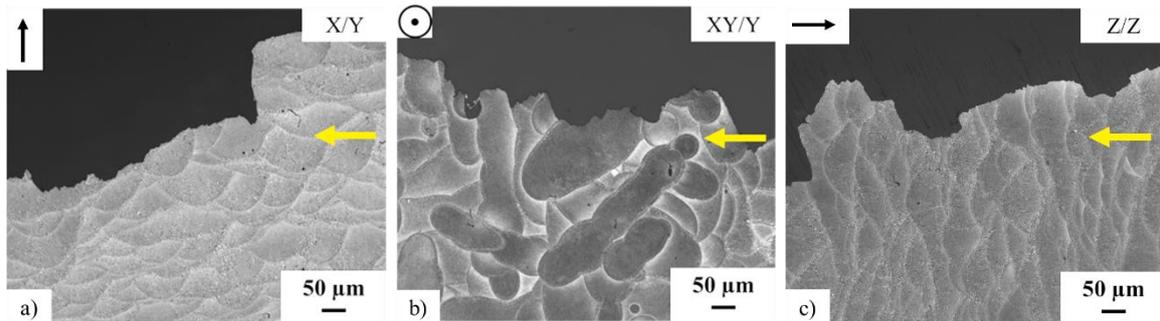


Figure 86 : Micrographies optiques ($\times 100$) obtenues perpendiculairement à la direction de propagation de la fissure (flèche jaune) pour chaque configuration (Plateau 2).

- **Synthèse sur la ténacité**

Les valeurs des facteurs d'intensité de contrainte au moment de la rupture (K_Q) obtenues ne sont pas indépendantes de la taille des éprouvettes. Elles ne peuvent donc pas être considérées comme des ténacités (K_{IC}). La configuration XY/Y présente une valeur de K_Q supérieure à celle des deux autres. Les orientations X/Y et Z/Z possèdent des valeurs très proches et leur ténacité doit aussi l'être.

Certains auteurs se sont intéressés à la détermination du début de la propagation stable (J_{IC}) par le tracé de la courbe R de l'alliage élaboré par L-PBF (Hitzler, Hirsch, *et al.*, 2017; Oliveira de Menezes *et al.*, 2019, 2022; Paul *et al.*, 2021). Cette ténacité d'initiation dépend des orientations de construction et d'entaille, selon la hiérarchie suivante : $J_{IC-XY/Y} > J_{IC-Z/Z} > J_{IC-X/Y}$. L'orientation de la microstructure par rapport au plan de propagation joue un rôle essentiel. La propagation stable de la fissure après son amorçage suit préférentiellement les frontières des bains de fusion qui sont orientées favorablement par rapport au plan de la fissure. Pour les éprouvettes Z/Z, les fissures se propagent à travers les bains de fusion mais peuvent changer de direction en suivant les frontières des bains de fusion. Enfin, la fissure ne suit pas de chemin particulier et traverse les bains de fusion dans le cas XY/Y. Une schématisation des différents chemins de fissuration est présentée en Figure 87. Dans le cas d'une propagation stable, la ténacité la plus faible est attribuée à un chemin de fissuration direct alors qu'une ténacité élevée est liée à une propagation tortueuse (Oliveira de Menezes *et al.*, 2019, 2022; Paul *et al.*, 2021).

Dans le cas d'une propagation instable, l'amorçage dépend de la microstructure comme pour le cas d'une propagation stable. La propagation semble suivre les mêmes chemins que la propagation soit stable ou instable (Figure 90 et Figure 91).

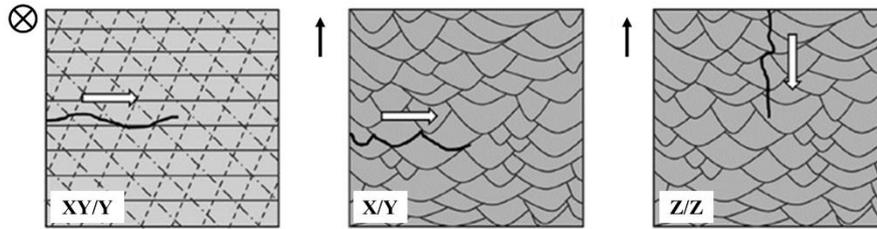


Figure 87 : Représentation schématique du chemin de propagation de la fissure. Les flèches blanches indiquent l'orientation de la propagation ; adapté de (Oliveira de Menezes et al., 2019).

2.3. Synthèse sur l'élaboration à température ambiante

Les bains de fusion ne possèdent pas la même géométrie selon la section d'observation : ils sont sous forme de « lignes laser » ou d'« écailles de poisson », respectivement sur des sections XY et XZ. Au sein de ces bains, une structure cellulaire existe. Elle est composée de cellules très fines au centre, de cellules plus grossières et d'une zone affectée thermiquement aux frontières des bains. Dans une section XY, les cellules apparaissent plutôt circulaires, mais dans une section XZ, elles sont davantage allongées et orientées selon le gradient thermique. Une anisotropie microstructurale est présente. Cette dernière est accompagnée d'une anisotropie mécanique puisque les duretés et les propriétés en traction (notamment $R_{p0,2\%}$ et R_m) dépendent de l'orientation de fabrication. De même, le comportement face à la présence d'entaille et de fissure dépend fortement des orientations de fabrication et d'entaille. Les fissures ont tendance à se propager le long des frontières des bains de fusion. Plus le chemin est tortueux, plus l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure est élevée.

Les propriétés microstructurales et mécaniques ne dépendent pas de la position des éprouvettes sur le plateau, ni de leur hauteur de fabrication. Ainsi, il n'y a pas de variation des propriétés en fonction des zones d'élaboration et aucun gradient sur la hauteur de fabrication n'a été détecté. Enfin, la répétabilité entre deux fabrications successives, différentes en matière de pièces (nombre, surface totale lasée), est plutôt bonne.

3. Elaboration avec préchauffage de la plateforme

Cette fabrication s'est déroulée avec un préchauffage de la plateforme à 170 °C (plateau 3, Tableau 35). Le chauffage et le suivi de la température sont assurés par un système résistif et un thermocouple, tous les deux placés sous la plateforme. La température est maintenue pendant toute la durée de la fabrication. Le chauffage est coupé après la fabrication de la dernière couche, permettant à l'ensemble de refroidir.

Comme pour l'étude précédente, le plateau 3 a été divisé en plusieurs zones, équivalentes en matière de surface et du nombre de pièces brutes (parallélépipèdes, traction, résilience). La division s'est effectuée selon deux critères : positions centrale ou latérale par rapport au déplacement du racleur, et position en fonction de la distance à l'entrée du flux de gaz. Les cinq zones sont ainsi délimitées comme suit :

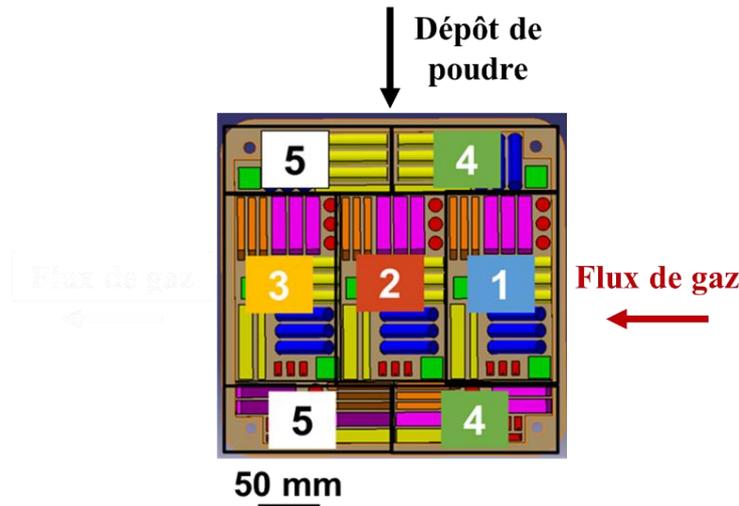


Figure 88 : Représentation schématique de la division du plateau de fabrication en cinq zones ; Les flèches noire et rouge symbolisent respectivement le sens de dépôt de poudre et le sens du flux de gaz à travers la chambre de fabrication.

3.1. Propriétés microstructurales

L'alliage AlSi10Mg est un alliage à durcissement structural, dont la température de revenu est comprise entre 160 et 180 °C. Il se pose donc la question de l'influence du préchauffage à 170 °C sur ses propriétés microstructurales. Un accent tout particulier sera mis sur les potentielles évolutions de propriétés en fonction de la hauteur de fabrication. Deux hauteurs sont notamment comparées : celle à 0 mm et celle à 60 mm.

3.1.1. Bains de fusion

De la même manière que pour une fabrication non préchauffée, les bains de fusion sont distinguables dans les sections XY et XZ. Les bains sont juxtaposés et se superposent dans une section XY, alors qu'ils présentent des formes « d'écailles de poisson » dans une section XZ. Il n'y a pas de différence morphologique entre le haut et le bas d'une fabrication préchauffée (Figure 89). Les paramètres géométriques des bains de fusion sont calculés par analyse d'images et sont présentés dans le Tableau 45. Ces paramètres ne sont pas modifiés sur la hauteur de fabrication. Cependant, il semble que la largeur et la hauteur des bains, dans une section XZ, augmentent légèrement lorsque l'on passe d'une fabrication non préchauffée (Tableau 36) à une fabrication préchauffée (Tableau 45).

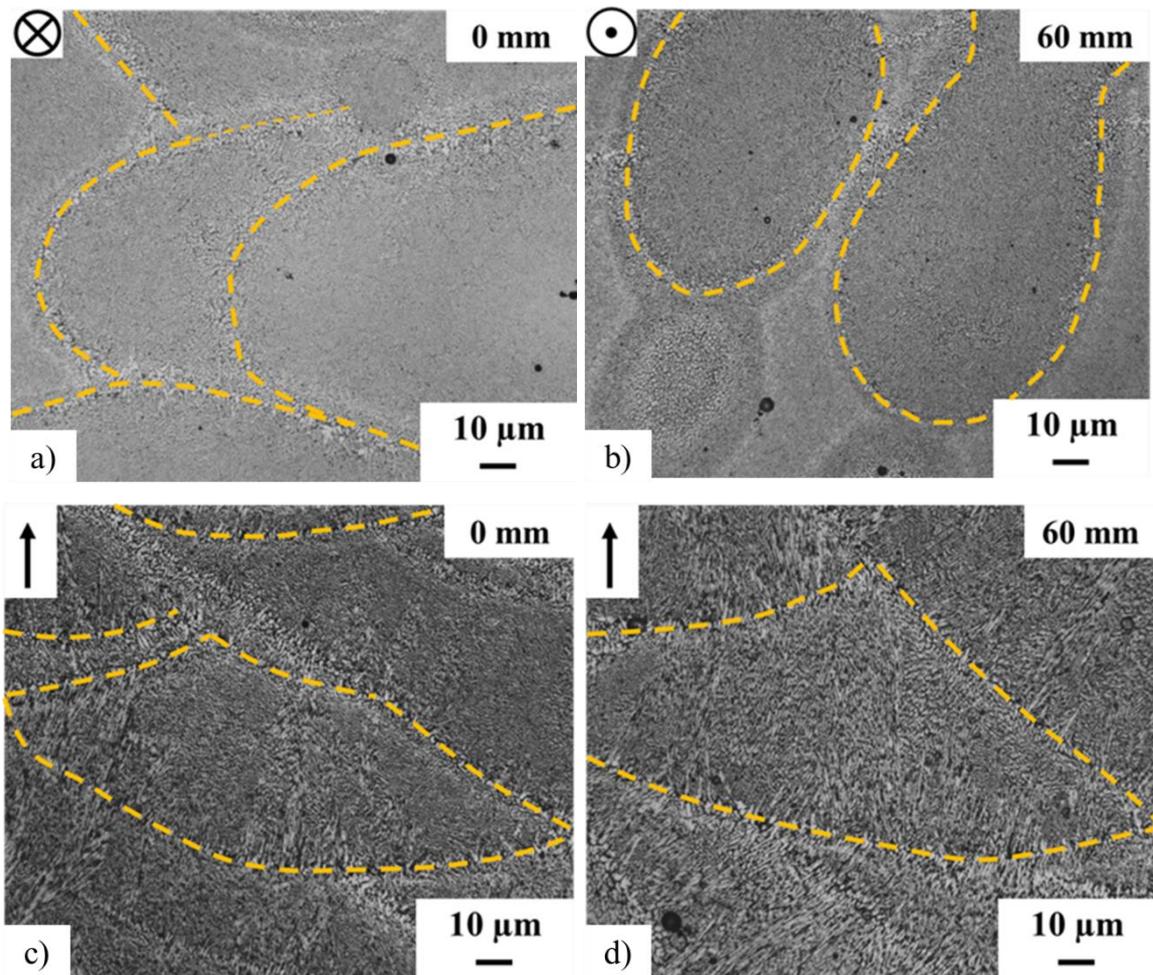


Figure 89 : Microstructures obtenues (MO, $\times 500$) à deux hauteurs de fabrication : a – c) 0 mm et b – d) 60 mm. a et b : Section XY ; c et d : Section XZ

Hauteur de fabrication (mm)	Plan d'étude	Largeur maximale du bain (μm)	Hauteur du bain (μm)
0	XY	87 ± 24	-
	XZ	178 ± 33	65 ± 16
60	XY	81 ± 17	-
	XZ	167 ± 35	67 ± 13

Tableau 45 : Paramètres géométriques des bains de fusion selon les deux plans d'étude et à deux hauteurs de fabrication (Plateau 3 préchauffé).

3.1.2. Réseau cellulaire

Le préchauffage de la plateforme n'engendre pas de modification du réseau cellulaire dans le sens où les trois zones (cellules fines, cellules grossières et ZAT) existent toujours (Figure 90 – a et b). Cela est cohérent avec le fait que la géométrie des bains de fusion est conservée entre les conditions préchauffée et non préchauffée. Une anisotropie existe toujours dans la morphologie des cellules (Figure 90 – c-e et d-f). La taille des différents types de cellule a été calculée (Tableau 46 et Tableau 47). Aucune évolution des différentes caractéristiques n'est observée sur la hauteur de fabrication. Cependant, le diamètre et la longueur des cellules fines et grossières ont augmenté avec le préchauffage de la plateforme (Tableau 37 et Tableau 38). Ce résultat a également été observé par certains auteurs pour des fabrications à 35 et 200 °C (Santos Macías *et al.*, 2020).

A l'échelle de la cellule, et dans les deux sections (Figure 90 – a à f), il s'avère qu'une précipitation supplémentaire apparaît au centre des cellules pour une faible hauteur. Celle-ci est observable pour toutes les cellules et dans la ZAT. Un gradient de microstructure semble ici se manifester entre les zones proches de la plateforme de fabrication et celles les plus éloignées.

Hauteur (mm)	Largeur ZAT (XY)	Largeur ZAT (XZ)	Bande cellules grossières (XY)	Bande cellules grossières (XZ)
0	$3,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$	-	$6,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$	-
60	$3,3 \pm 0,6 \mu\text{m}$	$3,6 \pm 0,7 \mu\text{m}$	$8,2 \pm 1,5 \mu\text{m}$	$5,1 \pm 1,1 \mu\text{m}$

Tableau 46 : Largeur de la ZAT et de la bande de cellules grossières dans les deux sections considérées.

Hauteur (mm)	Diamètre cellules grossières (XY)	Longueur cellules grossières (XZ)	Largeur cellules grossières (XZ)	Diamètre cellules fines (XY)	Longueur cellules fines (XZ)	Largeur cellules fines (XZ)
0	$0,8 \pm 0,2 \mu\text{m}$	-	-	$0,4 \pm 0,1 \mu\text{m}$	-	-
60	$0,9 \pm 0,2 \mu\text{m}$	$3,0 \pm 1,8 \mu\text{m}$	$0,6 \pm 0,1 \mu\text{m}$	$0,6 \pm 0,22 \mu\text{m}$	$1,1 \pm 0,3 \mu\text{m}$	$0,3 \pm 0,1 \mu\text{m}$

Tableau 47 : Taille des différents types de cellules dans les deux plans considérés et à deux hauteurs différentes.

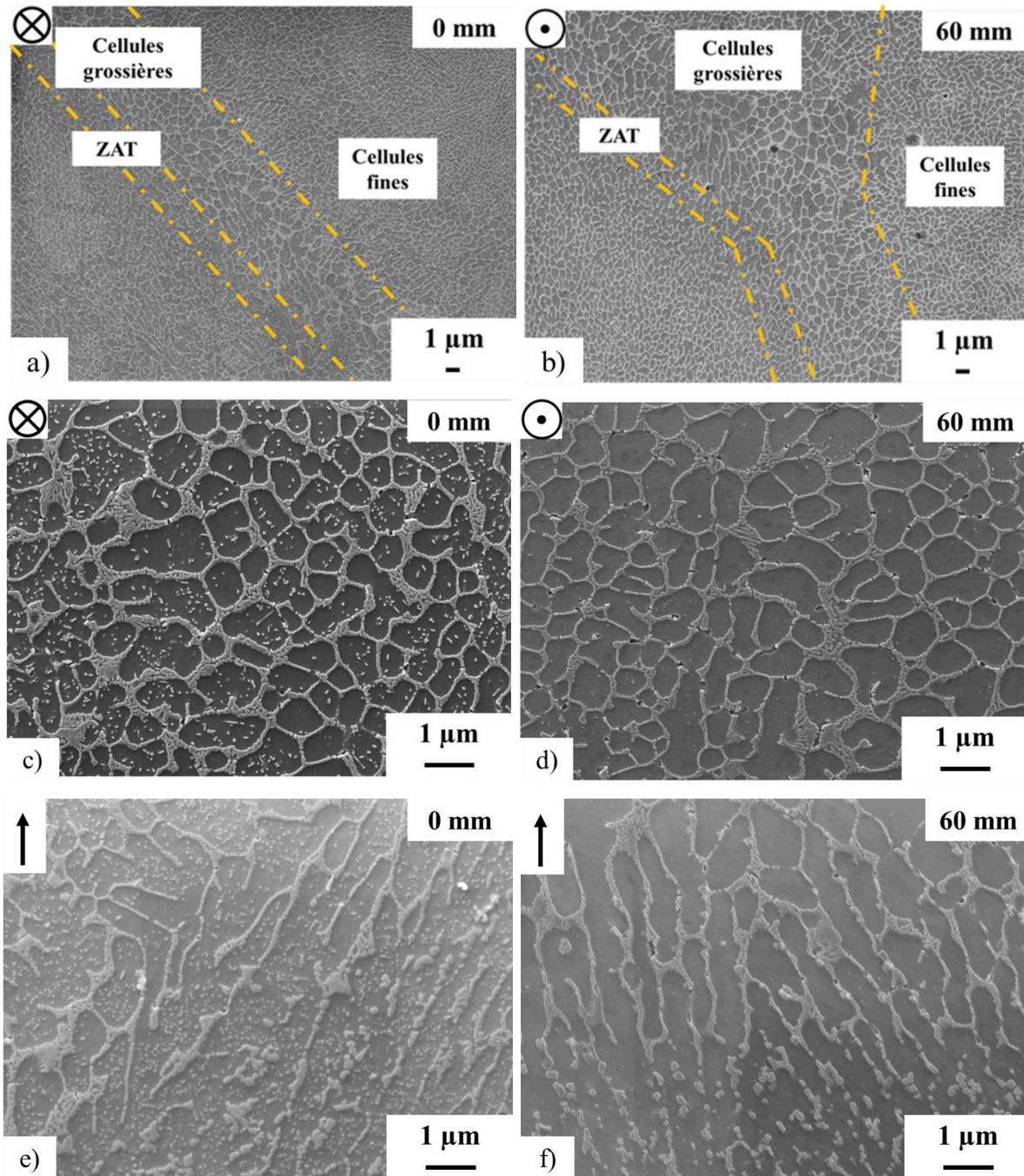


Figure 90 : Microstructures obtenues à deux hauteurs de fabrication : a – c – e) 0 mm et b – d – f) 60 mm.
 a et b : Section XY, MEB, $\times 7500$, 15 kV, 80 pA, 9,5 mm, électrons secondaires
 c et d : Section XY, MEB, $\times 30000$, 15 kV, 80 pA, 11 mm, électrons secondaires
 e et f : Section XZ, MEB, $\times 30000$, 15 kV, 80 pA, 11,5 et 9,0 mm, électrons secondaires

Une caractérisation par microscopie électronique en transmission (MET) fournit des informations supplémentaires sur la nature et la forme des joints de cellules, de la précipitation intracellulaire et sur la composition de la solution solide. Deux échantillons ont été préparés et analysés au centre de microcaractérisation Raimond Castaing (Toulouse). La gamme de préparation des lames minces est usuelle : amincissement par polissage mécanique parallèle puis concave, polissage ionique (PIPS / PIPS 2) pour l'obtention du trou en fond de cuvette. Le microscope utilisé est le MET JEOL JSM 2100F.

Les micrographies obtenues en transmission (Figure 91) ou en STEM (Figure 92) permettent de visualiser des cellules et leurs joints. Ces derniers semblent plus discontinus pour une hauteur faible. Des clichés en champ sombre ont montré que les particules (cercles jaune, Figure 91 – a) formant les joints de cellule ne présentaient pas la même orientation cristalline que la matrice d'aluminium. De plus, de nombreuses particules sont observées au sein des cellules à une faible hauteur de fabrication. Ces particules présentent des géométries différentes (Figure 91 – c). Pour une section localisée à 60 mm, très peu de précipités sont visibles. La majorité de ces précipités présente une structure globulaire et certains se présentent sous forme d'aiguille (cercle bleu, Figure 91 – b).

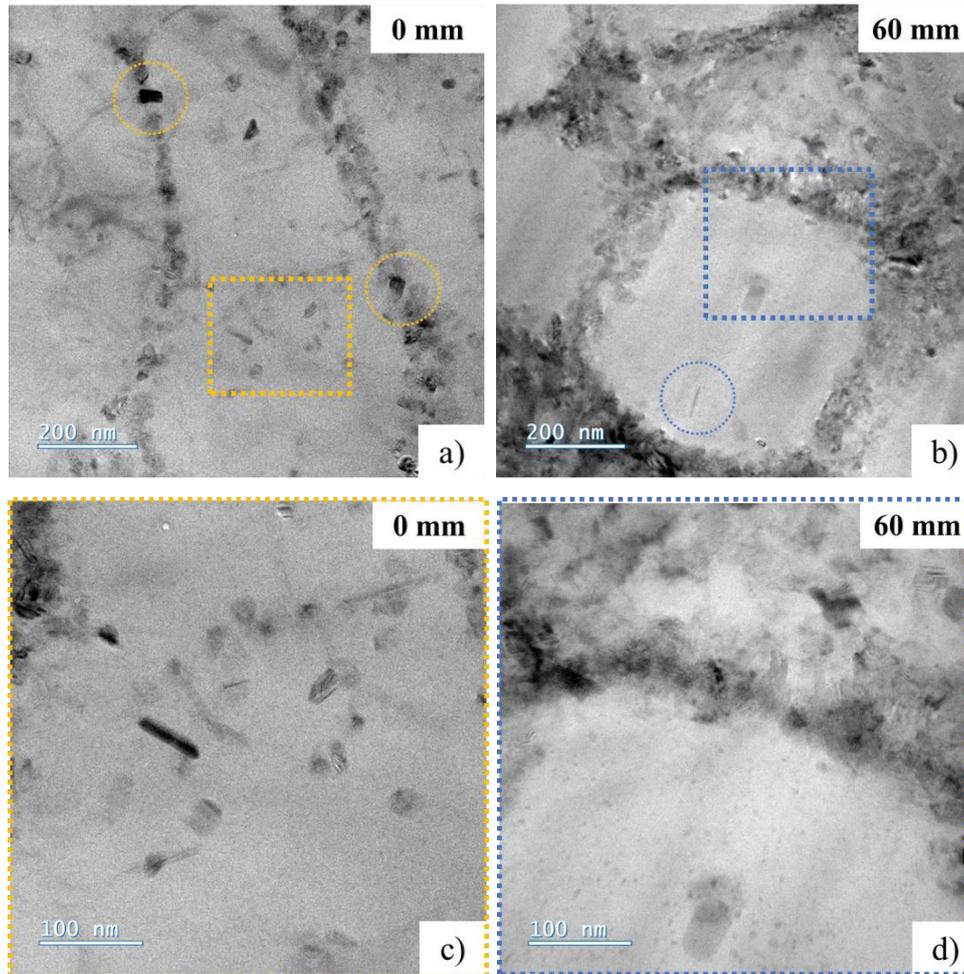


Figure 91 : Micrographies MET obtenues pour des hauteurs de fabrication de : a – c) 0 mm et b – d) 60 mm.
a et b : $\times 30000$; c et d : $\times 60000$

Une analyse STEM-EDS (Figure 92) montre que les joints de cellules sont riches en Si et Mg, et que les particules intracellulaires, sont majoritairement riches en Si, quelle que soit leur forme et leur taille. La composition chimique de la solution solide et des joints de cellule a été déterminée (Tableau 48). Les limites de solubilité du silicium et du magnésium à température ambiante sont respectivement de 0 et 1,7 %m (Vargel, 2010). La solution solide est donc sursaturée en silicium sur toute la hauteur de la fabrication. La sursaturation augmente en s'éloignant de la plateforme de fabrication. Elle reste inférieure à celle déterminée par

certain auteurs (4 % at) pour des fabrications non préchauffées (Marola *et al.*, 2018; J. H. Rao, Zhang, Zhang, Huang, *et al.*, 2019).

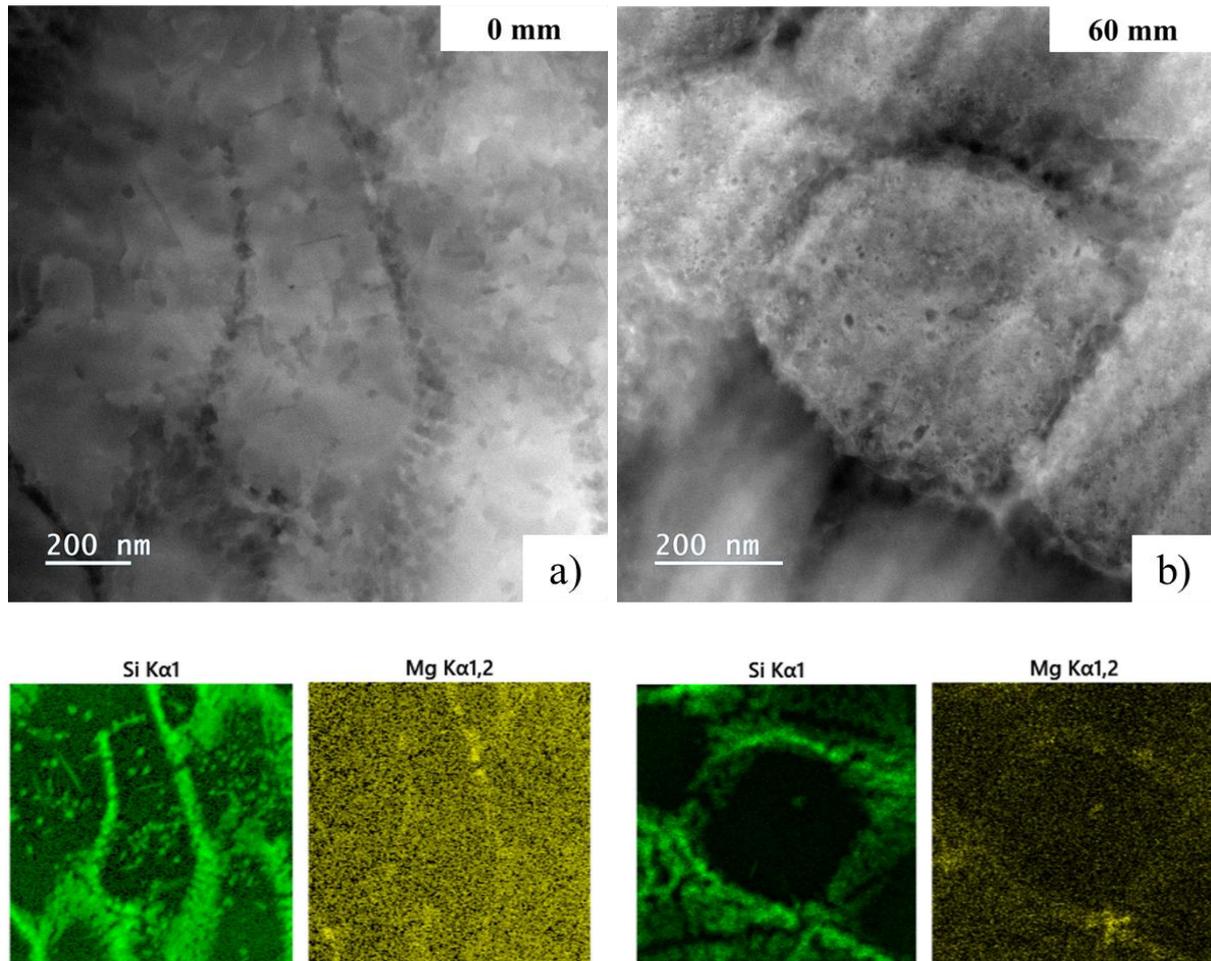


Figure 92 : Micrographies STEM obtenues pour des hauteurs de fabrication de : a) 0 mm ($\times 100000$) et b) 60 mm ($\times 150000$), avec les cartographies EDS (Si, Mg) associées (Plateau 3).

Hauteur	Solution solide		Joint de cellule	
	Si (% m)	Mg (% m)	Si (% m)	Mg (% m)
0 mm	$0,6 \pm 0,2$	$< 0,1$	$37,0 \pm 8,8$	$1,2 \pm 0,8$
60 mm	$2,9 \pm 1,3$	$< 0,3$	$35,2 \pm 16,3$	$1,7 \pm 0,6$

Tableau 48 : Composition chimique de la solution solide et des joints de cellules à deux hauteurs de fabrication.

3.1.3. Synthèse

Avec le préchauffage à 170 °C de la plateforme, aucun changement dans la géométrie des bains de fusion n'a été observé. Leurs paramètres géométriques, hauteur et largeur, ne sont pas modifiés significativement. Au sein de chaque bain, les trois zones cellulaires existent toujours quelle que soit la hauteur de fabrication. La taille des cellules n'évolue pas sur la hauteur, mais elle est plus importante que lorsqu'aucun préchauffage n'est appliqué. Enfin, une précipitation intracellulaire apparaît pour les zones les moins hautes. Ainsi, l'anisotropie microstructurale est conservée lorsqu'un préchauffage de la plateforme est utilisé, elle est accompagnée d'un gradient de microstructure entre le bas et le haut de la production, par

l'apparition d'une précipitation intracellulaire et une baisse de la concentration d'éléments en solution solide.

3.2. Propriétés mécaniques

3.2.1. Dureté

- **Valeurs moyennes**

Les valeurs moyennes de dureté ont été obtenues par la moyenne de plus de 1000 indents par plan considéré. Elles montrent une différence de comportement entre les deux plans sollicités. Le plan XY présente une dureté moyenne plus élevée que celle du plan XZ (Tableau 49). Cette observation est identique à celle préalablement effectuée dans le cas de plateaux non préchauffés. De plus, les valeurs moyennes obtenues sont identiques, que la plateforme soit préchauffée ou non.

Plan d'étude	HV _{0,5}
XY	126 ± 3
XZ	114 ± 4

Tableau 49 : Valeurs moyennes de dureté HV_{0,5} obtenues pour les deux plans considérés sur l'ensemble des parallélépipèdes (Plateau 3).

- **Influence du positionnement**

La différence entre les plans XY et XZ est visible pour chaque zone de construction définie (Figure 93). Par rapport au cas précédent, il semble qu'une hétérogénéité puisse exister entre les zones de la « bande centrale » (zones 1 à 3) et la partie latérale (zones 4 et 5) de la surface de fabrication. Cela signifierait qu'à faible échelle, un gradient de propriétés pourrait exister entre la bande centrale et les bandes latérales.

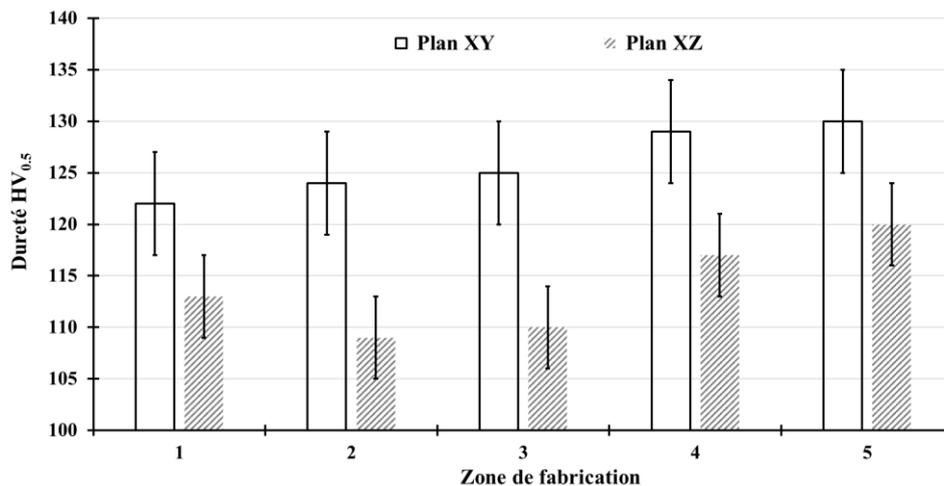


Figure 93 : Duretés moyennes en fonction du plan considéré et des différentes zones de fabrication (Plateau 3).

Des essais de nano-indentation ont été effectués à différentes hauteurs de fabrication sur des sections XY d'un échantillon de la zone 1 afin d'étudier de potentielles évolutions du module d'Young et de la dureté à faible échelle en fonction de la distance à la plateforme. Les

tests ont été menés avec une machine XP-MTS, en utilisant le module CSM (« Continuous Stiffness Measurement »). Tous les essais ont été réalisés sur une profondeur de 2 μm , avec enregistrement de la courbe chargement-déchargement. L'analyse s'est concentrée sur l'étude de la dureté et du module d'Young calculés continûment sur une profondeur allant de 500 à 1500 nm. Les résultats sont présentés dans le Tableau 50. Il n'y a pas d'évolution du module d'Young mais un gradient de dureté existe. Cette dernière augmente en se rapprochant du sommet de la production. Cela signifie qu'il existe un gradient de propriétés à faible échelle sur la hauteur de fabrication, avec notamment des différences entre le bas et le haut.

Distance depuis la plateforme (mm)	Dureté (GPa)	Module d'Young (GPa)
0	$1,49 \pm 0,07$	84 ± 2
40	$1,68 \pm 0,11$	88 ± 2
60	$1,79 \pm 0,17$	86 ± 2

Tableau 50 : Evolution de la microdureté et du module d'Young en fonction de la distance à la plateforme de fabrication (Zone 1 ; Plateau 3).

3.2.2. Propriétés en traction

- **Valeurs moyennes**

Les essais de traction ont été réalisés dans les mêmes conditions opératoires et sur le même type d'éprouvettes que précédemment. Les résultats sont présentés dans le Tableau 51 et les courbes en Figure 94. Les éprouvettes horizontales présentent l'allongement à rupture le plus élevé mais la résistance mécanique la plus faible. Les éprouvettes verticales présentent quant à elles la résistance mécanique la plus élevée. L'orientation à 45° donne des propriétés en traction plus proches de celles orientées verticalement qu'horizontalement. Il y a donc bien ici aussi une anisotropie des propriétés mécaniques en traction uni-axiale. Cependant, le module d'Young est indépendant de l'orientation considérée, tout comme la limite d'élasticité. Ainsi, le comportement élastique et sa limite (à 0,2%) sont isotropes alors que le comportement plastique est anisotrope.

Par rapport aux valeurs obtenues sans préchauffage, une évolution est visible :

- Pour les éprouvettes horizontales : la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement à rupture sont réduits ;
- Pour les éprouvettes verticales, la limite d'élasticité augmente et les autres grandeurs sont constantes ;
- Pour les éprouvettes orientées à 45°, les valeurs sont constantes.

Orientation	Rp _{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)
X – Horizontal	270 ± 10	390 ± 9	7 ± 1	74 ± 2
Z – Vertical	270 ± 5	420 ± 8	4 ± 1	72 ± 2
XZ45°	280 ± 10	410 ± 10	4 ± 1	74 ± 2

Tableau 51 : Grandeurs caractéristiques moyennes de traction obtenues pour chaque orientation de construction considérée (Plateau 3).

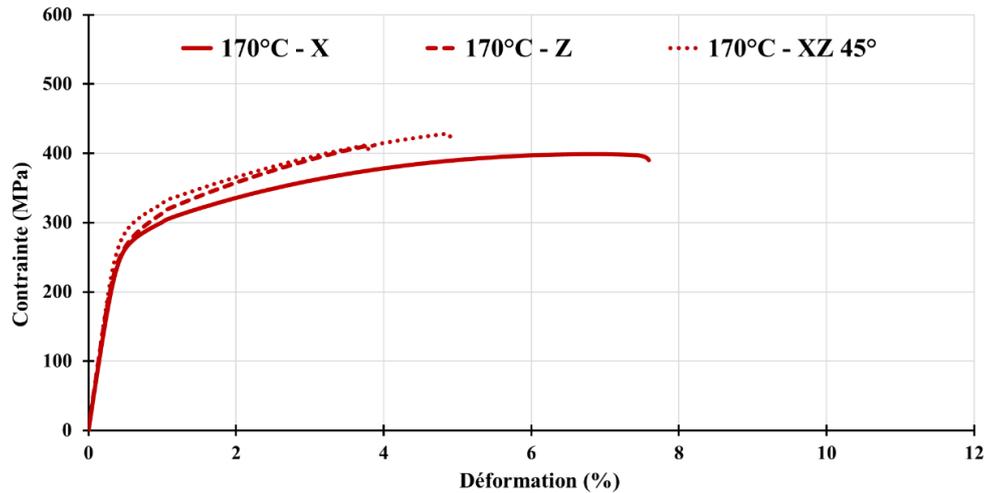


Figure 94 : Courbes conventionnelles de traction en fonction des différentes orientations de construction considérées (Zone 4 ; Plateau 3)

• **Influence du positionnement**

En considérant les zones de fabrication (Figure 95), il s'avère que les éprouvettes horizontales présentent une limite d'élasticité et une résistance mécanique plus élevées dans les zones 4 et 5, alors que l'allongement à rupture semble plus important pour les zones 2 et 3. Pour l'orientation verticale, la limite d'élasticité et la résistance mécanique sont constantes sur la surface de fabrication. Pour cette orientation, les allongements à rupture les plus importants sont observés dans les zones 2 et 3. Il semble donc qu'une légère hétérogénéité des propriétés de traction existe en fonction des zones de fabrication.

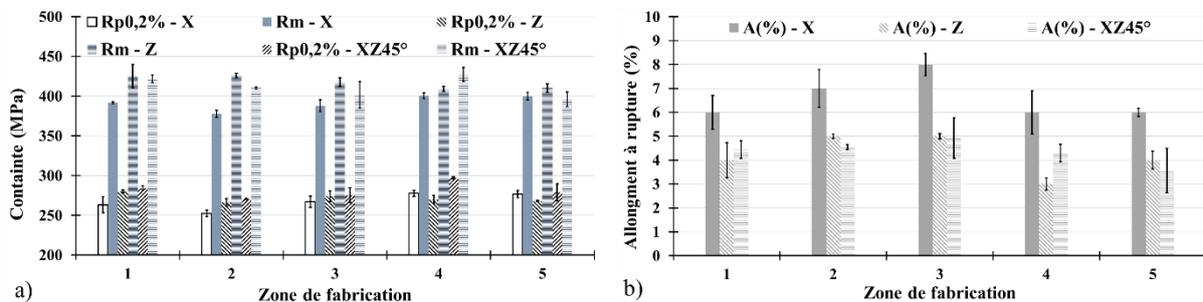


Figure 95 : a) Limites d'élasticité et résistances mécaniques moyennes, et b) allongements à rupture pour chaque zone de fabrication et orientation de construction (Plateau 3).

• **Fractographies**

A faible grossissement, la surface de rupture n'est pas plane, la zone centrale est ici enclavée (Figure 96 – a). A plus fort grossissement, les surfaces de rupture présentent de petites structures micrométriques (Figure 96 – b). A cette échelle, les différences entre les différentes orientations sont uniquement visibles dans l'orientation des cellules : allongées et équiaxes respectivement pour les éprouvettes horizontales et verticales.

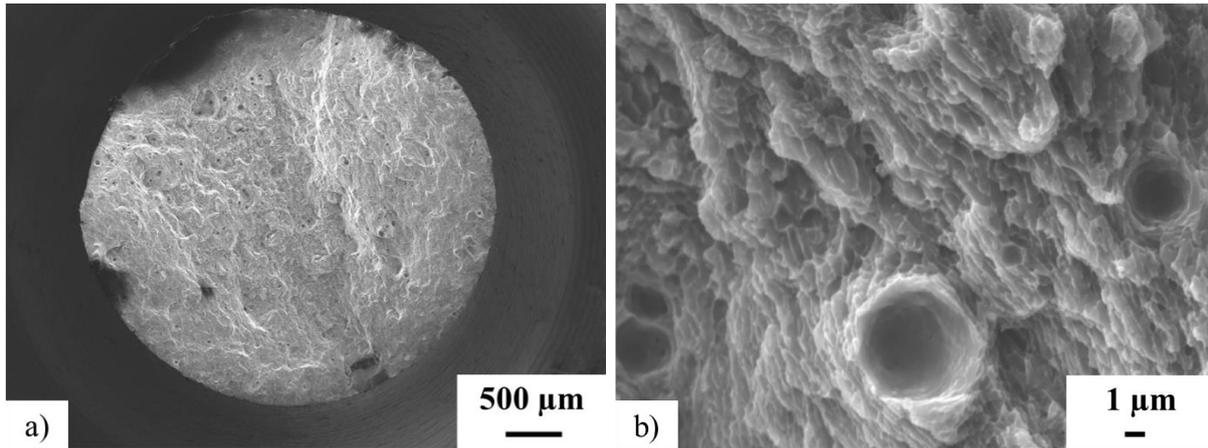


Figure 96 : Faciès de rupture d'une éprouvette horizontale X (Plateau 3, préchauffé).

a : MEB, $\times 55$, 15 kV, 34 mm, électrons secondaires

b : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 14 mm, électrons secondaires

3.2.3. Résilience

- **Valeurs moyennes**

Les essais Charpy ont été réalisés selon les mêmes orientations de construction et d'entaille que pour le premier plateau. Il convient de rappeler que, pour les configurations X/Z et X/Y, les éprouvettes testées étaient superposées par lot de trois.

Orientation	Z/X	X/Z	X/Y	XZ45°/Y	XZ45°/Z
Energie de rupture (J)	$0,83 \pm 0,08$	$1,79 \pm 0,26$	$2,41 \pm 0,30$	$1,30 \pm 0,14$	$1,22 \pm 0,10$

Tableau 52 : Energie de rupture moyenne pour chaque orientation de construction et d'entaille considérée.

Pour ce qui est de **l'orientation de fabrication**, on peut remarquer que les énergies de rupture en dépendent. Les éprouvettes orientées horizontalement (X/Z et X/Y) et verticalement (Z/X) présentent respectivement les énergies de rupture les plus élevées et les plus faibles. Les premières présentent aussi les écarts-types les plus élevés. En regardant ensuite l'influence de **l'orientation de l'entaille**, seules les configurations X/Z et X/Y sont considérées : l'énergie de rupture est supérieure lorsque l'entaille est orientée selon Y. Enfin, les éprouvettes orientées à 45° possèdent des énergies de rupture intermédiaires entre les configurations verticale et horizontale. Pour cette orientation de construction, il ne semble pas y avoir d'influence de l'orientation d'entaille sur les énergies obtenues. Ainsi, la hiérarchie établie, en matière d'énergie de rupture, entre les différentes orientations de fabrication et d'entaille lorsque la plateforme n'est pas chauffée, est conservée lorsqu'un préchauffage est utilisé. Cependant, les énergies sont inférieures dans ce dernier cas, quelle que soit la configuration. Ainsi, le préchauffage, engendre une diminution de la capacité à absorber de l'énergie.

- **Influence du positionnement**

Aucune différence entre les zones de fabrication n'apparaît (Figure 97). Pour les éprouvettes superposées, l'évolution de l'énergie de rupture en fonction de la hauteur où se situe l'entaille est représentée en Figure 98. Pour chaque configuration, l'énergie de rupture est

la moyenne des cinq éprouvettes distribuées à une même hauteur sur la plateforme. Les écarts-types calculés pour chaque hauteur sont inférieurs à ceux obtenus lorsque la superposition est prise en compte (Figure 97, Figure 98). Ceci signifie qu'à hauteur d'entaille fixée, l'énergie de rupture est homogène sur la plateforme. Plus l'éprouvette est proche de la plateforme, plus son énergie de rupture est élevée : un gradient d'énergie de rupture existe donc sur la hauteur de fabrication. Cette conclusion diffère de celle établie dans le cas d'un plateau non préchauffé.

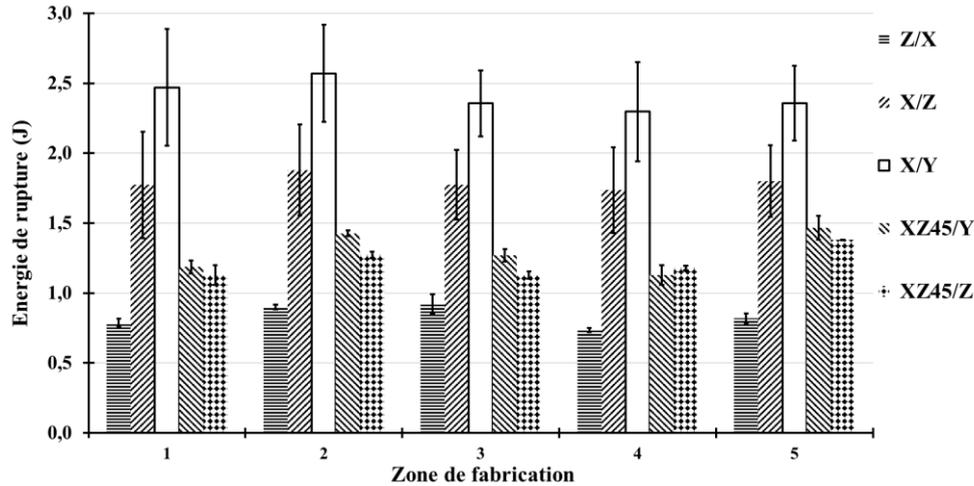


Figure 97 : Energies de rupture moyennes pour chaque zone de fabrication, et chaque orientation de construction et d'entaille considérée (Plateau 3).

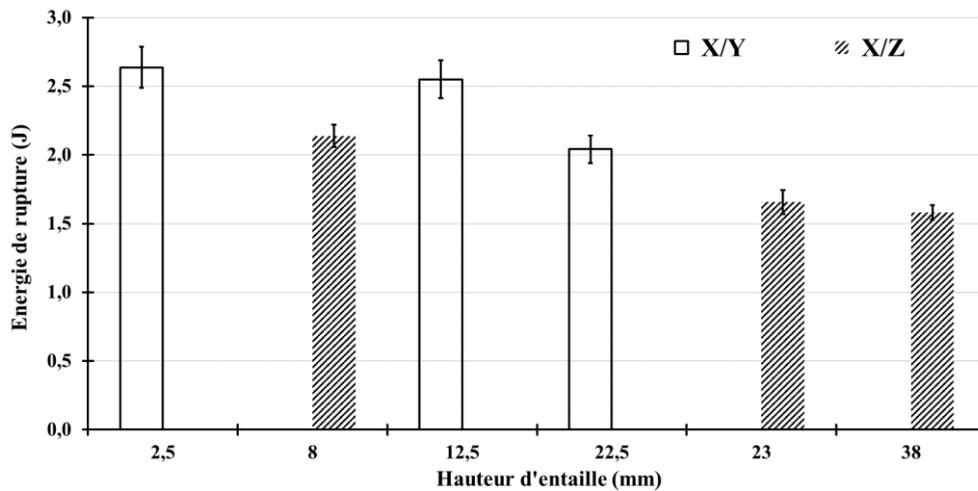


Figure 98 : Energies de rupture moyennes pour des éprouvettes : a) X/Z et b) X/Y en fonction de la hauteur d'entaille (Plateau 3).

• **Fractographies**

Les faciès de rupture sont plutôt plans mais présentent de petites lèvres de cisaillement. De très fines cupules sont visibles à fort grandissement (Figure 99). Ces dernières sont orientées le long de la direction de fabrication et sont de taille inférieure au micromètre. Ces caractéristiques sont identiques à celles observées pour la traction et les essais de résilience, que le plateau soit préchauffé ou non.

La microstructure hiérarchique de l'alliage n'est pas modifiée avec le préchauffage mais la taille des cellules et la largeur de la frontière des bains (ZAT et bande de cellules grossières)

sont plus importantes. Cet élargissement des zones les moins résistantes peut expliquer les énergies de rupture plus faibles obtenues avec un préchauffage.

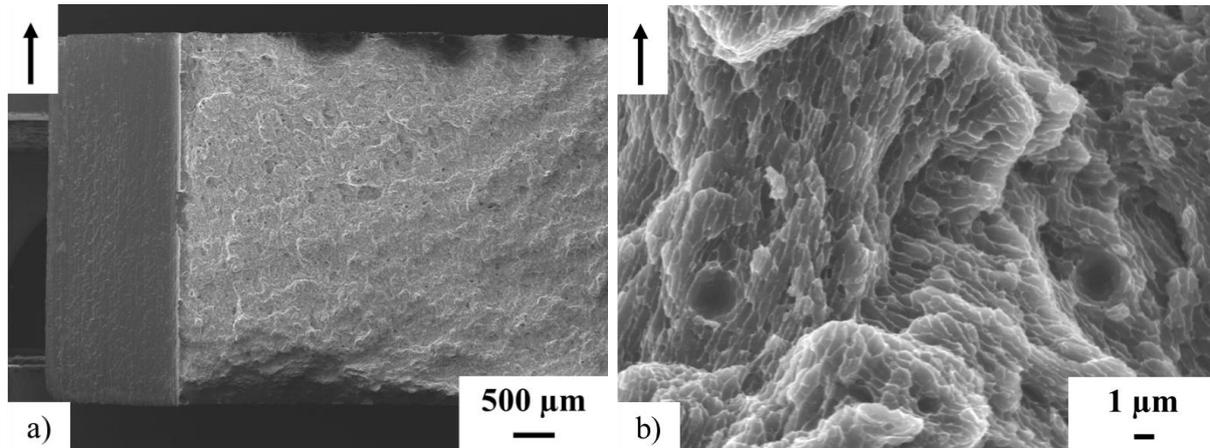


Figure 99 : Faciès de rupture d'une éprouvette X/Y (Plateau 3, préchauffé).

a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 23,5 mm, électrons secondaires

b : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 15,5 mm, électrons secondaires

3.2.4. Synthèse

Lorsque la plateforme est préchauffée, une anisotropie mécanique est constatée : la dureté est plus élevée dans une section XY que XZ, le comportement dans le domaine plastique en traction diffère selon l'orientation de construction. Le comportement face à la présence d'entaille dépend, lui aussi, fortement des orientations de fabrication et d'entaille. Enfin, un gradient de propriétés en fonction de la position des éprouvettes est observé, aussi bien entre les zones latérales et les zones centrales, mais surtout sur la hauteur de fabrication.

En comparant les propriétés obtenues dans les deux configurations de fabrication, il s'avère que les duretés moyennes sont identiques, mais que les énergies de rupture sont plus faibles, quelles que soient les orientations de fabrication et d'entaille, sur la plateforme préchauffée. Pour les propriétés en traction, l'évolution dépend de l'orientation de l'éprouvette : pour les horizontales, les grandeurs diminuent, tandis que pour les verticales, la limite d'élasticité augmente.

3.3. Evolutions des propriétés en fonction de la hauteur de fabrication

3.3.1. Premiers constats

Dans le cas d'une fabrication avec un préchauffage de la plateforme à 170 °C, le module d'Young sur une section XY est constant sur la hauteur de fabrication, mais un gradient de microdureté est observé (Tableau 50). De plus, des gradients d'énergie de rupture (configurations X/Z et X/Y) (Figure 98) et microstructuraux existent en fonction de la distance à la plateforme (Figure 90). Puisque la hauteur de fabrication est enregistrée en fonction du temps, il est possible de calculer le temps d'impression pour chaque hauteur de pièce (cela est équivalent à un « temps de maintien ») (Figure 100) et de tracer l'évolution des propriétés en fonction de ce temps. L'estimation de la hauteur ne prend pas en compte la hauteur des supports

utilisés. La hauteur initiale est donc prise au bas des pièces fabriquées. Le temps a ensuite été recalé pour être égal à 0 à la hauteur initiale définie.

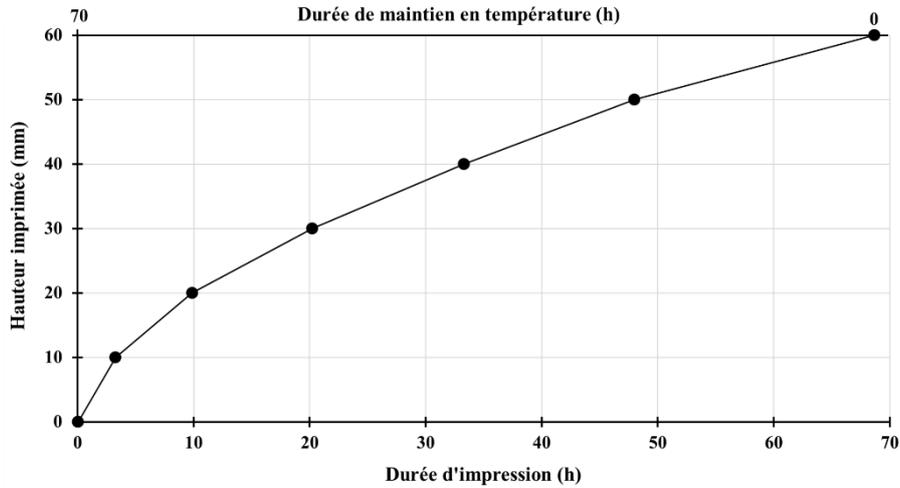


Figure 100 : Durées d'impression et de maintien en température pour une hauteur de pièce donnée.

3.3.2. Evolution des propriétés en fonction du temps de maintien

Les valeurs moyennes de dureté pour chaque section XY sont représentées en fonction de la durée d'impression en Figure 101. Pour plus de clarté, l'écart-type correspondant à chaque valeur moyenne n'est pas représenté, mais vaut en moyenne 5 HV_{0,5} pour chaque point. Le profil de dureté HV_{0,5} évolue en fonction de la durée d'impression : il y a d'abord une augmentation de la dureté au cours des 10 dernières heures de production pour chaque zone, puis un plateau, suivi d'une diminution de la dureté au-delà de 30 h. Ces allures font penser aux courbes de vieillissement des alliages d'aluminium durcis par durcissement structural. Une différence entre les zones de production est visible pour une même hauteur de fabrication ; en particulier, la dureté de la zone 1 est inférieure à celle de la zone 5. Ces différences peuvent être attribuées à des différences de température, notamment en bas de la production. Dans le plan XZ, l'allure de cette courbe en fonction de la durée d'impression est également valable et les duretés des zones latérales sont supérieures à celles des zones centrales.

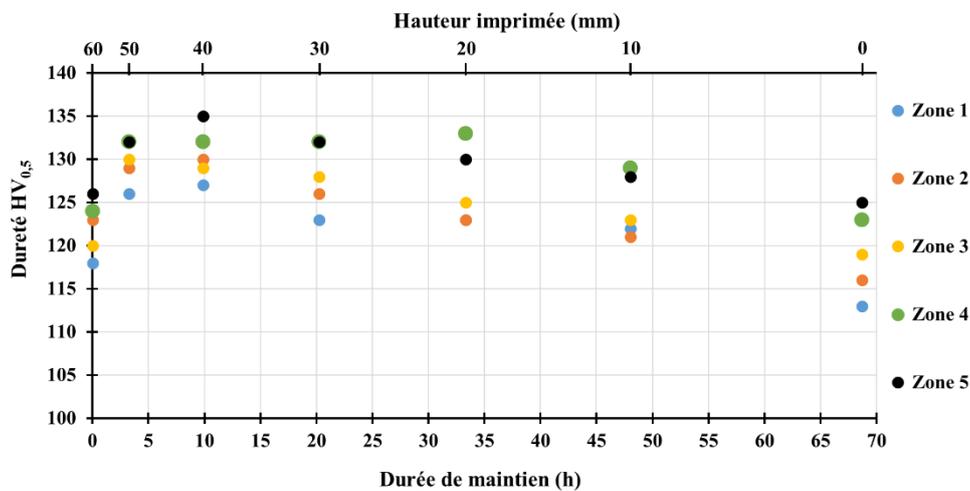


Figure 101 : Evolution de la dureté HV_{0,5} en fonction de la durée de maintien en température et de la hauteur de fabrication (Plateau 3).

La tendance observée pour les valeurs de dureté a également été constatée par Maamoun et ses co-auteurs avec un préchauffage à 200 °C : pour des échantillons de 10 mm de haut, la dureté a augmenté de 100 à 120 HV en s'éloignant de la plateforme (Maamoun *et al.*, 2018). Les mêmes résultats ont été trouvés par Bosio *et al.* avec un préchauffage à 150 °C et deux durées de fabrication (13 et 50 heures) (Bosio, Shen, *et al.*, 2021). D'autre part, certains auteurs n'ont constaté aucune variation avec des températures de préchauffage comprises entre 150 et 200 °C, et des temps de fabrication plus faibles (Casati *et al.*, 2018; Cerri *et al.*, 2021; Hitzler, Janousch, *et al.*, 2017). Leurs études montrent même une diminution de la dureté entre le bas et le haut de la fabrication. Ainsi, la température de préchauffage et le nombre d'échantillons sur la plateforme jouent un rôle dans l'évolution de la dureté (Bosio, Shen, *et al.*, 2021).

L'évolution de l'énergie de rupture pour chaque configuration est représentée en fonction de la durée d'impression en Figure 102. Les trois éprouvettes X/Y et X/Z superposées sont représentées. Le graphique montre une augmentation des énergies de rupture lorsque la durée augmente. D'autre part, en se concentrant sur les points autour de 30 h, les effets de l'anisotropie de construction et des orientations d'entaille sont mis en évidence.

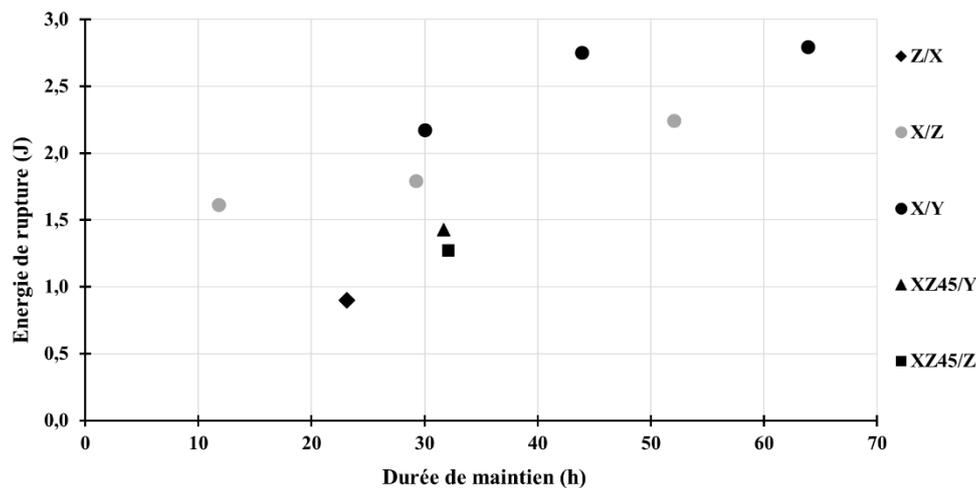


Figure 102 : Evolution de l'énergie de rupture en fonction de la durée de maintien pour différentes orientations de construction et d'entaille (Zone 2 ; Plateau 3).

La plateforme ayant été préchauffée et maintenue en température pendant toute la production : on suppose que l'évolution des propriétés mécaniques est due à un vieillissement *in situ* au cours de la fabrication.

Cette information a déjà été rapportée par Aversa et ses co-auteurs, avec différentes températures de fabrication (100, 140, 170 et 190 °C) (Aversa *et al.*, 2017). Ils ont conclu que le préchauffage à 100 °C entraînait un sous-vieillissement alors que celui à 190 °C engendrait un sur-vieillissement. De plus, Casati *et al.* ont conclu qu'une plateforme chauffée à 160 °C induisait un sur-vieillissement puisqu'une diminution de la dureté a été constatée après un traitement thermique direct, ce qui n'était pas le cas sans préchauffage (Casati *et al.*, 2018).

L'évolution de la microstructure en fonction de la hauteur (Figure 90) est une autre preuve de ce vieillissement *in situ*, puisque les zones relatives aux cellules et à la ZAT sont plus grandes et moins bien définies et qu'une précipitation intracellulaire est observée proche du

plateau (Casati *et al.*, 2018; Santos Macías *et al.*, 2020; Song *et al.*, 2022). Ce gradient microstructural est accompagné d'un gradient de solution solide (Tableau 48).

3.3.3. Evaluation de la température de maintien

Finalement, au vu des différents résultats obtenus pour des éprouvettes proches du plateau, une question peut se poser : la température de vieillissement *in situ* pourrait-elle être égale ou inférieure à 170 °C ? Pour y répondre, un échantillon prélevé sur les 10 derniers millimètres de fabrication a subi différents traitements thermiques à 170 °C. Les temps de traitement ont été choisis de manière à reproduire le traitement *in situ* de la production mais par vieillissement *ex situ*. Les traitements thermiques et les évaluations de dureté correspondantes ont été effectués par étapes. L'échantillon a d'abord subi un premier traitement, puis a été refroidi à l'air. Ensuite, sa dureté a été évaluée. Finalement, il a été réenfourné pour suivre le traitement sur le segment suivant. La courbe de vieillissement *ex situ* (Figure 103) présente un pic de dureté plus élevé et une décroissance plus forte après le pic que pour les courbes *in situ*. Les traitements de vieillissement artificiel effectués sur l'alliage AlSi10Mg à différentes températures ont révélé qu'une température de vieillissement plus basse entraîne un pic moins élevé et plus tardif en fonction du temps de vieillissement (Bosio, Fino, *et al.*, 2021; R. X. Li *et al.*, 2004; Myhr, 2001; Rometsch & Schaffer, 2002). Ensuite, Hitzler *et al.* ont effectué des mesures de température au cours de la production : lorsque la plateforme est préchauffée à 200 °C, la température est égale à 130 °C à 10 mm au-dessus de la plateforme (Hitzler, Janousch, *et al.*, 2017). Cela montre qu'un vieillissement *in situ* a bien eu lieu mais très certainement à une température inférieure à 170 °C. De plus, un vieillissement non isotherme est présent au cours de la production sur la hauteur de fabrication.

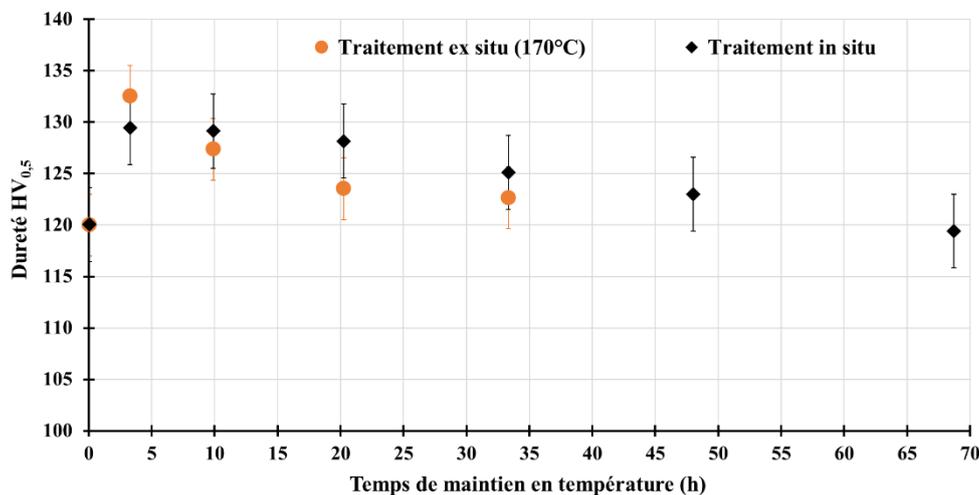


Figure 103 : Evolution de la dureté après un maintien en température *ex situ* (échantillon prélevé en haut de la fabrication en zone 3) et *in situ*.

3.3.4. Etude des transformations de phase (Temps – Température) *in situ*

La réponse mécanique du matériau, élaboré avec une température de plateau de 170 °C, diffère selon la hauteur à laquelle elle est évaluée quelle que soit la température de vieillissement direct (175, 200, 225 °C). Les valeurs de dureté des échantillons proches du plateau ne font que diminuer avec le temps alors que la dureté de ceux qui sont les plus éloignés

peut atteindre un maximum, dans le cas d'une température de vieillissement égale à 175 °C (Cerri & Ghio, 2022; Hitzler, Janousch, *et al.*, 2017). Une différence de potentiel de durcissement existe donc entre le haut et le bas d'une fabrication préchauffée.

Pour préciser ces observations, le comportement thermique de l'alliage a été étudié par analyse thermique différentielle (ATD). Les essais ont été menés sur des échantillons à l'état brut, prélevés tous les 10 mm sur une hauteur de 60 mm, mais aussi sur des échantillons après mise en solution (T4 et T6 : mise en solution à 540 °C pendant 8 h suivie d'une trempe à température ambiante, puis respectivement maturation et revenu à 170 °C pendant 6 h). Un coupon ATD, d'environ 50 mg, a ensuite été extrait de chaque échantillon. Les tests ont été réalisés sur un appareil SETARAM Instrument, selon un cycle thermique implémenté dans le logiciel Calisto SETSYS (chauffage à une vitesse de 5 °C/min jusqu'à 400 °C, puis maintien de 5 min, et enfin refroidissement avec une vitesse de 5 °C/min). Les essais sont effectués sous un flux d'Argon 4.5. Pour chaque signal enregistré, le nombre et la position des pics exothermiques ont été considérés. Les températures du sommet des pics sont examinées. Ces températures sont données avec une précision de ± 2 °C.

Dans le cas de l'alliage considéré, on cherche à mettre en évidence la séquence de précipitation de l'alliage en fonction de la hauteur. Les pics exothermiques et endothermiques sont respectivement la manifestation des transformations de précipitation et de dissolution. Il est alors possible de visualiser la présence ou non d'une transformation, sans la quantifier. Dans la littérature, il a été rapporté que les pics exo/endothémiques liés à la formation/dissolution des zones GP, β'' , β' et β se produisent autour de 100, 250, 300 et 500 °C (Andersen *et al.*, 1998; Daoudi *et al.*, 2010; Doan *et al.*, 2000; Edwards *et al.*, 1998; Matsuda *et al.*, 1999; X. Wang *et al.*, 2006).

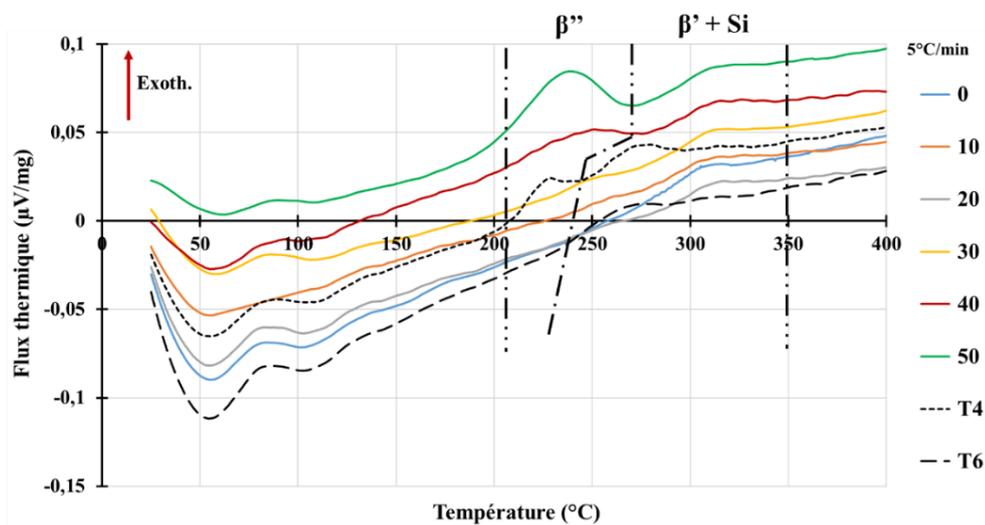


Figure 104 : Courbes d'analyse thermique différentielle (ATD) à différentes hauteurs de fabrication (Zone 2) et pour des échantillons traités T4 et T6 (Plateau 3).

La courbe ATD de l'échantillon traité T4 présente un pic endothermique et deux pics exothermiques : 80, 225, et 270 °C (Figure 104). Les deux premiers pics sont respectivement attribués à la dissolution d'amas d'atomes et à la formation de la phase de renforcement β'' (Daoudi *et al.*, 2010). Pour les courbes des échantillons traités T6, le pic de β'' n'apparaît plus, ce qui est cohérent puisque ce traitement vise à faire précipiter cette phase. Le troisième pic de

la courbe de l'échantillon T4 et le deuxième de la courbe T6 sont associés à la précipitation de β' . Une légère différence est observée dans la position du pic de β' entre les traitements T4 et T6. L'histoire thermique de l'échantillon avant l'analyse ATD (trempé à l'eau ou vieilli au pic de dureté) peut modifier la séquence de précipitation en favorisant la précipitation de β' si la séquence de précipitation est déjà initiée (Asghar *et al.*, 2020; Padovano *et al.*, 2020).

Les courbes, tracées pour les différentes hauteurs, présentent globalement le même comportement, mais ne traduisent pas la même séquence de précipitation (Figure 104). En effet, les courbes pour les 20 derniers millimètres montrent deux pics exothermiques de précipitation contre un pour les hauteurs inférieures. Les courbes des 20 derniers millimètres peuvent être assimilées à un traitement thermique T4, alors que les autres hauteurs présentent des courbes proches de la courbe T6. Ainsi, le préchauffage de la plateforme à 170 °C conduit à un gradient de séquence de précipitation sur la hauteur de fabrication.

Hauteur (mm) / Traitement thermique	T β'' (°C)	T $\beta'+Si$ (°C)
0	-	305
10	-	306
20	-	312
30	-	311
40	241	313
50	236	311
T4	227	272
T6	-	265

Tableau 53 : Températures des pics de précipitation en fonction de la distance à la plateforme et du traitement thermique (Zone 2 ; Plateau 3).

Les pics des échantillons bruts sont décalés vers des températures plus élevées (Tableau 53) par rapport aux traitements T4 et T6, mais sont en accord avec la littérature pour des échantillons bruts, notamment pour le pic autour de 240 °C (Asghar *et al.*, 2020; Fiocchi *et al.*, 2017; Padovano *et al.*, 2020). Ce pic correspond à la précipitation de β'' . Le décalage a été attribué à la microstructure cellulaire très fine du matériau à l'état brut, qui influence le processus de diffusion (Padovano *et al.*, 2020).

Après fabrication, la concentration en silicium est au-dessus de la limite de solubilité. Cette solution solide sursaturée est une source pour la précipitation par l'activation des phénomènes diffusifs au cours de traitements thermiques. Il a été démontré que l'état de sursaturation de la solution solide varie en fonction de la distance à la plateforme : la solubilité du Si dans la matrice d'Al augmente le long de la hauteur de fabrication, et des précipités de Mg₂Si ont été trouvés à la base de la production dans un état non traité (Figure 92 et (Fite *et al.*, 2020; Ma *et al.*, 2014; Maamoun *et al.*, 2018)). Cela signifie qu'un préchauffage à 170 °C permet la formation d'une solution solide sursaturée en haut avec un potentiel de durcissement et qu'en bas, il existe une solution solide sur-vieillie sans potentiel de durcissement supplémentaire par β'' . Ces résultats sont cohérents avec les conclusions observées dans la littérature, notamment sur la recherche de potentiel de durcissement pour des fabrications préchauffées et non préchauffées (Aversa *et al.*, 2017; Casati *et al.*, 2018).

Le dernier pic enregistré vers 310 °C a pu être assimilé à β' (Daoudi *et al.*, 2010; M. Liu *et al.*, 2015). Plus récemment, ce pic a été analysé par Fiocchi *et al.* par DSC sur la base de l'énergie d'activation (Fiocchi *et al.*, 2017). L'énergie calculée est de l'ordre de grandeur de celui de l'énergie de diffusion de Si dans Al. Les auteurs ont donc attribué ce pic à la précipitation de Si (rupture du réseau de Si et sphéroïdisation). D'autres auteurs ont attribué ce pic à la superposition de deux phénomènes : la précipitation de β' et la précipitation/sphéroïdisation de Si (Fiocchi *et al.*, 2020; Girelli, Tocci, *et al.*, 2019). Comme pour le pic de précipitation de β'' , on peut supposer que le pic de β' a pu se décaler vers des températures plus élevées. De plus, puisque la solution solide sursaturée favorise la précipitation de Si par une force motrice plus élevée et que les limites des cellules agissent comme des sites de nucléation, la précipitation de Si pourrait se produire à des températures plus basses (Casati & Vedani, 2018b). Ainsi, le pic de précipitation de Si pourrait se superposer à la précipitation de β' , d'autant plus avec une température de préchauffage plus élevée que dans d'autres études (Fiocchi *et al.*, 2017, 2020; Padovano *et al.*, 2020). Enfin, pour conclure, ce dernier pic enregistré autour de 310 °C peut être associé aux précipitations de β' et de Si. Cela a été confirmé par deux traitements thermiques différents : un chauffage à 5 °C/min jusqu'à 230 °C et 320 °C suivis d'une trempe à l'eau. Ces deux traitements ont été effectués dans une étuve dont la température est contrôlée par un thermocouple de charge, situé au centre de celle-ci et l'échantillon traité est positionné juste à proximité de ce thermocouple. La vitesse de chauffage et les deux températures ont été choisies pour examiner les microstructures aux pics de précipitation selon les suppositions faites à partir des signaux ATD. La microstructure obtenue pour une montée jusqu'à 230 °C (Figure 105) ne présente pas de modification de la structure cellulaire. Dans le cas d'un chauffage jusqu'à 320 °C, le réseau cellulaire n'est plus continu. Les caractérisations microstructurales sont appuyées par une analyse par DRX (Figure 106) qui montrent une augmentation de l'intensité des pics de silicium, notamment le premier Si(111).

Ainsi un gradient de potentiel de durcissement existe sur la hauteur de fabrication. En le couplant à l'évolution de la dureté en fonction de la hauteur de fabrication, un gradient de renforcement apparaît pour une fabrication préchauffée à 170 °C. Les mécanismes de durcissement évoluent de bas en haut comme suit : structure cellulaire réduite associée à une précipitation sur-vieillie, structure cellulaire avec précipitation durcissante (pic de dureté), et structure cellulaire plus fine associée au renforcement de la solution solide.

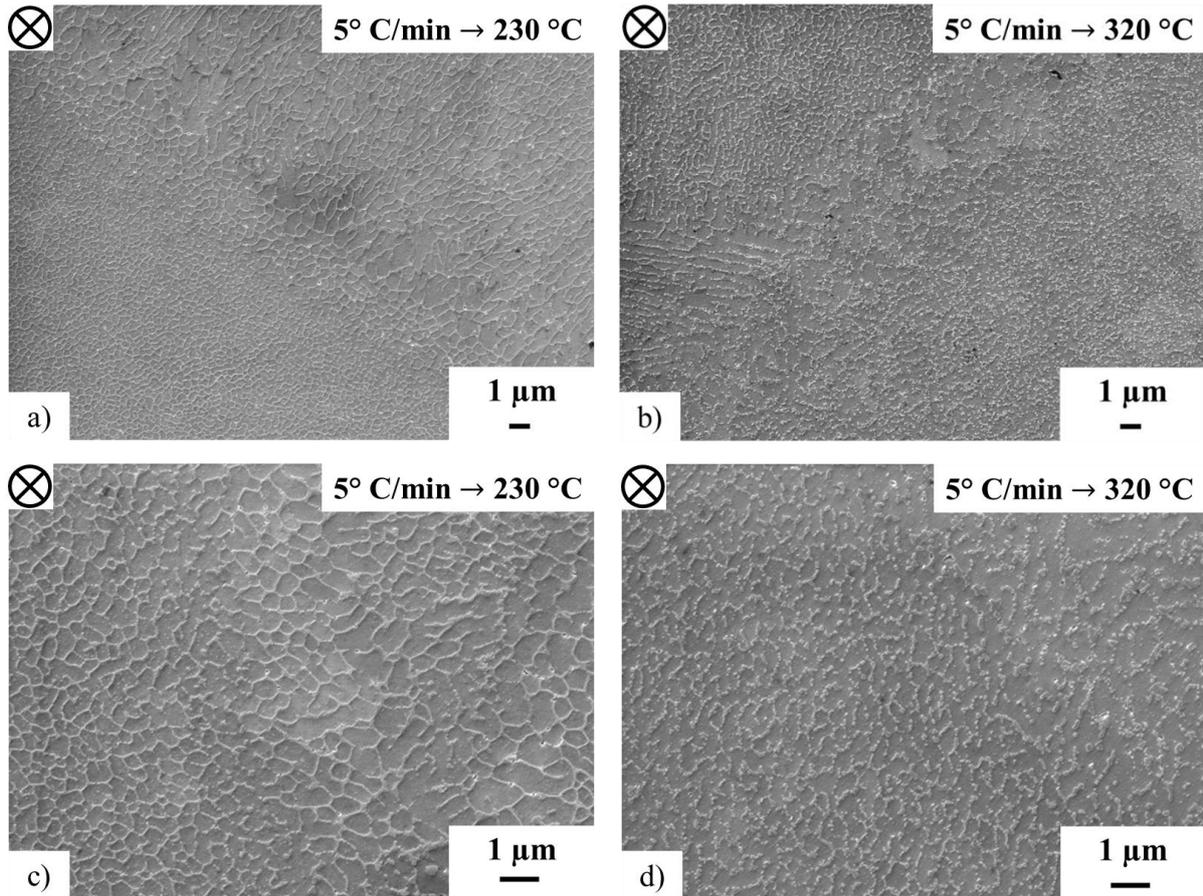


Figure 105 : Microstructures obtenues après une montée en température à 5 °C/min jusqu'à : a – c) 230 °C et b – d) 320 °C, suivie d'une trempe à l'eau (Sections XY ; Echantillons Plateau 1).
 a et b : × 10000, 15 kV, WD = 11,5 et 10,5 mm, électrons secondaires
 c et d : × 20000, 15 kV, WD = 11,5 et 10,5 mm, électrons secondaires

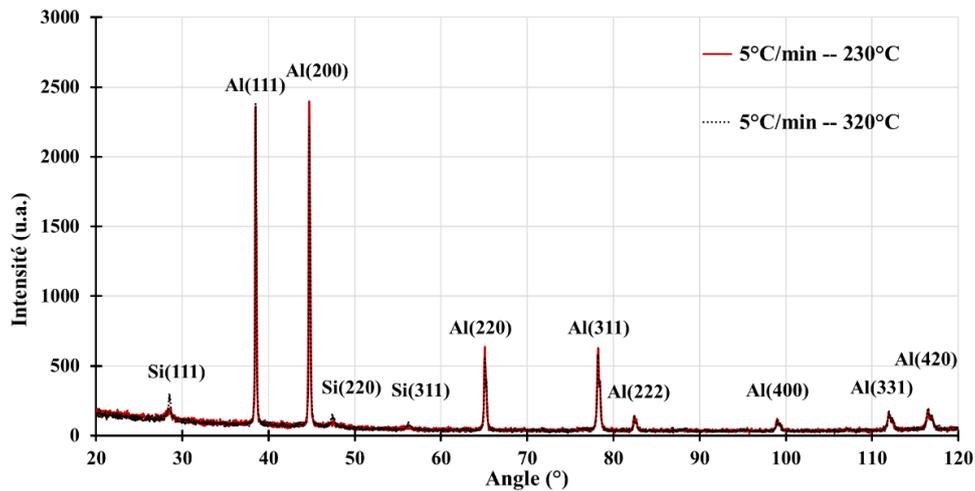


Figure 106 : Diffractogrammes et plans diffractants associés à chaque pic, pour les deux montées en température (Section XY). Diffractomètre Philips SW X'Pert (1,5405980 Å, 40 V, 50 mA, pas 0,025°, détecteur PSD). Logiciel X'Pert High Score.

Le Tableau 54 regroupe les températures des différents pics pour une zone latérale du plateau préchauffé. Le pic de précipitation de β'' est visible à une hauteur 10 mm plus basse par

rapport à la zone centrale. En revanche, les températures de transformation ne sont pas modifiées. Cela suppose donc que l'état de sursaturation à hauteur fixée dépend de la position des pièces sur la plateforme. Ceci pourrait expliquer les différences de dureté HV_{0,5} entre les zones centrales et latérales observées sur la Figure 101. Un léger gradient microstructural existe donc à hauteur fixée sur la plateforme.

Hauteur (mm) / Traitement thermique	T β'' (°C)	T $\beta'+Si$ (°C)
0	-	307
10	-	305
20	-	309
30	237	308
40	236	312
50	232	311
T4	226	266
T6	-	267

Tableau 54 : Températures des pics de précipitation en fonction de la distance à la plateforme et du traitement thermique (Zone 4 ; Plateau 3).

3.3.5. Comparaison avec une plateforme non préchauffée

Lorsque la plateforme n'est pas préchauffée, les pics de précipitation de β'' et de $\beta'+Si$ sont présents sur toute la hauteur de fabrication et indépendamment de la zone de fabrication considérée (Figure 107). De plus, les températures de transformation de phases sont elles aussi indépendantes de la hauteur et de la position (Tableau 55). Ainsi, aucun gradient n'existe au sein de la production.

D'autre part, les températures de précipitation de β'' sont inférieures de 10 °C par rapport à celles obtenues pour le plateau préchauffé et sont identiques à celle du matériau après mise en solution et trempe. Pour les températures de précipitation de $\beta'+Si$, elles sont également inférieures de 10 °C par rapport à celles obtenues pour le plateau préchauffé mais sont supérieures à celle du matériau T4 de 30 °C. Ainsi, dans ce cas, le refroidissement rapide du matériau engendre une solution solide sursaturée qui permettra la précipitation de β'' dans les mêmes conditions qu'après une trempe mais la précipitation de β' est retardée par la précipitation conjointe du silicium. Cette dernière n'a *a priori* pas lieu dans l'état T4 et décale donc le pic vers les hautes températures. Il est possible que l'état de sursaturation soit plus important sur toute la hauteur de fabrication lorsque le plateau n'est pas chauffé, notamment car la température maximale atteinte à la base du plateau n'est que de 60 °C. Cette température ne semble pas suffisante pour amorcer un vieillissement suffisamment important.

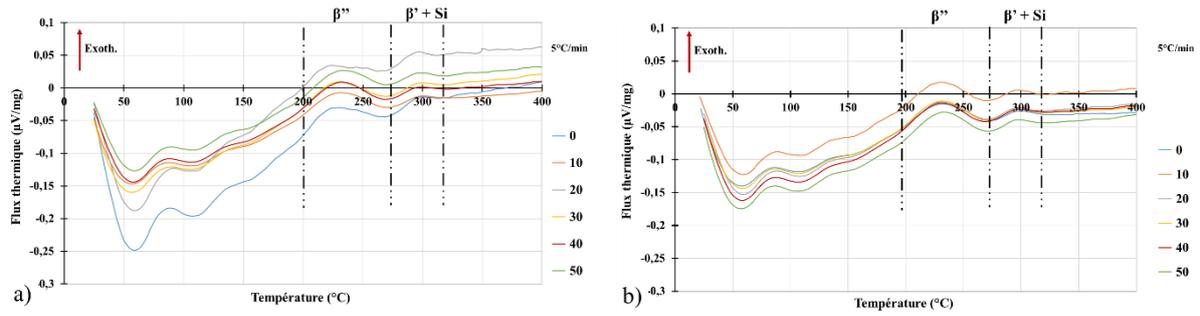


Figure 107 : Courbes d'analyse thermique différentielle (ATD) à différentes hauteurs de fabrication a) zone centrale et b) zone latérale (Plateau 1).

Hauteur (mm)	T β'' (°C)		T $\beta'+Si$ (°C)	
	Zone centrale	Zone latérale	Zone centrale	Zone latérale
0				
10	224	230	296	296
20	229	231	297	296
30	221	229	295	296
40	226	230	296	296
50	229	229	295	295
60	230	231	296	296

Tableau 55 : Températures des pics de précipitation en fonction de la distance à la plateforme. Zones centrale et latérale ; Plateau 1

3.3.6. Synthèse

Lorsque la plateforme est préchauffée à 170 °C, des gradients microstructuraux et mécaniques existent entre le bas et le haut de la fabrication. En se rapprochant de la plateforme, le taux de sursaturation de la solution solide diminue, le réseau cellulaire tend à se dissocier et des précipités intracellulaires riches en silicium se forment. L'évolution de la dureté en fonction du temps présente l'aspect d'une courbe de vieillissement. Un gradient de potentiel de durcissement est également observé sur la hauteur. Ainsi, un vieillissement *in situ* apparaît sur la hauteur au cours de la fabrication : le matériau est sur-vieilli à la base.

D'un point de vue potentiel de durcissement, de légères différences sont également observées entre les zones de fabrication. Un double gradient de renforcement est donc rencontré et suppose l'existence d'un double gradient thermique : un sur la hauteur, un autre dans le plan de fabrication.

Les mécanismes de durcissement évoluent de bas en haut comme suit : structure cellulaire réduite associée à une précipitation sur-vieillie, structure cellulaire avec précipitation durcissante (pic de dureté), et structure cellulaire plus fine associée au renforcement par solution solide saturée.

3.4. Synthèse sur l'influence du préchauffage

Une anisotropie microstructurale et mécanique persiste après fabrication sur une plateforme préchauffée. De plus, une variation de dureté existe entre les zones situées au centre et les zones latérales, mais cette différence est très peu marquée en traction et en résilience.

Un gradient de propriétés est observé sur la hauteur de fabrication. En bas d'une production, la microstructure est constituée de cellules plus larges et d'une précipitation intracellulaire. Le potentiel de durcissement est réduit. Les valeurs de dureté et de limite d'élasticité sont faibles, mais l'énergie de rupture est plus élevée. Au contraire, en haut de la fabrication, les cellules possèdent les mêmes tailles que lors d'une production sans préchauffage et un potentiel de durcissement complet. Le matériau est plus dur, et moins résilient. L'évolution de la dureté et de la séquence de précipitation en fonction de la hauteur montre qu'un traitement de vieillissement se produit au cours de la fabrication.

Enfin, l'évolution de la limite d'élasticité obtenue entre une plateforme préchauffée et une plateforme non préchauffée peut s'expliquer ainsi :

- Pour les éprouvettes horizontales, le matériau est sur-vieilli sur tout le volume de l'éprouvette car elles sont situées directement sur la plateforme. La structure cellulaire est alors un obstacle plus facile à franchir par les dislocations, et la limite d'élasticité baisse ;
- Pour les éprouvettes verticales, l'augmentation de la limite d'élasticité est la manifestation du gradient de précipitation *in situ*. La partie utile est située entre 14 et 36 mm de hauteur. Cet intervalle est situé sur le plateau de dureté HV_{0,5} en fonction du temps de fabrication restant (Figure 101).

4. Influence des post-traitements thermiques

4.1. Propriétés microstructurales

Dans cette section, un traitement thermique permettant d'augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage élaboré par L-PBF est recherché. La réponse du matériau est suivie grâce à l'évolution de sa dureté en fonction des différents couples « temps – température » comme cela est généralement réalisé dans la littérature. Dans le cas des alliages d'aluminium à durcissement structural, il s'avère que l'augmentation de la dureté est souvent liée à l'augmentation des propriétés en traction. Les analyses thermiques (ATD) ayant montré qu'il existait un potentiel de précipitation pour l'alliage imprimé, il s'agira de comprendre l'effet de différents traitements sur cette précipitation et les valeurs mécaniques associées.

4.1.1. Influence des traitements T4 et T6

En premier lieu, le traitement thermique conventionnel (mise en solution – trempe – revenu) de l'alliage est étudié pour comparer les différences de comportement entre l'alliage imprimé et l'alliage de fonderie.

- **Evolution de la dureté**

Le traitement conventionnel de l'alliage AlSi10Mg élaboré par fonderie se compose d'une mise en solution à 540 °C de 6 à 10 h, d'une trempe l'eau et d'un revenu à 160 - 170 °C de 6 à 10 h. L'état T4 est l'état trempé et mûré (maturation de plusieurs jours). L'état T6 est le traitement complet. Le revenu a été effectué juste après le refroidissement de l'alliage. Deux temps de mise en solution ont été considérés : 8 h pour être dans le cas du traitement

conventionnel et 2 h en raison de la faible dimension des pièces. Un seul temps de revenu est considéré, 6 h, pour une température de maintien de 170 °C.

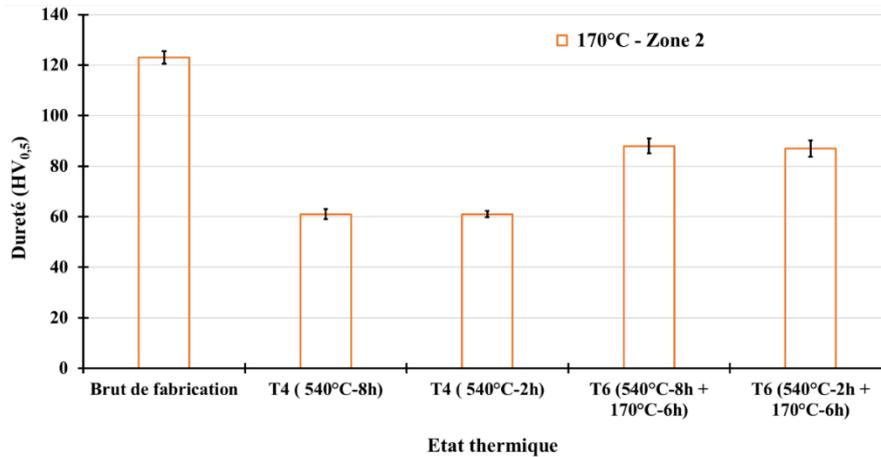


Figure 108 : Evolution de la dureté HV_{0,5} en fonction des traitements T4 et T6 (Section XY ; Plateau 3).

Les analyses thermiques et l'estimation de la quantité d'éléments en solution solide ayant montré une différence de potentiel de durcissement sur la hauteur de fabrication, seuls les 10 derniers mm de matière issus de la fabrication 3 (plateforme préchauffée) ont été utilisés pour effectuer l'étude des traitements de mise en solution.

Les résultats sont présentés Figure 108. Le traitement T4 donne une dureté égale à 60 HV_{0,5} soit la moitié de celle à l'état brut de fabrication. Cette dureté est obtenue quel que soit le temps de maintien. Le traitement T6 permet une augmentation de la dureté de 30 HV_{0,5} par rapport à l'état T4. Ces valeurs obtenues après traitements T4 et T6 sont cohérentes avec les valeurs usuelles obtenues sur l'alliage de fonderie (ASM Handbook) et celles pour des alliages AlSi10Mg élaborés par L-PBF (Aboulkhair *et al.*, 2015; Fousová *et al.*, 2018; Girelli, Tocci, *et al.*, 2019; Takata *et al.*, 2017). L'augmentation de dureté au cours du revenu est notamment due à la précipitation de composés Mg₂Si et Si. L'état T6 présente, néanmoins, davantage de dispersion dans les données relevées dans la littérature. La valeur obtenue ici est légèrement plus basse.

En raison des modifications microstructurales importantes qui seront présentées au paragraphe suivant, il a été considéré non nécessaire d'évaluer la dureté selon le plan XZ. Enfin, les résultats sont identiques quelle que soit la température de préchauffage de la plateforme et par conséquent quelle que soit la hauteur de fabrication.

• Evolutions microstructurales

Après le traitement de mise en solution, les bains de fusion ne sont plus distinguables (Figure 109 – a et b). Les frontières des cellules riches en silicium se désagrègent pour former des cristallites de silicium au sein de la matrice. La taille (diamètre équivalent) des cristallites est d'environ $1,0 \pm 0,6 \mu\text{m}$. Cette taille est cohérente avec celle mesurée par certains auteurs (Ceri & Ghio, 2022; Girelli, Tocci, *et al.*, 2019). Des particules sous forme d'aiguille (Figure 109 – d, particules blanches) riches en fer se forment également (Figure 109 – c et d) (Yang, Rometsch, *et al.*, 2018). Ces particules peuvent être sous la forme Al₅FeSi (Casati *et al.*, 2021). Ainsi, la mise en solution, indépendamment de l'état initial du matériau imprimé, permet de

revenir à une structure connue, c'est-à-dire sans cellules et présentant des cristallites de silicium au sein de la matrice (Girelli, Tocci, *et al.*, 2019). Néanmoins, la trempe à l'eau étant sévère, il n'est pas rare de constater la déformation des pièces après refroidissement rapide. Les propriétés du matériau final sont donc connues, mais la mise en place des traitements peut être plus complexe.

Les spectres de diffraction après les traitements T4 et T6 présentent des pics relatifs à la phase silicium ; ils sont plus nombreux et d'intensité plus élevée que ceux correspondant à l'état brut de fabrication (Figure 110). La phase de silicium est donc davantage présente dans les états traités en raison de la diffusion qui permet la formation des cristallites.

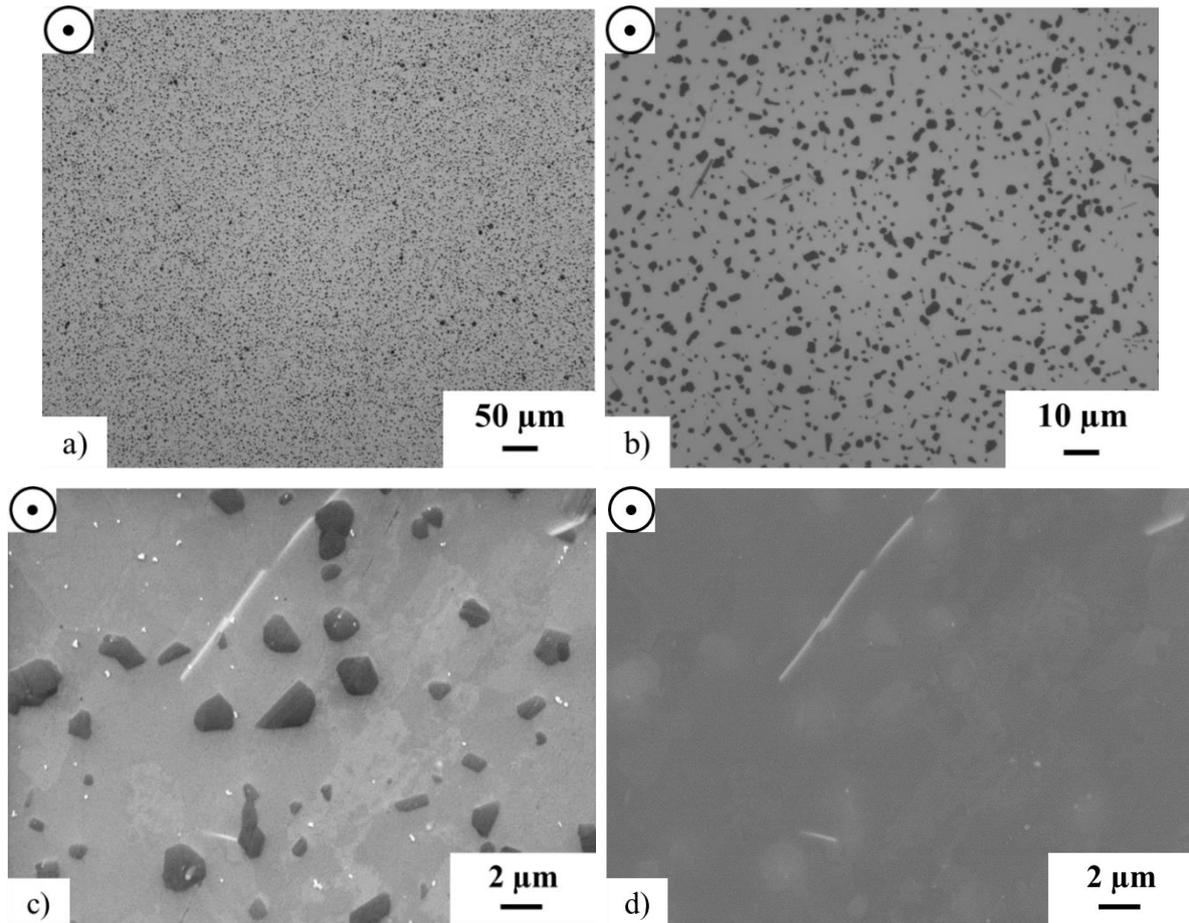


Figure 109 : Microstructures obtenues après traitements thermiques T4 (540°C-2h + trempe eau) (Section XY).
a et b : MO, $\times 100$ et $\times 500$
c et d : MEB, $\times 10000$, 15 kV, WD = 12,5, électrons secondaires et rétrodiffusés respectivement

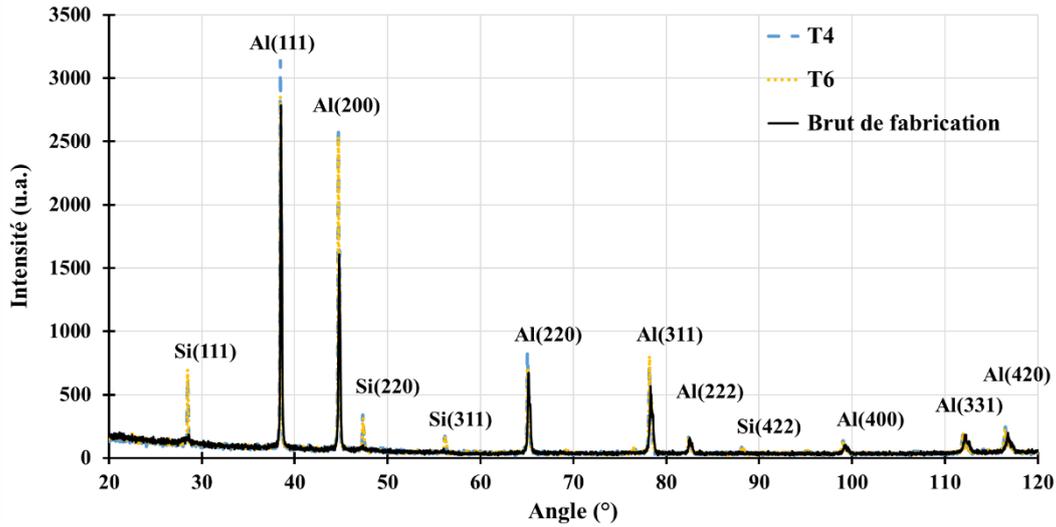


Figure 110 : Diffractogrammes et plans diffractants associés à chaque pic pour les états brut de fabrication, T4 et T6 (Section XY).

4.1.2. Influence des traitements T5

- Evolution de la dureté

Les traitements T4 et T6 ne permettant pas d'augmenter la dureté du matériau par rapport à l'état brut de fabrication, une autre piste est envisagée pour l'accroître : utiliser l'état de sursaturation de la solution solide. Dans ce cas, un vieillissement post-fabrication à la température de revenu a été étudié. Lorsque la plateforme n'est pas préchauffée, la dureté et les températures de précipitation sont constantes sur la hauteur de fabrication. Les essais de vieillissement ont donc été menés sur des échantillons du plateau non préchauffé, et dans les plans XY et XZ (Figure 111). Au cours du vieillissement, la dureté augmente dans les deux sections jusqu'à atteindre un plateau de dureté entre 3 et 6 h de maintien, avec un pic à 4 h. Les duretés maximales obtenues sont de 145 ± 5 et 143 ± 3 HV_{0,5}, respectivement dans les plans XY et XZ. Ces valeurs correspondent donc à une augmentation de 15 et de 30 HV_{0,5}. Les valeurs maximales obtenues sont cohérentes avec celles relevées dans la littérature pour le même type de traitement (Casati *et al.*, 2018; Casati & Vedani, 2018b; Fousová *et al.*, 2018).

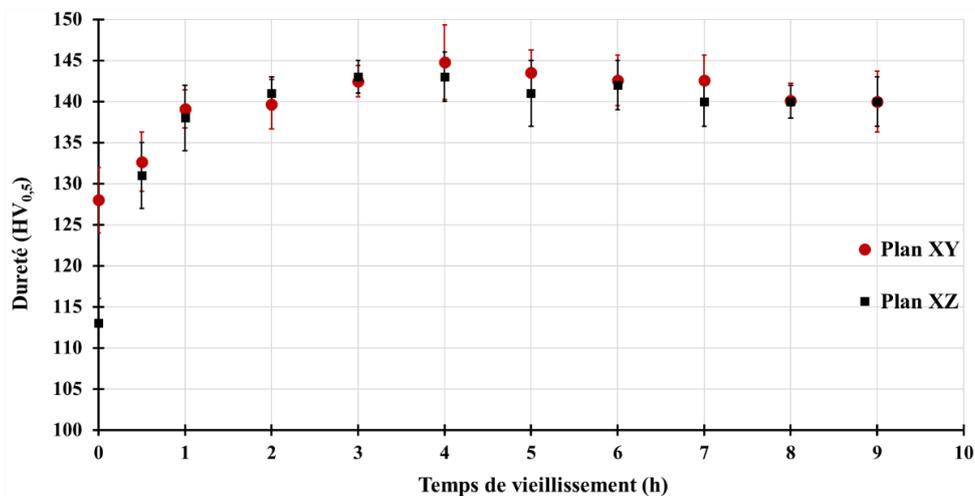


Figure 111 : Evolution de la dureté HV_{0,5} en fonction du temps de maintien à 160 °C (Echantillon Plateau 1).

- **Evolutions microstructurales**

Les bains de fusion sont toujours présents après ce traitement thermique à 160 °C pendant 4 h. Le réseau cellulaire est lui aussi toujours présent après ce vieillissement (Figure 112 – a). Des particules supplémentaires apparaissent à l'intérieur des cellules (Figure 112 – b). Ces particules sont probablement riches en silicium en raison du réarrangement des particules au cours du maintien. Cependant, des études MET, menées par Casati *et al.*, ont montré l'existence d'une précipitation abondante de particules en forme de latte avec une longueur moyenne d'environ 20 nm (Casati *et al.*, 2021). Ces particules sont distribuées de manière homogène au sein de la cellule d'aluminium et sont alignées selon la direction $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$. Ces dernières correspondent aux précipités β'' - Mg_2Si , responsables de l'augmentation de dureté (Andersen *et al.*, 1998; Casati *et al.*, 2021). La solution solide sursaturée à l'état brut de fabrication donne lieu à une précipitation durcissante par vieillissement artificiel, tout en conservant le réseau cellulaire formé lors de la solidification. La précipitation homogène au cours du revenu permet d'obtenir le durcissement maximum, de manière homogène dans le volume.

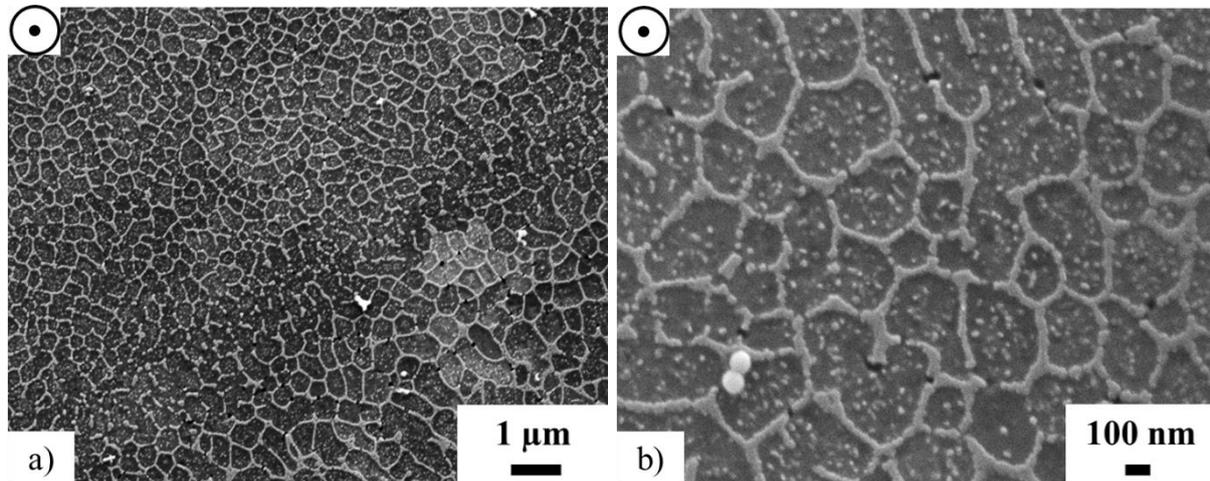


Figure 112 : Microstructures obtenues après traitement thermique T5 (160 °C – 4 h) (Section XY).

a : $\times 10000$, 15 kV, WD = 9,9 mm, électrons secondaires

b : $\times 50000$, 10 kV, WD = 10 mm, électrons secondaires

4.1.3. Synthèse

Les traitements à haute température (T4 et T6) permettent de déstructurer le réseau cellulaire obtenu par L-PBF et ainsi revenir vers une structure plus conventionnelle de fonderie. A l'état T4, le durcissement est fourni par solution solide sursaturée en Si et Mg, précipitation de Si, et écrouissage. Après revenu, la précipitation de Mg_2Si apporte un durcissement supplémentaire qui permet l'augmentation de dureté constatée.

Le vieillissement simple après fabrication donne les valeurs de dureté les plus élevées. Celles-ci ne dépendent pas du plan considéré. Au cours du palier à 160 °C, la précipitation Mg_2Si se produit et engendre un accroissement de dureté. Néanmoins cette augmentation est plus réduite qu'après une mise en solution (seulement 20 HV en moyenne contre 30 HV après un traitement T6). Le durcissement de l'alliage à l'état T5 est donc assuré en majeure partie par la structure cellulaire, auquel s'ajoute la précipitation de Mg_2Si .

Une synthèse de l'évolution de la dureté en fonction des différents traitements thermiques réalisés est présentée en Figure 113. Pour chaque traitement, les valeurs de dureté (au moins 50 indents par condition ; les états T4, T6 et brut présentent une rupture de pente en raison de quelques valeurs de dureté éloignées des valeurs moyennes) sont représentées sous forme de loi normale. L'état brut de fabrication est celui issu d'une fabrication non préchauffée, qui sera pour la suite l'état de référence avant tout traitement thermique.

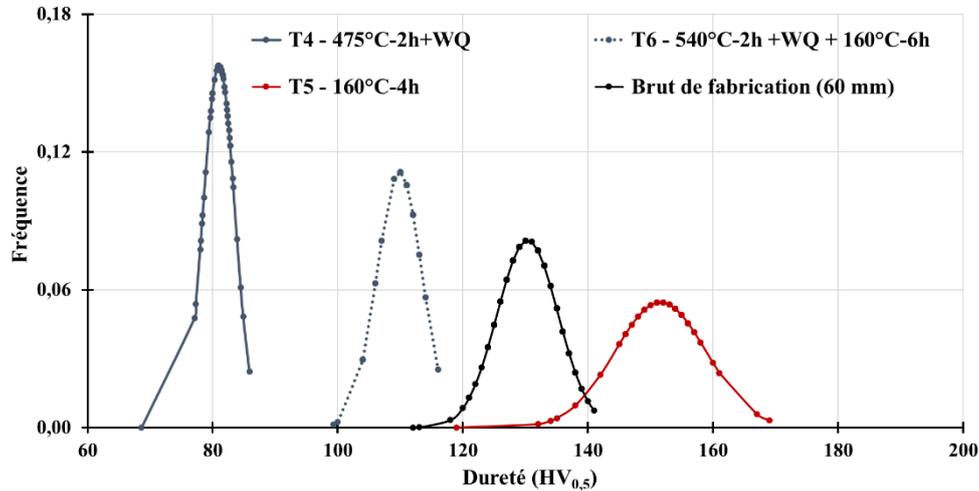


Figure 113 : Distribution des valeurs de dureté en fonction des différents traitements thermiques appliqués et comparaison avec l'état brut de fabrication (Section XY).

4.2. Propriétés mécaniques

4.2.1. Propriétés en traction

Les essais de traction ont été réalisés dans les mêmes conditions opératoires et sur le même type d'éprouvettes qu'à l'état brut de fabrication. Les résultats sont présentés dans le Tableau 56 et les courbes sont tracées en Figure 114. Comme pour les conditions précédentes aucune striction n'a été remarquée. Les éprouvettes horizontales présentent la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement à rupture les plus élevés. L'anisotropie des propriétés en traction uni-axiale persiste. Les valeurs obtenues sont supérieures à celles relevées dans la littérature (Casati & Vedani, 2018b; Fousová *et al.*, 2018; Vanzetti *et al.*, 2021)

Par rapport aux valeurs obtenues à l'état brut, une évolution des propriétés est notée. Pour les éprouvettes horizontales et verticales, la limite d'élasticité est plus élevée, la résistance mécanique et l'allongement à rupture sont plutôt constants. Le traitement T5, qui engendre la précipitation de Mg₂Si, induit donc bien une augmentation de la limite d'élasticité. L'augmentation de celle-ci est plus importante pour les éprouvettes verticales qu'horizontales.

De la même manière que précédemment, le faciès de rupture confirme l'absence de striction et de très fines structures sont observées (Figure 115).

Orientation	Rp _{0,2%} (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)
X – Horizontal	330 ± 6	470 ± 2	9 ± 2	70 ± 3
Z – Vertical	305 ± 6	430 ± 28	5 ± 2	74 ± 13

Tableau 56 : Grandeurs caractéristiques moyennes de traction obtenues pour chaque orientation de construction considérée (Plateau 2) ; Etat T5.

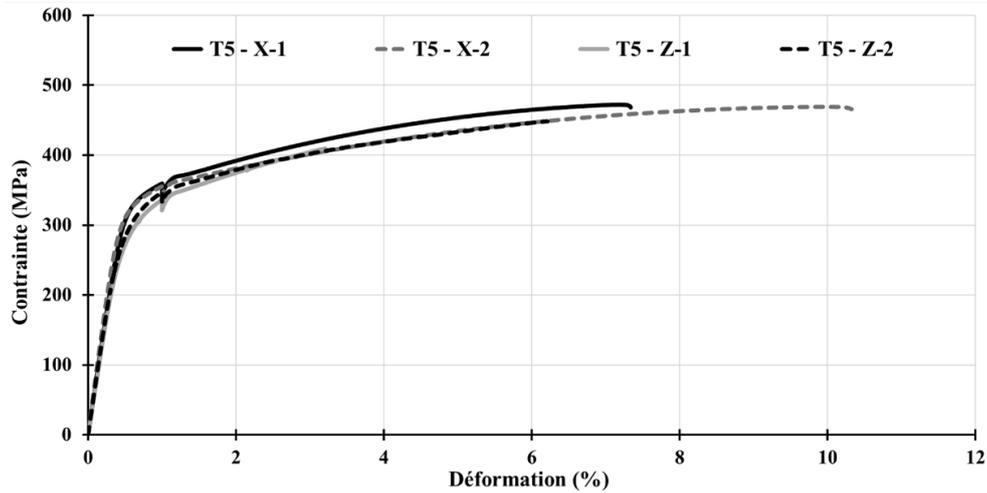


Figure 114 : Courbes conventionnelles de traction en fonction des différentes orientations de construction considérées (Plateau 2) ; Etat T5.

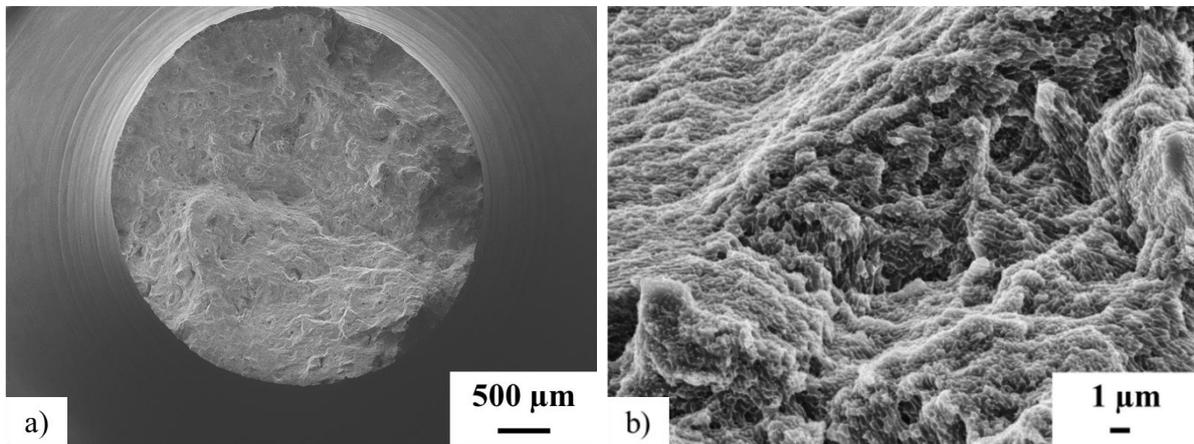


Figure 115 : Faciès de rupture d'une éprouvette horizontale X dans l'état T5.

a : MEB, × 50, 10 kV, 17,5 mm, électrons secondaires

b : MEB, × 10000, 10 kV, 17,5 mm, électrons secondaires

4.2.2. Résilience

Pour ce qui est de l'orientation de fabrication, comme pour les configurations précédentes, les éprouvettes orientées horizontalement (X/Z et X/Y) et verticalement (Z/X) présentent respectivement les énergies de rupture les plus élevées et les plus faibles. Pour ce qui est de l'influence de l'orientation de l'entaille : l'énergie de rupture est supérieure lorsque l'entaille est orientée selon X. Ainsi, la hiérarchie établie pour les deux premiers cas de figure est conservée après traitement thermique. Les mécanismes de rupture ne sont pas modifiés. Cependant, les énergies sont inférieures pour le matériau traité thermiquement, quelle que soit

la configuration. La réduction des énergies de rupture est attribuée à la précipitation durcissante. Ce même effet est observé sur des matériaux recuits et traités T6, où les seconds présentent une réduction de l'énergie de rupture après revenu (Giovagnoli *et al.*, 2022; I. Rosenthal *et al.*, 2018).

Orientation	Z/X	X/Z	X/Y
Energie de rupture (J)	$0,86 \pm 0,01$	$1,42 \pm 0,05$	$1,62 \pm 0,05$

Tableau 57 : Energie de rupture moyenne pour chaque orientation de construction et d'entaille considérée (Plateau 2) ; Etat T5.

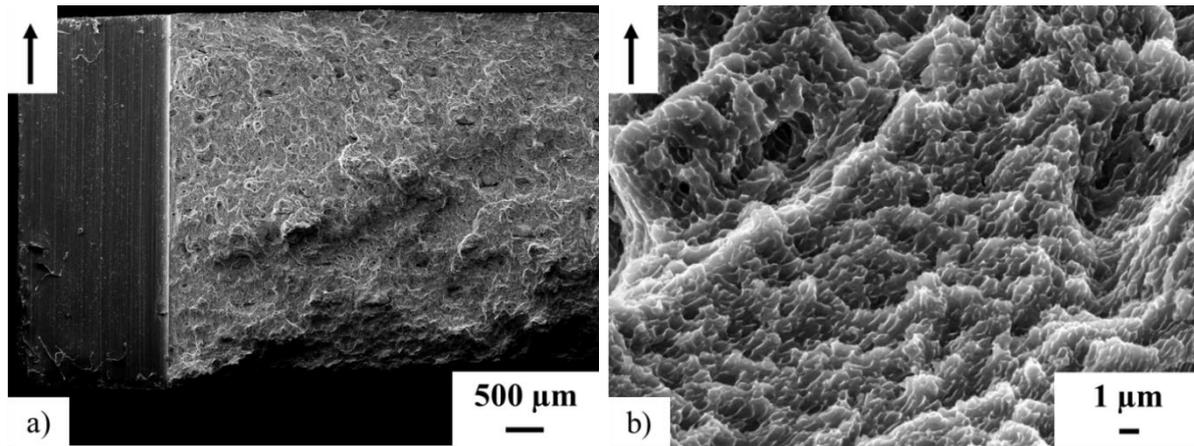


Figure 116 : Faciès de rupture d'une éprouvette X/Y dans l'état T5.

a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 24,5 mm, électrons secondaires

b : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 24,5 mm, électrons secondaires

Le faciès de rupture sont plutôt plans bien que présentant quelques protubérances. De très fines structures sont visibles à fort grandissement. Ces dernières sont orientées dans le sens de fabrication et sont de taille inférieure au micromètre. Une structure sous forme demi-elliptique est visible à fort grandissement (Figure 116), c'est probablement la trace d'un bain de fusion rompu lors de la propagation de la fissure.

4.2.3. Ténacité

Les essais de ténacité ont été effectués dans les mêmes conditions opératoires que précédemment. Le traitement T5 a été réalisé avant l'usinage des éprouvettes, conformément aux exigences de la norme. La forme des courbes de traction (Figure 117) dépend des orientations de fabrication et d'entaille tout comme la valeur de l'effort maximal : $XY/Y > Z/Z > X/Y$. Les valeurs de P_Q et de K_Q obtenues présentent la même hiérarchie en fonction des différentes orientations (Tableau 58). En comparaison avec l'état brut de fabrication, les éprouvettes XY/Y possèdent toujours les valeurs de P_Q et de K_Q les plus élevées. Une différence entre les orientations X/Y et Z/Z apparait après traitement thermique. La valeur de K_Q semble constante pour les éprouvettes XY/Y et Z/Z entre les deux états thermiques, alors qu'elle diminue pour les éprouvettes X/Y après traitement T5.

Pour la transformation du facteur d'intensité de contrainte K_Q en K_{IC} , les exigences ne sont pas vérifiées pour les orientations XY/Y et Z/Z, mais elles le sont pour X/Y. Les valeurs de K_Q dépendent donc de la taille des éprouvettes pour les deux premières orientations, mais pas pour la dernière. Cependant, on ne qualifiera pas la ténacité K_Q comme K_{IC} pour l'orientation X/Y en raison d'une préfissuration ne respectant pas strictement les exigences de la norme (certaines mesures de la taille de la fissure s'écartent de plus de 5 % par rapport à la valeur moyenne).

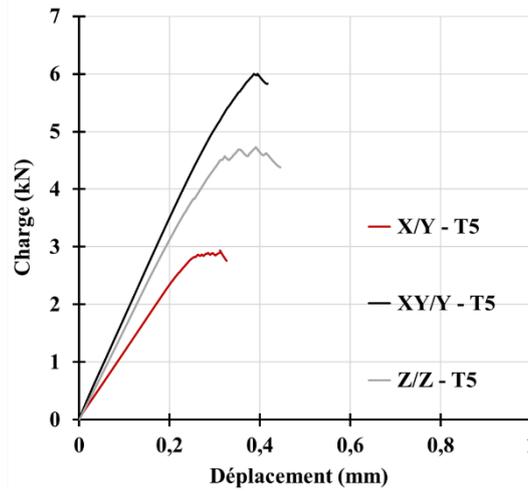


Figure 117 : Courbes charge – déplacement obtenues pour différentes orientations de fabrication et de fissuration (Plateau 2) ; Etat T5.

Orientation	P_Q (kN)	P_{max} (kN)	P_{max} / P_Q	K_Q (MPa \sqrt{m})	$2,5 \times (K_Q/Rp_{0,2\%})^2$ (mm)
X/Y	$3,0 \pm 0,3$	$3,1 \pm 0,3$	$1,0 \pm 0,1$	$16,2 \pm 0,3$	$7,04 \pm 0,3$
XY/Y	$5,0 \pm 0,5$	$5,7 \pm 0,3$	$1,2 \pm 0,1$	$23,2 \pm 1,4$	$12,4 \pm 1,5$
Z/Z	$3,8 \pm 0,1$	$4,5 \pm 0,2$	$1,2 \pm 0,1$	$18,7 \pm 0,5$	$8,1 \pm 0,4$

Tableau 58 : Valeurs moyennes de P_Q et K_Q pour chaque orientation de fabrication et d'entaille dans l'état traité thermiquement, et calculs des conditions permettant de transformer K_Q en K_{IC} (Plateau 2) ; Etat T5.

Les faciès de rupture (Figure 124) sont plans pour les configurations X/Y et XY/Y, alors qu'ils sont déviés pour les éprouvettes Z/Z. A plus fort grandissement, de petites structures (de l'ordre du micromètre), sont observables. Ces dernières ne présentent pas de géométries particulières pour X/Y, alors qu'elles sont allongées dans le sens de fabrication pour les autres configurations. Il ne semble donc pas y avoir de différence majeure entre les faciès de rupture des éprouvettes à l'état brut et à l'état traité.

La diminution des valeurs de facteur d'intensité de contrainte (K_Q) et la hiérarchie obtenue en fonction des configurations sont également observées pour des essais de ténacité de propagation stable (Oliveira de Menezes *et al.*, 2019, 2022) .

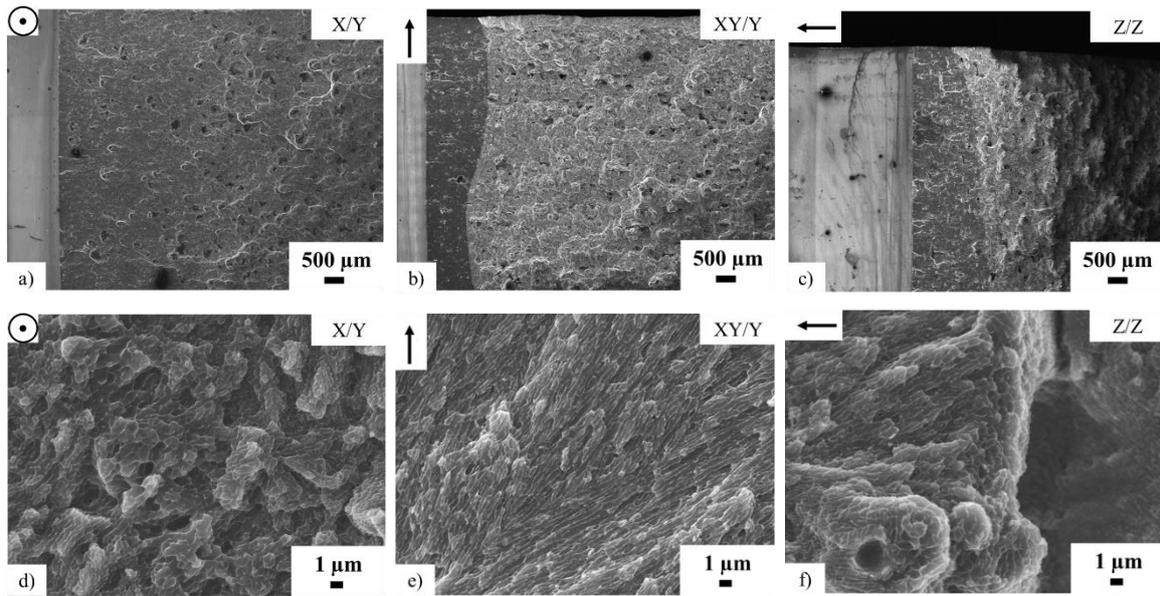


Figure 118 : Faciès de rupture d'éprouvettes CT dans l'état T5 (Plateau 2).

a, b, c : MEB, $\times 30$, 15 kV, 39 mm, électrons secondaires

d, e, f : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 11 mm, électrons secondaires

4.3. Synthèse sur les post-traitements thermiques

Les traitements thermiques usuels, T4 et T6, permettent de retrouver une structure de fonderie, ainsi que ses propriétés. Le seul moyen d'augmenter les propriétés est de se servir de la décomposition de la solution solide sursaturée obtenue à l'état brut de fabrication par un vieillissement artificiel direct. Celui-ci permet d'accroître la dureté de 20 HV_{0,5} et la limite d'élasticité d'au moins 30 MPa. Néanmoins, la résistance à la traction et l'allongement à rupture restent constants entre l'état brut et l'état traité, ce qui signifie que les mécanismes de rupture sont identiques et s'amorcent à des contraintes similaires. L'énergie de rupture est quant à elle réduite après traitement. L'évolution de la ténacité dépend des orientations de fabrication et d'entaille.

5. Conclusion

L'alliage AlSi10Mg élaboré par L-PBF présente une anisotropie microstructurale et mécanique à l'état brut de fabrication. La microstructure à l'état brut est composée de bains de fusion dont la forme est soit linéaire soit en « écaille de poisson ». Au sein de chaque bain, une structure cellulaire est présente. Les cellules sont composées d'une phase d'aluminium entourée d'un réseau de silicium dont la forme dépend de l'orientation considérée. Cette microstructure est anisotrope. Lorsqu'un préchauffage à 170 °C de la plateforme est utilisé, l'anisotropie est conservée. La zone basse de la fabrication subit un sur-vieillissement et une précipitation intracellulaire est visible. Dans ce cas de figure, un gradient microstructural est observé sur la hauteur de la fabrication.

Les propriétés mécaniques dépendent des orientations de fabrication et d'entaille. En général, les éprouvettes horizontales présentent la limite d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement maximaux. L'orientation la plus résiliente et l'orientation la plus tenaces sont respectivement les configurations X/Y et XY/Y, quelle que soit la condition thermique. Lorsque

la plateforme est préchauffée, un gradient d'énergie de rupture et de dureté a été observé. Il est lié au gradient microstructural.

Un vieillissement artificiel post-fabrication permet d'obtenir une augmentation significative de la dureté et de la limite d'élasticité, mais pas de la résistance mécanique ou de l'allongement. Une diminution de l'énergie de rupture est également constatée. L'anisotropie, microstructurale et mécanique, n'est pas modifiée. Une précipitation intracellulaire, de Mg_2Si et de Si se produit au cours du maintien.

Pour obtenir la limite d'élasticité la plus élevée, un traitement T5 est nécessaire. La condition la plus résiliente et tenace est obtenue pour une configuration X/Y et XY/Y dans l'état brut. Différentes microstructures sont identifiables en fonction des paramètres et des traitements utilisés, chaque caractéristique microstructurale fournit une contribution différente à la limite d'élasticité.

Un récapitulatif des évolutions microstructurales et des propriétés mécaniques associées est présenté en Figure 119.

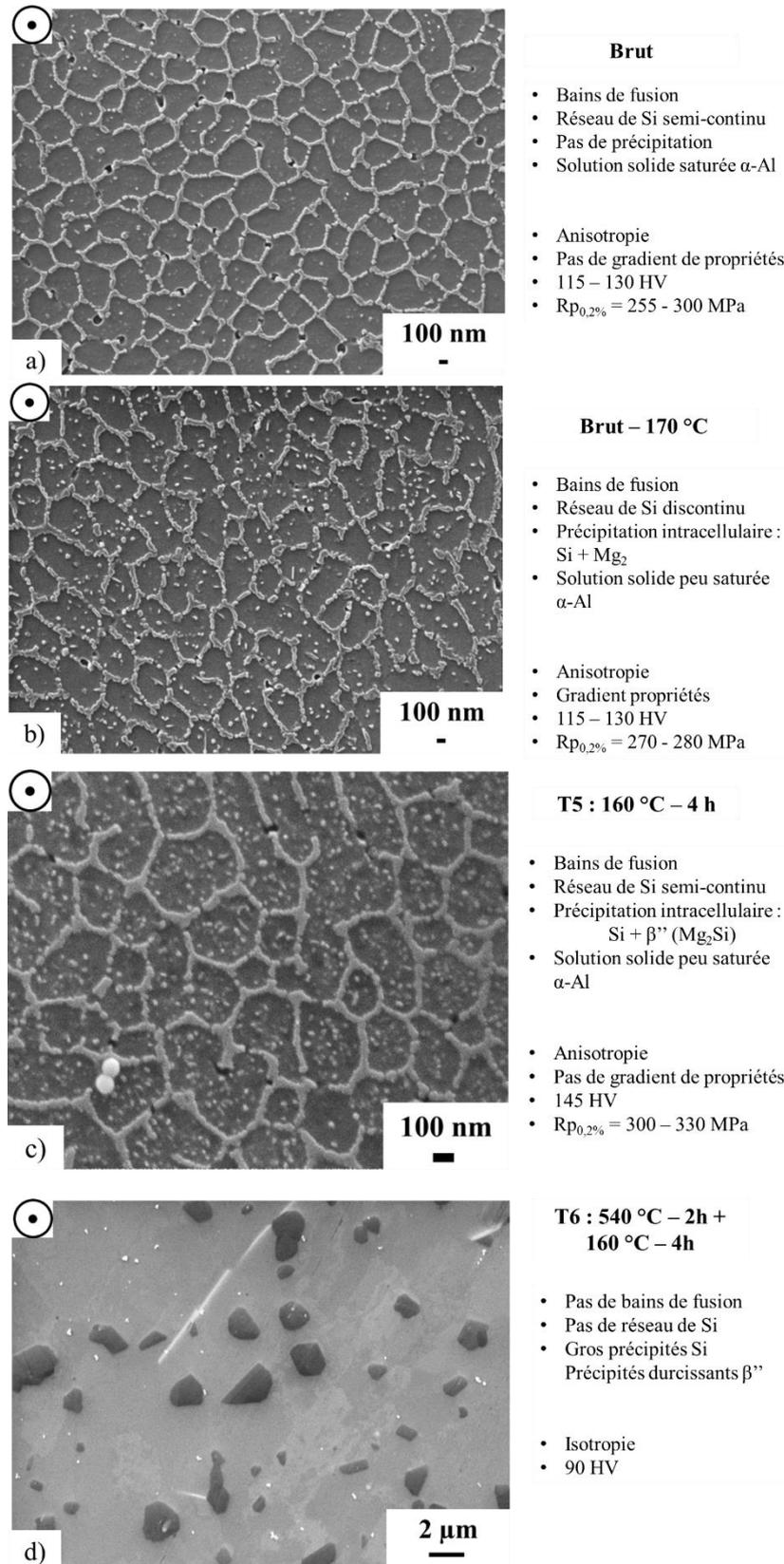


Figure 119 : Evolutions microstructurales et mécaniques de l'alliage AlSi10Mg élaboré par L-PBF sur a) une plateforme non préchauffée, b) une plateforme préchauffée, et c) après traitements T5 et d) T6.

Chapitre 4 : Etude microstructurale et mécanique de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu

Al-Zn-Mg-Cu-Zr

Microstructures

Transformations de phase

Propriétés mécaniques

Traitements thermiques

Les deux premiers chapitres ont permis de montrer que les alliages de type Al-Zn-Mg-Cu pouvaient être élaborés sans fissuration par fusion laser sur lit de poudre grâce à l'ajout de Zr, mais que les pièces obtenues présentaient un taux de porosité important. Une optimisation de la paramétrie a été effectuée pour tenter de réduire cette porosité. Dans ce chapitre, nous abordons l'étude de l'alliage modifié d'un point de vue métallurgique et mécanique.

La solidification de cet alliage étant particulière, il s'agit dans un premier temps de mener une étude de caractérisation métallurgique des composants microstructuraux à différentes échelles. Nous abordons ensuite la réponse de cet alliage modifié à différents traitements thermiques (T4, T5 et T6). La séquence de précipitation résultante est finalement estimée. Les évolutions microstructurales associées aux différents traitements de post-fabrication sont caractérisées à plusieurs échelles. Ainsi, un panorama métallurgique complet est fourni, de l'état brut de fabrication à son évolution en fonction des traitements thermiques.

Enfin, l'étude mécanique porte sur l'influence de l'orientation de fabrication et de la direction d'entaille sur les propriétés de traction et de résilience. L'influence du traitement thermique choisi sur ces propriétés est également évaluée.

1. Conception et impression des éprouvettes

1.1. Conception

L'approche suivie pour la conception des plateaux est identique à celle présentée dans le cas de l'alliage AlSi10Mg. Deux orientations de fabrication sont choisies ici : Z (verticale) et X (horizontale).

Les éprouvettes de traction ne sont, cette fois-ci, pas cylindriques mais plates. Pour les éprouvettes horizontales, deux orientations sont définies pour décrire le plan dans lequel la largeur des éprouvettes est fabriquée. Pour ces éprouvettes, la notation s'écrit : XZ ou XY (Figure 120).

Dans le cas des éprouvettes de résilience, les orientations de fabrication et d'entaille sont identiques à celles établies pour l'alliage AlSi10Mg (Z/X, X/Z et X/Y en Figure 67).

Pour compléter l'étude et déterminer les différences de comportement entre les deux alliages considérés dans ces travaux, il était envisagé d'examiner le comportement de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr face à la présence d'une fissure. Néanmoins, le matériau obtenu n'étant pas complètement dense l'étude envisagée n'a pas été menée.

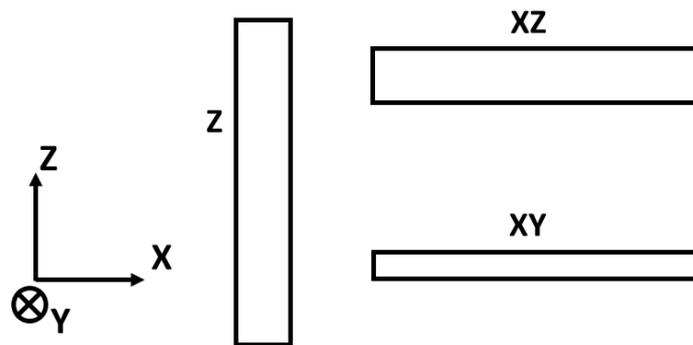


Figure 120 : Représentation des orientations de fabrication des éprouvettes plates de traction avec la notation associée. Echelle arbitraire.

1.2. Impression des plateaux

Pour répondre aux objectifs définis, deux plateaux identiques ont été fabriqués (LIM, JFK). Leur préparation a suivi le même processus que celui mis en place pour le premier alliage. Aucun préchauffage de la plateforme n'a été opéré et aucune superposition d'éprouvettes n'a été effectuée. La paramétrie de fabrication utilisée ici est la paramétrie 15, définie au Chapitre 2 ($e = 40 \mu\text{m}$, $P = 200 \text{ W}$, $E_v = 80 \mu\text{m}$, $t = 70 \mu\text{s}$ et $D = 60 \mu\text{m}$, rotation de balayage de 67° entre deux couches successives). Pour chaque fabrication, 37 éprouvettes ont été produites (36 avec un lasage simple, et 1 avec un lasage double).



Figure 121 : Photographie du plateau imprimé dans l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr sur la machine Renishaw AM400 (Paramétrie de fabrication n°15).

Cette fabrication a dans un premier temps été conçue avec l'impression de supports afin de pouvoir détacher plus facilement les pièces après leur fabrication. Mais, dès le début de construction des pièces, la production a dû être arrêtée en raison du soulèvement de certaines. Il a alors été décidé de construire les pièces directement sur la plateforme. Pour ce faire, les géométries des éprouvettes ont été modifiées : la cote sur l'axe de fabrication a été augmentée de 10 mm. En fin de fabrication, des décollement partiels ont été observés pour les éprouvettes présentant la plus grande surface en contact avec la plateforme. Des découpes ont été opérées directement dans les pièces pour pouvoir les récupérer.

Chaque fabrication a été réalisée à partir de poudre neuve et a duré 36 h. La hauteur de production et la température maximale enregistrées sont respectivement de 65 mm et 60 °C.

Les éprouvettes d'essais mécaniques (traction, résilience) ont été conservées à l'état brut de fabrication pour le premier plateau et traitées thermiquement pour le second. Le traitement thermique sera défini au cours de ce chapitre.

2. Propriétés métallurgiques

La masse volumique des échantillons utilisés pour les caractérisations métallographiques a dans un premier temps été évaluée par la méthode de poussée d'Archimède. Les résultats obtenus sont comparables à ceux présentés au Chapitre 2 pour le plateau à 48 éprouvettes (Tableau 59). L'analyse de la porosité (sphéricité, taille, etc.) n'a pas été effectuée pour ces deux derniers plateaux. Les observations microstructurales réalisées par microscopie optique présentent des caractéristiques en matière de porosité (distribution en taille notamment) proches de celles des pièces précédemment étudiées.

Différentes échelles de caractérisation sont prises en compte dans cette section. Les analyses en microscopie optique et électronique ont été effectuées au laboratoire (MO, MEB), au Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing (MET) et au laboratoire ELEMCA en lien avec le CNES (EBSD). Les moyens de préparation et d'analyse, excepté pour l'EBSD, sont identiques à ceux déjà utilisés pour l'étude de l'AlSi10Mg. Cependant, le taux de porosité étant plus important pour l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr, la préparation des lames minces pour le MET a été plus difficile et n'a pas permis d'obtenir un amincissement homogène.

Fabrication (état brut)	LIM	JFK	RBV	EZE	SCL
Lasage simple	$2,677 \pm 0,003$	$2,676 \pm 0,004$	$2,703 \pm 0,002$	$2,658 \pm 0,005$	$2,730 \pm 0,004$
Lasage double	$2,667 \pm 0,005$	$2,697 \pm 0,005$	-	-	$2,679 \pm 0,005$

Tableau 59 : Masses volumiques (g/cm^3) obtenues pour chacune des fabrications (Paramétrie 15).
Les fabrications EZE et SCL correspondent respectivement aux fabrications à 48 et 4 échantillons (Chapitre 2).

2.1. Microstructure à l'état brut de fabrication

2.1.1. Microstructure issue d'un lasage simple

Les micrographies obtenues par microscopie optique et électronique sont présentées de la Figure 122 à la Figure 124. Comme pour les micrographies présentées au Chapitre 2, aucune fissure n'est observée, que cela soit sur une section XY ou XZ. Il n'existe donc pas de fissuration à faible échelle. Ce résultat est cohérent avec la théorie du développement de l'alliage (J. H. Martin *et al.*, 2017). La forme des bords de fusion, d'un point de vue macroscopique est difficile à déterminer en raison de la structure métallurgique du matériau imprimé et des rotations entre les couches. Néanmoins les informations fournies en Figure 122 et en Figure 123 permettent de donner une approximation de la taille d'un bain de fusion sur une section XZ : une largeur de $115 \pm 7 \mu m$ et une hauteur de $50 \pm 5 \mu m$.

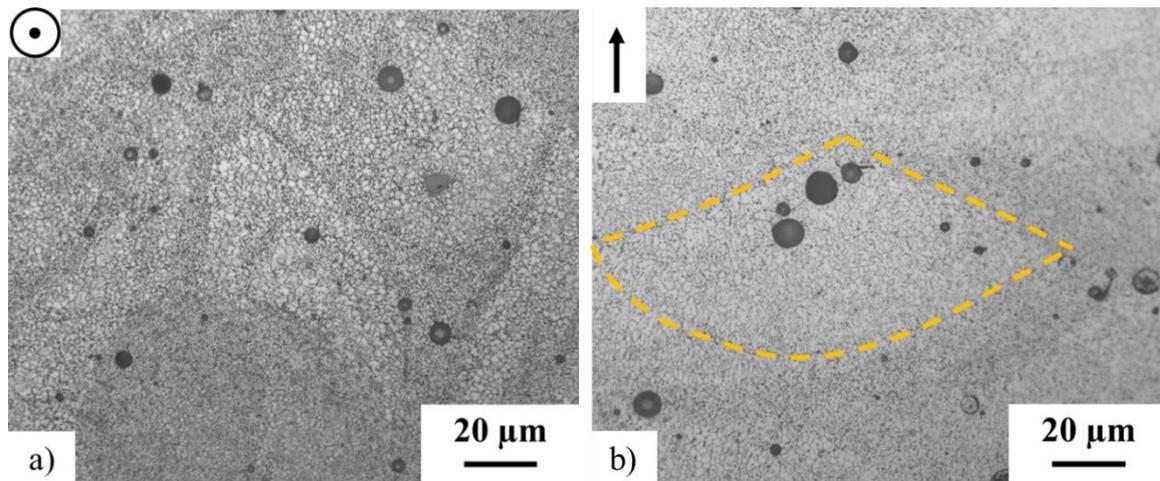


Figure 122 : Micrographies optiques ($\times 500$) à l'état brut de fabrication (Paramétrie 15 ; Lasage simple).
Les micrographies sont issues des sections : a) XY et b) XZ.

La structure métallurgique est une structure bimodale ou duplex, constituée de régions à grains très fins, situées sur les bords des bords de fusion et à leur base, et de régions à grains plus grossiers localisées au centre des bords de fusion (Figure 123 et Figure 124). Cette structure bimodale est une caractéristique des alliages d'aluminium dont la chimie a été modifiée par l'ajout d'éléments de type Sc ou Zr (Buttard *et al.*, 2021; Croteau *et al.*, 2018; Galera-Rueda *et al.*, 2021; Griffiths *et al.*, 2018, 2020; J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020; Michi *et al.*, 2022; Spierings *et al.*, 2016; Spierings, Dawson, Heeling, *et al.*, 2017; Yang, Shi, *et al.*, 2018; H. Zhang *et al.*, 2017). Les grains très fins ont une géométrie plutôt équiaxe et ont une taille inférieure au micromètre. Les grains plus grossiers sont quant à eux, colonnaires. En effet, sur une section XZ ils sont allongés dans le sens de fabrication ($5,4 \pm 2 \mu m$ sur la hauteur et

$2,6 \pm 0,8 \mu\text{m}$ de largeur) et dans une section XY, ils présentent une section équiaxe, avec un diamètre de l'ordre du micromètre ($1,0 \pm 0,2 \mu\text{m}$ pour les grains de la Figure 124 – c). Les grains étant de très petite dimension, l'analyse EBSD n'a pas permis une indexation totale de la structure, notamment dans les zones où les grains sont les plus fins (Figure 123). La cartographie EBSD fournit une taille moyenne de grain de $0,82 \pm 0,57 \mu\text{m}$.

Au sein de la structure, il existe également des dispersoïdes (Figure 124, particules les plus claires), répartis aléatoirement, et qui peuvent atteindre une taille de plusieurs microns. Des analyses par MEB-EDS et STEM-EDS ont permis de montrer qu'ils étaient très riches en zirconium. La composition chimique atomique est la suivante : 77 % de zirconium, 10,3 % d'aluminium et 7,1 % de cuivre. Les pores sphériques semblent être localisés au niveau des grains très fins, notamment pour les pores n'excédant pas $10 \mu\text{m}$.

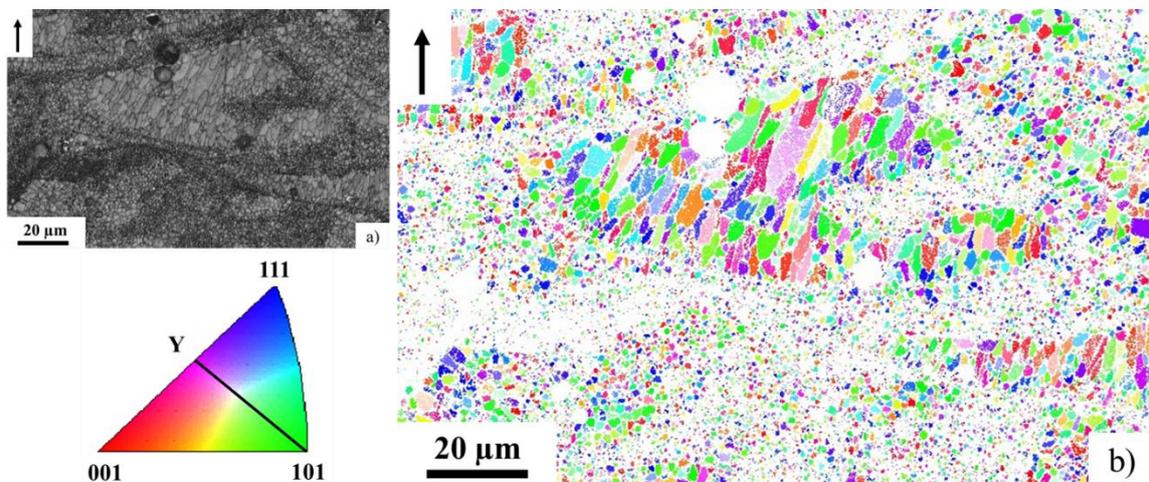


Figure 123 : Cartographies EBSD du matériau à l'état brut de fabrication a) en contraste de bandes et b) selon l'IPF Y0 (Section XZ, $\times 700$, $\text{step} = 0,1 \mu\text{m}$; 1500×1000 , désorientation 10°).

Au centre des grains essentiellement très fins (Figure 125 et Figure 127), des précipités de section carrée sont observés, et cela dans les sections XY et XZ. Ces précipités possèdent une largeur d'environ $260 \pm 17 \text{ nm}$ (Figure 125 – b). Une analyse EDS, en mode ligne, (Figure 126) a mis en avant le fait qu'ils sont riches en zirconium. Celle-ci est confirmée par une analyse STEM-EDS, pointée sur un précipité. La composition atomique du précipité est la suivante : 82,5 % d'aluminium, 12,5 % de zirconium, la concentration de chacun des autres éléments est inférieure à 2 % (Tableau 60). Une zone de transition semble exister entre le précipité et la matrice (Figure 127 – b). De plus, de la diffraction par sélection d'aire a été effectuée au niveau de la matrice et au niveau du précipité (respectivement cercles 1 et 2 sur la Figure 127). Le cliché de diffraction de la matrice (Figure 127 – c) est celle du grain orienté. Ce cliché permet d'obtenir des informations sur la structure de la matrice en mesurant la distance entre deux points de diffraction diamétralement opposés. Le cliché de diffraction du précipité (Figure 127 – d) présente une sur-structure du cliché de diffraction de la matrice (la distance entre deux points de diffraction diamétralement opposés est égale à la moitié de la distance entre deux points diamétralement opposés de la matrice). La sur-structure est caractéristique d'une microstructure orientée de la même manière que la structure. L'analyse chimique et les clichés de diffraction permettent donc d'affirmer que les précipités de section carrée sont des précipités

Al_3Zr , de structure L_{12} , et cohérents avec la matrice. Cette affirmation est en accord avec la littérature (Buttard *et al.*, 2023; Croteau *et al.*, 2018; Griffiths *et al.*, 2018, 2020; X. Nie *et al.*, 2018; Opprecht *et al.*, 2021; H. Zhang *et al.*, 2017).

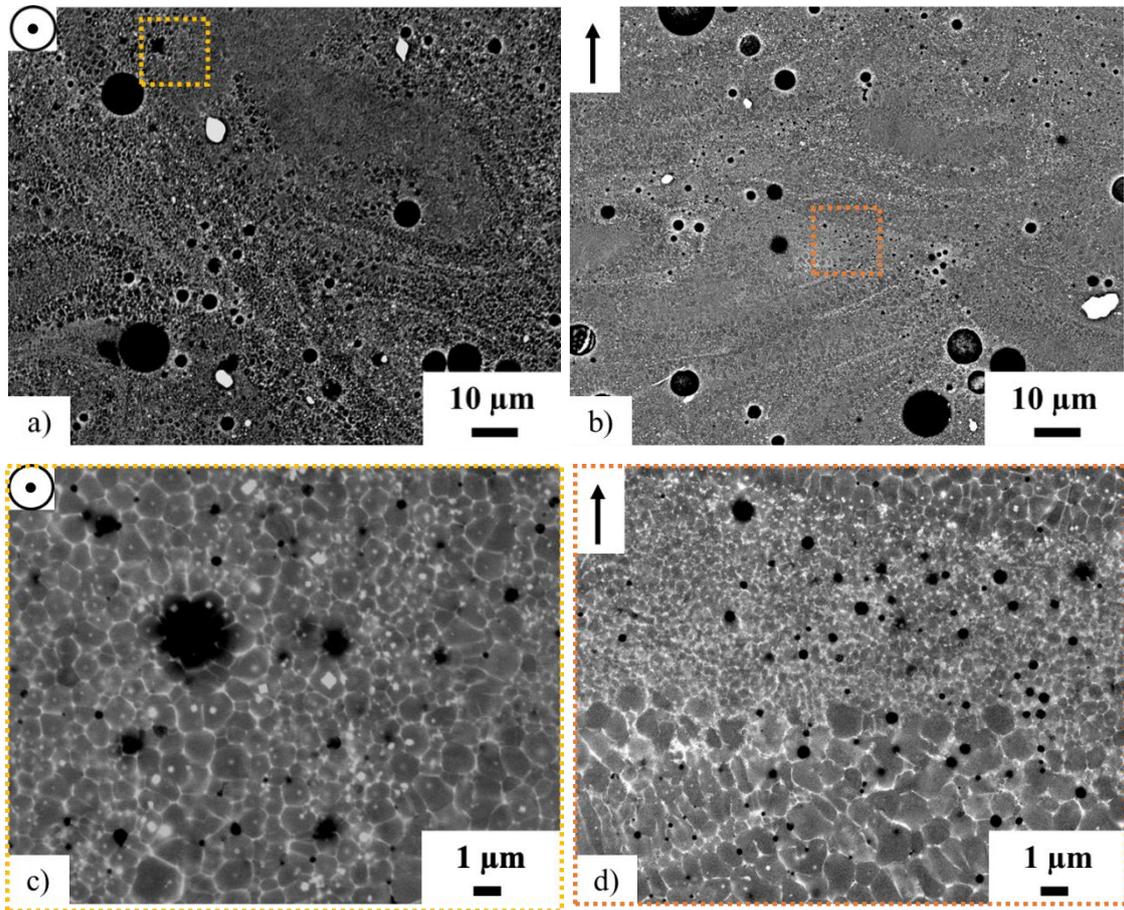


Figure 124 : Micrographies à l'état brut (Paramétrie 15 ; Lasage simple). Sections : a – c) XY et b – d) XZ.
 a et b : MEB, $\times 1000$, 15 kV, 15 et 10 mm, électrons rétrodiffusés
 c et d : MEB, $\times 6000$, 15 kV, 15 et 10 mm, électrons rétrodiffusés

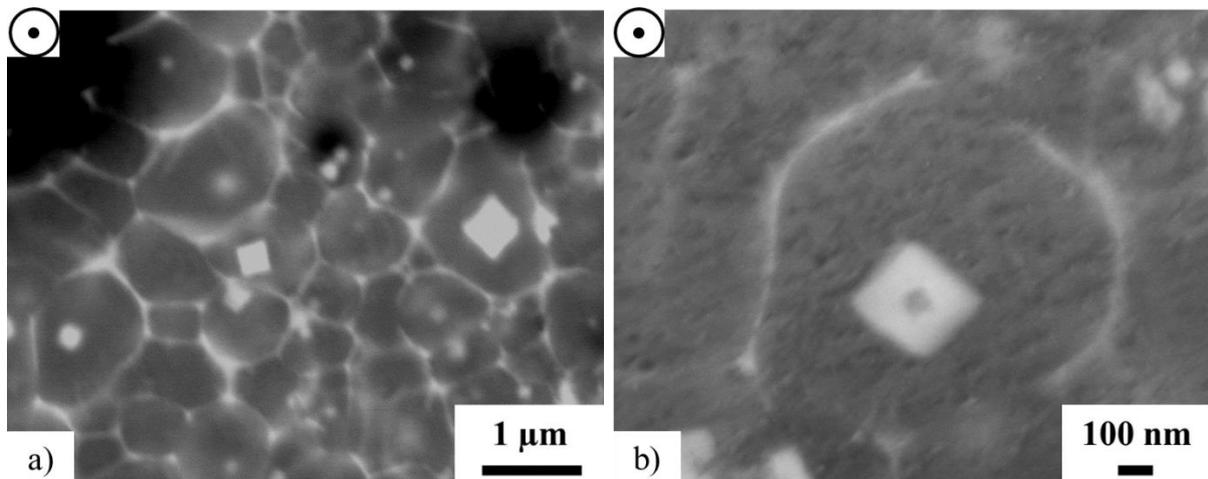


Figure 125 : Micrographies à l'état brut de fabrication (Paramétrie 15 ; Lasage simple ; Section XY).
 a : MEB, $\times 20000$, 15 kV, 15 mm, électrons rétrodiffusés
 b : MEB, $\times 70000$, 15 kV, 6 mm, électrons rétrodiffusés

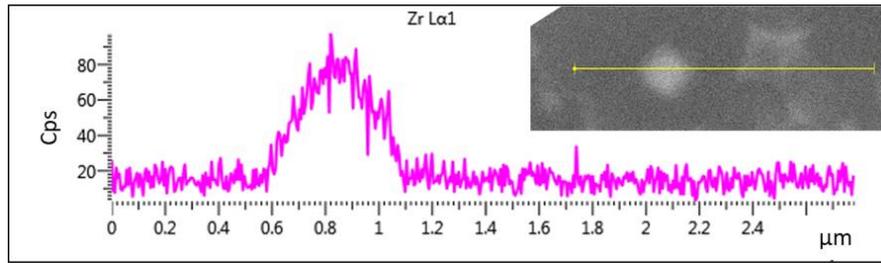


Figure 126 : Profil EDS réalisé au microscope électronique à balayage.

Elément chimique	Pointé 1 (%at) Matrice	Pointé 2 (%at) Al ₃ Zr
Al	94,4	82,5
Zn	1,3	1,1
Mg	1,7	0,6
Cu	0,8	1,8
Zr	0,2	12,5
O	1,5	1,3
Fe	0,1	0,2

Tableau 60 : Composition chimique obtenue pour les pointés STEM-EDS (Figure 127 – a).

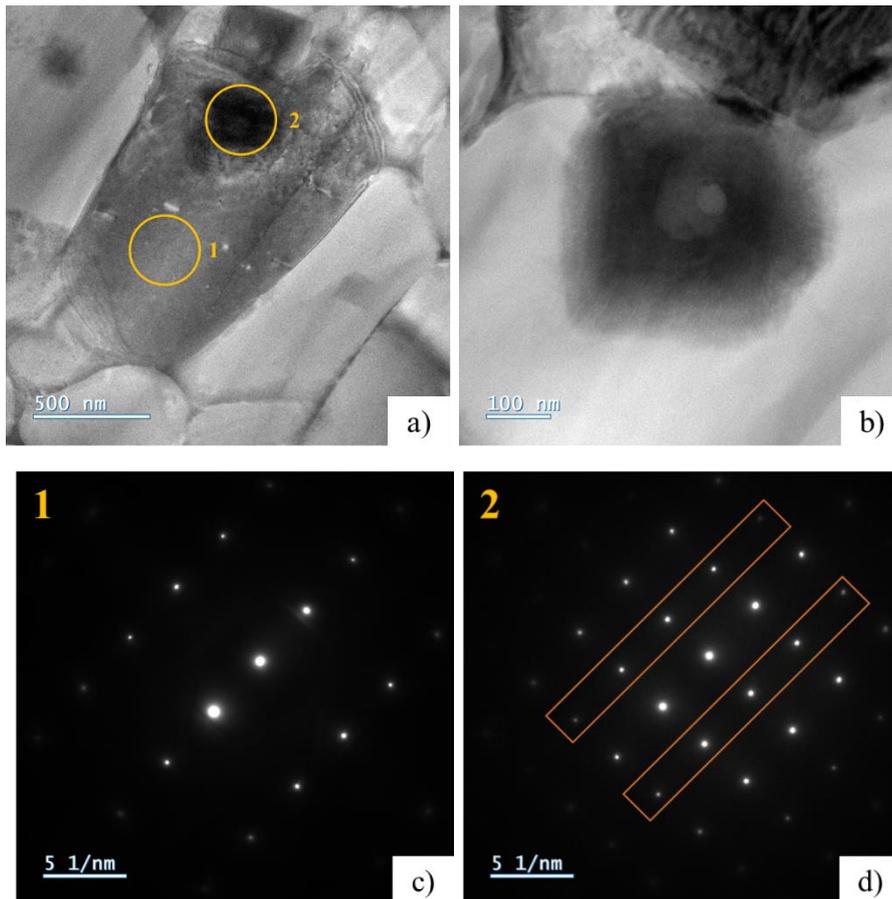


Figure 127 : Micrographies obtenues par MET : a) $\times 10000$ et b) $\times 40000$. Les deux cercles jaunes correspondent aux zones pour lesquelles des diffractions (c-d), et des pointés MET-EDS (Tableau 60) ont été effectués.

De plus, au sein des différents grains, d'autres types de précipités ont pu être observés par STEM, sous forme plutôt globulaire (Figure 128). L'analyse STEM-EDS (Figure 130) associée montre que ces précipités sont riches en Zn, Mg et Cu. Un pointé, effectué sur une autre zone mais sur un précipité de contraste et de forme similaires à celui encerclé (en orange, Figure 128), donne une composition atomique de : 80,6 % d'Al, 8,8 % de Mg, 5,6 % de Zn, 4,0 % de Cu et 0,4 % de Zr. Ce précipité peut être un composé de type η -Mg(Al,Zn,Cu)₂ ou T-Mg₃₂(Al,Zn)₄₉ enrichi en Cu. Il présente une forme plutôt cuboïde, ce qui suppose que c'est un précipité T (Dubost & Sainfort, 1991). Enfin des pointés STEM-EDS ont permis de mettre en avant la composition chimique de la solution solide d'aluminium dans l'état brut de fabrication (Tableau 60, Pointé 1 – Figure 127). Il s'avère que les teneurs en Zn, Mg, Cu et Zr sont supérieures à la solubilité maximale de chaque élément dans l'aluminium à température ambiante (1, 1,7 et 0,05 %m respectivement pour Zn, Mg et Cu). La solution solide est donc légèrement saturée en éléments d'alliage. A ce stade, cela signifie qu'au cours de la solidification ou lors des réchauffages ultérieurs, la solution solide riche en aluminium ne rejette pas tous les éléments d'addition aux joints de grains mais en piège/conservé également. D'un point de vue métallurgique, une solution sursaturée permet la formation de précipités à partir de la décomposition de la solution solide. Il est donc à espérer que cet alliage puisse répondre à des sollicitations thermiques post-fabrication permettant la précipitation de phases de renforcement.

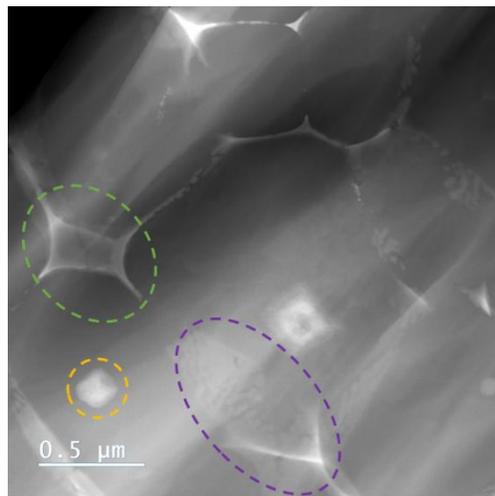


Figure 128 : Micrographie obtenue par STEM ($\times 60000$). Le cercle orange correspond à un pointé STEM-EDS.

D'autre part, les joints de grains présentent un contraste chimique différent de celui du grain lui-même sur les micrographies MEB en mode électrons rétrodiffusés (Figure 125 et Figure 130). De plus, lors d'une attaque chimique par le réactif Keller, ces joints sont dissouts. Il est donc supposé qu'ils ne possèdent pas la même nature chimique que celle de la matrice. Des premières analyses MEB-EDS ont permis de faire l'hypothèse que les joints de grains étaient riches en éléments d'addition (Zn, Mg, Cu) (Figure 129). Ces éléments forment un réseau relativement continu aux joints de grains. Différentes phases sont susceptibles de se former : η -MgZn₂ ou η -Mg(Al,Zn,Cu)₂, T-Mg₃₂(Al,Zn)₄₉, et S-Al₂CuMg (Mahathaninwong *et al.*, 2012; P. Wang *et al.*, 2017). Une cartographie STEM-EDS, présentée en Figure 130, associée à des pointés au niveau des joints de grains (sur des points triples comme celui entouré

en vert sur la Figure 128) confirme l'hypothèse : les joints de grains sont le lieu d'une ségrégation d'éléments d'addition. La composition chimique atomique déterminée est : 73,8 % d'Al, 12,3 % de Mg, 7,0 % de Zn, 4,9 % de Cu. La phase pouvant le plus se rapprocher de la composition déterminée est η -Mg(Al,Zn,Cu)₂. Enfin, certaines structures localisées au niveau des joints de grains (ellipse violette sur la Figure 128) présentent une morphologie lamellaire différente des autres éléments microstructuraux discutés précédemment. La cartographie STEM-EDS permet de montrer que ces structures sont riches en Zn, Mg et Cu.

Lorsqu'un précipité Al₃Zr est présent au sein du grain, les atomes de zirconium sont concentrés au niveau de ce précipité (Figure 130), mais lorsque ce précipité n'est pas présent aux alentours, les atomes de zirconium sont en solution solide. Cela semble confirmer la théorie du piégeage du zirconium avec l'accélération de la vitesse de solidification et la non formation du composé Al₃Zr (Griffiths *et al.*, 2020).

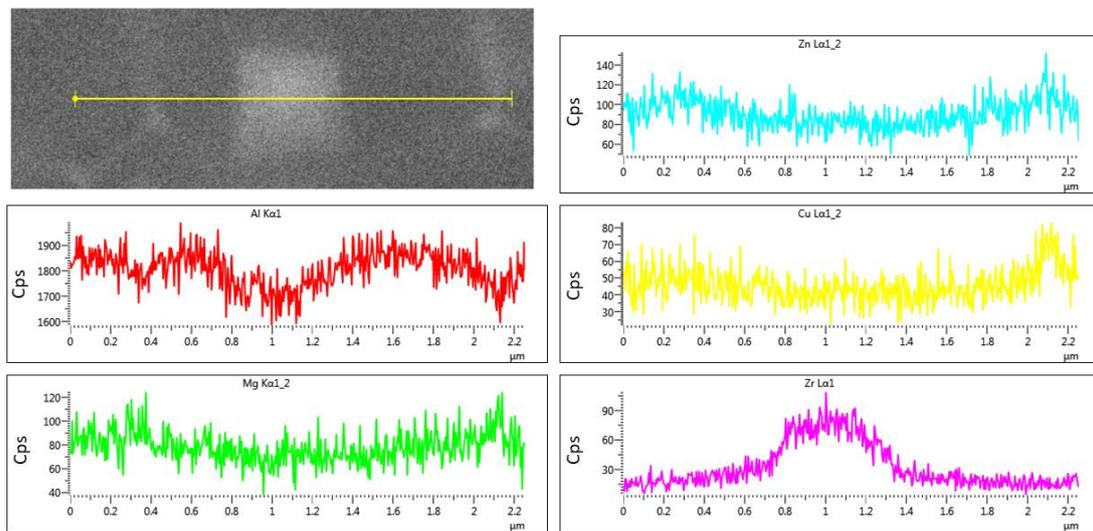


Figure 129 : Analyse EDS, en mode ligne, traversant un joint de grains, un précipité carré et un second joint de grains.

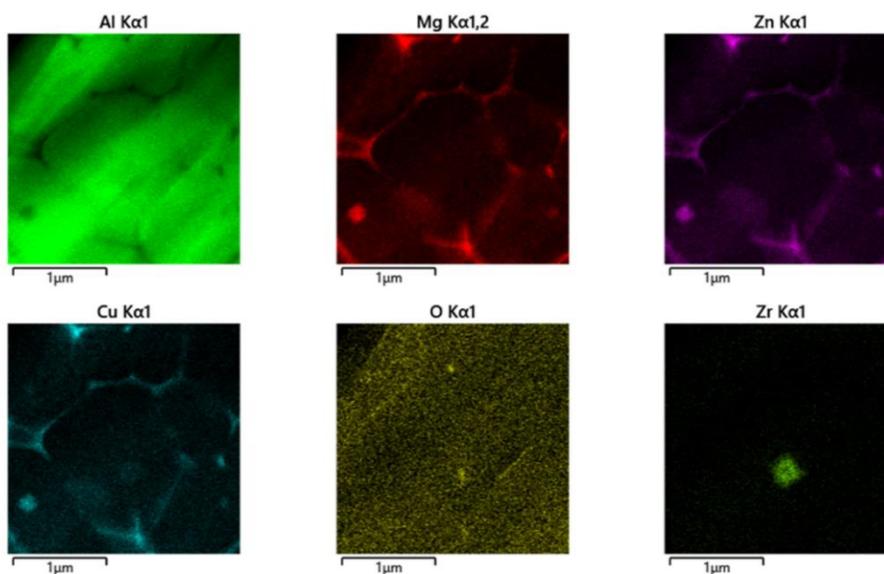


Figure 130 : Cartographies STEM-EDS au niveau d'un grain au sein duquel un précipité carré riche en zirconium est présent.

2.1.2. Influence du relasage

La paramétrie 15 a également fait l'objet d'un relasage de chaque couche au cours de la production pour une unique éprouvette. D'un point de vue masse volumique, on ne peut pas conclure quant à une éventuelle différence par rapport aux précédentes fabrications (Tableau 59). A l'état brut de fabrication, la microstructure est également duplex, avec des grains très fins (toujours de taille inférieure au micromètre) et des grains plus grossiers. La longueur de ces derniers dans le sens de fabrication peut, cette fois-ci, atteindre la dizaine de micromètres (Figure 131). Au centre des grains les plus fins, des précipités carrés, précipités Al_3Zr , sont toujours présents. D'autre part, les grains plus grossiers ne présentent plus la même caractéristique que dans le cas d'un lasage simple. En effet, ils sont plus allongés et présentent des particules visibles, allongées et alignées (Figure 131 – b cercle noir). Ces derniers ont été assimilés par Griffiths *et al.* à des précipités Al_3Zr formés à partir d'une précipitation discontinue, qui reste cohérente (Griffiths *et al.*, 2020; Mikhaylovskaya *et al.*, 2018). Le relasage d'une couche engendre de légères différences microstructurales au niveau des grains plus grossiers. D'après Griffiths *et al.* (alliage Al-Mg-Zr), après différents lasages d'une même couche, la taille des bains de fusion doit décroître et la fraction surfacique des grains plus grossiers est réduite (Griffiths *et al.*, 2018). La raison principale est la différence d'interaction entre le laser et la matière, qui est soit sous forme de poudre soit solidifiée, et donc des conditions de transferts thermiques qui en découlent. Le second passage du laser ne refond pas entièrement le premier bain de fusion, mais refond préférentiellement les grains plus grossiers situés au sommet du bain de fusion (Griffiths *et al.*, 2018). Avec ce second passage, il y a également formation d'une structure granulaire duplex, mais de taille réduite. Cette théorie ne semble pas s'appliquer ici, même si des cartographies EBSD pourrait éclairer sur la taille effective des grains après un second lasage. Dans le cas d'une non réduction de la taille des grains, il est possible que d'autres phénomènes entrent en compte, comme par exemple la différence de conductivité thermique entre la poudre et le matériau solidifié ou l'effet de la rugosité sur l'absorption du laser (Ang *et al.*, 1997; Griffiths *et al.*, 2018; Xie & Kar, 1999).

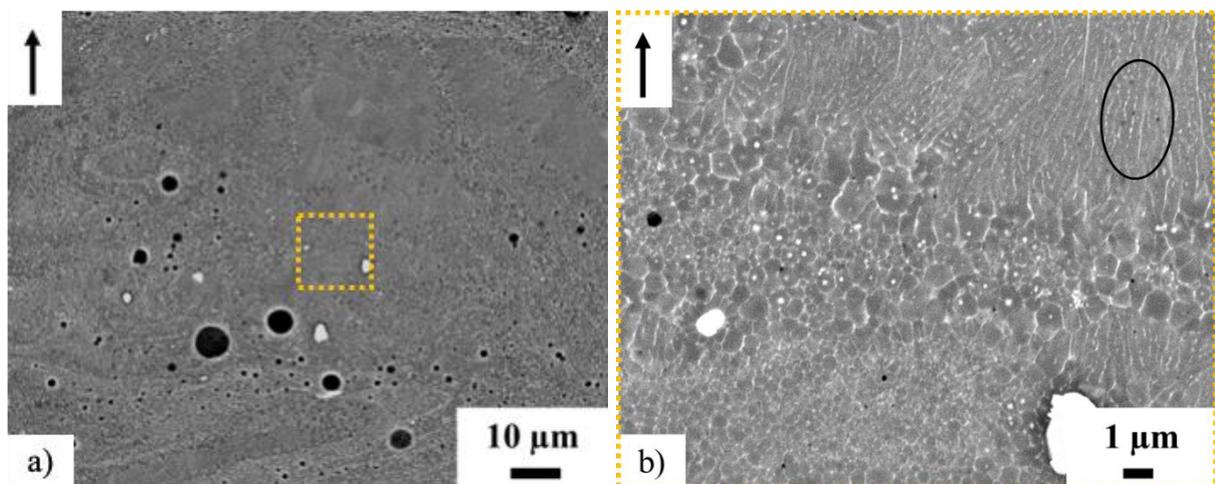


Figure 131 : Micrographies à l'état brut de fabrication (Paramétrie 15 ; Lasage double ; Section XZ).

a : MEB, $\times 1000$, 15 kV, 11 mm, électrons rétrodiffusés

b : MEB, $\times 6000$, 15 kV, 11 mm, électrons rétrodiffusés

2.1.3. Synthèse

Pour conclure, le matériau imprimé ne présente pas de fissuration aux échelles macroscopiques (Chapitre 2) et microscopiques. Les bains de fusion sont constitués de grains très fins à leur base et de grains légèrement plus grossiers, de morphologie colonnaire, au centre des bains. Cette différence provient de la solidification depuis l'état liquide au cours duquel des précipités Al_3Zr cohérents, de structure $L1_2$ se forment dans le bain de fusion et jouent le rôle de germe pour la solidification de la phase α -Al. Ces précipités sont visibles, par microscopie électronique (à balayage et en transmission), essentiellement au centre des grains les plus fins. Ils présentent une section carrée. De plus, au cours de la solidification ou lors des réchauffages ultérieurs, les éléments d'addition (Zn, Mg, Cu) sont rejetés vers les joints de grains où ils ségrégent et forment une phase η -Mg(Al,Zn,Cu)₂. Ainsi, chaque grain est constitué d'une solution solide d'aluminium, présentant ou non en son centre un précipité Al_3Zr , et à ses délimitations une ségrégation d'éléments d'addition. Néanmoins, la solution solide est sursaturée en élément d'alliage et permet d'envisager l'utilisation de traitements thermiques afin d'augmenter les propriétés de l'alliage. Enfin, la germination hétérogène de la phase α sur les précipités riches en zirconium engendre la formation de grains orientés aléatoirement et donc la formation d'une structure quasi-équiaxe. La Figure 132 schématise la cinétique de solidification de l'alliage pour les deux types de grains observés.

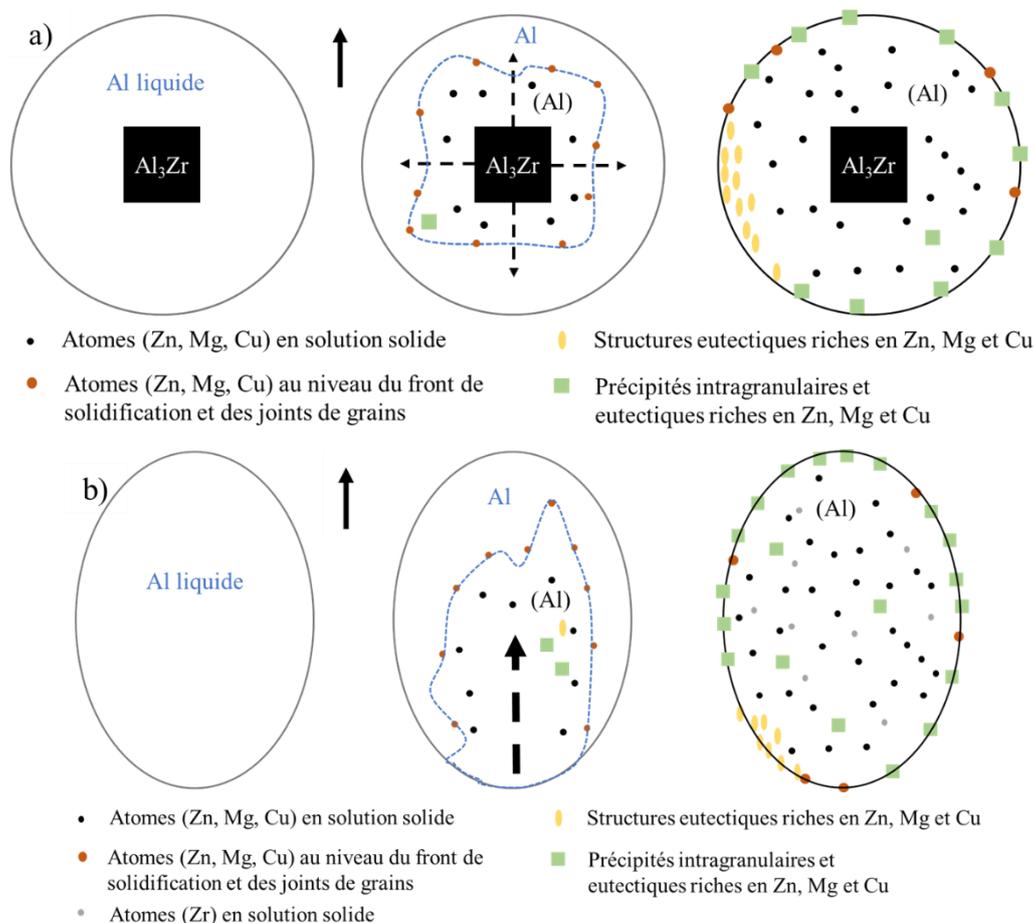


Figure 132 : Schématisation de la solidification de l'alliage et répartition des différents éléments microstructuraux pour : a) les grains équiaxes et b) les grains plus grossiers.

2.2. Influence des post-traitements thermiques

2.2.1. Introduction

La réponse du matériau à différents types de traitements thermiques a été étudiée. Les évolutions microstructurales ont été analysées après (Figure 133) :

- Un vieillissement à température ambiante (vieillissement naturel/maturation) ;
 - Un vieillissement direct (traitement T5). Ce traitement se base sur le même principe que pour l'alliage AlSi10Mg, à savoir d'exploiter la sursaturation de la solution solide pour favoriser la précipitation des phases η -MgZn₂ et Al₃Zr en fonction de la température (Croteau *et al.*, 2018; Souza *et al.*, 2018) ;
 - Un traitement classique T4 correspondant à une mise en solution suivie d'une trempe à l'eau et d'une maturation ;
 - Un traitement T6 correspondant à une mise en solution suivie d'une trempe et d'un revenu.
- Les conditions expérimentales des différents traitements sont précisées dans le Tableau 61.

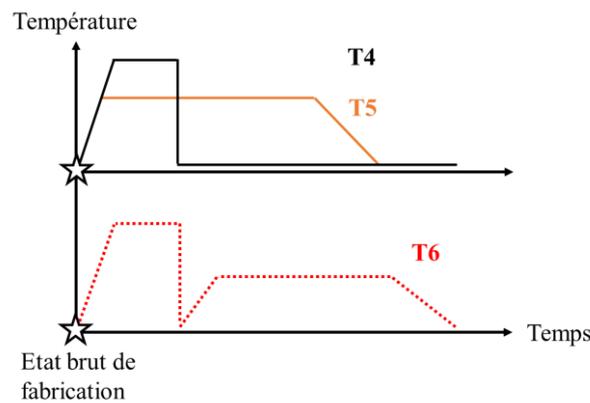


Figure 133 : Représentation schématique des différents types de traitements thermiques.

Traitement thermique	Température (°C)	Temps de maintien
Maturation / vieillissement naturel	25	5 mois
T5	120	1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 24, 30 heures
	400	1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 14, 16, 18, 20 heures
T4 trempe fraîche	475 - (1, 2, 3, 4, 6, 8 heures)	1 heure ; 1, 7, 14, 28, 56 jours à 25°C
T6 (mise en solution à 475°C, 2 heures)	120	1, 2, 4, 6, 8, 10, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 30 heures
	400	1, 2, 3, 4, 6, 8, 14, 16, 18, 20 heures

Tableau 61 : Récapitulatif des différents traitements thermiques effectués avec leurs températures et leurs temps de maintien associés.

Pour évaluer la réponse du matériau aux post-traitements thermiques, un moyen simple et largement répandu consiste à suivre l'évolution de sa dureté en fonction des paramètres des

différents traitements. Les courbes d'évolution de la dureté $HV_{0,1}$ en fonction des temps de maintien et des températures (Figure 134, Figure 135, Figure 139 et Figure 143) ont été tracées. Les valeurs de dureté sont issues de sections XZ et ne dépendent pas de la hauteur de fabrication. Les variations de dureté enregistrées sont analysées à partir d'observations microstructurales aux différentes échelles. Les moyens expérimentaux mis en œuvre sont identiques à ceux précédemment utilisés : fours et étuves Nabertherm, microduromètre Zwick/Roell EMCO-TEST.

- **Maturation à température ambiante**

Les valeurs de dureté, obtenues au cours du premier mois après la fabrication, sont de $143 \pm 8 HV_{0,1}$ (ou 148 ± 7 si l'on considère une autre fabrication avec la même paramétrie). Un contrôle a été réalisé cinq mois après la première mesure pour la même section (donc six mois après la fin de la production), celui-ci fournit une dureté égale à $157 \pm 10 HV_{0,1}$. Une représentation sous forme de loi normale des mesures réalisées est présentée en Figure 134, à partir d'un minimum de 85 indents. En cinq mois de maturation, une légère augmentation de dureté et de la dispersion est donc observable. Ceci ne semble pas étonnant puisque les alliages de la série 7xxx sont connus pour « murer » à température ambiante après une mise en solution. Or, nous avons vu dans la partie précédente que des solutés sont présents dans la solution solide sursaturée de la matrice (Tableau 60) et localisés aux joints de grains. Une diffusion à courte distance doit donc permettre la formation de zones GP, participant au durcissement de l'alliage. Cependant, la maturation depuis l'état brut de fabrication reste négligeable par rapport à celle obtenue après une mise en solution, ce qui sera discuté plus en aval (Figure 139). De plus, les duretés obtenues à un et six mois après la fabrication restent inférieures à la dureté de référence qui est celle de l'alliage 7075 dans l'état T6, et qui vaut environ 170 HV (Davies, 1993).

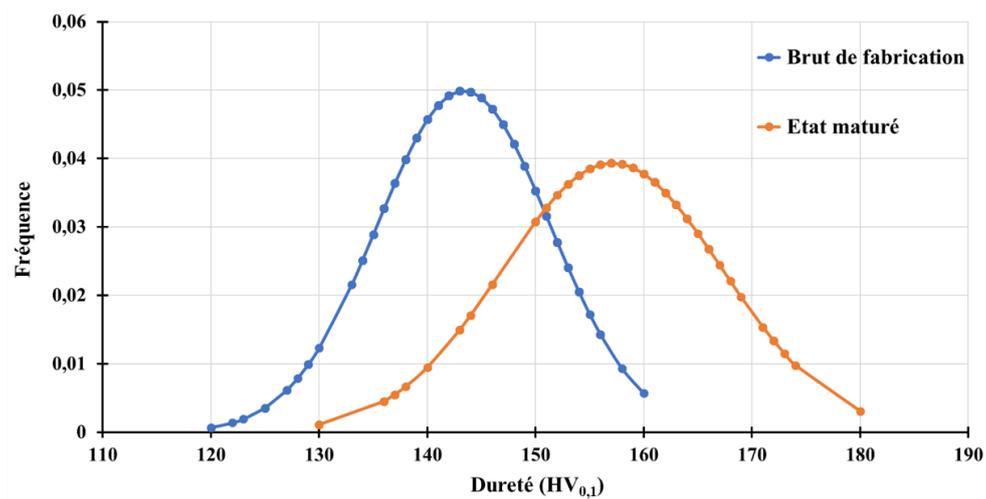


Figure 134 : Représentation sous forme de loi normale de la dureté à l'état brut de fabrication (1 mois) et après 5 mois à température ambiante (Etat mûré) (Section XZ).

• **Influence des post-traitements thermiques T5**

Dans le cas de traitements de vieillissement direct T5 à 120 et 400 °C (Figure 135), une légère augmentation de dureté $HV_{0,1}$ est visible pour les temps de maintien considérés. A 120 °C, la dureté n'augmente qu'à partir de 12 h de maintien et présente une augmentation maximale de 20 $HV_{0,1}$. Des temps plus longs auraient peut-être permis d'augmenter d'avantage la dureté. A 400 °C, la dureté augmente de 20 $HV_{0,1}$ au bout de 3 h de traitement et reste constante pendant 15 h en oscillant autour de la valeur atteinte. De plus, les résultats obtenus ne sont pas en accord avec ceux de certains auteurs qui obtiennent un pic de dureté au bout de 8 h, mais pour des alliages Al-Mg-Zr, beaucoup moins chargés en éléments d'addition (Croteau *et al.*, 2018; Griffiths *et al.*, 2020; Schmidtke *et al.*, 2011; Spierings, Dawson, Kern, *et al.*, 2017).

Les augmentations de dureté obtenues à ces deux températures 120 et 400 °C ne permettent pas de dépasser la dureté de l'alliage de référence, l'alliage 7075 dans l'état T6, pour les temps considérés.

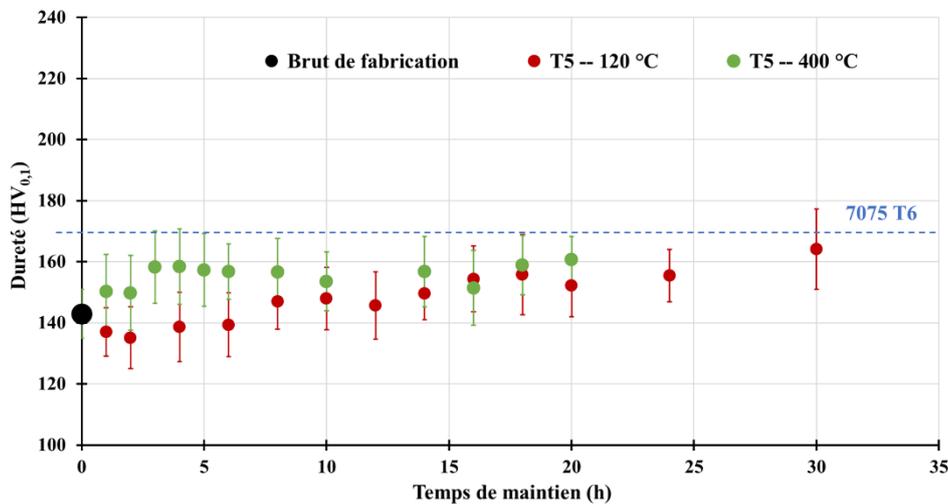


Figure 135 : Evolution de la dureté $HV_{0,1}$ en fonction du temps de maintien à 120, 150 et 400 °C dans le cas d'un vieillissement direct (traitement T5) (Section XZ).

Dans le cas d'un traitement T5 à 120 °C, la microstructure est toujours duplex avec des grains très fins et d'autres légèrement moins (Figure 136). Les précipités Al_3Zr au centre des grains sont toujours visibles et les phases aux joints de grains sont conservées. D'un point de vue microscopique, la structure est identique à celle de l'état brut de fabrication. Néanmoins, pour un traitement de 24 h, la dureté est supérieure à celle de l'état brut de fabrication. Ainsi, des précipités η' - $MgZn_2$ se sont probablement formés au cours du maintien en température. Ils ne sont pas détectables aux échelles étudiées et peuvent se former aussi bien au sein des grains qu'aux joints de grains. Dans les deux cas, cela engendre une modification de la solution solide et de celle des joints de grains.

Pour un maintien à 400 °C, il existe encore certaines traces des bains de fusion, dans le sens où il existe des zones à fortes densités de particules et d'autres sans particules. Le nombre de dispersoïdes présentant un contraste chimique différent de celui de l'aluminium semble plus important que dans l'état brut de fabrication. Ces dispersoïdes, qui présentaient une forme plutôt

circulaire/elliptique dans l'état brut, existent toujours et sont accompagnés, pour ce traitement, de particules de forme beaucoup plus aléatoire et de taille plus petite. Pour les dispersoïdes circulaires présentant le contraste chimique le plus important avec la matrice, une analyse EDS confirme que ces particules sont très riches en Zr (Figure 137). Elles proviennent très certainement de l'état brut de fabrication. Le liseré en bordure de particule est le signe d'un gradient chimique entre la particule et la matrice (Figure 136 – d). D'autres particules, dont le contraste chimique est moins marqué avec la matrice (Figure 136 – d et Figure 138) semblent se positionner préférentiellement dans les zones à grains très fins. Ils ont une taille de l'ordre du micromètre. Une analyse par EDS (Figure 138) permet de montrer que ces particules sont riches en Zn et Mg, et légèrement moins en Cu. Il est possible que ces phases formées au cours du maintien soient des phases T-Al₂Mg₃Zn₃ associées avec du cuivre. Ces précipités sont issus de la dissociation du réseau eutectique aux joints de grains. Leur géométrie concave donne l'impression que ces particules sont en train de se dissoudre, peut être au profit de la phase η. Des micrographies à des temps de maintien plus courts pourraient permettre de comprendre davantage l'évolution de ces précipités au cours du temps.

A plus faible échelle, les réseaux continus aux joints de grains (grains fins et grossiers) ne le sont plus (Figure 136 – d). Les éléments d'alliage initialement localisés aux joints de grains ont diffusé pour se regrouper en particules plus grosses. Des précipités encore plus fins se localisent préférentiellement dans les zones à grains très fins, sous une forme plutôt allongée. A cette température de maintien, des précipités Al₃Zr peuvent apparaître. Selon Croteau *et al.*, ces précipités sont sous une forme allongée (en plaquette), ce qui pourrait correspondre à certains précipités observés en Figure 136 – d. J.D. Robson parle davantage d'une précipitation sous forme sphérique, de diamètre de l'ordre de 20 nm, dont on ne verrait ici que des sections (Robson & Prangnell, 2001). Les précipités S-Al₂CuMg sont également susceptibles de se former pour des maintiens entre 350 et 490 °C (X. M. Li & Starink, 2011; B. Nie *et al.*, 2016; Peng *et al.*, 2015; Rokhlin *et al.*, 2004). Ils se forment à partir d'une dissolution du Zn des phases Mg(Al,Zn,Cu)₂ (Z. Wang *et al.*, 2023). Les précipités T ne se dissolvent qu'à 470 °C (X. M. Li & Starink, 2011; Lim *et al.*, 2003), ils sont également susceptibles de grossir à cette température.

Ainsi, les changements microstructuraux sont nombreux, mais la taille des grains n'a, *a priori*, pas été modifiée en raison de l'effet du Zr, qui a tendance à stabiliser les structures, même à haute température. Michi et ses co-auteurs ont observé une légère augmentation des grains les plus grossiers après 200 h à 400 °C (alliage Al-Cu-Mn-Zr), les grains les plus fins n'ont pas été modifiés après un tel traitement (Michi *et al.*, 2022). L'augmentation de dureté observée est dans ce cas due à la présence des précipités riches en zirconium et ceux issus de la décomposition de la solution solide et des joints de grains.

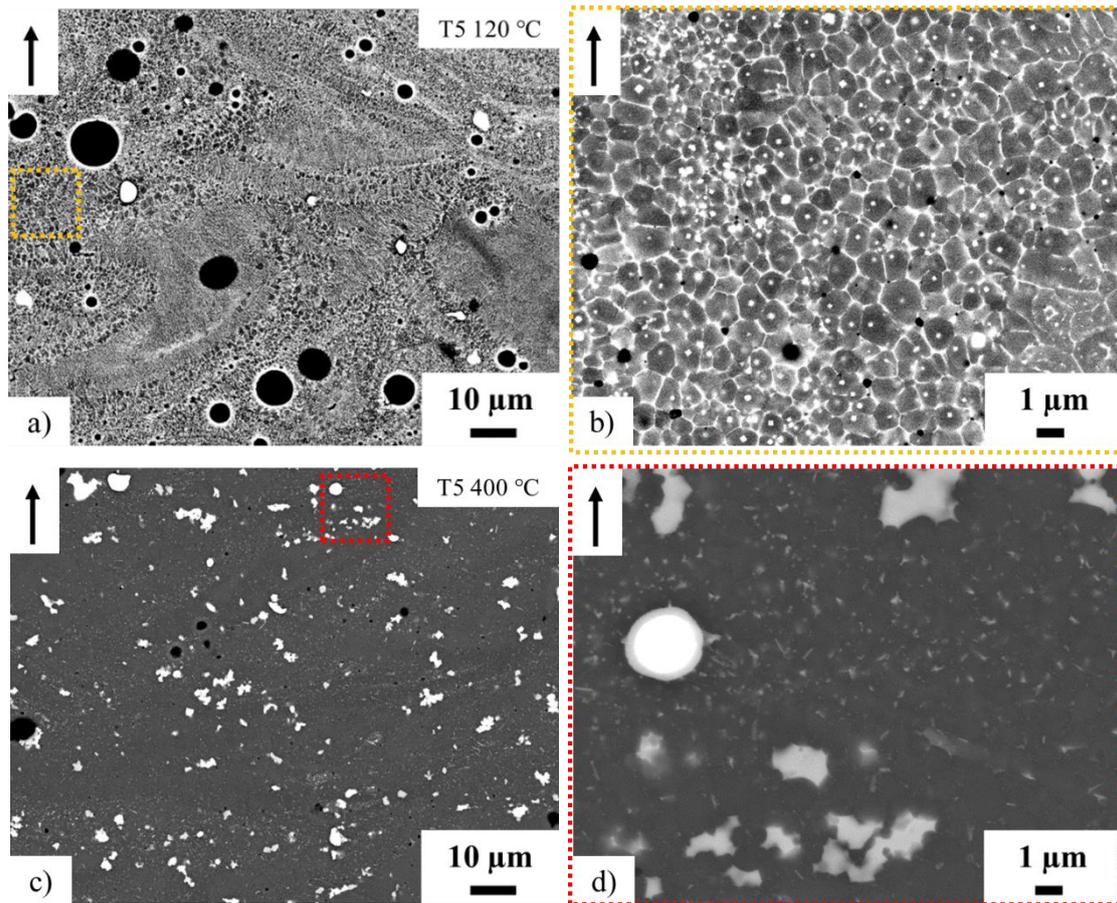


Figure 136 : Micrographies des traitements thermiques T5 : a – b) T5 - 120 °C - 24 h et c – d) T5 - 400 °C - 16 h
 a et c : MEB, $\times 1000$, 15 kV, 10 mm, électrons rétrodiffusés
 b et d : MEB, $\times 6000$, 15 kV, 10 mm, électrons rétrodiffusés

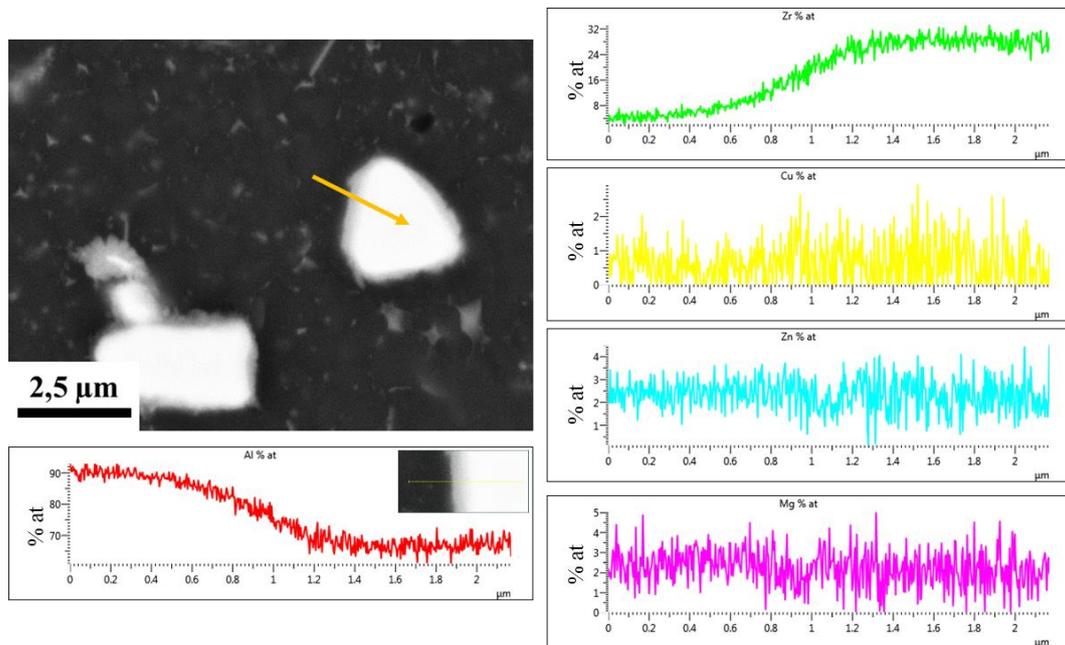


Figure 137 : Analyse EDS, en mode ligne, partant de la matrice et traversant un dispersoïde.
 Etat T5 -- 400 °C - 16 h

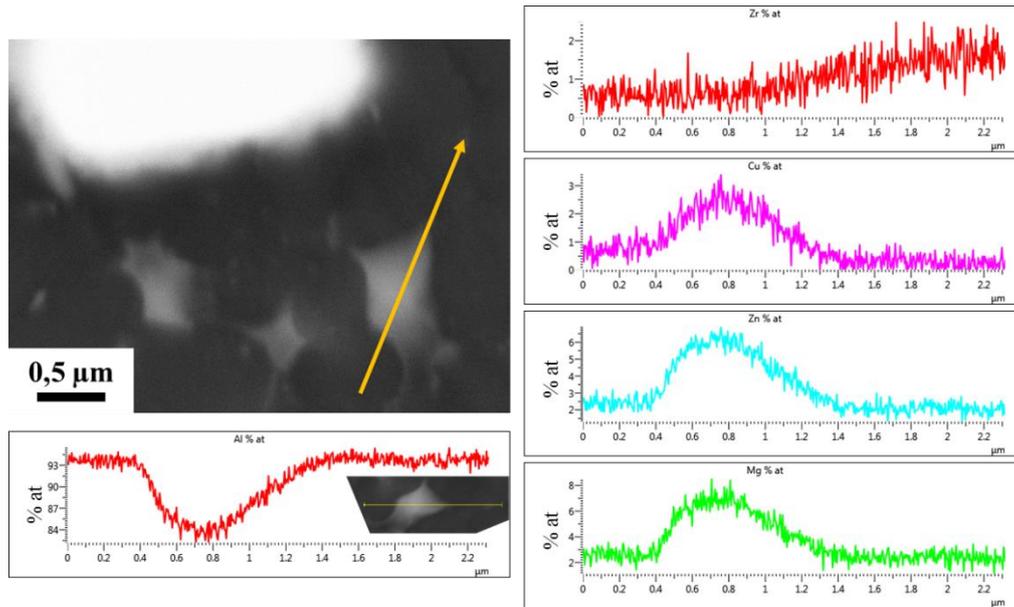


Figure 138 : Analyse EDS, en mode ligne, partant de la matrice et traversant un précipité.
Etat T5 -- 400 °C - 16 h

- **Influence des post-traitements thermiques T4**

Concernant le traitement T4, les influences de la durée de mise en solution à 475 °C et du temps de maturation à 25 °C ont été étudiées (Tableau 61). La Figure 139 présente les valeurs de dureté obtenues pour chaque post-traitement.

Dans l'état de trempe fraîche, la dureté diminue, en moyenne de 15 HV_{0,1}, par rapport à l'état brut de fabrication et cela quel que soit le temps de maintien (125 HV_{0,1}). La diminution semble plus importante avec les temps de maintien les plus longs malgré les écarts-types relatifs à chaque valeur moyenne. Dans cet état de trempe fraîche, la dureté obtenue est supérieure à celle des alliages 7050 et 7075 dans le même état (85 – 110 HV), sans doute en raison d'une taille de grain plus faible et d'un taux de sursaturation de la matrice plus important après fabrication (B. Nie *et al.*, 2016; Zheng *et al.*, 2018).

Après un maintien de 24 h à température ambiante, une augmentation d'environ 30 HV_{0,1} (25 % de la valeur dans l'état de trempe fraîche) est observée pour toutes les conditions. La même augmentation de dureté a été observée pour un alliage 7050 après 24 h de maturation à température ambiante, après mise en solution et trempe (Zheng *et al.*, 2018). La dureté au cours du premier jour de maturation devient supérieure à celle de l'état brut de fabrication. Lorsque le temps de maturation augmente, la dureté continue à croître. Au bout de deux semaines, la dureté est maximale et elle est constante pendant au moins un mois et demi. On peut supposer qu'elle restera constante pour des temps plus longs en raison du plafonnement de la formation des zones GP au cours du temps. La dureté maximale atteinte est égale à la dureté de l'alliage 7075 dans l'état T6. Des mesures électriques ont montré, qu'après une mise en solution et une trempe à température ambiante, la résistance électrique des alliages 7050 et 7075 augmente rapidement entre 10 min et 5 jours après la trempe, puis se stabilise (Staley, 1974). L'augmentation de la résistivité a été attribuée à la formation de zones de Guinier-Preston au cours des cinq premiers jours.

Ainsi, la mise en solution, qui a pour but de remettre les éléments d'alliage en solution solide et d'homogénéiser la microstructure, autorise le vieillissement naturel de l'alliage. Cette

maturation semble dépendre du temps de maintien : des temps courts (1 à 2 h) permettent d'avoir de meilleures duretés. Néanmoins, tous les temps de maintien testés permettent après maturation d'obtenir des duretés équivalentes à celle de l'alliage de référence dans l'état T6.

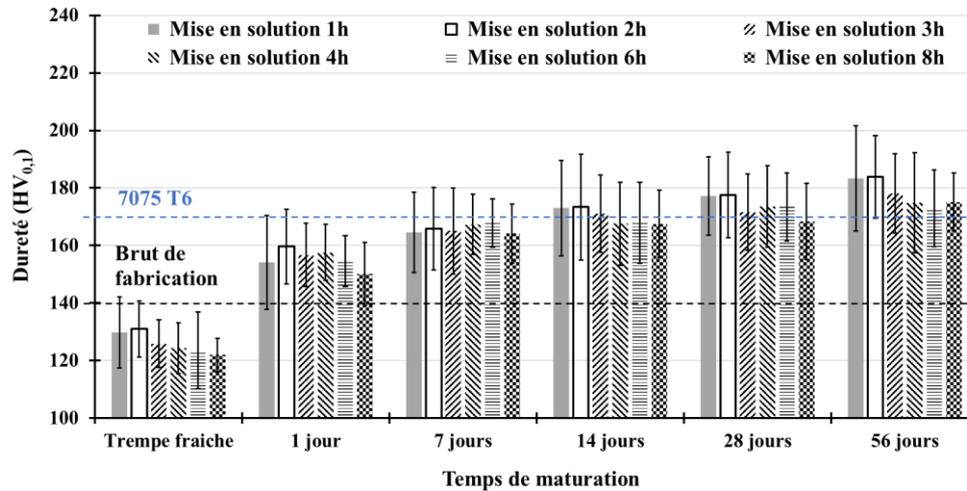


Figure 139 : Evolution de la dureté $HV_{0,1}$ en fonction du temps de maturation à température ambiante pour différents temps de mise en solution (Section XZ).

Après une mise en solution de 2 h, les traces des contours des bains de fusion restent distinguables avec leur structure bimodale (trempe fraîche et maturation, Figure 140 – a et c). Le nombre de dispersoïdes riches en Zr ne semble pas être plus important par rapport à l'état brut de fabrication. Les joints de grains ne sont plus constitués d'un réseau particulière continu mais d'un ensemble de particules espacées les unes des autres. Ces précipités ont été dissouts au cours de la mise en solution. Les précipités carrés à l'état brut de fabrication sont toujours visibles au sein des grains les plus fins, et possèdent la même géométrie après ce traitement.

Une grande variété de précipités s'est formée au cours du maintien en température (Figure 140 – b et d). Ils sont répartis de manière hétérogène puisqu'il existe des zones riches et d'autres plus pauvres en précipités. Ils se sont principalement formés aux joints de grains et à l'intérieur des grains les plus fins. Les géométries observées sont très variées (Figure 140 – b et d). A 475 °C, la température de dissolution des précipités η et T est dépassée, ils sont donc remis en solution (Dai *et al.*, 2022; Deng *et al.*, 2012; Lim *et al.*, 2003; B. Nie *et al.*, 2016). Par contre, les précipités S-Al₂CuMg sont plus stables thermiquement ; ils peuvent se former ou grossir (température de dissolution de l'ordre de 490 °C (Deng *et al.*, 2012; Lim *et al.*, 2003; Mahathaninwong *et al.*, 2012; Robson, 2004). De plus, à cette température, une précipitation fine de particules Al₃Zr sphériques peut avoir lieu car le pic de vitesse de transformation se situe entre 400 et 500 °C (Robson & Prangnell, 2001; Souza *et al.*, 2018). Certains précipités se présentent sous forme de croix (Figure 140 – d, cercle rouge), signes d'une dissolution selon les directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ de la phase métastable Al₃Zr (Robson & Prangnell, 2001). Enfin, des intermétalliques Al-Cu-Fe se forment (ou ne sont pas dissouts) également lors de la mise en solution (Figure 142).

Il est possible que pour des temps de maintien plus longs une dissolution des précipités aux joints de grains puisse avoir lieu. Cette dissolution entrainerait donc une dureté plus faible dans l'état de trempe fraîche comme constaté (Figure 139).

L'analyse chimique de la solution solide a été effectuée par STEM-EDS (Tableau 62). La composition chimique de la matrice fait apparaître un état de sursaturation de la solution solide riche en aluminium. Cette sursaturation est plus importante après la mise en solution qu'après fabrication, ce qui confirme la formation de zones GP au cours du vieillissement naturel, et l'augmentation de dureté observée (Figure 139).

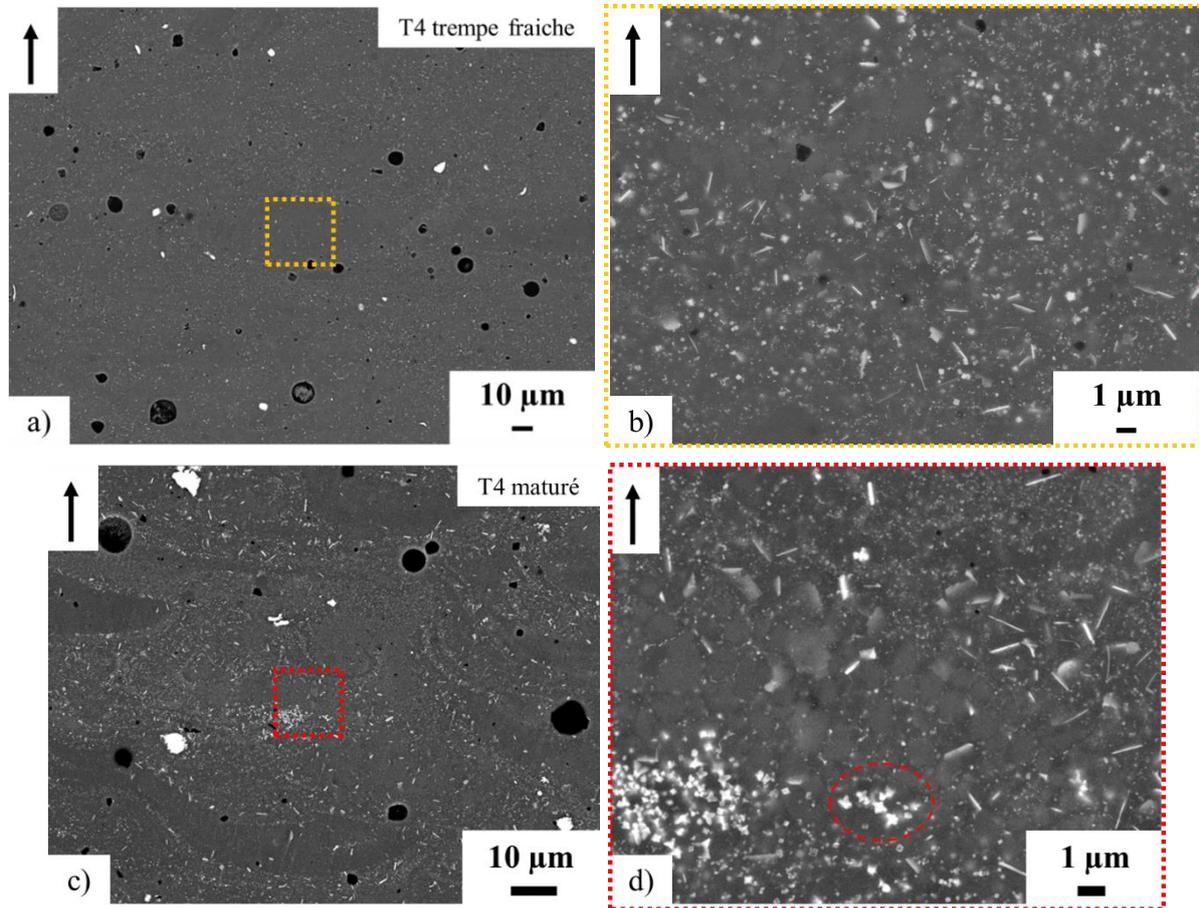


Figure 140 : Micrographies des traitements thermiques T4 :
 a – b) T4 - 475 °C - 2 h, trempe fraîche et c – d) T4 - 475 °C - 2 h, mûré (45 jours).
 a et c : MEB, × 1000, 15 kV, 10,5 et 10 mm, électrons rétrodiffusés
 b : MEB, × 5000, 15 kV, 80 pA, 10,5 mm, électrons rétrodiffusés
 d : MEB, × 6000, 15 kV, 10 mm, électrons rétrodiffusés

Elément chimique	Pointé (%at) Matrice
Al	91,7
Zn	2,2
Mg	3,2
Cu	1,6
Zr	0,6
O	0,7
Fe	0,1

Tableau 62 : Composition chimique de la matrice à l'état T4 mûré (475 °C – 2 h, trempe, 25 °C - 45 jours), obtenue par STEM-EDS.

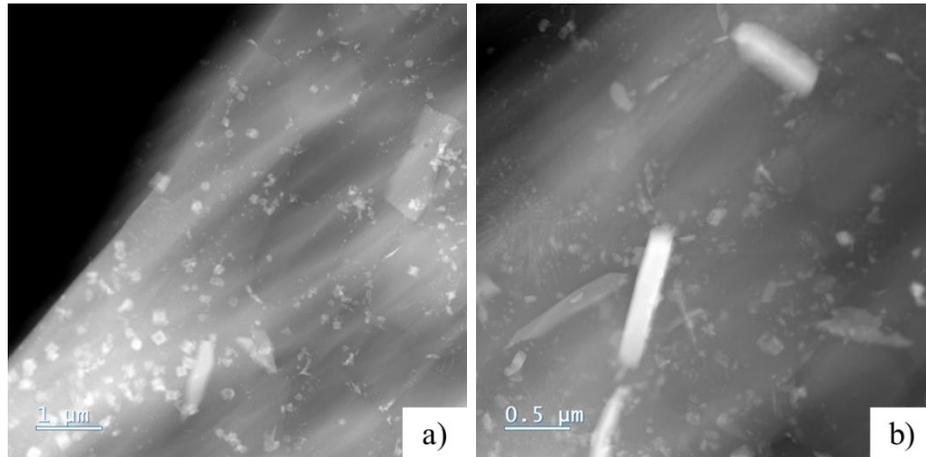


Figure 141 : Micrographies obtenues par STEM dans l'état T4 mûré (475 °C – 2 h, trempe, 25 °C - 45 jours) : a) $\times 20000$ et b) $\times 40000$.

Après une mise en solution (2 h) et une maturation, la majorité des particules observées ne présentent pas de géométrie particulière, mais certaines sont de section carrée (Figure 141 – a) ou sous forme de bâtonnets (Figure 141 – b). La longueur moyenne des particules est inférieure à 500 nm, mais dans certains cas la longueur peut-être de l'ordre du micromètre. Des analyses STEM-EDS de la micrographie présentée en Figure 141 – b ont permis de mettre en avant que la quasi majorité des précipités observés sont riches en zirconium et que quelques-uns sont riches en Mg-Zn-Cu (Figure 142). Les précipités riches en Zr sont à la fois localisés au niveau des joints de grains et à l'intérieur des grains, sous des formes assez diverses. Autour de ces précipités, il existe une zone appauvrie en atomes de zirconium. Les précipités riches en Mg-Zn-Cu semblent se former au niveau des joints de grains. Ils sont plutôt allongés et de faible épaisseur. Leur formation s'est probablement déroulée lors de la maturation.

Au cours de la mise en solution à 475 °C, il y a eu dissolution totale des phases présentes aux joints de grains, formation de précipités riches en Zr aux joints de grains et à l'intérieur des grains. Des précipités S-Al₂CuMg ont également pu précipiter/grossir lors de ce traitement bien qu'ils n'aient pas pu être observés par MET(-EDS). Liu *et al.* ont reporté un diagramme de phase Al-Zn-Mg-Cu pour une concentration en masse de Zn égale à 6 %m, l'existence d'un domaine $\alpha + S$ pour des concentrations en Cu et Mg respectivement égales à 2 et 3 %m à une température de 460 °C (Y. Liu *et al.*, 2014). D'autres phases riches en cuivre, telle que Al₃Cu₂Fe, peuvent aussi se former lors de la mise en solution, ou ne pas se dissoudre.

Après maturation, des précipités riches en Zn-Mg-Cu sont observables par STEM-EDS (Figure 142), mais il n'est pas possible de savoir si ce sont des vestiges de la structure à l'état brut de fabrication ou bien des précipités formés au cours de la maturation (45 jours).

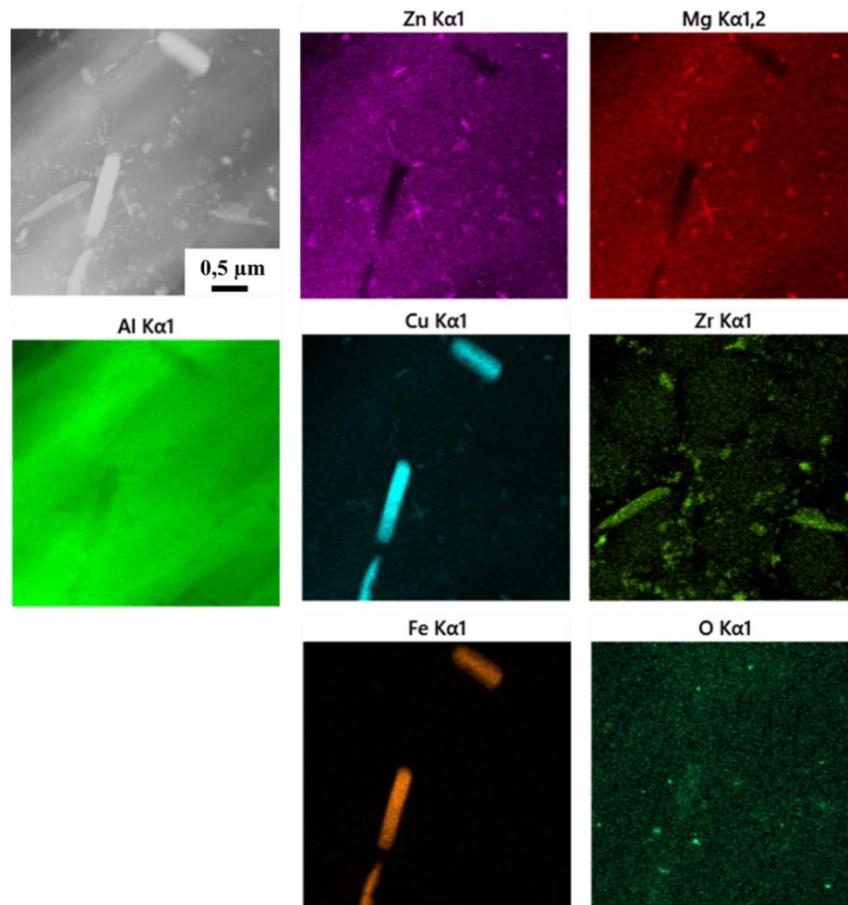


Figure 142 : Cartographies STEM-EDS du matériau dans l'état T4 mûré (475 °C – 2 h, trempe, 25 °C – 45 jours). La micrographie en haut à gauche a été obtenue par STEM ($\times 40000$).

- **Influence des post-traitements thermiques T6**

Concernant les post-traitements thermiques T6, un temps de maintien de 2 h est utilisé pour la mise en solution. Les revenus ont été réalisés juste après la trempe à l'eau, à deux températures différentes (120 et 400 °C) (Figure 143).

Après une heure de revenu à 400 °C, la dureté $HV_{0,1}$ est équivalente à celle à l'état de trempe fraîche. Elle n'évolue pas, même sur des temps longs (20 h). Ce traitement ne permet donc pas d'obtenir un matériau plus dur que la référence. A cette température de revenu, des précipités Al-Zr doivent se former. L'évolution de la dureté est donc *a priori* liée à la précipitation de ces phases, qui sont ici non durcissantes en comparaison avec des études menées sur des alliages Al-Mg-Zr (Croteau *et al.*, 2018).

Au contraire, le traitement de revenu à 120 °C permet une augmentation significative de la dureté. Celle-ci passe de 145 $HV_{0,1}$ à l'état brut à 220 $HV_{0,1}$ après 20 h de maintien en température. Dès la première heure de traitement, la dureté atteinte est supérieure à la dureté de l'état T4 mûré et de l'alliage de référence. Pour ce dernier, le traitement T6 a pour but de faire précipiter la phase durcissante η' -MgZn₂. Il semble donc que pour l'alliage modifié étudié, l'ajout de Zr n'empêche pas le durcissement par η' . Il reste néanmoins nécessaire de passer par une mise en solution puisque le traitement direct à 120 °C n'a pas eu le même résultat. L'augmentation de dureté entre l'état brut de fabrication et le pic à l'état T6 (+ 75 $HV_{0,1}$) est cohérente avec des mesures présentées dans la littérature pour des alliages de type Al-Zn-Mg-

Cu élaborés par fusion laser. Cette augmentation entre l'état brut et l'état traité est supérieure à celle atteinte à partir du même type de matériau obtenu par fonderie (Sun *et al.*, 2019; P. Wang *et al.*, 2017).

L'effet d'une maturation à température ambiante a également été regardé dans un seul cas de figure : une mise en solution de 2 h, suivie d'une trempe à l'eau (à température ambiante), d'une maturation de 24 h et d'un vieillissement à 120 °C pendant 10 h. La dureté obtenue est identique à celle sans vieillissement naturel intermédiaire. Tai et ses co-auteurs ont regardé l'effet d'un vieillissement naturel de 7 jours sur la réponse à un vieillissement artificiel à 120 °C d'un alliage 7075. Ils ont comparé cette réponse avec la réponse du matériau trempé non mûri. La réponse du matériau de ce dernier est plus importante puisque non durci par maturation, mais il rejoint le niveau de dureté du matériau mûri atteint après 2 h de traitement. La différence est ensuite minime sur les dernières heures de revenu (24 h de vieillissement au total) (Tai *et al.*, 2022).

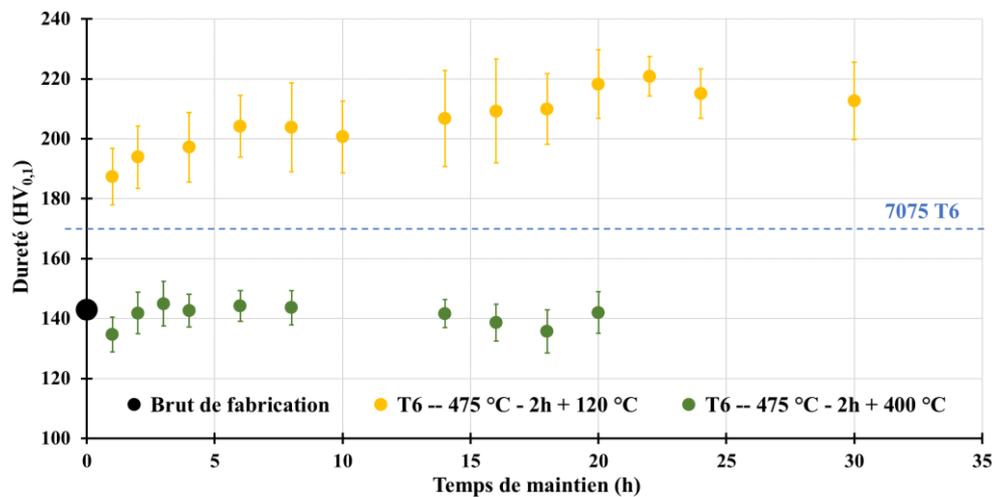


Figure 143 : Evolution de la dureté HV_{0,1} en fonction du temps de maintien à 120 et 400 °C après une mise en solution de 2 h, suivie d'une trempe à l'eau (traitement T6) (Section XZ).

Dans le cas d'un traitement T6 avec un revenu à 400 °C, les traces des contours des bords de fusion sont visibles par observations de zones riches en précipités (Figure 144 – a). Les joints de grains sont décorés de particules (Figure 144 - d) et de nombreux précipités de contraste clair sont également observés dans les zones les plus riches. Deux types de particules grossières et claires sont notamment visibles (Figure 144 – b) : des particules, *a priori* riches en Zr car plus claires (cercle jaune, Figure 144 – b) et d'autres plus foncées (cercle rouge). Ces dernières peuvent être assimilées à des phases T-Al₂Mg₃Zn₃ en se référant à l'analyse chimique qui a été menée pour la condition T5 – 400 °C – 16 h (Figure 138). Des précipités sous forme d'aiguilles et de plaquettes sont visibles dans les zones à grains fins (Figure 144 – d). La transformation de la solution solide sursaturée au cours du revenu à 400 °C engendre une précipitation aux joints de grains, potentiellement T, S ou Al₃Zr. La décomposition de la solution solide et la précipitation de Al₃Zr ne permettent pas d'augmenter davantage la dureté par rapport à l'état brut de fabrication en raison de la présence de précipités faiblement durcissants.

Pour ce traitement, certaines observations microstructurales s'approchent de celles décrites pour les traitements T5 à 400 °C – 20 h et T4 475 °C – 2 h, en particulier : le réseau

aux joints de grains est dégradé, il y a coexistence de zones pauvres et d'autres riches en particules. Cependant, la quantité de particules semble plus importante après le traitement T6 par rapport au traitement T5, et elles semblent surtout de plus petite taille. La différence majeure avec l'état trempé est la présence des particules encerclées sur la Figure 144 – d.

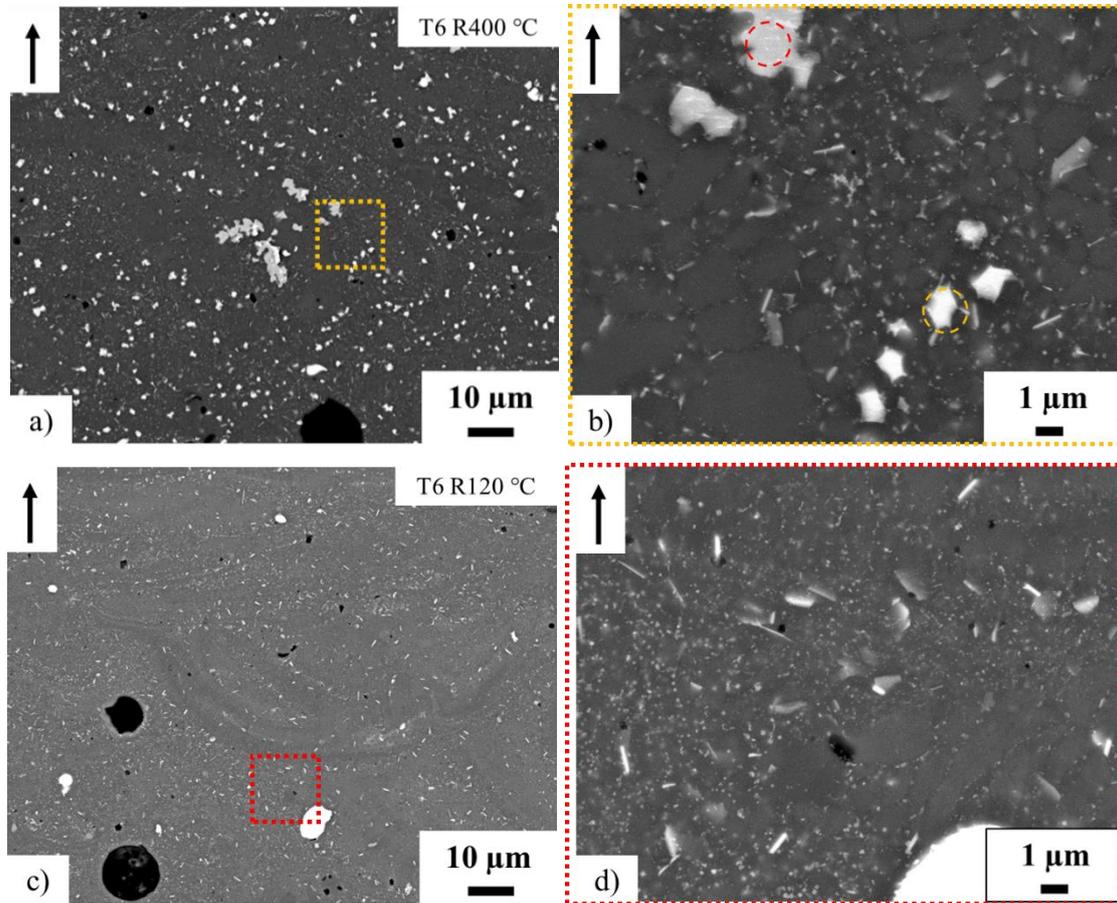


Figure 144 : Micrographies des traitements thermiques T6 :
 a – b) T6 -- 475 °C - 2 h + trempe eau + 400 °C – 16 h
 c – d) T6 -- 475 °C - 2 h + trempe eau + 120 °C – 20 h.
 a et c : MEB, $\times 1000$, 15 kV, 10 mm, électrons rétrodiffusés
 b et d : MEB, $\times 6000$, 15 kV, 10 mm, électrons rétrodiffusés

Le traitement T6 avec un revenu à 120 °C présente, pour les échelles considérées, globalement les mêmes caractéristiques qu'après mise en solution et trempe (Figure 144 – c et d par rapport à la Figure 140). Après ce traitement T6, différents types de précipités sont visibles. Ils présentent des formes et des contrastes différents. Une première analyse MEB-EDS permet de révéler quelques tendances (Figure 145). Les différents cercles symbolisent les zones pour lesquelles des pointés d'analyse chimique ont été effectués. Le précipité central noir (cercle bleu) est riche en Mg et Si (une analyse STEM-EDS a également mis en avant l'existence de ce type de précipités après mise en solution et trempe). Les cercles en vert sont localisés sur des zones où peu de précipités sont présents : la composition chimique qui ressort est celle de l'alliage de base. Les analyses réalisées au niveau des cercles jaunes présentent une concentration atomique de Mg comprise entre 25 et 44 % de la somme (Mg+Zn+Cu). Il n'est pas possible de se prononcer davantage sur la composition chimique de ces précipités en raison

de la taille de la poire d'interaction entre les électrons primaires et la matière au cours de l'analyse qui englobe un volume plus important que celui du précipité.

D'autres analyses chimiques (à partir de la Figure 146 – a) ont permis de montrer l'existence de précipités Mg-Si (cercle vert) et Cu-Fe (cercle bleu), en plus des particules riches en Zr (cercle orange). Au niveau des joints de grains (Figure 147), des précipités riches en Zr et riches en Mg-Zn-Cu sont présents. Il semble donc que la phase durcissante soit un composé de Zn, Mg et Cu. Après un revenu à 120 °C, la phase $Mg(Al,Zn,Cu)_2$ est davantage susceptible de se former par rapport à la phase T.

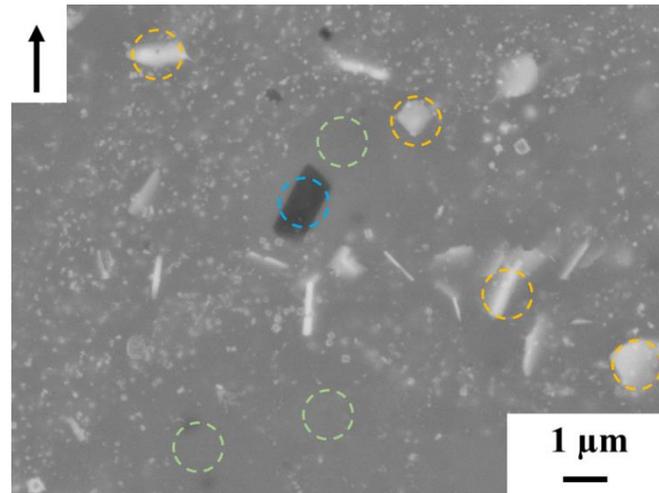


Figure 145 : Microstructure obtenue pour l'alliage traité T6 au pic de dureté (475 °C – 2 h + trempe eau + 120 °C – 22 h) (MEB, $\times 20000$, 15 kV, 9,5 mm, électrons rétrodiffusés).

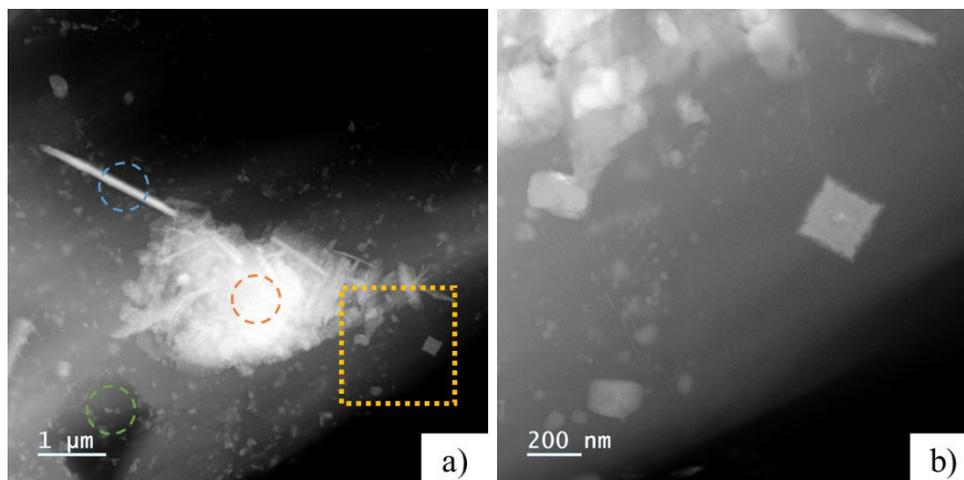


Figure 146 : Micrographies obtenues par STEM dans l'état T6 au pic de dureté (revenu 120 °C – 20 h). Le carré jaune correspond à la zone à partir de laquelle le cliché b) a été pris.

a : $\times 20000$ et b : $\times 80000$

Une cartographie EBSD (Figure 148) montre que la structure bimodale est bien conservée après le passage à haute température et le maintien à une température intermédiaire. Sur la cartographie présentée dans l'état T6, un léger grossissement des grains semblent avoir lieu au cours du traitement. La taille des grains plus grossiers est de $5,4 \pm 2 \mu\text{m}$ de haut et $2,6 \pm 0,8 \mu\text{m}$ de large. Ils sont donc légèrement plus gros qu'à l'état brut de fabrication. La

cartographie EBSD fournit une taille moyenne de grain de $0,89 \pm 0,73 \mu\text{m}$. Ce grossissement de grain reste néanmoins limité, en particulier grâce à l'effet anti-recristallisant du zirconium.

Ainsi, la taille de grain étant constante entre l'état brut de fabrication et l'état T6, l'augmentation de la dureté après traitement thermique est due à :

- La précipitation de la phase η' - $\text{Mg}(\text{Al},\text{Zn},\text{Cu})_2$ à la fois aux joints de grains et au centre des grains ;
- Une précipitation de Al_3Zr aux joints de grains au cours de la mise en solution ;
- Une précipitation possible de la phase S- Al_2CuMg au cours de la dissolution de la phase η formée lors de la fabrication.

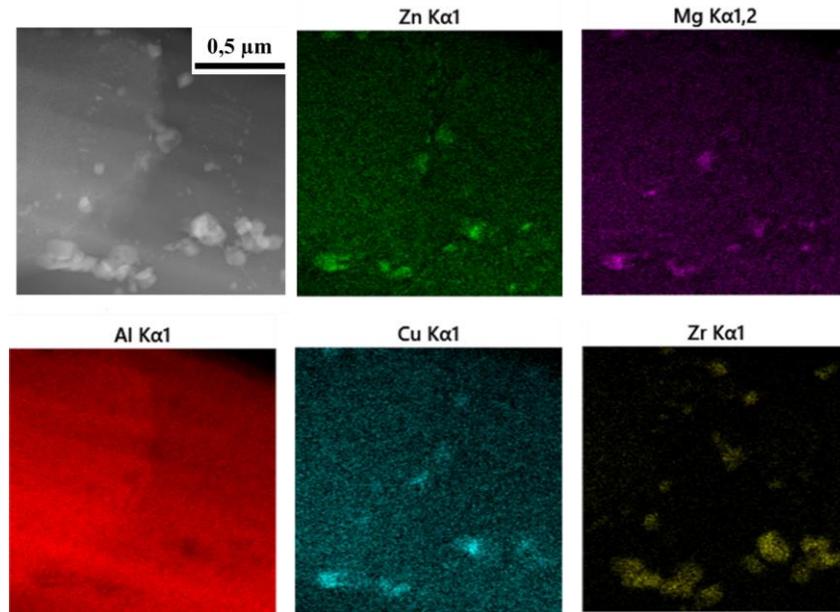


Figure 147 : Cartographie STEM-EDS du matériau dans l'état T6 au pic de dureté ($475^\circ\text{C} - 2\text{ h} + \text{trempe eau} + 120^\circ\text{C} - 22\text{ h}$). La micrographie en haut à gauche a été obtenue par STEM ($\times 100000$).

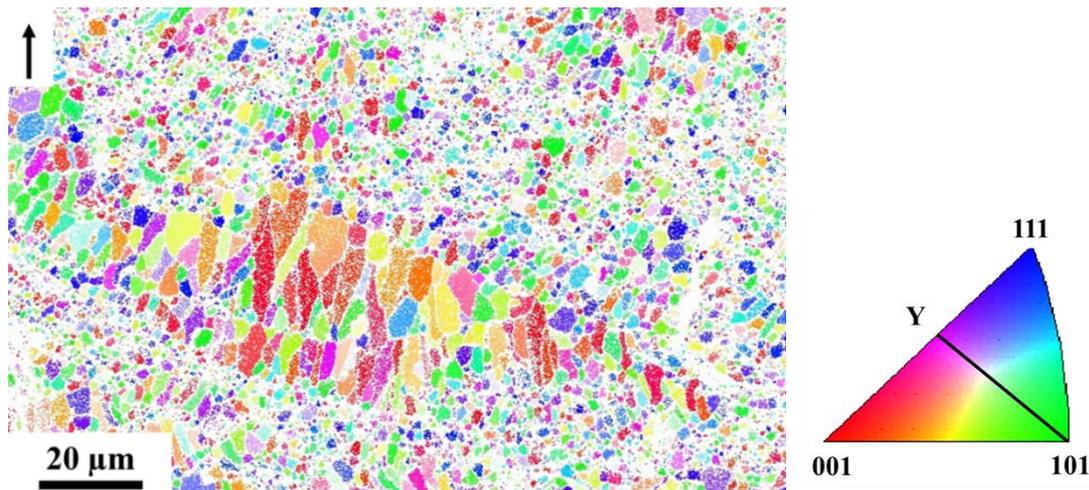


Figure 148 : Cartographie EBSD du matériau dans l'état T6, au pic de dureté (Section XZ, $\text{step} = 0,1 \mu\text{m}$; 1489×1000 , désorientation 10°).

2.2.2. Transformations de phases et séquence de précipitation

Pour comprendre plus finement les transformations de phases possibles de cet alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr, des essais DSC ont été menés au chauffage, avec une vitesse de 20 °C/min entre 20 et 450 °C (trois essais par conditions) (Figure 149). Les essais ont été effectués sur un appareil Mettler Toledo (DSC1 Stare System). La déformation de certaines capsules au cours de l'essai n'a pas permis d'exploiter les courbes au-delà de 300 et 400 °C respectivement pour les états brut et T4.

Les courbes obtenues pour les états brut et T4 sont relativement similaires sur la plage de températures considérées (50 – 300 °C). Les trois pics A, B, C correspondent respectivement à la dissolution des zones GP (A, 130 – 140 °C), à la précipitation de η' (B, 210 – 220 °C) et de η (C, 230 – 240 °C). Dans le cas de l'état T6, le pic endothermique est décalé vers les hautes températures (A', 195 ± 1 °C). Il correspond à la dissolution des zones GP et des précipités η' formés au cours du revenu. Le pic C correspond à la précipitation de η (235 ± 1 °C). Un troisième pic exothermique est observable (258 ± 1 °C), il peut s'agir de la formation de la phase T'ou T puisque la concentration de Mg est élevée. Enfin, une seconde inflexion est observée à 389 °C (pic E) ; elle peut correspondre à la dissolution de la phase η , puisque la température de dissolution des phases T et T' est supérieure (Dai *et al.*, 2022).

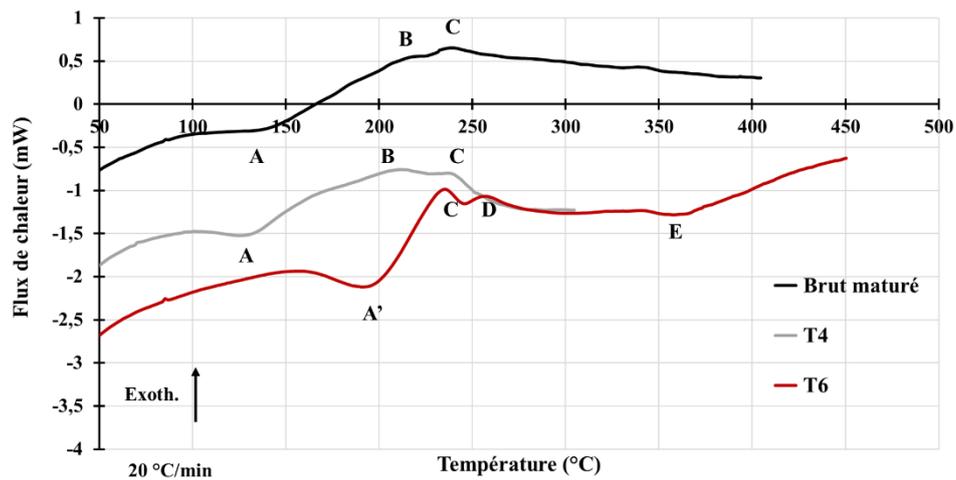


Figure 149 : Courbes DSC des états brut, T4 mûré et T6 au chauffage (20 °C/min).

Enfin des analyses thermiques par ATD ont également été effectuées avec une vitesse de chauffage de 5 °C/min jusqu'à 700 °C. Aucune transformation de phases n'a pu être raisonnablement interprétée avec cette technique entre 20 et 400 °C compte-tenu de sa résolution et de la vitesse de chauffage utilisée (Figure 150).

Dans le cas de la poudre, deux pics endothermiques sont observés à 478 et 625 °C. Le premier est associé à la dissolution de phases eutectiques et le second à la fusion de l'alliage. A l'état brut, deux pics endothermiques existent également, et un plateau apparaît. Ce plateau s'étend de 470 à 520 °C. Il est probable qu'il soit dû à la présence de Zr et qu'il corresponde à la ligne de base. Dans ce cas, l'inflexion juste avant correspond à une dissolution (probablement des phases T). L'incorporation de zirconium engendre un décalage de la température de fusion vers les hautes températures (633 ± 1 °C). Finalement, le pic observé à 520 ± 1 °C serait lié à la dissolution de Al_3Zr .

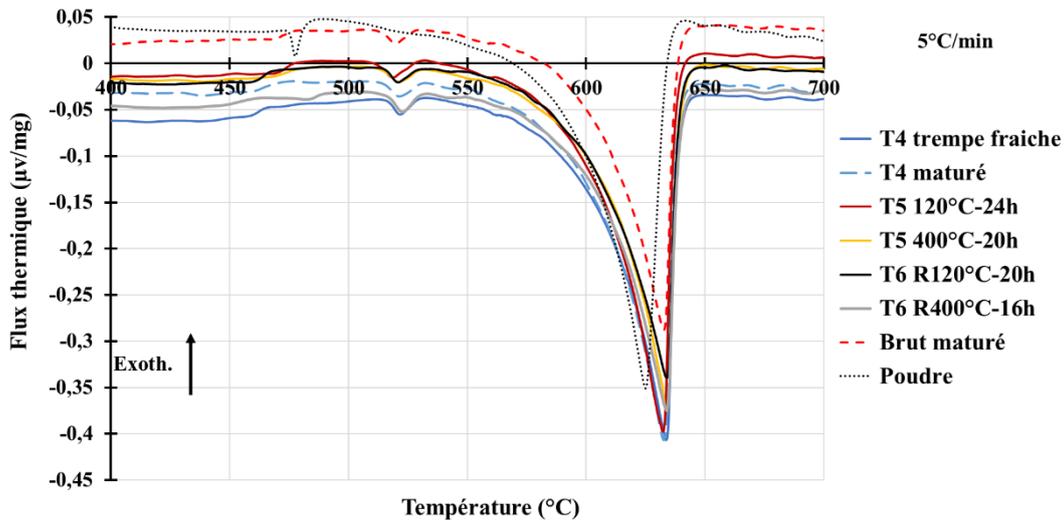


Figure 150 : Courbes ATD effectuées à 5 °C/min entre la température ambiante et 700 °C.

2.2.3. Synthèse sur les post-traitements thermiques

Différents types de traitements thermiques ont été effectués afin d'estimer leur influence sur la microstructure de l'alliage élaboré par L-PBF. Ces traitements ont engendré des modifications microstructurales plus ou moins significatives en fonction des couples « Température – Temps ».

Au cours d'un vieillissement simple à 120 °C, la dureté augmente d'environ 20 HV_{0,1}. Les modifications microstructurales ne sont pas observables aux échelles considérées, même pour des temps longs. La modification attendue pour obtenir une telle augmentation est une précipitation de η à partir de la décomposition de la solution solide saturée ou des structures aux joints de grains. Un vieillissement à 400 °C a engendré des modifications microstructurales sur un temps long (16 h), telles que la dissociation du réseau continu aux joints de grains et la formation de particules au niveau des zones à grains très fins.

Lors d'une mise en solution à 475 °C, le réseau eutectique riche en Zn-Mg-Cu aux joints de grains est complètement rompu et de nombreuses particules apparaissent. Ces dernières se localisent essentiellement dans les zones à grains fins. Elles se forment au cours du palier à haute température par décomposition de la solution solide et par diffusion aux joints de grains. La trempe permet de figer la structure obtenue à 475 °C. La solution solide sursaturée peut ensuite commencer à se décomposer et la formation de zones GP peut se mettre en place au cours de la maturation. Enfin, après un revenu à 120 °C, la solution solide sursaturée se décompose pour former la phase durcissante η' . Dans les deux cas, les traitements T4 ou T6 engendrent une augmentation de dureté. Les duretés finales obtenues sont supérieures à celle de l'alliage 7075 dans son état T6. Un bilan des transformations structurales est présenté ci-dessous (Tableau 63) :

Traitement thermique	Température – Temps	Modification par rapport à l'état brut
Maturation / vieillissement naturel	25 °C	- Formation de zones GP - Pas de modification au niveau des grains
T5	120 °C 24 h	- Formation de zones GP et potentiellement de la phase η' - Pas de modification au niveau des grains
	400 °C 20 h	- Joints de grains faiblement décorés - Précipitation de Al_3Zr et de T - Précipitation potentielle de S aux joints de grains lors de la dissolution des eutectiques
T4 trempe fraiche	475 °C – 2h	- Joints de grains faiblement décorés - Précipitation inter et intragranulaire de Al_3Zr - Précipitation potentielle de S aux joints de grains
T4 maturé	25 °C	- T4 trempe fraiche + formation de zones GP et potentiellement η'
T6	120 °C 20 h	- T4 trempe fraiche + formation de zones GP et de η' - Léger grossissement des grains
	400 °C 16 h	- T4 trempe fraiche + grossissement des précipités Al_3Zr - Précipitation possible de T

Tableau 63 : Récapitulatif des transformations observées après les différents traitements thermiques.

2.3. Synthèse des propriétés métallurgiques

Dans l'état brut de fabrication, le matériau présente une structure granulaire bimodale avec des grains très fins aux frontières des bains de fusion et des grains plus grossiers au centre. Les grains fins sont issus de la germination hétérogène de la phase d'aluminium, à partir de particules Al_3Zr . A l'état brut de fabrication, le matériau est durci par la présence de grains de faible dimension, d'une solution solide saturée, et de phases eutectiques ségréguées aux joints de grains (majoritairement $Mg(AlZnCu)_2$).

L'augmentation de la taille des grains est limitée au cours des différents traitements grâce à la présence de Zr. Ce paramètre n'est donc pas à prendre en compte pour expliquer les différences de durcissement à la suite des traitements.

La mise en solution rompt le réseau eutectique aux joints de grains et permet la formation de précipités riches en Zr, et d'autres précipités dont la nature n'a pas pu être définie précisément. Elle engendre également une solution solide davantage sursaturée en éléments (Mg, Zn et Cu). Ainsi, la diminution de la dureté après une trempe fraiche est due à la fois à la détente du matériau, et a un effet *a priori* moins durcissant de la solution solide sursaturée associée à des précipités riches en Zr, par rapport à la présence de structures eutectiques aux

jointes de grains. En revanche, la sursaturation de la solution solide après mise en solution permet, d'une part, la formation de zones GP au cours d'une maturation à température ambiante, et d'autre part, la formation de précipités durcissants η' -MgZn₂ au cours du revenu à 120 °C. La maturation et le revenu permettent une augmentation notable de la dureté en fonction du temps. Ainsi, l'évolution de la dureté en fonction des modifications microstructurales montre qu'une mise en solution est nécessaire afin de pouvoir utiliser au maximum la capacité de renforcement par les précipités η' . Par rapport à l'alliage AlSi10Mg, le vieillissement artificiel à partir de l'état brut n'est donc pas souhaitable. De plus, la dureté maximale est bien supérieure à celle de l'alliage de référence 7075-T6, cela est dû à une taille de grains plus fine et à la composition chimique de l'alliage étudié (plus riche en éléments d'alliage). La conservation de la structure bimodale est donc nécessaire pour permettre un durcissement maximal de l'alliage.

Le traitement thermique sélectionné pour la suite de l'étude est celui permettant d'obtenir la dureté maximale car l'état thermique rendant le matériau le plus dur est ici recherché. L'hypothèse sous-jacente est que l'évolution de la limite d'élasticité se fasse selon les mêmes tendances que celle de la dureté. Ainsi, l'état le plus dur est supposé fournir la limite d'élasticité la plus élevée. Le traitement choisi est donc le traitement T6 suivant :

- Une mise en solution à 475 °C pendant 2 h,
- Une trempe à l'eau à température ambiante,
- Un revenu à 120 °C pendant 20 h,
- Un refroidissement à l'air libre.

Les enfournements se font directement dans des étuves préalablement chauffées en température.

3. Propriétés mécaniques

Pour cette étude, des essais de dureté, de traction et de résilience, ont été réalisés afin d'évaluer les effets de la direction de construction et des post-traitements thermiques d'une part, et de la direction d'entaille et de la vitesse de sollicitation, d'autre part.

3.1. Influence de l'orientation de fabrication

• Dureté

Pour cette étude, nous avons, comme au Chapitre 2, évalué la dureté selon les deux sections XY et XZ. Les mesures de dureté HV_{0,1} sont nombreuses (environ 145 indentations pour chaque section), et les valeurs sont représentées selon des lois normales (Figure 151). Quelles que soient les charges appliquées (Tableau 64), les valeurs moyennes de dureté sont identiques et les représentations par une loi normale sont comparables. Il n'y a donc pas d'effet d'échelle quant à l'isotropie du comportement en dureté. Ceci est cohérent avec les observations microstructurales réalisées dans les deux plans (micrographies, Figure 124 ; cartographies EBSD, Figure 123) et la littérature qui montrent une orientation aléatoire des grains. Leur taille est plus petite que la plus petite empreinte de dureté ; à chaque essai, plusieurs grains sont sollicités, ce qui peut expliquer la cohérence quelles que soient les charges appliquées.

Les valeurs de dureté obtenues pour un alliage Al-Zn-Mg-Cu fabriqué par L-PBF, dans l'état brut de fabrication, sont en accord avec les résultats issus de la littérature (aux alentours de 130 HV) (Stopyra *et al.*, 2020; P. Wang *et al.*, 2017). Certains auteurs obtiennent également des duretés à l'état brut inférieures à celles obtenues ici, que les alliages soient modifiés avec du Zr ou non (Mertens *et al.*, 2020; Sun *et al.*, 2019). D'autres auteurs donnent une valeur supérieure (159 ± 2 HV_{0,5}) à celle obtenue dans notre étude (A. Martin *et al.*, 2022). Les paramètres de fabrication combinés étant proches, la différence peut s'expliquer par un taux de porosité différent (4,6 % contre 1 % pour A. Martin *et al.*).

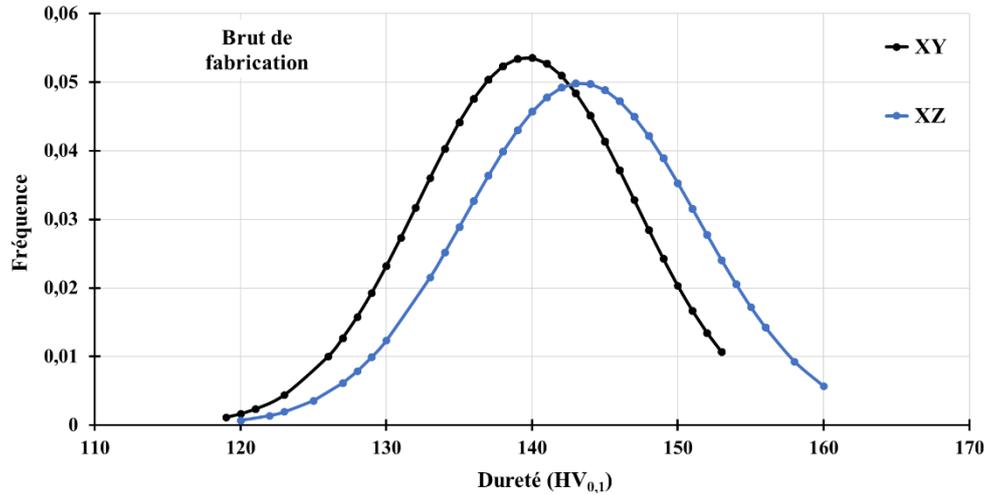


Figure 151 : Représentation sous forme de loi normale de la dureté HV_{0,1} à l'état brut de fabrication, pour les sections XY et XZ (Paramétrie 15 ; Lasage simple).

Orientation	HV _{0,01}	HV _{0,1}	HV ₁₀
XY	150 ± 9	140 ± 8	131 ± 2
XZ	158 ± 12	143 ± 8	138 ± 3

Tableau 64 : Evolution de la dureté en fonction de la charge appliquée et de la section considérée ; Etat brut.

• Propriétés en traction

Nous nous intéressons maintenant à la caractérisation par essai de traction. Comme présenté en Figure 120, les éprouvettes de traction sont des éprouvettes plates et prélevées selon trois orientations différentes : Z, X(Y, Z). Pour les éprouvettes orientées selon l'axe X, la première lettre représente l'orientation de construction et la seconde la direction de la largeur de l'éprouvette. Les éprouvettes testées ont une section nette de 6×3 mm² et une longueur utile de 22 mm. Les essais ont été effectués selon la norme ASTM E8. Ils ont été réalisés à température ambiante sur la même machine que pour l'AlSi10Mg (INSTRON 5892) à une vitesse de déplacement de la traverse identique, égale à 0,3 mm.min⁻¹ (vitesse de déformation égale à 2,5.10⁻⁴ s⁻¹). Un extensomètre mécanique (de longueur de jauge égale à 12,5 mm) a été utilisé jusqu'à la rupture des éprouvettes. Les essais ont été répétés trois fois pour chacune des orientations afin de s'assurer de la répétabilité des résultats.

Les valeurs moyennes des contraintes à rupture et les courbes conventionnelles de traction sont respectivement présentées dans le Tableau 65 et sur la Figure 152. Les sections prises pour le calcul des contraintes sont les sections des éprouvettes usinées, sans prendre en

compte la porosité interne des pièces. D'après les résultats du Chapitre 2, il s'avère que le matériau évalué présente un endommagement initial en raison de son taux de porosité non négligeable (4,6 % avec les plateaux LIM et JFK). Ainsi, nous n'avons pas choisi de parler de module d'Young, de limite d'élasticité ou de contrainte de traction qui ne concerneraient pas les propriétés intrinsèques de l'alliage. Nous avons seulement étudié la contrainte à rupture. Les courbes conventionnelles de traction présentent une déformation à rupture du matériau très limitée (inférieure à 1%), et les contraintes à rupture sont comprises entre 300 et 400 MPa. Les orientations XY et XZ semblent présenter des contraintes à ruptures similaires et supérieures à celle de l'orientation Z. Néanmoins, les résultats obtenus présentent une grande disparité notamment pour les éprouvettes XY où les deux courbes présentées n'ont pas la même forme. Le changement de pente de la courbe rouge continue reste inexpliqué.

En comparant les résultats obtenus avec la littérature, il s'avère que les déformations à rupture sont systématiquement supérieures à celles obtenues ici. Deux études principales se sont intéressées au comportement en traction sur des éprouvettes horizontales afin de mettre en lumière l'absence de fissuration dans la direction de fabrication (J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020). Dans l'état brut, les contraintes à rupture déterminées dans notre étude sont inférieures à celles déterminées par Martin et ses co-auteurs (environ 400 MPa), mais sont supérieures à celles de Mertens *et al.* (250 MPa). En réalité, la différence majeure entre ces études et la nôtre réside dans la différence de déformation à rupture et la présence ou non d'un plateau plastique sur la courbe de traction (Figure 34 du Chapitre 1). Dans l'étude de Mertens *et al.*, le taux de porosité n'est que de 1,7 %, ce qui peut expliquer les déformations plus importantes de leurs éprouvettes.

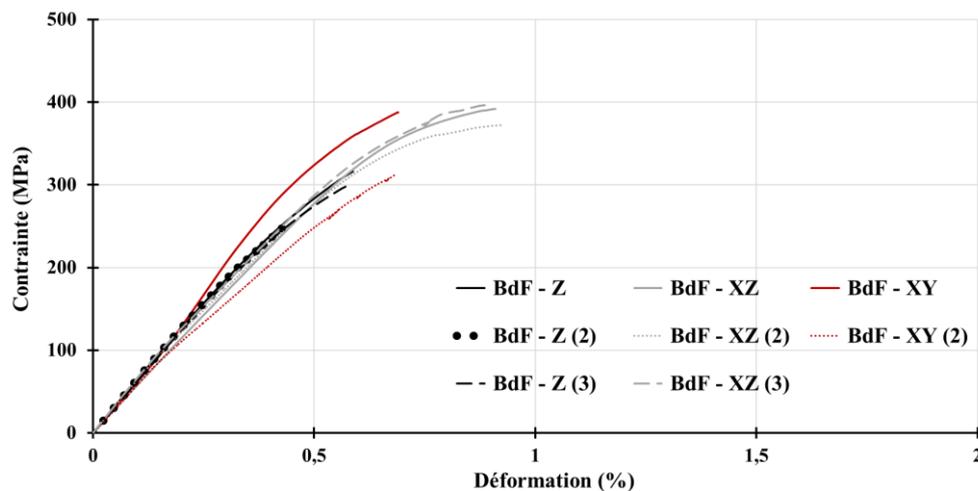


Figure 152 : Courbes conventionnelles de traction pour différentes orientations de construction ; Etat brut.

Orientation	Contrainte à rupture (MPa)
Z – Vertical	300 ± 20
XZ – Horizontal	390 ± 15
XY – Horizontal	350 ± 50

Tableau 65 : Contrainte à rupture obtenue pour chaque orientation ; Etat brut de fabrication.

Quels que soient les faciès de rupture observés, la surface est plane et fait apparaître les défauts de fabrication (Figure 153 – a). A des grossissements plus importants, les pores sphériques sont observables, ainsi que des structures plus ou moins allongées (Figure 153). Ces dernières semblent avoir des formes assez géométriques et ont une taille de l'ordre du micromètre. Les arêtes des structures peuvent faire penser à des joints de grains, ce qui signifierait que les structures observées seraient des grains. Dans ce cas-là, la rupture pourrait être intergranulaire. Cependant, aucun précipité n'est remarqué, une rupture par clivage ne peut pas être exclue.

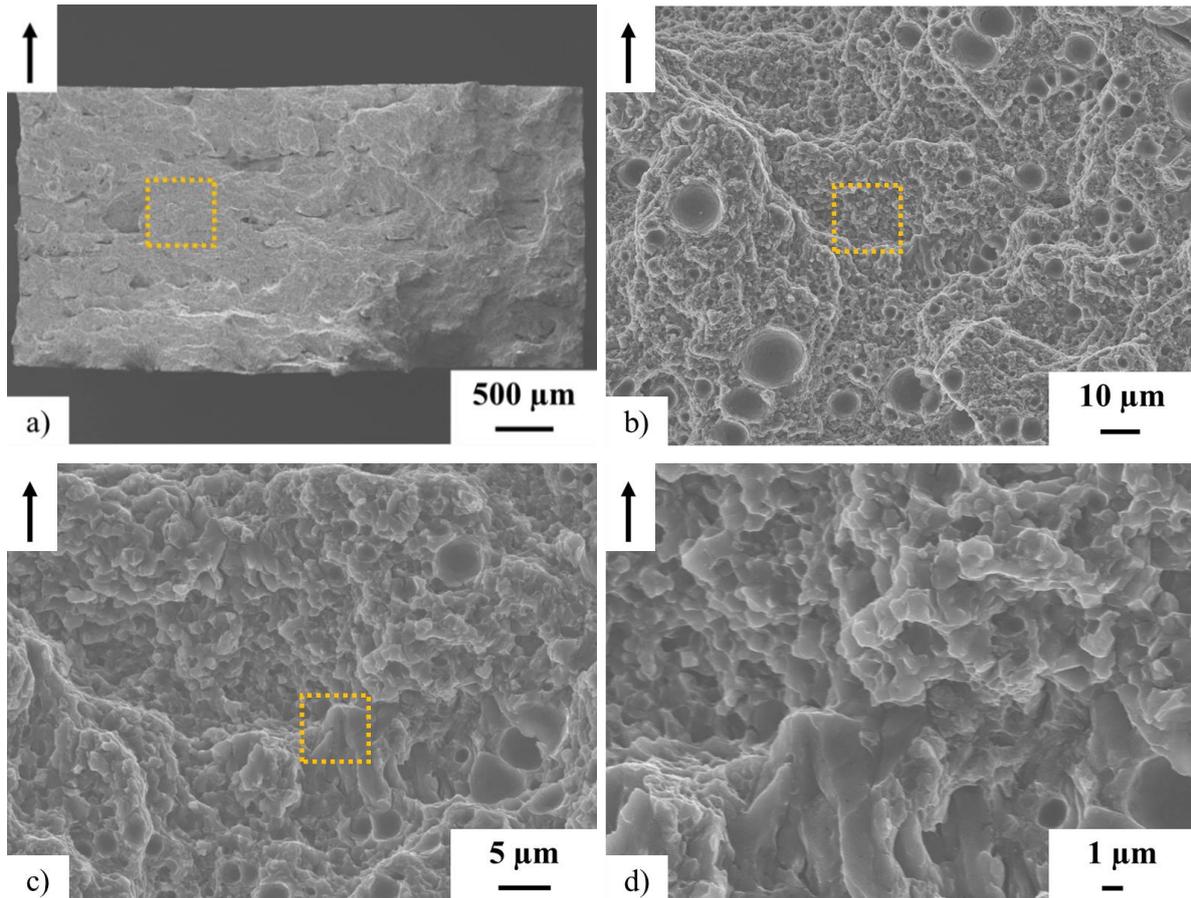


Figure 153 : Faciès de rupture d'une éprouvette XY dans l'état brut de fabrication.

a : MEB, $\times 50$, 15 kV, 80 pA, 10 mm, électrons secondaires

b : MEB, $\times 2000$, 15 kV, 80 pA, 15,5 mm, électrons secondaires

c : MEB, $\times 5000$, 15 kV, 80 pA, 15,5 mm, électrons secondaires

d : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 80 pA, 15,5 mm, électrons secondaires

• Propriétés de résilience

Les essais de résilience ont été effectués dans les conditions standards, en utilisant la même géométrie d'éprouvette et le même montage expérimental que pour le premier alliage étudié. Quatre essais ont été effectués par condition d'orientation. Les énergies de rupture moyennes pour chaque type d'éprouvette sont présentées dans le Tableau 66. Les énergies obtenues sont très faibles pour toutes les orientations. Néanmoins, il semble que les orientations Z/X possèdent l'énergie de rupture la plus faible, ce qui reste cohérent avec les résultats de résilience déjà présentés pour le premier alliage. De plus, il semblerait que la même énergie

permette de rompre les éprouvettes d'orientation X/Z et X/Y. Ici, une différence entre orientations de fabrication semble apparaître, mais la direction d'entaille ne semble pas influencer sur l'énergie de rupture. Les énergies obtenues sont inférieures à celles obtenues dans la littérature. Ces dernières sont supérieures à 5 J pour l'alliage 7075 en fonction des géométries des éprouvettes, des procédés de mise en forme et des états thermiques (Ambriz *et al.*, 2016; Das *et al.*, 2011; Hosseinzadeh *et al.*, 2020; Lalpoor *et al.*, 2008; Tajally *et al.*, 2010). Des énergies de 1 J ont été reportées par Lalpoor *et al.* dans le cas de matériaux 7050 élaborés par différents procédés et présentant des taux de porosité compris entre 3 et 4 % (éprouvettes suivant la norme ASTM E23, probablement de section $10 \times 10 \text{ mm}^2$). Les énergies de rupture obtenues sont donc clairement liées au taux de porosité des pièces.

Orientation	Energie de rupture (J)
Z / X	$0,33 \pm 0,02$
X / Z	$0,48 \pm 0,02$
X / Y	$0,52 \pm 0,03$

Tableau 66 : Energie de rupture moyenne associée à chaque orientation de fabrication et d'entaille ; Etat brut.

Comme pour les faciès de rupture des éprouvettes de traction, les surfaces sont planes et font apparaître les défauts de fabrication (Figure 154). A des grossissements plus importants, les pores sphériques sont observables, ainsi que de petites structures. Ces dernières semblent avoir de façon plus marquée des formes assez géométriques et sont de taille de l'ordre du micromètre. Ces éléments peuvent être des grains. La rupture pourrait ici aussi être intergranulaire ou par clivage.

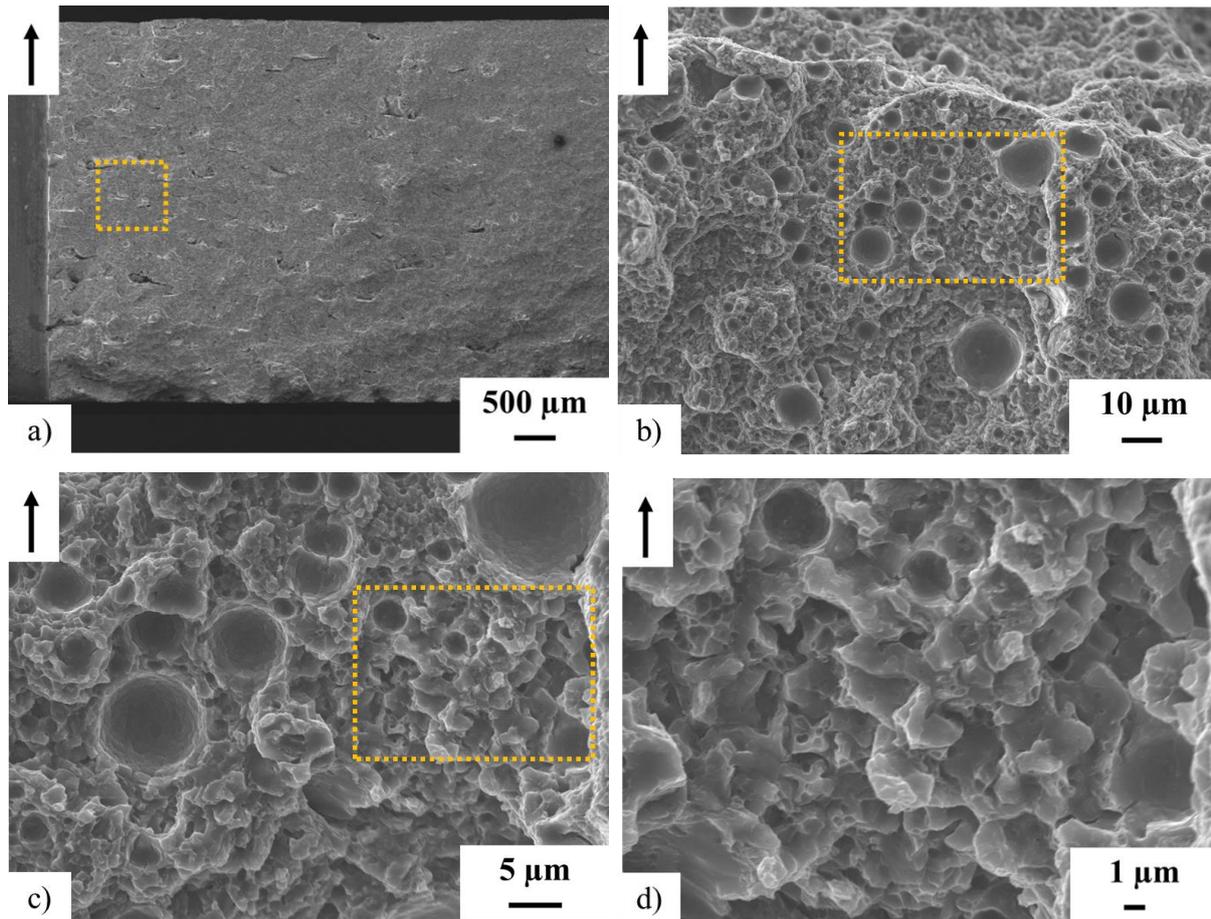


Figure 154 : Faciès de rupture d'une éprouvette de résilience X/Y dans l'état brut de fabrication. Les micrographies b, c, d et e sont issues d'un grandissement plus élevé, localisé au niveau du carré jaune des micrographies a, b, c et d respectivement.

- a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 80 pA, 24 mm, électrons secondaires
- b : MEB, $\times 2000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires
- c : MEB, $\times 5000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires
- d : MEB, $\times 10000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires

3.2. Influence du traitement thermique

- **Dureté**

Le traitement thermique retenu est celui permettant d'augmenter significativement la dureté du matériau, c'est-à-dire : mise en solution de 2 h à 475 °C, puis trempe à l'eau, à température ambiante, et revenu à 120 °C pendant 20 h. Le temps entre la fin de la trempe et le début du revenu n'est que de quelques minutes (1 à 3 min environ).

Au cours des différents traitements thermiques, il a été décidé de suivre l'évolution de la dureté $HV_{0,1}$ suivant la section XZ. Néanmoins, l'évolution de la dureté selon la section XY a été observée comme pour l'état brut. La représentation sous forme de loi normale des duretés selon les deux sections est présentée sur la Figure 155 (70 mesures ont été réalisées ; moins que dans l'état brut, ce qui explique les lignes brisées observées). Les duretés moyennes valent 218 ± 12 et 218 ± 11 (empreintes de diagonale moyenne égale à 30 μm), respectivement pour les sections XY et XZ. Ainsi, la dureté est identique et ne dépend pas de la section considérée.

Les valeurs obtenues après traitement thermique sont supérieures à certaines issues de la littérature où des duretés comprises entre 140 et 160 HV sont répertoriées (J. H. Martin *et al.*, 2017; Sun *et al.*, 2019). Néanmoins, d'autres auteurs trouvent des duretés comparables (A. Martin *et al.*, 2022; Mertens *et al.*, 2020; P. Wang *et al.*, 2017). L'augmentation de la dureté observée peut être rapprochée des observations microstructurales : le durcissement de l'alliage à l'état traité provient de la taille des grains, des précipitations aux joints de grains, de la solution solide sursaturée et des précipités intergranulaires.

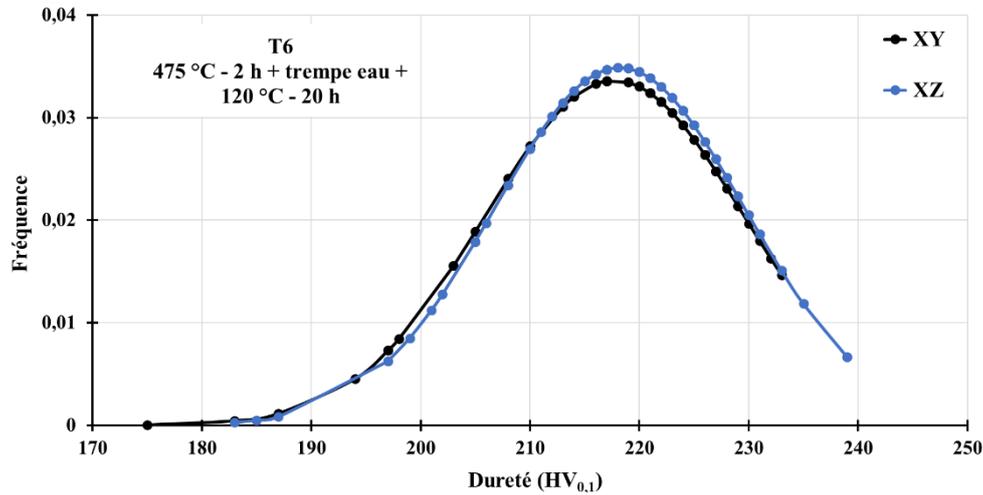


Figure 155 : Représentation sous forme de loi normale de la dureté $HV_{0,1}$ à l'état T6, pour les sections XY et XZ. Paramétrie 15

• **Propriétés en traction**

Comme pour les essais de traction sur le matériau brut de fabrication, seule la contrainte à rupture est étudiée pour le matériau traité thermiquement. Ainsi, les valeurs mesurées sont supérieures pour les éprouvettes de type XY et XZ par rapport aux éprouvettes Z (Tableau 67). Les écarts-types des deux premières configurations sont élevés et ne permettent pas de généraliser le résultat. De plus, les courbes conventionnelles montrent qu'il existe une réelle disparité de contrainte et de déformation à rupture pour chaque type (Figure 156). Une hypothèse pouvant être avancée pour expliquer la variation de propriété entre éprouvettes pour les types XY et XZ est la variation du taux de porosité (masse volumique) à la surface de la plateforme de fabrication comme cela a été observé au Chapitre 2.

Orientation	Contrainte à rupture (MPa)
Z – Vertical	290 ± 25
XZ – Horizontal	440 ± 85
XY – Horizontal	425 ± 110

Tableau 67 : Contrainte à rupture obtenue pour chaque orientation ; Etat traité T6.

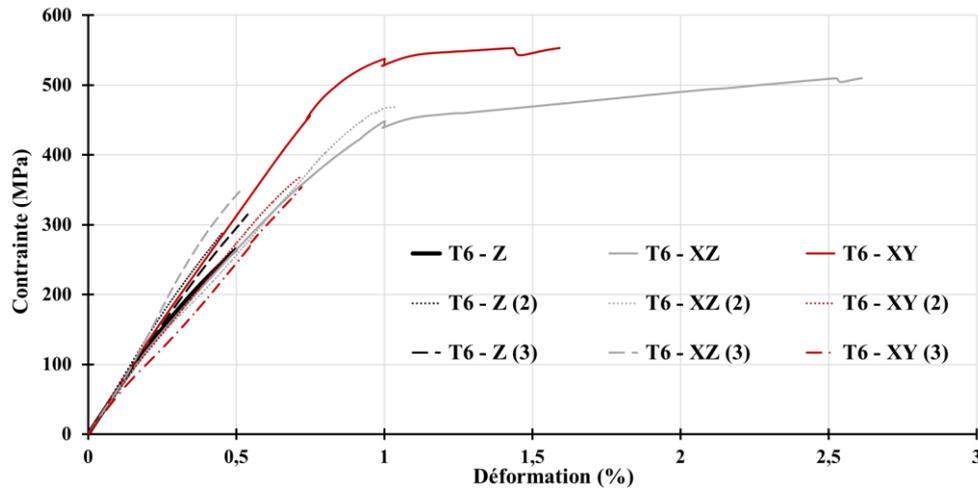


Figure 156 : Courbes conventionnelles de traction obtenues dans l'état traité T6 pour différentes orientations de construction.

En comparant les valeurs moyennes des contraintes à rupture entre l'état brut et l'état traité dans le cas où la déformation est inférieure à 1%, il ne semble pas y avoir de différence entre les deux états thermiques (contrainte à rupture comprise entre 300 et 400 MPa). Il est également difficile de préciser un quelconque effet de l'orientation sur la contrainte ou la déformation à rupture. Dans le cas où la déformation à rupture est supérieure à 1%, aucune comparaison entre les deux états thermiques n'est possible. Il est également difficile de différencier les orientations XY et XZ dans l'état T6 puisqu'elles ne présentent pas la même pente à l'origine. Cette différence provient *a priori* d'une rigidité différente, résultant d'un endommagement initial différent. Néanmoins, les valeurs de contraintes à rupture sont « encourageantes » puisqu'elles dépassent les 500 MPa, valeur maximale observée dans la littérature (J. H. Martin *et al.*, 2017; Mertens *et al.*, 2020). Il est donc possible d'espérer qu'en réduisant le taux de porosité, des niveaux de contrainte (limite d'élasticité, résistance à la traction) élevés puissent être atteints.

En comparant les résultats les plus « encourageants » avec ceux de la littérature, les contraintes à rupture sont supérieures à celles de Martin et Mertens. Dans leurs études, les résistances à la traction (contraintes de rupture car il n'y a pas de striction) valent respectivement 400 et 500 MPa. Cependant, la déformation à rupture est plus faible dans le cas de notre alliage.

La disparité des résultats, en particulier pour les éprouvettes XY et XZ, est supposée provenir d'une différence de taux de porosité. Au Chapitre 2, l'analyse de la porosité a permis de montrer qu'elle dépendait de la position des échantillons sur la plateforme de fabrication. Ce taux était supérieur sur la droite de la plateforme. Pour discuter de l'effet de la position des pièces sur la contrainte à rupture, leur position est schématisée sur la Figure 157.

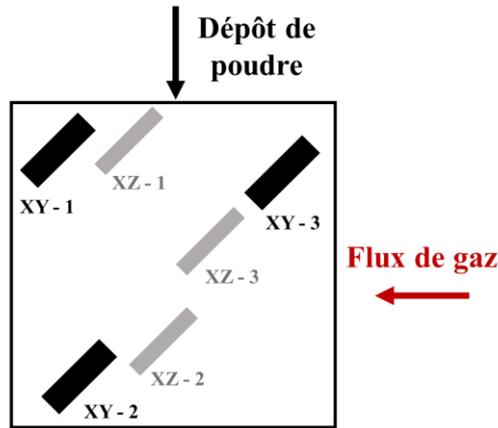


Figure 157 : Représentation schématique de la position des échantillons sur la plateforme de fabrication (échelle arbitraire).

L'analyse des faciès de rupture permet d'observer une différence de porosité. Les faciès de deux échantillons XY sont présentés en Figure 158 et en Figure 159. La première figure est la surface de rupture de l'échantillon XY présentant la déformation à rupture la plus élevée (échantillon XY-1) et la seconde de l'échantillon ayant une déformation plus faible (échantillon XY-3). Les deux surfaces de rupture sont planes et font apparaître des défauts de fabrication. La première échantillon présente une surface de rupture moins endommagée que la seconde. Cela confirme *a priori* que le taux de porosité n'est pas homogène à la surface de la plateforme de fabrication, et est plus faible sur la droite du plateau.

De plus, il semble que lorsque le taux de porosité est faible, la déformation à rupture est plus importante. Ici, l'échantillon XY avec la déformation à rupture la plus importante se situe sur la gauche de la plateforme, ce qui semble cohérent avec ce qui a été vu au Chapitre 2. Néanmoins, cette relation position – porosité n'est pas une vérité générale puisque l'échantillon XY-2 possède la même déformation à rupture que l'échantillon XY-3 alors qu'elle se situe sur la colonne présentant les taux de porosité *a priori* les plus faibles.

En réalité, en fabriquant un nouveau plateau, très différent du premier (nombre d'échantillons, surface totale lasée, position des pièces), on modifie la façon dont les projections vont se répartir sur le lit de poudre. Ainsi, il est fortement probable que la répartition des taux de porosité en fonction de la position des pièces soit différente de celle du plateau EZE. Il aurait pu être intéressant de déterminer, avant la réalisation des essais, la répartition du taux de porosité en fonction du positionnement afin de voir s'il existe un taux de porosité en dessous duquel le matériau est capable de se déformer plastiquement.

En observant les faciès de rupture, cette fois-ci à plus fort grossissement (Figure 158 – b et Figure 159 – d), il est possible de voir pour les deux échantillons des pores sphériques ainsi que des structures de formes géométriques de très faibles dimensions et non creusées. Enfin, à très fort grossissement, ces structures semblent avoir des formes assez géométriques et sont de taille de l'ordre du micromètre.

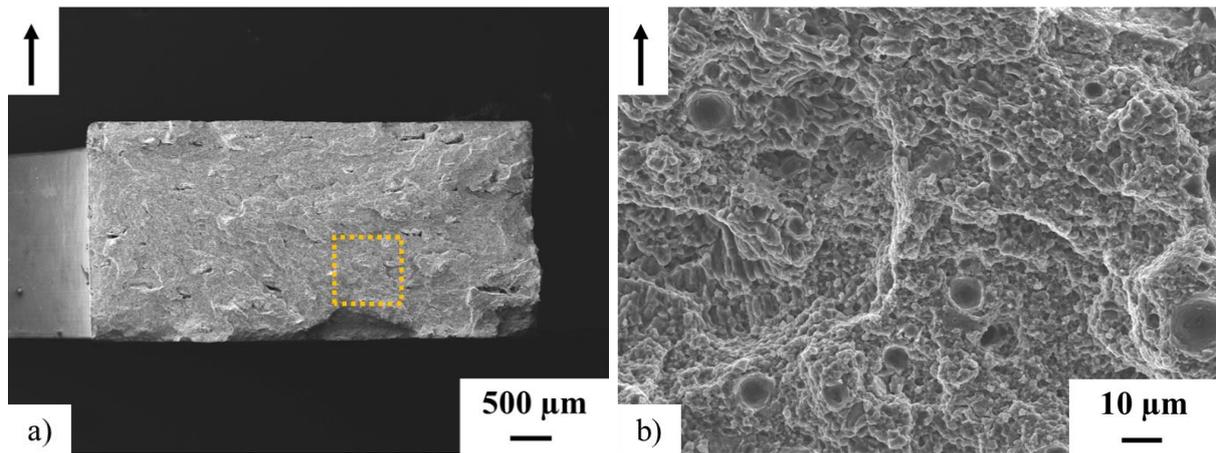


Figure 158 : Faciès de rupture de l'éprouvette XY présentant la déformation à rupture la plus élevée (XY-1).
 a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 80 pA, 29 mm, électrons secondaires
 b : MEB, $\times 2000$, 15 kV, 80 pA, 29 mm, électrons secondaires

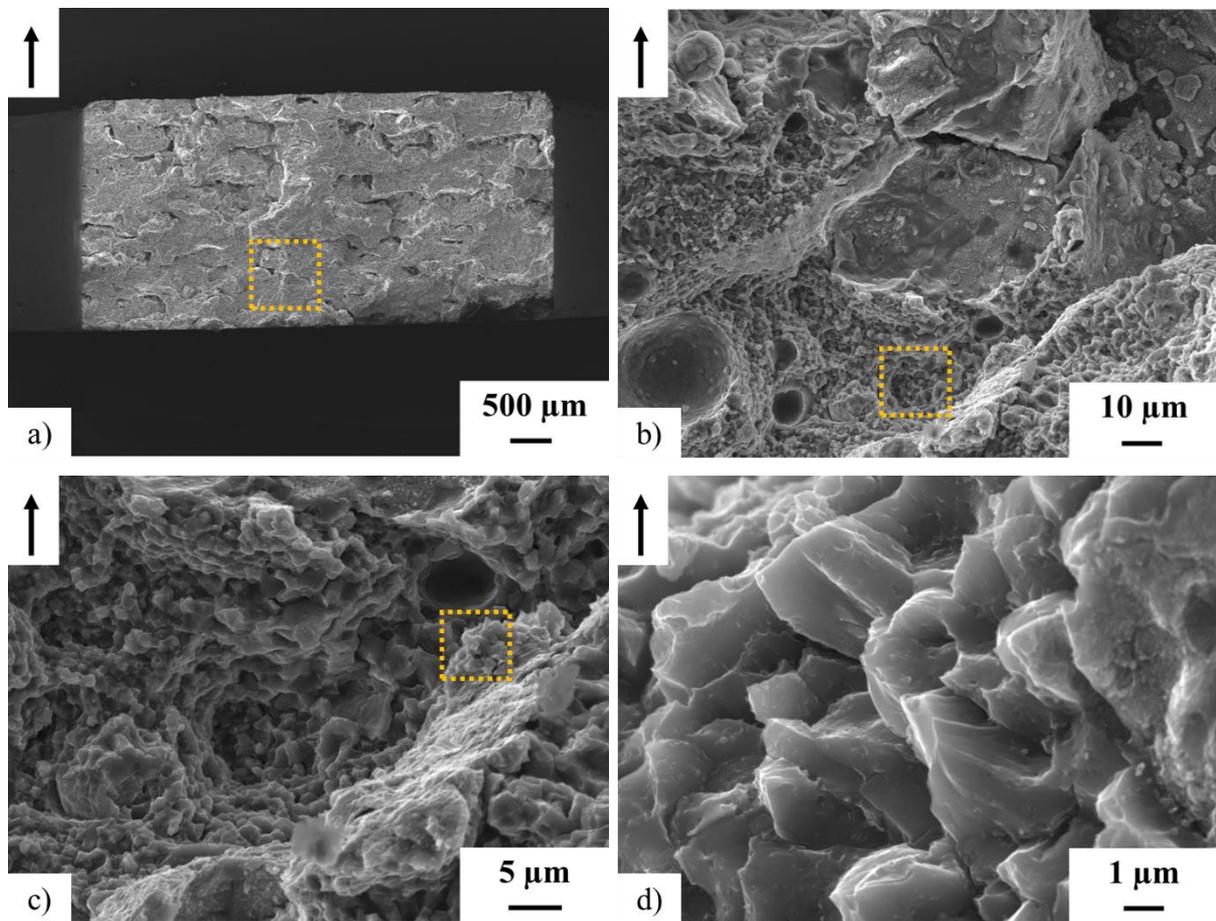


Figure 159 : Faciès de rupture d'une éprouvette XY présentant une déformation à rupture la plus faible (XY-3).
 a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 80 pA, 35,5 mm, électrons secondaires
 b : MEB, $\times 2000$, 15 kV, 80 pA, 11,5 mm, électrons secondaires
 c : MEB, $\times 5000$, 15 kV, 80 pA, 11,5 mm, électrons secondaires
 d : MEB, $\times 20000$, 15 kV, 80 pA, 11,5 mm, électrons secondaires

• **Propriétés de résilience**

Les énergies de rupture obtenues par essais Charpy ne sont pas modifiées après le traitement thermique T6 par rapport à l'état brut de fabrication (Tableau 67 et Tableau 68). La propagation de la fissure se faisant plus aisément dans un matériau endommagé que dans un matériau sain et le taux de porosité ne diminuant pas avec la mise en solution (les pores issus du piégeage de l'hydrogène ont même plutôt tendance à grossir lors d'un maintien à haute température) il est finalement compréhensible que le traitement T6 n'ait pas d'influence sur les valeurs d'énergie de rupture. Les énergies dépendent donc ici uniquement du taux de porosité, et absolument pas de l'état thermique ou des orientations de fabrication et des directions d'entaille.

Orientation	Energie de rupture (J)
Z / X	0,40 ± 0,11
X / Z	0,51 ± 0,01
X / Y	0,51 ± 0,07

*Tableau 68 : Energie de rupture moyenne associée à chaque orientation de fabrication et d'entaille.
Etat traité T6*

Comme pour les faciès de rupture des éprouvettes à l'état brut de fabrication, les surfaces sont planes et font apparaître les défauts de fabrication. A des grossissements plus importants, les pores sphériques sont observables, ainsi que de petites structures géométriques de faible dimension.

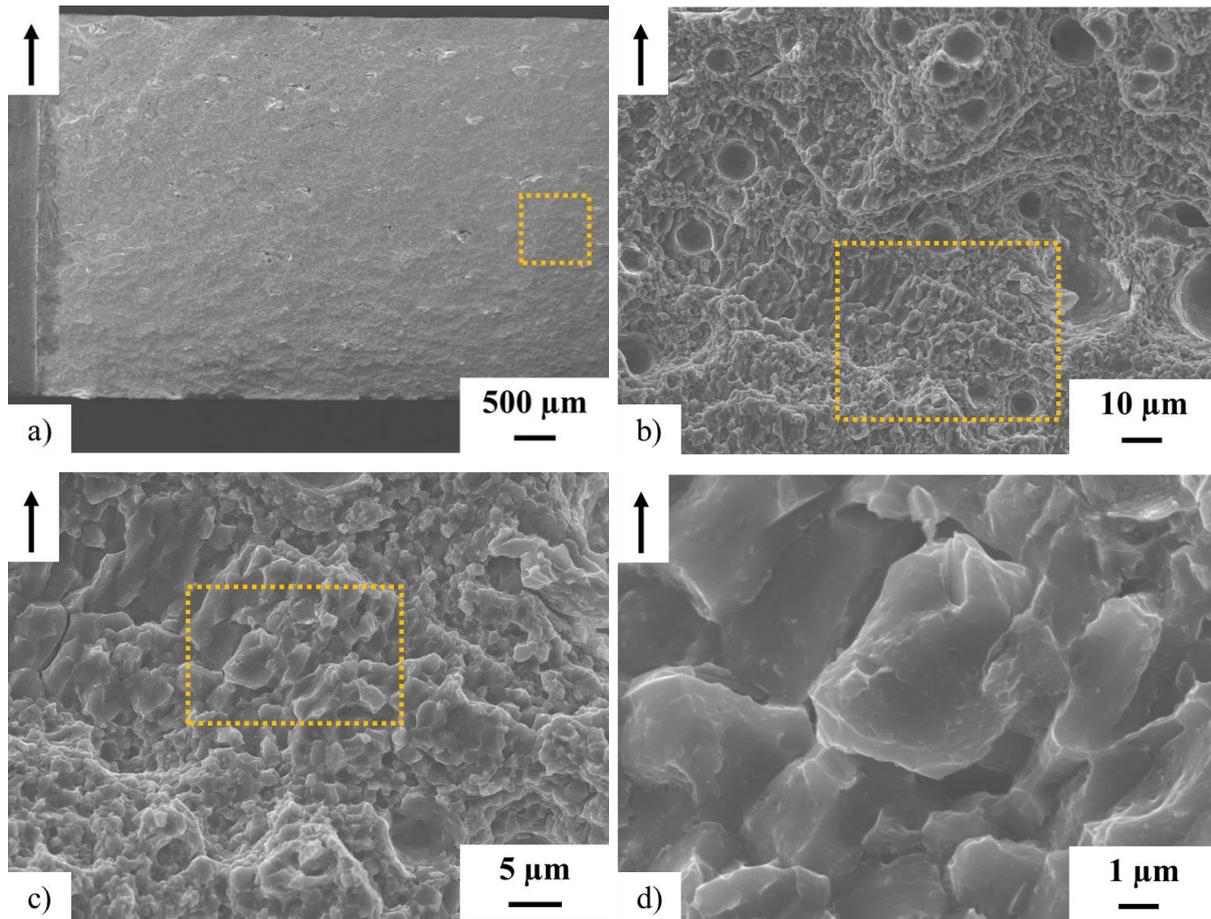


Figure 160 : Faciès de rupture d'une éprouvette de résilience X/Y dans l'état T6. Les micrographies b, c et d sont issues d'un grandissement plus élevé, localisé au niveau du carré jaune des micrographies a, b et c respectivement.

- a : MEB, $\times 40$, 15 kV, 80 pA, 24 mm, électrons secondaires
- b : MEB, $\times 2000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires
- c : MEB, $\times 5000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires
- d : MEB, $\times 20000$, 15 kV, 80 pA, 12,5 mm, électrons secondaires

3.3. Synthèse des propriétés mécaniques

La paramétrie 15 déterminée au Chapitre 2 a permis la fabrication d'éprouvettes pour la caractérisation mécanique de l'alliage. La caractérisation s'est articulée autour de trois grandeurs : la dureté, la contrainte à rupture et l'énergie de rupture.

- **Dureté**

La dureté à l'état brut de fabrication vaut environ 140 HV_{0,1} et est indépendante de la section considérée. Un traitement thermique T6 (revenu à 120 °C) permet une augmentation importante de cette valeur, jusqu'à 220 HV_{0,1}. Cette valeur reste indépendante de la section considérée et est supérieure à celle des alliages 7075 et 7050 dans leur état traité.

- **Contrainte à rupture**

L'endommagement initial des éprouvettes ne permet pas de parler de module d'Young ou de limite d'élasticité ou bien d'(an)-isotropie. Les courbes des essais de traction montrent,

dans le cas général, une rupture à moins de 1 % de déformation et sans « pseudo domaine plastique ». Les valeurs de la contrainte à rupture se situent entre 300 et 400 MPa, dans l'état brut ou traité. Trois éprouvettes ont présenté une déformation supérieure ou égale à 1 %. Il a été supposé que le taux de porosité de ces éprouvettes était plus bas que pour les autres. Leur contrainte à rupture est supérieure à 450 MPa. Cette valeur est encourageante car relativement élevée, mais reste inférieure aux résistances mécaniques des deux alliages de référence.

- **Energie de rupture**

Les énergies de rupture sont très faibles et ne dépendent pas de l'état thermique du matériau. Cela signifie que les orientations de fabrication et d'entaille, et les modifications métallurgiques engendrées par le traitement T6 n'ont aucune influence par rapport à la porosité interne. Cette dernière est le paramètre le plus influent. La propagation de la fissure se fait *a priori* selon le plan d'entaille. Les faciès révèlent des structures géométriques qui font penser à des grains, la rupture pourrait être intergranulaire ou s'effectuer par clivage.

4. Conclusion

Ainsi, l'ajout de Zirconium, au-delà de 1 %m, permet la formation de pièces sans fissuration. La structure est bimodale, composée de grains très fins (grâce à la précipitation de Al_3Zr) et d'autres plus grossiers. La phase η -Mg(Al,Zn,Cu) décore les joints de grains. Cette microstructure permet d'obtenir une dureté élevée et indépendante des plans considérés. Cette propriété peut être considérablement améliorée grâce à un traitement T6, classique pour l'alliage de base (Al-7075). La dureté atteinte est égale à 220 HV_{0,1}, bien supérieure aux 170 HV de l'alliage 7075-T6 corroyé. Au cours de ce traitement T6, les phases localisées aux joints de grains sont dissoutes, des précipités riches en Zr se forment et une précipitation η' se met en place, *a priori* aux joints de grains et dans les grains. La précipitation permet l'augmentation observée de la dureté. La structure globale est conservée grâce au zirconium.

L'allongement à rupture ou la résilience sont, quant à eux, faibles, notamment en raison du taux de porosité important. Néanmoins, les valeurs de contraintes à rupture sont élevées et proches de celles de la référence. Ceci laisse un espoir sur la qualité des propriétés mécaniques atteignables si l'on arrive à maîtriser et réduire le taux de porosité. De plus, les faciès de rupture présentent des structures géométriques de taille proche du micromètre. Elles sont supposées être les traces des grains.

Enfin, pour des pièces élaborées par L-PBF, généralement avec des structures fines, le passage par une mise en solution et une trempe à l'eau n'est pas optimum. En effet, le risque de déformations liées à la libération des contraintes résiduelles et à la trempe elle-même est élevé.

Conclusions et perspectives

Les alliages d'aluminium élaborés par fusion laser sur lit de poudre sont susceptibles de rentrer dans le panorama des matériaux utilisés dans l'industrie aéronautique en raison de leur bon compromis densité – résistance mécanique et de la flexibilité du procédé. Néanmoins, pour une application aéronautique, la connaissance de l'influence des conditions de fabrication sur les propriétés métallurgiques est nécessaire. Ces travaux de recherche, engagés par la société Ratier-Figeac et le Laboratoire Génie de Production, consistaient à améliorer la compréhension du triptyque « procédé – microstructures – propriétés mécaniques ». Les travaux se sont concentrés sur deux alliages très différents : l'alliage de fonderie AC-43100 (AlSi10Mg) et l'alliage corroyé et non soudable AW-7075 (AlZn5.5MgCu). Une large campagne expérimentale a été mise en œuvre afin de déterminer les conditions opératoires et de post-traitements, et d'évaluer les propriétés microstructurales et mécaniques résultantes.

L'élaboration des matériaux a été effectuée sur la plateforme CEF3D de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes. L'élaboration de l'alliage de fonderie a été relativement simple car cet alliage est la nuance d'aluminium la plus couramment étudiée en fabrication additive. Sa mise en œuvre s'est concentrée sur l'utilisation ou non d'une plateforme préchauffée. D'autre part, l'alliage corroyé n'étant pas soudable, sa composition chimique a été modifiée par l'ajout de zirconium (procédé de fonctionnalisation des particules de poudre par un hydroxyde de zirconium). Cet élément réduit la susceptibilité de l'alliage à la fissuration à chaud. La détermination des paramètres de fabrication permettant d'obtenir le matériau le plus dense possible s'est déroulée en plusieurs étapes. Trente-deux paramétries ont d'abord été testées sur une plateforme réduite. Les pièces n'ont pas présenté de fissuration, justifiant l'ajout de zirconium. La détermination de la masse volumique en fonction de la densité d'énergie linéique a permis de réduire le nombre de paramétries à six. Le passage sur la plateforme usuelle a mis en avant une hétérogénéité de densité sur la plateforme. Pour chaque paramétrie, la porosité a été caractérisée par analyse d'images et a fourni une répartition de la taille des pores sphériques et non sphériques. Les pores sphériques sont associés à la présence d'hydrogène, dont la quantité est importante même après fabrication. Les pores non sphériques sont attribués à des infondus dont l'origine provient de projections, essentiellement issues de la vaporisation des éléments légers et du dégazage de l'hydrogène. La densité des pièces est améliorée lorsque peu de pièces sont fabriquées. La paramétrie retenue est la suivante : $e = 40 \mu\text{m}$, $P = 200 \text{ W}$, $E_v = 80 \mu\text{m}$, $t = 70 \mu\text{s}$ et $D = 60 \mu\text{m}$, rotation de balayage de 67° entre deux couches successives.

Les microstructures obtenues à l'état brut de fabrication dépendent de différentes échelles d'observation. D'un point de vue macroscopique, les bains de fusion présentent différentes morphologies selon la section considérée : « écailles de poisson » ou trait discontinu. Ces considérations ne dépendent pas de l'alliage considéré. Au sein de chaque bain, l'alliage AlSi10Mg présente une structure cellulaire constituée d'une matrice d'aluminium entourée d'un réseau de silicium. La géométrie des cellules dépend de la section, et leur finesse évolue en fonction de leur position dans le bain. Les cellules sont très fines au centre ($< 1 \mu\text{m}$), plus grossières en se rapprochant du bord. Une zone affectée thermiquement, dont le réseau de Si

est rompu, joue le rôle de frontière entre deux bains adjacents. La finesse de la structure dépend également du préchauffage ou non de la plateforme. Lorsqu'un préchauffage est utilisé, les cellules sont plus grossières et une précipitation intracellulaire est observée. Un gradient de microstructure et de saturation de la solution solide existe sur la hauteur de fabrication. Dans ce cas, un vieillissement *in situ* a lieu au cours de l'élaboration.

A l'état brut, l'alliage AA7075 présente une structure duplex, avec des grains très fins à la frontière du bain de fusion et des grains plus grossiers au centre. Les grains très fins possèdent en leur sein un précipité Al_3Zr de forme carrée. Ce dernier a joué le rôle de germe pour l'aluminium au moment de la solidification, ce qui n'est pas le cas pour les grains plus grossiers. Les joints de grains sont décorés par une structure eutectique, composée de Zn, Mg et Cu, et la solution solide est sursaturée. Cette microstructure est principalement équiaxe.

L'influence des traitements thermiques sur les propriétés microstructurales dépend de la composition chimique de l'alliage. Un traitement de vieillissement artificiel (120 – 180 °C) utilisant la décomposition de la solution solide sursaturée permet de conserver la structure de solidification, quel que soit l'alliage. Une précipitation de Si et de Mg_2Si apparaît sur des temps courts pour l'alliage AlSi10Mg, alors qu'aucune différence n'a été perçue pour l'alliage de la série 7000, même sur des temps longs. Des traitements de mise en solution (> 475 °C) modifient les structures brutes en déstructurant le réseau de silicium par sphéroïdisation ou en réduisant la décoration des joints de grains. L'alliage AlSi10Mg retrouve une structure proche de celle obtenue par fonderie. L'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr conserve sa structure duplex et fine grâce à la présence du zirconium, même si un léger grossissement des grains est observé. Un traitement de revenu permet la précipitation de Mg_2Si et de $Mg(Al,Zn,Cu)_2$ respectivement pour l'alliage de fonderie et l'alliage modifié.

Les propriétés mécaniques sont anisotropes pour l'AlSi10Mg, à l'état brut ou après traitement thermique. Elles dépendent des orientations de fabrication et d'entaille. Les orientations X, X/Y et XY/Y présentent les propriétés en traction, l'énergie de rupture et la ténacité les plus élevées. Après un traitement thermique T5, la dureté et la limite d'élasticité sont augmentées (+ 20 à 30 $HV_{0,5}$ et + 30 MPa), mais les autres propriétés sont soit constantes, soit réduites. Pour tous les états, la rupture s'amorce et se propage le long des frontières des bains de fusion. Plus le chemin de propagation est tortueux, plus les propriétés de résilience et de ténacité sont élevées. Le préchauffage de la plateforme ne permet pas d'accroître les propriétés et il induit même un gradient de propriétés mécaniques sur la hauteur de fabrication.

Les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr sont quant à elles isotropes. La dureté à l'état brut est élevée (140 $HV_{0,1}$) et l'est encore plus après un traitement T6 (220 $HV_{0,1}$). Elle dépasse largement la dureté de l'alliage AA7075-T6, pris comme référence. L'allongement en traction et l'énergie de rupture sont faibles (< 1 % et 1 J) pour les différents états thermiques, notamment en raison du taux de porosité élevé. Mais les contraintes de rupture sont relativement élevées, jusqu'à plus de 500 MPa, et certains allongements dépassent les 1 %. Ceci laisse espérer de bonnes propriétés sur un matériau non poreux.

Ainsi, les deux alliages considérés présentent des caractéristiques très différentes et ne se rejoignent finalement que sur la finesse des structures obtenues après fabrication. En particulier,

les points de différenciation sont notamment les suivants : l'(an-)isotropie métallurgique et mécanique, les mécanismes de renforcement et de rupture, et le choix des traitements thermiques.

Les différentes conclusions présentées ci-dessus ont répondu à un certain nombre de questionnements, mais ouvrent également plusieurs perspectives de travail.

- **Pour l'alliage AlSi10Mg**

- La compréhension de l'effet du préchauffage de la plateforme pourrait être creusée, notamment quant à l'influence du nombre de pièces sur la plateforme et du temps de fabrication. Le choix de la température et son suivi au cours du temps sont également des points à prendre en compte. On peut espérer qu'un choix judicieux des paramètres cités permettrait d'obtenir un traitement T5 homogène sur l'ensemble de la fabrication.

- La caractérisation microstructurale pourrait être davantage étudiée, à la fois pour l'état T5 et dans le cadre d'un plateau préchauffé. Connaître avec précision la nature, la forme et la répartition des phases apporterait des éléments supplémentaires quant à la modélisation du comportement de l'alliage.

- Les essais de ténacité n'ont pas permis d'obtenir un K_{IC} et il faudrait fabriquer des éprouvettes beaucoup plus larges pour le déterminer. Cela ne rentrant pas dans la philosophie de la fabrication additive, des éprouvettes minces sont à favoriser, ce qui est le cas des éprouvettes de déchirure. Ce type d'essais permet d'évaluer la résistance du matériau à la déchirure ductile. Le point recherché serait l'amorçage de la propagation de la fissure.

- **Pour l'alliage Al-Zn-Mg-Cu-Zr**

- Le premier axe de recherche pour cet alliage est relativement évident. Il s'agit d'obtenir un matériau plus dense, en réduisant à la fois les pores sphériques et non sphériques. Plusieurs pistes peuvent être envisagées :

- Préparation de la poudre avant fabrication : l'étuvage de la poudre avant de lancer la production pourrait réduire la quantité d'hydrogène à la surface des particules. Cet étuvage pourrait s'effectuer directement dans la machine de fabrication par un système de chauffage dans le silo ;

- Modification des paramètres opératoires : l'utilisation d'une tache laser plus grande pourrait réduire la quantité de projections et limiter les effets de vaporisation (Sow *et al.*, 2020) ;

- Modification du matériau de base : une alternative au procédé de fonctionnalisation actuel devrait être trouvée pour apporter la quantité suffisante de zirconium, tout en limitant la quantité d'hydrogène. L'utilisation d'un matériau pré-allié peut être une solution ;

- Utilisation d'un traitement HIP pour réduire la porosité résultante.

- La compréhension des modifications microstructurales est également à approfondir, notamment à faible échelle. Des analyses DSC à haute température permettraient de déterminer les températures de formation et de dissolution des nombreuses phases. Ces essais peuvent être couplés à des traitements thermiques interrompus afin d'observer les modifications résultantes.

Des analyses *in situ*, telles que de la SAXS ou de la DRX synchrotron, lors de montées en température ou au cours de maintiens peuvent contribuer à fournir des informations supplémentaires sur le volume, la forme et la taille des particules formées.

- L'évaluation des propriétés mécaniques sur un matériau sain est à réaliser par des essais de traction, de résilience et de ténacité afin de compléter les essais menés au cours de cette thèse. Les propriétés en fatigue seront également à déterminer, ainsi que le comportement en corrosion de l'alliage. Enfin, l'étude n'a pas permis d'expliquer les mécanismes de rupture, leur compréhension est également un point d'approfondissement.

Annexe 1 : Repérage spatial

Le plan de référence est défini comme étant le plan du plateau et est noté (X, Y), avec X la direction du flux gazeux et Y la direction selon laquelle le racleur se déplace (Figure 161). La direction de construction est désignée par la lettre Z, et est orientée de bas en haut. La cote Z = 0 est située sur la surface du plateau. Le système de coordonnées est donc un système direct. Pour chaque pièce imprimée, la direction de fabrication (ou de construction), ainsi que les coupes effectuées, sont repérées dans ce système.

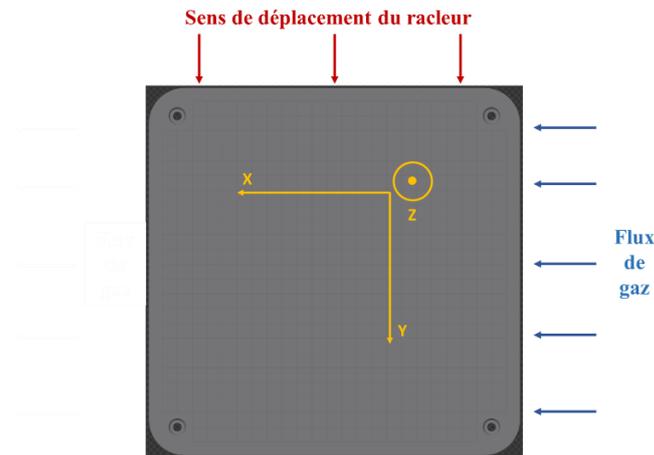


Figure 161 : Représentation du système de coordonnées utilisé, de la direction de déplacement du racleur et du sens du flux de gaz.

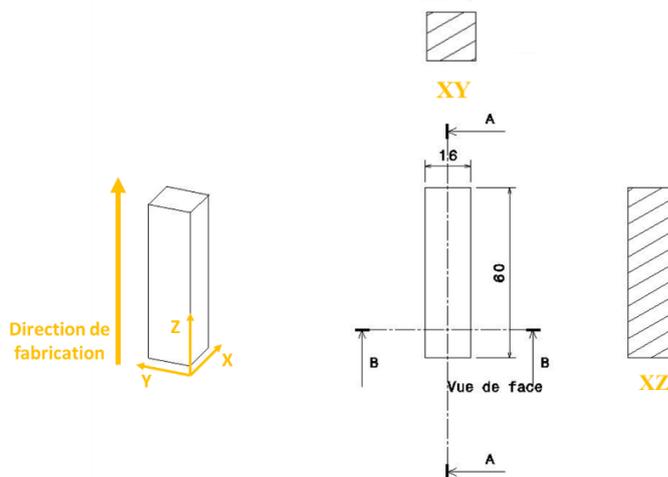


Figure 162 : Représentation des plans d'observation et de mesure définis à partir de deux plans de coupe.

Dans la suite du texte, sur les micrographies, la direction de fabrication Z sera représentée (en jaune ou en noir), soit par une flèche, soit par un point inscrit dans un cercle de la même couleur si la vue est de dessus, ou bien par une croix si la coupe est vue de dessous (Figure 161).

Deux types de plan de mesure et d'observation sont considérés :

- Les plans perpendiculaires à la direction de fabrication (section XY, Figure 162) ;
- Les plans parallèles à la direction de fabrication (section XZ, Figure 162).

Annexe 2 : Calcul des incertitudes

- Pour la détermination de l'incertitude de mesure des masses, il est nécessaire de prendre en compte les incertitudes suivantes :

- L'incertitude statistique S_{stat} : $S_{stat} = \frac{Ecart-type}{\text{Nombre de mesures individuelles}}$
- L'incertitude de résolution $S_{résol}$: $S_{résol} = \frac{Résolution}{2\sqrt{3}}$

L'incertitude de la mesure est tout simplement l'incertitude-type composée qui est donnée par la somme quadratique des incertitudes :

$$\Delta m^2 = S_{stat}^2 + S_{résol}^2 \quad (7)$$

- En faisant l'hypothèse que l'air présente un comportement de gaz parfait, sa masse volumique s'écrit : $\rho_{air} = \frac{PM}{RT}$, avec P sa pression, M sa masse molaire, R la constante universelle des gaz parfaits et T sa température. En choisissant, pour pression celle de l'atmosphère standard internationale au niveau de la mer (101 325 Pa) et en considérant que la température relevée dans la salle est précise à 0,1°C près, l'incertitude sur la masse volumique de l'air est supposée égale à 0,00004 g/cm³ ($\frac{|\rho_{air(+0,1^\circ C)} - \rho_{air(-0,1^\circ C)}|}{2}$).
- En ce qui concerne la masse volumique du fluide utilisé, l'ajout de l'agent mouillant a été supposé négligeable, elle est donc égale à la masse volumique de l'eau distillée. D'après les travaux de Tanaka *et al.*, l'incertitude du calcul de la masse volumique de l'eau est de 0,0008 g/cm³ (Tanaka *et al.*, 2001).
- Lorsque les incertitudes des termes m_{air} , m_{fluide} , ρ_{air} et ρ_{fluide} sont déterminées, il convient de les propager selon l'équation suivante :

$$\begin{aligned} \Delta \rho_{éch}^2 = & \left(\frac{\partial \rho_{éch}}{\partial m_{air}} \right)^2 \cdot \Delta m_{air}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{éch}}{\partial m_{fluide}} \right)^2 \cdot \Delta m_{fluide}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{éch}}{\partial \rho_{air}} \right)^2 \cdot \Delta \rho_{air}^2 \\ & + \left(\frac{\partial \rho_{éch}}{\partial \rho_{fluide}} \right)^2 \cdot \Delta \rho_{fluide}^2 \end{aligned} \quad (8)$$

Le calcul des dérivées partielles donne ensuite la relation suivante :

$$\begin{aligned} \Delta \rho_{éch}^2 = & \left(\frac{-m_{fluide} \cdot (\rho_{fluide} - \rho_{air})}{(m_{air} - m_{fluide})^2} \right)^2 \cdot \Delta m_{air}^2 \\ & + \left(\frac{-m_{air} \cdot (\rho_{fluide} - \rho_{air})}{(m_{air} - m_{fluide})^2} \right)^2 \cdot \Delta m_{fluide}^2 \\ & + \left(1 - \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{fluide}} \right)^2 \cdot \Delta \rho_{air}^2 + \left(\frac{m_{air}}{m_{air} - m_{fluide}} \right)^2 \cdot \Delta \rho_{fluide}^2 \end{aligned} \quad (9)$$

Chacun des termes de la relation ci-dessus représente une partie de l'incertitude sur la masse volumique de l'échantillon, respectivement : la part de la masse pesée dans l'air, de la masse pesée dans le fluide, la masse volumique de l'air et la masse volumique du fluide. Par exemple, pour un échantillon fabriqué selon les paramètres optimisés Renishaw (préchauffage à 170 °C) et dont les masses à l'air et dans le fluide valent respectivement 5,487 g et 3,419 g, nous avons une masse volumique calculée de 2,647 g/cm³. Le calcul des termes de l'incertitude mène aux résultats suivants :

	Valeur numérique (g/cm ³) ²	Pourcentage d'incertitude (%)
$\left(\frac{-m_{\text{fluide}} \cdot (\rho_{\text{fluide}} - \rho_{\text{air}})}{(m_{\text{air}} - m_{\text{fluide}})}\right)^2 \cdot \Delta m_{\text{air}}^2$	8,825 * 10 ⁻⁸	1,71
$\left(\frac{-m_{\text{air}} \cdot (\rho_{\text{fluide}} - \rho_{\text{air}})}{(m_{\text{air}} - m_{\text{fluide}})}\right)^2 \cdot \Delta m_{\text{fluide}}^2$	5,607 * 10 ⁻⁷	10,87
$\left(1 - \frac{m_{\text{air}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{fluide}}}\right)^2 \cdot \Delta \rho_{\text{air}}^2$	4,373 * 10 ⁻⁹	0,08
$\left(\frac{m_{\text{air}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{fluide}}}\right)^2 \cdot \Delta \rho_{\text{fluide}}^2$	4,501 * 10 ⁻⁶	87,34

Tableau 69 : Calcul des différents termes de l'incertitude sur la masse volumique d'un échantillon donné et pourcentage de chaque facteur par rapport à l'incertitude totale.

L'incertitude totale pour cet échantillon est donc de 2,27.10⁻³ g/cm³. D'après les résultats présentés dans le Tableau 69, il s'avère que près de 90 % de l'incertitude est lié à l'incertitude de la masse volumique de l'eau, et que les dix derniers pourcents sont dus à l'incertitude sur la mesure de la masse dans l'eau. Ce sont donc les deux grandeurs auxquelles il faut faire attention lors des différentes mesures. Le nombre de chiffres significatifs des masses pesées est de 3 après la virgule, l'incertitude sera exprimée de la même façon : elle vaut donc 0,003 g/cm³.

Références bibliographiques

- Aboulkhair, N. T., Everitt, N. M., Ashcroft, I., & Tuck, C. (2014). Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 1-4, 77-86. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2014.08.001>
- Aboulkhair, N. T., Everitt, N. M., Maskery, I., Ashcroft, I., & Tuck, C. (2017). Selective laser melting of aluminum alloys. *MRS Bulletin*, 42(04), 311-319. <https://doi.org/10.1557/mrs.2017.63>
- Aboulkhair, N. T., Maskery, I., Tuck, C., Ashcroft, I., & Everitt, N. M. (2016). The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted AlSi10Mg : The effect of a conventional T6-like heat treatment. *Materials Science & Engineering A*, 667, 139-146. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.092>
- Aboulkhair, N. T., Simonelli, M., Parry, L., Ashcroft, I., Tuck, C., & Hague, R. (2019). 3D printing of Aluminium alloys : Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. *Progress in Materials Science*, 106. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>
- Aboulkhair, N. T., Tuck, C., Ashcroft, I., Maskery, I., & Everitt, N. M. (2015). On the Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(8), 3337-3341. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2980-7>
- Altıparmak, S. C., Yardley, V. A., Shi, Z., & Lin, J. (2021). Challenges in additive manufacturing of high-strength aluminium alloys and current developments in hybrid additive manufacturing. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 4(2), 246-261. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2020.12.004>
- Ambriz, R. R., Jaramillo, D., García, C., & Curiel, F. F. (2016). Fracture energy evaluation on 7075-T651 aluminum alloy welds determined by instrumented impact pendulum. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(4), 974-983. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64157-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64157-2)
- Andersen, S. J., Zandbergen, H. W., Jansen, J., Traeholt, C., Tundal, U., & Reiso, O. (1998). The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 46(9), 3283-3298. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00493-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00493-X)
- Ang, L. K., Lau, Y. Y., Gilgenbach, R. M., & Spindler, H. L. (1997). Analysis of laser absorption on a rough metal surface. *Applied Physics Letters*, 70(6), 696-698. <https://doi.org/10.1063/1.118242>
- Arvieu, C., Galy, C., Le Guen, E., & Lacoste, E. (2020). Relative Density of SLM-Produced Aluminum Alloy Parts : Interpretation of Results. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 4(3). <https://doi.org/10.3390/jmmp4030083>
- Asghar, G., Peng, L., Fu, P., Yuan, L., & Liu, Y. (2020). Role of Mg₂Si precipitates size in determining the ductility of A357 cast alloy. *Materials & Design*, 186, 108280. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108280>
- Aversa, A., Lorusso, M., Trevisan, F., Ambrosio, E., Calignano, F., Manfredi, D., Biamino, S., Fino, P., Lombardi, M., & Pavese, M. (2017). Effect of Process and Post-Process

-
- Conditions on the Mechanical Properties of an A357 Alloy Produced via Laser Powder Bed Fusion. *Metals*, 7(2). <https://doi.org/10.3390/met7020068>
- Aversa, A., Marchese, G., Manfredi, D., Lorusso, M., Calignano, F., Biamino, S., Lombardi, M., Fino, P., & Pavese, M. (2018). Laser Powder Bed Fusion of a High Strength Al-Si-Zn-Mg-Cu Alloy. *Metals*, 8(5). <https://doi.org/10.3390/met8050300>
- Aversa, A., Marchese, G., Saboori, A., Bassini, E., Manfredi, D., Biamino, S., Ugues, D., Fino, P., & Lombardi, M. (2019). New Aluminum Alloys Specifically Designed for Laser Powder Bed Fusion : A Review. *Materials (Basel)*, 12(7). <https://doi.org/10.3390/ma12071007>
- Babu, A. P., Huang, A., & Birbilis, N. (2021). On the heat treatment and mechanical properties of a high solute Al–Zn–Mg alloy processed through laser powder bed fusion process. *Materials Science and Engineering: A*, 807, 140857. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140857>
- Balbaa, M. A., Ghasemi, A., Fereiduni, E., Elbestawi, M. A., Jadhav, S. D., & Kruth, J.-P. (2021). Role of powder particle size on laser powder bed fusion processability of AlSi10Mg alloy. *Additive Manufacturing*, 37, 101630. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101630>
- Bosio, F., Fino, P., Manfredi, D., & Lombardi, M. (2021). Strengthening strategies for an Al alloy processed by in-situ alloying during laser powder bed fusion. *Materials & Design*, 212, 110247. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110247>
- Bosio, F., Shen, H., Liu, Y., Lombardi, M., Rometsch, P., Wu, X., Zhu, Y., & Huang, A. (2021). Production Strategy for Manufacturing Large-Scale AlSi10Mg Components by Laser Powder Bed Fusion. *Jom*, 73(3), 770-780. <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04523-8>
- Brennan, M. C., Keist, J. S., & Palmer, T. A. (2021). Defects in Metal Additive Manufacturing Processes. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(7), 4808-4818. <https://doi.org/10.1007/s11665-021-05919-6>
- Buttard, M., Chehab, B., Shahani, R., Robaut, F., Renou, G., Tassin, C., Rauch, E., Donnadieu, P., Deschamps, A., Blandin, J.-J., & Martin, G. (2021). Multi-scale microstructural investigation of a new Al-Mn-Ni-Cu-Zr aluminium alloy processed by laser powder bed fusion. *Materialia*, 18, 101160. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2021.101160>
- Buttard, M., Martin, G., Harrison, P., Rauch, E. F., Chéhab, B., Jarry, P., Blandin, J.-J., & Donnadieu, P. (2023). Evidence that the liquid structure affects the nucleation of the primary metastable L12-Al3Zr in additive manufacturing. *Scripta Materialia*, 226, 115212. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115212>
- Calignano, F. (2018). Investigation of the accuracy and roughness in the laser powder bed fusion process. *Virtual and Physical Prototyping*, 13(2), 97-104. <https://doi.org/10.1080/17452759.2018.1426368>
- Casati, R., Coduri, M., Checchia, S., & Vedani, M. (2021). Insight into the effect of different thermal treatment routes on the microstructure of AlSi7Mg produced by laser powder bed fusion. *Materials Characterization*, 172. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.110881>

-
- Casati, R., Hamidi Nasab, M., Coduri, M., Tirelli, V., & Vedani, M. (2018). Effects of Platform Pre-Heating and Thermal-Treatment Strategies on Properties of AlSi10Mg Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metals*, 8(11).
<https://doi.org/10.3390/met8110954>
- Casati, R., & Vedani, M. (2018a). Aging Response of an A357 Al Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Advanced Engineering Materials*, 21(4).
<https://doi.org/10.1002/adem.201800406>
- Casati, R., & Vedani, M. (2018b). Aging Response of an A357 Al Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Advanced Engineering Materials*, 21(4), 1800406.
<https://doi.org/10.1002/adem.201800406>
- Cerri, E., & Ghio, E. (2022). Aging Profiles of AlSi7Mg0.6 and AlSi10Mg0.3 Alloys Manufactured via Laser-Powder Bed Fusion : Direct Aging versus T6. *Materials*, 15(17), 6126. <https://doi.org/10.3390/ma15176126>
- Cerri, E., Ghio, E., & Bolelli, G. (2021). Effect of the Distance from Build Platform and Post-Heat Treatment of AlSi10Mg Alloy Manufactured by Single- and Multi-Laser Selective Laser Melting. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(7), 4981-4992. <https://doi.org/10.1007/s11665-021-05577-8>
- Cordova, L., Bor, T., de Smit, M., Campos, M., & Tinga, T. (2020). Measuring the spreadability of pre-treated and moisturized powders for laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, 32, 101082. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101082>
- Cordova, L., Campos, M., & Tinga, T. (2019). Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization. *Jom*, 71(3), 1062-1072.
<https://doi.org/10.1007/s11837-018-3305-2>
- Croteau, J. R., Griffiths, S., Rossell, M. D., Leinenbach, C., Kenel, C., Jansen, V., Seidman, D. N., Dunand, D. C., & Vo, N. Q. (2018). Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting. *Acta Materialia*, 153, 35-44.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.04.053>
- Dai, Y., Yan, L., & Hao, J. (2022). Review on Micro-Alloying and Preparation Method of 7xxx Series Aluminum Alloys : Progresses and Prospects. *Materials (Basel)*, 15(3).
<https://doi.org/10.3390/ma15031216>
- Daoudi, M. I., Triki, A., & Redjaimia, A. (2010). DSC study of the kinetic parameters of the metastable phases formation during non-isothermal annealing of an Al–Si–Mg alloy. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 104(2), 627-633.
<https://doi.org/10.1007/s10973-010-1099-8>
- Das, P., Jayaganthan, R., & Singh, I. V. (2011). Tensile and impact-toughness behaviour of cryorolled Al 7075 alloy. *Materials & Design*, 32(3), 1298-1305.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.09.026>
- Davies, J. R. (1993). *Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International.
- Delahaye, J., Tchuindjang, J. T., Lecomte-Beckers, J., Rigo, O., Habraken, A. M., & Mertens, A. (2019). Influence of Si precipitates on fracture mechanisms of AlSi10Mg parts processed by Selective Laser Melting. *Acta Materialia*, 175, 160-170.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.013>

-
- Deng, Y., Yin, Z., & Cong, F. (2012). Intermetallic phase evolution of 7050 aluminum alloy during homogenization. *Intermetallics*, 26, 114-121.
<https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.03.006>
- Desalos, Y. (2004). Bases métallurgiques des traitements thermiques. In *Techniques de l'Ingénieur* (Techniques de l'Ingénieur, Vol. M1111, p. 18).
- de Terris, T., Andreau, O., Peyre, P., Adamski, F., Koutiri, I., Gorny, C., & Dupuy, C. (2019). Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts. *Additive Manufacturing*, 28, 802-813.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.035>
- Develay, R. (1986). Traitements thermiques des alliages d'aluminium. *Traitements des métaux*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1290>
- Develay, R. (1992). Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. In *Techniques de l'Ingénieur* (Techniques de l'Ingénieur, p. 32).
- Dixit, S., & Liu, S. (2022). Laser Additive Manufacturing of High-Strength Aluminum Alloys : Challenges and Strategies. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 6(6), 156. <https://doi.org/10.3390/jmmp6060156>
- Doan, L. C., Ohmori, Y., & Nakai, K. (2000). Precipitation and dissolution reactions in a 6061 aluminum alloy. *Materials Transactions, JIM*, 41(2), 300-305.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1989.41.300>
- Dubost, B., & Sainfort, P. (1991). Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Étude et propriétés des métaux*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m240>
- Edwards, G. A., Stiller, K., Dunlop, G. L., & Couper, M. J. (1998). The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 46(11), 3893-3904.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00059-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00059-7)
- Fiocchi, J., Biffi, C. A., Colombo, C., Vergani, L. M., & Tuissi, A. (2020). Ad Hoc Heat Treatments for Selective Laser Melted AlSi10Mg Alloy Aimed at Stress-Relieving and Enhancing Mechanical Performances. *Jom*, 72(3), 1118-1127.
<https://doi.org/10.1007/s11837-019-03973-z>
- Fiocchi, J., Tuissi, A., Bassani, P., & Biffi, C. A. (2017). Low temperature annealing dedicated to AlSi10Mg selective laser melting products. *Journal of Alloys and Compounds*, 695, 3402-3409. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.019>
- Fite, J., Prameela, S. E., Slotwinski, J., & Weihs, T. (2020). Evolution of the microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg during room temperature holds and low temperature aging. *Additive Manufacturing*, 36, 101429.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101429>
- Fousová, M., Dvorský, D., Michalcová, A., & Vojtěch, D. (2018). Changes in the microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg alloy after exposure to elevated temperatures. *Materials Characterization*, 137, 119-126.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.01.028>
- François, D. (2007). Essais de mesure de la ténacité—Mécanique de la rupture. *Étude et propriétés des métaux*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4166>
- Galera-Rueda, C., Montero-Sistiaga, M. L., Vanmeensel, K., Godino-Martínez, M., Llorca, J., & Pérez-Prado, M. T. (2021). Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation in Al

-
- alloys fabricated by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 44. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102053>
- Galy, C. (2019). Etude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques [Université de Bordeaux]. In *Mécanique: Vol. Ph.D. Etude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques*. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02325082>
- Galy, C., Le Guen, E., Lacoste, E., & Arvieu, C. (2018). Main defects in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences. *Additive Manufacturing*, 22, 165-175. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.005>
- Giovagnoli, M., Tocci, M., Fortini, A., Merlin, M., Ferroni, M., Migliori, A., & Pola, A. (2021). Effect of different heat-treatment routes on the impact properties of an additively manufactured AlSi10Mg alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 802, 140671. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140671>
- Giovagnoli, M., Tocci, M., Fortini, A., Merlin, M., Ferroni, M., & Pola, A. (2022). On the Anisotropic Impact Behavior of an Additively Manufactured AlSi10Mg Alloy in Different Heat Treatment Conditions. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 31(8), 6806-6818. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-06696-6>
- Girelli, L., Giovagnoli, M., Tocci, M., Pola, A., Fortini, A., Merlin, M., & La Vecchia, G. M. (2019). Evaluation of the impact behavior of AlSi10Mg alloy produced using laser additive manufacturing. *Materials Science & Engineering A*, 748, 38-51. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.078>
- Girelli, L., Tocci, M., Gelfi, M., & Pola, A. (2019). Study of heat treatment parameters for additively manufactured AlSi10Mg in comparison with corresponding cast alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 739, 317-328. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.026>
- Griffiths, S., Croteau, J. R., Rossell, M. D., Erni, R., De Luca, A., Vo, N. Q., Dunand, D. C., & Leinenbach, C. (2020). Coarsening- and creep resistance of precipitation-strengthened Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting. *Acta Materialia*, 188, 192-202. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.02.008>
- Griffiths, S., Rossell, M. D., Croteau, J., Vo, N. Q., Dunand, D. C., & Leinenbach, C. (2018). Effect of laser rescanning on the grain microstructure of a selective laser melted Al-Mg-Zr alloy. *Materials Characterization*, 143, 34-42. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.033>
- Hadadzadeh, A., Amirkhiz, B. S., & Mohammadi, M. (2019). Contribution of Mg₂Si precipitates to the strength of direct metal laser sintered AlSi10Mg. *Materials Science and Engineering: A*, 739, 295-300. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.055>
- Hitzler, L., Hirsch, J., Schanz, J., Heine, B., Merkel, M., Hall, W., & Öchsner, A. (2017). Fracture toughness of selective laser melted AlSi10Mg. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, 233(4), 615-621. <https://doi.org/10.1177/1464420716687337>

-
- Hitzler, L., Janousch, C., Schanz, J., Merkel, M., Heine, B., Mack, F., Hall, W., & Öchsner, A. (2017). Direction and location dependency of selective laser melted AlSi10Mg specimens. *Journal of Materials Processing Technology*, 243, 48-61.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.11.029>
- Hosseinzadeh, A., Maraki, M. R., & Sadidi, M. (2020). *Investigation of The Effect of Notch Tip Radius on Fracture Energy of Charpy in 7075 Aluminium Alloy*. 13(2).
- Jacob, S. (2001). *Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie*. 14.
<https://doi.org/10.51257/a-v1-m4675>
- Kaufmann, N., Imran, M., Wischeropp, T. M., Emmelmann, C., Siddique, S., & Walther, F. (2016). Influence of Process Parameters on the Quality of Aluminium Alloy EN AW 7075 Using Selective Laser Melting (SLM). *Physics Procedia*, 83, 918-926.
<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.096>
- Kempen, K., Thijs, L., Van Humbeeck, J., & Kruth, J. P. (2012). Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting. *Physics Procedia*, 39, 439-446.
<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2012.10.059>
- Khairallah, S. A., Anderson, A. T., Rubenchik, A., & King, W. E. (2016). Laser powder-bed fusion additive manufacturing : Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones. *Acta Materialia*, 108, 36-45.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.014>
- Kim, D.-K., Woo, W., Hwang, J.-H., An, K., & Choi, S.-H. (2016). Stress partitioning behavior of an AlSi10Mg alloy produced by selective laser melting during tensile deformation using in situ neutron diffraction. *Journal of Alloys and Compounds*, 686, 281-286. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.06.011>
- Kimura, T., & Nakamoto, T. (2016). Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting. *Materials & Design*, 89, 1294-1301. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.065>
- Klassen, A., Forster, V. E., Juechter, V., & Körner, C. (2017). Numerical simulation of multi-component evaporation during selective electron beam melting of TiAl. *Journal of Materials Processing Technology*, 247, 280-288.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.04.016>
- Kotadia, H. R., Gibbons, G., Das, A., & Howes, P. D. (2021). A review of Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing of aluminium alloys : Microstructure and properties. *Additive Manufacturing*, 46. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102155>
- Kou, S. (2003). *Welding metallurgy* (2nd ed). Wiley-Interscience.
- Kou, S. (2015). A criterion for cracking during solidification. *Acta Materialia*, 88, 366-374.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.01.034>
- Lalpoor, M., Eskin, D. G., & Katgerman, L. (2008). Fracture behavior and mechanical properties of high strength aluminum alloys in the as-cast condition. *Materials Science and Engineering: A*, 497(1-2), 186-194. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.06.047>
- Li, C., Liu, Z. Y., Fang, X. Y., & Guo, Y. B. (2018). Residual Stress in Metal Additive Manufacturing. *Procedia CIRP*, 71, 348-353.
<https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.039>

-
- Li, R. X., Li, R. D., Zhao, Y. H., He, L. Z., Li, C. X., Guan, H. R., & Hu, Z. Q. (2004). Age-hardening behavior of cast Al–Si base alloy. *Materials Letters*, 58(15), 2096-2101. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2003.12.027>
- Li, X. M., & Starink, M. J. (2011). DSC Study on Phase Transitions and Their Correlation with Properties of Overaged Al-Zn-Mg-Cu Alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21(6), 977-984. <https://doi.org/10.1007/s11665-011-9973-5>
- Li, X. P., Ji, G., Chen, Z., Addad, A., Wu, Y., Wang, H. W., Vleugels, J., Van Humbeeck, J., & Kruth, J. P. (2017). Selective laser melting of nano-TiB₂ decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility. *Acta Materialia*, 129, 183-193. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.062>
- Li, X. P., O'Donnell, K. M., & Sercombe, T. B. (2016a). Selective laser melting of Al-12Si alloy : Enhanced densification via powder drying. *Additive Manufacturing*, 10, 10-14. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.01.003>
- Li, X. P., O'Donnell, K. M., & Sercombe, T. B. (2016b). Selective laser melting of Al-12Si alloy : Enhanced densification via powder drying. *Additive Manufacturing*, 10, 10-14. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.01.003>
- Li, X. P., Wang, X. J., Saunders, M., Suvorova, A., Zhang, L. C., Liu, Y. J., Fang, M. H., Huang, Z. H., & Sercombe, T. B. (2015). A selective laser melting and solution heat treatment refined Al–12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility. *Acta Materialia*, 95, 74-82. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.017>
- Lim, S., Eun, I., & Nam, S. (2003). Control of Equilibrium Phases (M,T,S) in the Modified Aluminum Alloy 7175 for Thick Forging Applications. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 44(1), 181-187. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.181>
- Liu, B., Li, B. Q., & Li, Z. (2019). Selective laser remelting of an additive layer manufacturing process on AlSi10Mg. *Results in physics*, 12, 982-988. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.12.018>
- Liu, M., Wu, Z., Yang, R., Wei, J., Yu, Y., Skaret, P. C., & Roven, H. J. (2015). DSC analyses of static and dynamic precipitation of an Al–Mg–Si–Cu aluminum alloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, 25(2), 153-158. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2015.02.004>
- Liu, X., Zhao, C., Zhou, X., Shen, Z., & Liu, W. (2019a). Microstructure of selective laser melted AlSi10Mg alloy. *Materials & Design*, 168. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107677>
- Liu, X., Zhao, C., Zhou, X., Shen, Z., & Liu, W. (2019b). Microstructure of selective laser melted AlSi10Mg alloy. *Materials & Design*, 168, 107677. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107677>
- Liu, Y., Jiang, D., Xie, W., Hu, J., & Ma, B. (2014). Solidification phases and their evolution during homogenization of a DC cast Al–8.35Zn–2.5Mg–2.25Cu alloy. *Materials Characterization*, 93, 173-183. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.04.004>
- Lorusso, M., Trevisan, F., Calignano, F., Lombardi, M., & Manfredi, D. (2020). A357 Alloy by LPBF for Industry Applications. *Materials (Basel)*, 13(7). <https://doi.org/10.3390/ma13071488>

-
- Louvis, E., Fox, P., & Sutcliffe, C. J. (2011). Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(2), 275-284. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019>
- Ma, P., Prashanth, K., Scudino, S., Jia, Y., Wang, H., Zou, C., Wei, Z., & Eckert, J. (2014). Influence of Annealing on Mechanical Properties of Al-20Si Processed by Selective Laser Melting. *Metals*, 4(1), 28-36. <https://doi.org/10.3390/met4010028>
- Maamoun, A. H., Elbestawi, M., Dosbaeva, G. K., & Veldhuis, S. C. (2018). Thermal post-processing of AlSi10Mg parts produced by Selective Laser Melting using recycled powder. *Additive Manufacturing*, 21, 234-247. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.03.014>
- Mächler, R., Uggowitz, P. J., Solenthaler, C., Pedrazzoli, R. M., & Speidel, M. O. (1991). Structure, mechanical properties, and stress corrosion behaviour of high strength spray deposited 7000 series aluminium alloy. *Materials Science and Technology*, 7(5), 447-451. <https://doi.org/10.1179/mst.1991.7.5.447>
- Mahathaninwong, N., Plookphol, T., Wannasin, J., & Wisutmethangoon, S. (2012). T6 heat treatment of rheocasting 7075 Al alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 532, 91-99. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.068>
- Marlaud, T. (2008). Microstructures de précipitation et mécanismes de corrosion feuilletante dans les alliages d'aluminium de la série 7000 à très hautes caractéristiques mécaniques [Institut Polytechnique de Grenoble]. In *Science et Génie des Matériaux: Vol. Ph.D.* <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00282987>
- Marola, S., Manfredi, D., Fiore, G., Poletti, M. G., Lombardi, M., Fino, P., & Battezzati, L. (2018). A comparison of Selective Laser Melting with bulk rapid solidification of AlSi10Mg alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 742, 271-279. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.309>
- Martin, A., Vilanova, M., Gil, E., Sebastian, M. S., Wang, C. Y., Milenkovic, S., Pérez-Prado, M. T., & Cepeda-Jiménez, C. M. (2022). Influence of the Zr content on the processability of a high strength Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy by laser powder bed fusion. *Materials Characterization*, 183, 111650. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111650>
- Martin, J. H. (2018). A methodology and analysis of inoculation in additive manufacturing. In *Materials: Vol. Ph.D.* University of California.
- Martin, J. H., Yahata, B. D., Clough, E., Mone, R. D., Mayer, J. A., Stonkevitch, E., Schubert, R. C., Miller, J. A., Hundley, J. M., Schaedler, T. A., & Pollock, T. M. (2018). Recent advances in additive manufacturing of high strength 7000 series aluminum. *Advanced Materials and Processes*, 176(1), 18-22.
- Martin, J. H., Yahata, B. D., Hundley, J. M., Mayer, J. A., Schaedler, T. A., & Pollock, T. M. (2017). 3D printing of high-strength aluminium alloys. *Nature*, 549(7672), 365-369. <https://doi.org/10.1038/nature23894>
- Martin, J. H., Yahata, B., Mayer, J., Mone, R., Stonkevitch, E., Miller, J., O'Masta, M. R., Schaedler, T., Hundley, J., Callahan, P., & Pollock, T. (2020). Grain refinement mechanisms in additively manufactured nano-functionalized aluminum. *Acta Materialia*, 200, 1022-1037. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.09.043>

-
- Matsuda, K., Naoi, T., Kaname, F., Uetani, Y., Sato, T., Kamio, A., & Ikeno, S. (1999). Crystal structure of the Bsec phase in an Al-1wt% Mg₂Si—0,4wt%Si alloy. *Materials Science & Engineering A*, *A262*, 232-237.
- Matyja, H. (1968). *The Effect of Cooling Rate on the Dendrite Spacing in Splat-Cooled Aluminium Alloys*. *96*, 30-32.
- Mauduit, A., Gransac, H., Auguste, P., Pillot, S., & Diószegi, A. (2019). Study of AlSi7Mg0.6 Alloy by Selective Laser Melting : Mechanical Properties, Microstructure, Heat Treatment. *Journal of Casting & Materials Engineering*, *3*(1). <https://doi.org/10.7494/jcme.2019.3.1.1>
- Mauduit, A., Pillot, S., & Gransac, H. (2017). Study of the suitability of aluminum alloys for additive manufacturing by laser powder bed. *U.P.B. Sci. Bull.*, *79*(4).
- Mertens, R., Baert, L., Vanmeensel, K., & Van Hooreweder, B. (2020). Laser powder bed fusion of high strength aluminum. *Material Design & Processing Communications*. <https://doi.org/10.1002/mdp2.161>
- Mertens, R., Dadbakhsh, S., Humbeeck, J. V., & Kruth, J. P. (2018). Application of base plate preheating during selective laser melting. *Procedia CIRP*, *74*, 5-11. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.08.002>
- Michi, R. A., Sisco, K., Bahl, S., Allard, L. F., Wagner, K. B., Poplawsky, J. D., Leonard, D. N., Dehoff, R. R., Plotkowski, A., & Shyam, A. (2022). Microstructural evolution and strengthening mechanisms in a heat-treated additively manufactured Al–Cu–Mn–Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A*, *840*. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142928>
- Mikhaylovskaya, A. V., Mochugovskiy, A. G., Levchenko, V. S., Tabachkova, N. Y., Mufalo, W., & Portnoy, V. K. (2018). Precipitation behavior of L12 Al₃Zr phase in Al-Mg-Zr alloy. *Materials Characterization*, *139*, 30-37. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.02.030>
- Montero-Sistiaga, M. L., Mertens, R., Vrancken, B., Wang, X., Van Hooreweder, B., Kruth, J.-P., & Van Humbeeck, J. (2016). Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, *238*, 437-445. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.08.003>
- Murray, J., Peruzzi, A., & Abriata, J. (1992). The Al-Zr (aluminum-zirconium) system. *Journal of Phase Equilibria*, *13*, 277-291. <https://doi.org/10.1007/BF02667556>
- Murty, B. S., Kori, S. A., & Chakraborty, M. (2013). Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying. *International Materials Reviews*, *47*(1), 3-29. <https://doi.org/10.1179/095066001225001049>
- Myhr, O. (2001). Modelling of the age hardening behaviour of Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, *49*(1), 65-75. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00301-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00301-3)
- Nie, B., Liu, P., & Zhou, T. (2016). Effect of compositions on the quenching sensitivity of 7050 and 7085 alloys. *Materials Science and Engineering: A*, *667*, 106-114. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.095>
- Nie, X., Zhang, H., Zhu, H., Hu, Z., Ke, L., & Zeng, X. (2018). Effect of Zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Zr modified Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, *764*, 977-986. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.032>

-
- Nie, X., Zhang, H., Zhu, H., Hu, Z., Qi, Y., & Zeng, X. (2019). On the role of Zr content into Portevin-Le Chatelier (PLC) effect of selective laser melted high strength Al-Cu-Mg-Mn alloy. *Materials Letters*, 248, 5-7. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.03.112>
- Oger, L. (2017). *Corrosion sous contrainte et fragilisation par l'hydrogène d'alliages d'aluminium de la série 7xxx (Al-Zn-Mg) : Identification des paramètres microstructuraux critiques pilotant l'endommagement à l'échelle locale* [Université de Toulouse]. <https://oatao.univ-toulouse.fr/19559/>
- Olakanmi, E. O., Cochrane, R. F., & Dalgarno, K. W. (2015). A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders : Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science*, 74, 401-477. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002>
- Oliveira de Menezes, J. T., Castrodeza, E. M., & Casati, R. (2019). Effect of build orientation on fracture and tensile behavior of A357 Al alloy processed by Selective Laser Melting. *Materials Science and Engineering: A*, 766. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138392>
- Oliveira de Menezes, J. T., Castrodeza, E. M., Patriarca, L., & Casati, R. (2022). Effect of heat treatments and loading orientation on the tensile properties and fracture toughness of AlSi7Mg alloy produced by Laser Powder Bed Fusion. *International Journal of Fracture*, 235(1), 145-157. <https://doi.org/10.1007/s10704-022-00631-5>
- Opprecht, M., Garandet, J.-P., Roux, G., & Flament, C. (2021). An understanding of duplex microstructures encountered during high strength aluminium alloy laser beam melting processing. *Acta Materialia*, 215. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117024>
- Opprecht, M., Garandet, J.-P., Roux, G., Flament, C., & Soulier, M. (2020). A solution to the hot cracking problem for aluminium alloys manufactured by laser beam melting. *Acta Materialia*, 197, 40-53. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.015>
- Otani, Y., Kusaki, Y., Itagaki, K., & Sasaki, S. (2019). Microstructure and Mechanical Properties of A7075 Alloy with Additional Si Objects Fabricated by Selective Laser Melting. *Materials Transactions*, 60(10), 2143-2150. <https://doi.org/10.2320/matertrans.Y-M2019837>
- Otani, Y., & Sasaki, S. (2020). Effects of the addition of silicon to 7075 aluminum alloy on microstructure, mechanical properties, and selective laser melting processability. *Materials Science and Engineering: A*, 777, 139079. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139079>
- Padovano, E., Badini, C., Pantarelli, A., Gili, F., & D'Aiuto, F. (2020). A comparative study of the effects of thermal treatments on AlSi10Mg produced by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*, 831. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154822>
- Paul, M. J., Liu, Q., Best, J. P., Li, X., Kruzic, J. J., Ramamurty, U., & Gludovatz, B. (2021). Fracture resistance of AlSi10Mg fabricated by laser powder bed fusion. *Acta Materialia*, 211. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116869>
- Peng, G., Chen, K., Chen, S., & Fang, H. (2015). Evolution of the second phase particles during the heating-up process of solution treatment of Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 641, 237-241. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.06.058>

-
- Pillot, S. (2016). Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques. *Techniques de l'ingénieur*, BM7900, 26.
- Polmear, I. J. (1957). The ageing characteristics of ternary aluminium-zinc-magnesium alloys. *Journal of the Institute of Metals*, 86, 113-120.
- Prashanth, K. G., Scudino, S., Klauss, H. J., Surreddi, K. B., Löber, L., Wang, Z., Chaubey, A. K., Kühn, U., & Eckert, J. (2014). Microstructure and mechanical properties of Al-12Si produced by selective laser melting : Effect of heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 590, 153-160. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.023>
- Raabe, D., Tasan, C. C., & Olivetti, E. A. (2019). Strategies for improving the sustainability of structural metals. *Nature*, 575(7781), 64-74. <https://doi.org/10.1038/s41586-019-1702-5>
- Rao, H., Giet, S., Yang, K., Wu, X., & Davies, C. H. J. (2016). The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting. *Materials & Design*, 109, 334-346. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.009>
- Rao, J. H., Zhang, Y., Fang, X., Chen, Y., Wu, X., & Davies, C. H. J. (2017). The origins for tensile properties of selective laser melted aluminium alloy A357. *Additive Manufacturing*, 17, 113-122. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.08.007>
- Rao, J. H., Zhang, Y., Zhang, K., Huang, A., Davies, C. H. J., & Wu, X. (2019). Multiple precipitation pathways in an Al-7Si-0.6Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Scripta Materialia*, 160, 66-69. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.045>
- Rao, J. H., Zhang, Y., Zhang, K., Wu, X., & Huang, A. (2019). Selective laser melted Al-7Si-0.6Mg alloy with in-situ precipitation via platform heating for residual strain removal. *Materials & Design*, 182, 108005. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108005>
- Rappaz, M., Drezet, J.-M., & Gremaud, M. (1999). A new hot-tearing criterion. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(2), 449-455. <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0334-z>
- Raus, A. A., Wahab, M. S., Shayfull, Z., Kamarudin, K., & Ibrahim, M. (2016). The Influence of Selective Laser Melting Parameters on Density and Mechanical Properties of AlSi10Mg. *MATEC Web of Conferences*, 78, 01078. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20167801078>
- Read, N., Wang, W., Essa, K., & Attallah, M. M. (2015). Selective laser melting of AlSi10Mg alloy : Process optimisation and mechanical properties development. *Materials & Design (1980-2015)*, 65, 417-424. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.044>
- Robson, J. D. (2004). Microstructural evolution in aluminium alloy 7050 during processing. *Materials Science and Engineering: A*, 382(1-2), 112-121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.05.006>
- Robson, J. D., & Prangnell, P. B. (2001). Dispersoid precipitation and process modelling in zirconium containing commercial aluminium alloys. *Acta Materialia*, 49(4), 599-613. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00351-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00351-7)
- Rokhlin, L. L., Dobatkina, T. V., Bochvar, N. R., & Lysova, E. V. (2004). Investigation of phase equilibria in alloys of the Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc system. *Journal of Alloys and Compounds*, 367(1-2), 10-16. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2003.08.003>
- Rometsch, P. A., & Schaffer, G. B. (2002). An age hardening model for Al-7Si-Mg casting alloys. *Materials Science & Engineering A*, A325, 424-434.

-
- Rometsch, P. A., Zhu, Y., Wu, X., & Huang, A. (2022). Review of high-strength aluminium alloys for additive manufacturing by laser powder bed fusion. *Materials & Design*, 219. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110779>
- Rosenthal, D. (1941). Mathematical Theory of Heat Distribution during Welding and Cutting. *Welding Journal*, 20, 220-234.
- Rosenthal, I., Shneck, R., & Stern, A. (2018). Heat treatment effect on the mechanical properties and fracture mechanism in AlSi10Mg fabricated by additive manufacturing selective laser melting process. *Materials Science and Engineering: A*, 729, 310-322. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.074>
- Santos Macías, J. G., Douillard, T., Zhao, L., Maire, E., Pyka, G., & Simar, A. (2020). Influence on microstructure, strength and ductility of build platform temperature during laser powder bed fusion of AlSi10Mg. *Acta Materialia*, 201, 231-243. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.10.001>
- Schmidtke, K., Palm, F., Hawkins, A., & Emmelmann, C. (2011). Process and mechanical properties : Applicability of a Scandium modified Al-alloy for laser additive manufacturing. *Physics Procedia*, 12, 369-374.
- Sercombe, T. B., & Li, X. (2016). Selective laser melting of aluminium and aluminium metal matrix composites : Review. *Materials technology (New York, N.Y.)*, 31(2), 77-85. <https://doi.org/10.1179/1753555715Y.0000000078>
- Shi, Y., Yang, K., Kairy, S. K., Palm, F., Wu, X., & Rometsch, P. A. (2018). Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Sc–Zr alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 732, 41-52. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.049>
- Siddique, S., Imran, M., Wycisk, E., Emmelmann, C., & Walther, F. (2015). Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 221, 205-213. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.02.023>
- Smith, P., Cowie, J., & Weritz, J. (2019, août). Registration System for Aluminum Alloys Used in Additive Manufacturing. *Light Metal Age*, 77(4), 72-75.
- Song, L., Zhao, L., Ding, L., Zhu, Y., Huang, M., Simar, A., & Li, Z. (2022). Microstructure and loading direction dependent hardening and damage behavior of laser powder bed fusion AlSi10Mg. *Materials Science and Engineering: A*, 832. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142484>
- Souza, P. H. L., Oliveira, C. A. S. de, & Quaresma, J. M. do V. (2018). Precipitation hardening in dilute Al–Zr alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 7(1), 66-72. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.05.006>
- Sow, M. C., De Terris, T., Castelnau, O., Hamouche, Z., Coste, F., Fabbro, R., & Peyre, P. (2020). Influence of beam diameter on Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) process. *Additive Manufacturing*, 36. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101532>
- Spierings, A. B., Dawson, K., Heeling, T., Uggowitz, P. J., Schäublin, R., Palm, F., & Wegener, K. (2017). Microstructural features of Sc- and Zr- modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting. *Materials and Design*, 115, 52-63. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.11.040>

-
- Spierings, A. B., Dawson, K., Kern, K., & Palm, F. (2017). SLM-processed Sc- and Zr-modified Al-Mg alloy : Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment. *Materials Science & Engineering A*, 701, 264-273.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.089>
- Spierings, A. B., Dawson, K., Voegtlin, M., & Palm, F., Uggowitzer, P. J. (2016). Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminum using selective laser melting. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 65, 213-216.
- Staley, J. T. (1974). Aging kinetics of aluminum alloy 7050. *Metallurgical transactions*, 5(4), 929-932. <https://doi.org/10.1007/BF02643150>
- Stefanescu, D. M. (2002). *Science and Engineering of Casting Solidification*. Springer US.
<https://doi.org/10.1007/978-1-4757-6472-7>
- Stopyra, W., Gruber, K., Smolina, I., Kurzynowski, T., & Kuźnicka, B. (2020). Laser powder bed fusion of AA7075 alloy : Influence of process parameters on porosity and hot cracking. *Additive Manufacturing*, 35, 101270.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101270>
- Sun, S., Liu, P., Hu, J., Hong, C., Qiao, X., Liu, S., Zhang, R., & Wu, C. (2019). Effect of solid solution plus double aging on microstructural characterization of 7075 Al alloys fabricated by selective laser melting (SLM). *Optics & Laser Technology*, 114, 158-163. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.02.006>
- Suryawanshi, J., Prashanth, K. G., Scudino, S., Eckert, J., Prakash, O., & Ramamurty, U. (2016). Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting. *Acta Materialia*, 115, 285-294.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.06.009>
- Svendsen, A. (2019, octobre). *A True Reinvention of Metallurgy – HRL Develops High Strength Aluminum Alloy Powders for Additive Manufacturing*. 77, 30-33.
- Taheri Andani, M., Dehghani, R., Karamooz-Ravari, M. R., Mirzaeifar, R., & Ni, J. (2018). A study on the effect of energy input on spatter particles creation during selective laser melting process. *Additive Manufacturing*, 20, 33-43.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.12.009>
- Tai, C.-L., Tai, P.-J., Hsiao, T.-J., Chiu, P.-H., Tseng, C.-Y., Tsao, T.-C., Chung, T.-F., Yang, Y.-L., Chen, C.-Y., Wang, S.-H., & Yang, J.-R. (2022). Effect of Natural Ageing on Subsequent Artificial Ageing of AA7075 Aluminum Alloy. *Metals*, 12(10), 1766.
<https://doi.org/10.3390/met12101766>
- Tajally, M., Huda, Z., & Masjuki, H. H. (2010). A comparative analysis of tensile and impact-toughness behavior of cold-worked and annealed 7075 aluminum alloy. *International Journal of Impact Engineering*, 37(4), 425-432.
<https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2009.08.009>
- Takata, N., Kodaira, H., Sekizawa, K., Suzuki, A., & Kobashi, M. (2017). Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 704, 218-228.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.029>

-
- Tang, M., & Pistorius, P. C. (2017). Oxides, porosity and fatigue performance of AlSi10Mg parts produced by selective laser melting. *International Journal of Fatigue*, *94*, 192-201. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.002>
- Tang, M., Pistorius, P. C., Narra, S., & Beuth, J. L. (2016). Rapid Solidification : Selective Laser Melting of AlSi10Mg. *Jom*, *68*(3), 960-966. <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1763-3>
- Thijs, L., Kempen, K., Kruth, J.-P., & Van Humbeeck, J. (2013). Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Materialia*, *61*(5), 1809-1819. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.052>
- Vanzetti, M., Virgillito, E., Aversa, A., Manfredi, D., Bondioli, F., Lombardi, M., & Fino, P. (2021). Short Heat Treatments for the F357 Aluminum Alloy Processed by Laser Powder Bed Fusion. *Materials (Basel)*, *14*(20). <https://doi.org/10.3390/ma14206157>
- Vargel, C. (2010). *Métallurgie de l'aluminium. Étude et propriétés des métaux*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4663>
- Wang, L., Jiang, X., Guo, M., Zhu, X., & Yan, B. (2017). Characterisation of structural properties for AlSi10Mg alloys fabricated by selective laser melting. *Materials Science and Technology*, *33*(18), 2274-2282. <https://doi.org/10.1080/02670836.2017.1398513>
- Wang, P., Li, H. C., Prashanth, K. G., Eckert, J., & Scudino, S. (2017). Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu : Heat treatment, microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, *707*, 287-290. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.11.210>
- Wang, T., Wang, Y., Yang, X., Chen, B., & Zhu, H. (2022). Cracks and process control in laser powder bed fusion of Al-Zn-Mg alloy. *Journal of Manufacturing Processes*, *81*, 571-579. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.06.066>
- Wang, X., Esmaili, S., & Lloyd, D. J. (2006). The sequence of precipitation in the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *37*, 2691-2699. <https://doi.org/10.1007/BF02586103>
- Wang, Z., Geng, J., Xia, P., Li, Y., Chen, W., Li, X., Wang, M., Chen, D., & Wang, H. (2023). Phase transformation from η phase to S phase at grain boundary during annealing in rapidly-solidified Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Materials characterization*, *195*, 112531. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112531>
- Wei, K., Wang, Z., & Zeng, X. (2015). Influence of element vaporization on formability, composition, microstructure, and mechanical performance of the selective laser melted Mg-Zn-Zr components. *Materials Letters*, *156*, 187-190. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.05.074>
- Weingarten, C., Buchbinder, D., Pirch, N., Meiners, W., Wissenbach, K., & Poprawe, R. (2015). Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg. *Journal of Materials Processing Technology*, *221*, 112-120. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.02.013>
- Xie, J., & Kar, A. (1999). Laser welding of thin sheet steel with surface oxidation. *Welding Journal (Miami)*, *78*. <https://www.osti.gov/biblio/20000598>

-
- Yang, K. V., Rometsch, P., Davies, C. H. J., Huang, A., & Wu, X. (2018). Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of A357 alloy produced by selective laser melting. *Materials & Design*, *154*, 275-290.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.05.026>
- Yang, K. V., Shi, Y., Palm, F., Wu, X., & Rometsch, P. (2018). Columnar to equiaxed transition in Al-Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting. *Scripta Materialia*, *145*, 113-117. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.10.021>
- Yu, C. Y., Kao, P. W., & Chang, C. P. (2005). Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum. *Acta Materialia*, *53*(15), 4019-4028.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.05.005>
- Zhang, B., Dembinski, L., & Coddet, C. (2013). The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder. *Materials Science and Engineering: A*, *584*, 21-31. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.055>
- Zhang, H., Zhu, H., Nie, X., Yin, J., Hu, Z., & Zeng, X. (2017). Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy. *Scripta Materialia*, *134*, 6-10. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.02.036>
- Zhang, J., Song, B., Wei, Q., Bourell, D., & Shi, T. (2019). A review of selective laser melting of aluminum alloys : Processing, microstructure, property and developing trends. *Journal of Materials Science & Technology*, *35*, 270-284.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004>
- Zhao, L., Santos Macías, J. G., Ding, L., Idrissi, H., & Simar, A. (2019). Damage mechanisms in selective laser melted AlSi10Mg under as built and different post-treatment conditions. *Materials Science and Engineering: A*, *764*, 138210.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138210>
- Zhao, L., Santos Macías, J. G., Douillard, T., Li, Z., & Simar, A. (2021). Unveiling damage sites and fracture path in laser powder bed fusion AlSi10Mg : Comparison between horizontal and vertical loading directions. *Materials Science and Engineering: A*, *807*, 140845. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140845>
- Zhao, L., Song, L., Santos Macías, J. G., Zhu, Y., Huang, M., Simar, A., & Li, Z. (2022). Review on the correlation between microstructure and mechanical performance for laser powder bed fusion AlSi10Mg. *Additive Manufacturing*, *56*, 102914.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102914>
- Zheng, G. W., Li, H., Lei, C., Fu, J., Bian, T. J., & Yang, J. C. (2018). Natural aging behaviors and mechanisms of 7050 and 5A90 Al alloys : A comparative study. *Materials Science and Engineering: A*, *718*, 157-164.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.119>
- Zhou, L., Mehta, A., Schulz, E., McWilliams, B., Cho, K., & Sohn, Y. (2018). Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. *Materials Characterization*, *143*, 5-17.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.022>
- Zhou, L., Pan, H., Hyer, H., Park, S., Bai, Y., McWilliams, B., Cho, K., & Sohn, Y. (2019). Microstructure and tensile property of a novel AlZnMgScZr alloy additively

manufactured by gas atomization and laser powder bed fusion. *Scripta Materialia*, 158, 24-28. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.08.025>

Zhou, S., Su, Y., Gu, R., Wang, Z., Zhou, Y., Ma, Q., & Yan, M. (2018). Impacts of Defocusing Amount and Molten Pool Boundaries on Mechanical Properties and Microstructure of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Materials (Basel)*, 12(1). <https://doi.org/10.3390/ma12010073>

Committee, A. I. H. (1990). ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials (ASM Handbook) VOL. 2. ASM International. ISBN: 0871703785