



**HAL**  
open science

## Impact des caractéristiques des poudres sur les propriétés des matériaux métalliques élaborés par fabrication additive

M. Thomas, T. de Terris, S. Drawin

► **To cite this version:**

M. Thomas, T. de Terris, S. Drawin. Impact des caractéristiques des poudres sur les propriétés des matériaux métalliques élaborés par fabrication additive. *Traitements et Matériaux*, 2017, 447, pp.22-31. hal-01716384

**HAL Id: hal-01716384**

**<https://hal.science/hal-01716384>**

Submitted on 23 Feb 2018

**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.

# Impact des caractéristiques des poudres sur les propriétés des matériaux métalliques élaborés par fabrication additive

M. Thomas<sup>1</sup>, T. De Terris<sup>2</sup>, S. Drawin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ONERA, The French Aerospace Lab, 29 avenue de la Division Leclerc, 92320, Châtillon, France  
(marc.thomas@onera.fr, stefan.drawin@onera.fr)

<sup>2</sup> Laboratoire PIMM, 151 bd de l'Hôpital, 75013 Paris, France  
(thibaut.de\_terris@ensam.eu)

## Résumé

La fabrication additive exige à la poudre d'intégrer des caractéristiques de plus en plus pointues. Améliorer la qualité de la poudre est nécessaire afin de garantir une production de pièces sans défauts avec des propriétés reproductibles. En conséquence, une caractérisation étendue des poudres métalliques constitue une étape primordiale dans la chaîne de valeur de pièces obtenues par fabrication additive.

## 1. INTRODUCTION

Un exercice de projection concernant les ventes de poudre métallique dans le monde pour la fabrication additive révèle un montant dépassant 500 millions de dollars en 2019 et 900 millions de dollars en 2023, ce qui correspond à une croissance annuelle de 40% pour le segment des matériaux métalliques. Cela signifie que ce dernier segment devient le segment à croissance la plus rapide en fabrication additive selon le McKinsey Global Institute [1]. Ces chiffres reflètent l'augmentation spectaculaire de la fabrication additive métallique pour les applications aéronautiques et médicales au cours des dernières années. Cependant, la production par fabrication additive de pièces pour des applications aéronautiques ou spatiales critiques avec une qualité élevée demeure une gageure qui n'est pas totalement atteinte. C'est la raison pour laquelle un défi actuel pour la fabrication additive métallique concerne l'amélioration de la qualité de la poudre, et en premier lieu le contrôle de cette qualité, sachant que celle-ci peut avoir une incidence non négligeable sur les caractéristiques finales des pièces. En plus de pouvoir introduire des défauts dans les pièces, la poudre peut aussi modifier la constance et la régularité d'une construction à l'autre et, de manière plus générale, elle peut altérer de façon insidieuse les propriétés mécaniques résultantes des matériaux. La raison d'une qualité de poudre insuffisante est liée au fait que les poudres utilisées pour la fabrication additive étaient souvent développées auparavant pour des procédés de projection thermique ou de procédés de métallurgie des poudres (MdP) conventionnels qui sont moins contraignants que la fabrication additive.

Pour une évaluation de la qualité en fabrication additive, il est essentiel d'identifier les différentes caractéristiques non optimales des poudres, comme par exemple des variations de composition chimique mineures d'un lot de poudre à l'autre, la présence de particules non sphériques et de "satellites" à la surface des particules, une distribution de taille de particule inadéquate, la présence d'un film d'oxyde ou d'inclusions, la présence de pores avec gaz occlus. Mais les défauts dans les pièces finales peuvent également provenir des conditions opératoires du procédé utilisé, de la stratégie de construction, de l'orientation des pièces dans la chambre, toutes choses qui peuvent contribuer par exemple à la présence de particules non fondues, de porosités (gaz occlus, manque de fusion) ou de fissures.

Des critères de qualité pour la poudre doivent donc inclure la porosité (quantité, taille, volume etc. de pores), un faible niveau de contamination de surface et, de manière générale, une distribution de taille de particule étroite avec une morphologie sphérique pour une bonne coulabilité et une bonne densité tassée. Certains paramètres influents peuvent également dépendre de la nature du matériau métallique. Ainsi, des facteurs tels que la volatilité de certains éléments d'alliage (Al, Cr...) ou une certaine sensibilité à la contamination interstitielle (O, N, C...) peuvent être liés à la composition de l'alliage et au procédé de fabrication additive utilisé.

Comme illustration de la prise en compte progressive du facteur "qualité de la poudre", LPW Technology a développé un suivi qualité poussé pour le transport et le stockage des poudres en incorporant un certain nombre de capteurs pour mesurer l'humidité, la température, la pression, les vibrations et les niveaux d'oxygène [2]. La connaissance de ces caractéristiques physico-chimiques des poudres est en effet essentielle pour garantir la qualité du produit fini et une productivité plus élevée. Signalons d'ailleurs la création au Royaume Uni d'une plateforme liée aux procédés innovants utilisant la métallurgie des poudres : MAPP (Manufacture using Advanced Powder Processes). Son but est de relever un certain nombre de défis pour pouvoir développer et promouvoir plus largement tous les procédés innovants utilisant la Métallurgie des Poudres (Mdp). Une stratégie concertée commence également à apparaître aux États-Unis en ce qui concerne la fabrication de poudre. Le Consortium d'innovation technologique et d'atomisation (ATIC) a été créé en mai 2015 par ASM International, en collaboration avec la Fédération des industries de poudre métallique (Thermal Spray Society, America Makes, the AMES Laboratory, the Institute for Liquid Atomization and Spray Systems, and the University of California - Irvine Combustion Laboratory) pour élaborer une feuille de route technologique de pointe pour l'industrie de l'atomisation aux États-Unis.

Les efforts actuels portent donc sur l'établissement de la traçabilité des poudres métalliques et l'uniformisation de leurs spécifications. Ainsi, la norme ASTM F3049-14 explicite les propriétés à mesurer pour la poudre métallique [3]. En France, la norme NF E 67-010 traite des caractéristiques techniques des poudres par FA couramment utilisées [4]. D'après cette norme, une première série de caractéristiques de base doit être communiquée au client qui inclut le nom du fabricant, le type de procédé d'atomisation, la nature de la poudre, la date, le numéro du lot de poudre, sa composition chimique et les phases cristallographiques présentes, la température de fusion, la distribution de taille de particules (d10, d50, d90), la nature du bidon de stockage et son atmosphère (air ou gaz protecteur). De plus, suivant un accord entre le fournisseur et le client, un certain nombre de caractéristiques additionnelles peuvent être également spécifiées tels que la forme des particules de poudre, la porosité interne, la proportion de particules "off-range", la coulabilité, la densité apparente et la densité tassée.

## **2. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX**

### **2.1 Élaboration et caractérisation de poudres à l'ONERA**

Pour satisfaire à des besoins d'élaboration de poudres d'alliages non commerciaux ou de poudres d'alliages commerciaux avec des caractéristiques non disponibles commercialement, mais également de poudres de matériaux difficiles à mettre en forme par les voies classiques (fonderie), l'Onera a mis en service une tour d'atomisation au gaz permettant de produire une large variété de poudres métalliques avec des températures de fusion pouvant dépasser les 2 000 °C (figure 1). Une volonté interne est de rendre cette tour accessible aux laboratoires de recherche et aux industriels pour proposer du développement d'alliages ou de procédés basés sur la Mdp. Même si cette tour n'a pas pour vocation une production industrielle, la fabrication de "gros" lots peut néanmoins être envisagée. De nombreuses variétés de poudres métalliques sont actuellement produites avec cette tour. D'un point de vue technique, le procédé d'atomisation au gaz consiste à pulvériser un flux de métal liquide par un jet de gaz neutre à haute pression tel que l'azote, l'argon ou l'hélium. Les fines gouttelettes de métal fondu se refroidissent alors rapidement et se solidifient en tombant à l'intérieur de l'enceinte. Les poudres sont enfin recueillies dans un conteneur qui est maintenu sous gaz neutre. À notre connaissance, une spécificité unique au monde pour cette tour d'atomisation est le fait de disposer de deux modules de fusion qui se différencient par la méthode d'apport et de fusion du matériau ainsi que par le type de buse employé :

- Le système VIGA (Vacuum Inert Gas Atomization) correspond au procédé standard d'atomisation au gaz. L'alliage est placé dans un creuset en alumine d'une contenance de 1,5 litre maximum pour être fondu dans un four à induction sous vide. Le métal en fusion s'écoule ensuite à travers une buse. Le filet de métal liquide se retrouve cisailé par les jets gazeux dès sa sortie de la buse, d'où l'appellation "close coupled", ce qui permet de produire des poudres fines.

- Le système EIGA (Electrode Induction-melting Gas Atomization) a été développé pour les alliages réactifs vis-à-vis des creusets conventionnels en alumine, tels que le titane, ainsi que pour les alliages présentant des températures de fusion très élevées auxquelles les creusets ne résistent pas. Ce système utilise des barreaux pré-alliés comme source de matière. La partie inférieure du barreau de diamètre 50 mm et de hauteur 500 mm est fondue par induction. Le métal liquide qui se détache du barreau se retrouve en chute libre, d'où l'appellation "free fall", avant d'être atomisé par les jets de gaz. La poudre ainsi créée est légèrement plus grossière que celle obtenue par le système VIGA.

L'atomisation de poudres est une opération délicate pour obtenir des poudres adaptées à la fabrication additive. En effet, comme indiqué précédemment, la présence de particules non sphériques, de "satellites" ou de porosités contenant du gaz d'atomisation telles que celles illustrées en figure 2, sont des caractéristiques non optimales des poudres.

La caractérisation physico-chimique des différents lots de poudre fait appel à différentes techniques expérimentales : spectre granulométrique par tamisage et par granulométrie laser (en voie sèche ou humide), analyse chimique par ICP-OES (Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy), morphologie des poudres au Microscope Electronique à Balayage (MEB), taux de porosité au MEB et par pycnométrie He, mesures de densités (libre et tapée) et de coulabilité. Ces techniques utilisées à l'ONERA sont brièvement décrites ci-dessous :

D'après la norme ISO 3252:1999(fr), la répartition granulométrique (ou distribution de taille de particules) d'un lot de poudre est le "pourcentage en masse, en nombre ou en volume, de chaque fraction dans laquelle un échantillon de poudre a été classifié selon la taille". Deux moyens sont utilisés dans notre laboratoire pour la déterminer. En partant d'une quantité de poudre représentative (> 300 g par exemple), une analyse par tamisage (typiquement 40-63-80-100-125-160- 180-200-250-315  $\mu\text{m}$ ) va permettre d'obtenir le spectre granulométrique de la poudre. Des mesures plus rapides sont également réalisées sur un échantillon plus petit (< 50 g) par une technique optique : un diffractomètre laser est utilisé en voie sèche pour l'obtention du spectre granulométrique de plusieurs échantillons du lot de poudre étudié. Ces mesures fournissent les paramètres granulométriques principaux de la poudre, tels que  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ou  $d_{90}$  ( $d_x$  ( $\mu\text{m}$ ) est le diamètre pour lequel les particules de dimension inférieure à  $d_x$  constituent  $x\%$  de la masse totale du lot analysé ;  $d_{50}$  est appelé "diamètre médian"). Notons que les distributions exprimées en pourcentage massique ou volumique sont identiques. La composition chimique des particules de poudre est contrôlée par analyse ICP-OES. Après dissolution de la poudre dans une solution aqueuse acide, cette solution est vaporisée dans le cœur d'un plasma d'argon induit par une décharge haute fréquence, qui peut atteindre des températures de 8 000 °C. Les différentes espèces chimiques vont alors subir une ionisation et une excitation thermique qui va générer un rayonnement optique pour être analysé par un spectromètre.

La morphologie des particules de poudre est une caractéristique importante car elle va conditionner les propriétés rhéologiques de la poudre. Les poudres atomisées au gaz sont néanmoins très majoritairement sphériques. De façon complémentaire aux observations MEB, un entonnoir de Hall est utilisé pour des mesures normalisées (ISO 4490:2014) de coulabilité, propriété liée à la morphologie des particules et importante pour le transfert correct de poudre d'un récipient vers la zone de construction.

La porosité interne est tout d'abord estimée par des observations au MEB (couplées à de l'analyse d'image) d'échantillons de particules polies qui révèlent que certaines d'entre elles présentent du gaz occlus. Il s'agit de gaz emprisonné dans des cavités internes au cours de l'atomisation, formant alors une bulle lors de la solidification. La méthode de pycnométrie à l'hélium permet de mesurer la fraction volumique de porosité fermée (pores non débouchants) d'un échantillon de poudre en effectuant une mesure de sa masse volumique  $m/V$ , celle-ci étant rapportée à celle d'un échantillon témoin, totalement dense, du même alliage. Cette méthode consiste, dans une cellule de référence, à mesurer le volume  $V$  de gaz (He) déplacé par l'échantillon, de masse connue  $m$ , qui correspond au volume de matière et d'éventuels pores fermés. La mesure ne donne pas d'information sur le volume de la porosité ouverte (pores débouchants) (figure 3), ni sur les tailles des pores fermés, ces dernières pouvant plutôt être estimées par les observations au MEB. Les mesures de porosité au MEB et par pycnométrie He sont donc complémentaires. Les particules poreuses risquent de générer des porosités dans les matériaux après fabrication additive, et peuvent gêner le procédé si les bulles de gaz éclatent sous le faisceau d'énergie et projettent de la matière sur les zones adjacentes.

La masse volumique apparente (ou densité apparente) correspond à la masse volumique d'une poudre non tassée mesurée dans des conditions prescrites par les normes ISO 3923- 1:2008(fr) pour la méthode de l'entonnoir et ISO 3923-2:1981(fr) pour la méthode du volumètre de Scott. Pour ce faire, nous mesurons la masse d'un lot de poudre et la divisons par le volume qu'il occupe, après un écoulement libre dans un récipient. De manière similaire, nous mesurons la masse volumique tassée (ou densité tapée) qui correspond à la masse volumique d'une poudre après son tassement répétitif dans un récipient dans des conditions prescrites par la norme ISO 3953:2011(fr).

Pour finir, la diffraction des rayons X nous renseigne sur les phases cristallographiques présentes, leurs fractions massiques (par analyse Rietveld), la taille moyenne des grains métallurgiques.

D'autres techniques et appareils existent pour caractériser les poudres : morpho-granulomètres (analyse automatique par microscopie optique de la morphologie et de la distribution de taille d'un grand nombre de particules), analyseurs rhéologiques divers, etc.



*Figure 1 - Tour d'atomisation à l'ONERA*

## **2.2 Influence des paramètres d'atomisation sur les caractéristiques des poudres**

Les études suivantes concernent principalement des alliages aéronautiques (titane, acier maraging, aluminium). La présente étude a été effectuée sur un matériau intermétallique qui a été introduit récemment dans la turbine basse pression du moteur GEnX (General Electric) et qui équipe les Boeing 787 et 747-8 [5]. L'intermétallique TiAl présente un haut module d'Young, une grande résistance mécanique ainsi qu'une bonne tenue à l'oxydation aux températures élevées (700-800 °C). Le fait d'élaborer un intermétallique tel que TiAl par la voie MdP offre de nombreux avantages tels que le fait d'homogénéiser la microstructure et de réduire les ségrégations interdendritiques, avec un effet bénéfique sur la ductilité à température ambiante. De plus, des procédés de fabrication rapide tels que le Spark Plasma Sintering (SPS) ou la fusion par faisceau d'électrons ouvrent la voie à une mise en forme des

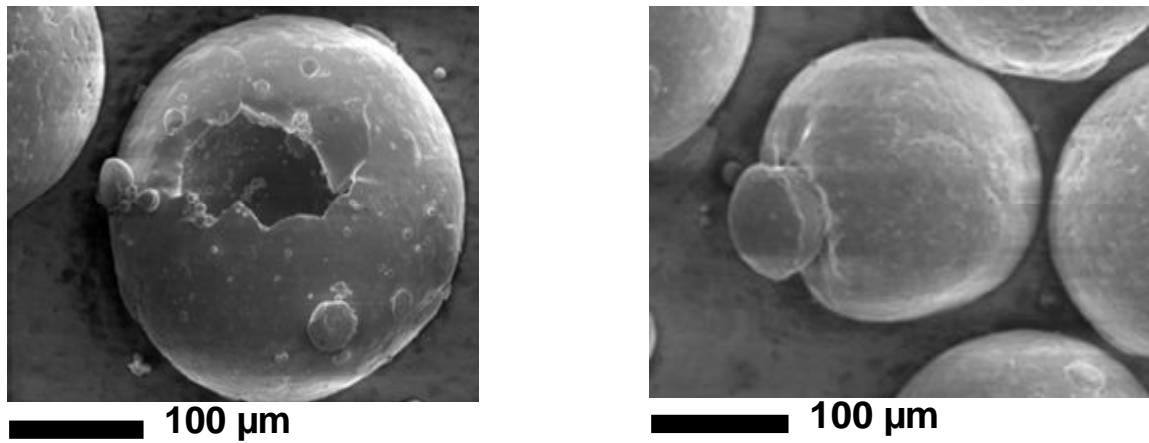


Figure 2 - Caractéristiques morphologiques non optimales des poudres

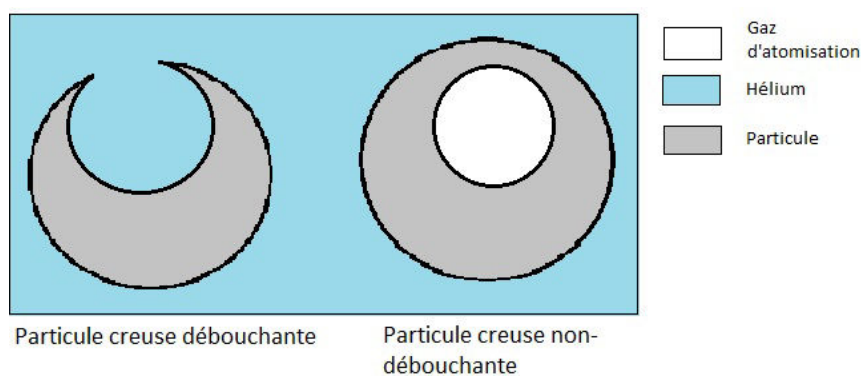


Figure 3 - Différence entre une particule poreuse débouchante et une particule poreuse non-débouchante (visualisation dans le plan de la coupe métallographique)

pièces proche des cotes. La réduction des étapes d'usinage constitue en effet un gain important pour de tels matériaux intermétalliques qui sont difficiles à usiner. Les poudres caractérisées font partie d'une nuance TiAl de première génération, de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb (at%). Des lingotins ont été usinés sous forme de barreaux avant d'être atomisés à l'ONERA selon le procédé EIGA. Différentes atomisations ont permis de faire varier les paramètres d'atomisation (pression, puissance, vitesse d'avance, rapport des débits gaz/matière) afin d'appréhender leur influence sur la qualité de la poudre. Une illustration de trois lots de poudre obtenus avec différentes conditions d'atomisation est donnée en figure 4. Une vue générale permet de confirmer que la majorité des poudres sont sphériques. Nous avons toutefois pu noter une légère augmentation de défauts de sphéricité pour les pressions d'atomisation élevées et de taux de "satellites" pour les classes fines.

En premier lieu, la composition chimique de la poudre des lots obtenus avec une pression d'atomisation de 16 bar et de 26 bar a été analysée selon la méthode ICP-OES et comparée à la composition chimique attendue de l'alliage. Les résultats présentés au tableau 1 montrent que les compositions des deux poudres sont très proches entre elles et très proches également de celle du matériau massif ayant servi à produire la poudre. Ces analyses chimiques permettent de confirmer qu'aucune perte en aluminium ne se produit au cours des atomisations.

Une analyse détaillée permet d'établir un lien entre les paramètres d'atomisation et les caractéristiques de la poudre que sont la granulométrie, la morphologie et le taux de particules poreuses (tableau 2). On observe ainsi qu'à pression élevée ( $P_{\text{atom}} = 40$  bar), la poudre est plus fine ( $d_{50} = 63$   $\mu\text{m}$ ) qu'à pression faible ( $d_{50} = 99$   $\mu\text{m}$  pour  $P_{\text{atom}} = 16$  bar). Le diamètre médian  $d_{50}$  se trouve donc être inversement proportionnel au ratio débit de gaz (fixé par la pression à géométrie de buse donnée) sur débit de métal. En conclusion, le paramètre pression de gaz s'avère être un paramètre prépondérant pour contrôler la granulométrie de la poudre.

Des examens MEB approfondis révèlent par ailleurs que plus la pression d'atomisation est élevée, plus le taux de particules poreuses est important (figure 5). En effet, l'analyse de la classe granulométrique 125-160  $\mu\text{m}$  de chaque lot de poudre montre que le taux de particules poreuses est plus élevé pour une pression de 40 bar (14,2 %) que pour une pression de 16 bar (4,7 %). Ce taux a été déterminé comme le rapport du nombre de particules poreuses sur le nombre de particules totales d'un échantillon enrobé et poli. On observe également des différences de porosité entre les classes granulométriques d'un même lot de poudre. Le comptage des particules poreuses (sur un échantillonnage de 2 000 particules environ) à partir de clichés MEB de plusieurs classes granulométriques d'un même lot de poudre révèle en effet une diminution de ce taux pour les particules les plus fines (figure 5).

En ce qui concerne le choix des conditions d'atomisation les plus appropriées pour la fabrication additive, nous avons vu que l'utilisation d'une pression d'atomisation élevée aboutit à une répartition granulométrique plus fine que les autres, ce qui est un paramètre favorable pour des techniques de lits de poudre. Cependant, en utilisant un rapport des débits très important (peu de métal pour beaucoup de gaz), on favorise la création de particules de poudre avec de nombreux défauts de morphologie ainsi que la présence d'un fort taux de particules poreuses. Le choix des conditions d'atomisation va donc résulter d'un compromis entre ces deux effets opposés, "finesse plus grande" et "plus de défauts", tout en gardant à l'esprit que ce choix va aussi dépendre de la technique envisagée en fabrication additive.

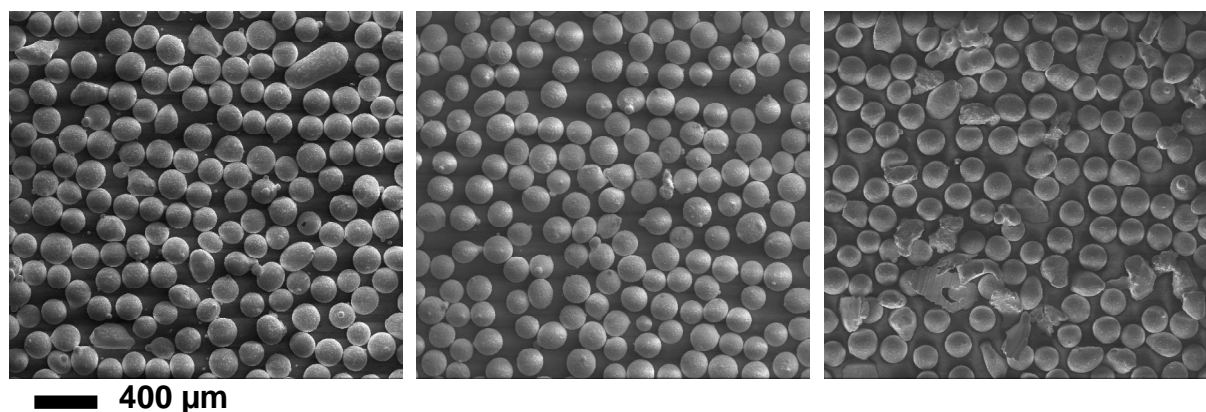


Figure 4 - Trois lots de poudre obtenus avec différentes conditions d'atomisation. (a) Lot atomisé à 16 bar et 16 kW. (b) Lot atomisé à 26 bar et 16-18 kW. (c) Lot atomisé à 40 bar et 18-20 kW

Matière	%Ti	%Al	%Cr	%Nb
Lingot de départ	60,1	32,5	2,7	4,6
Poudre (16 bar)	60,1	32,4	2,7	4,6
Poudre (26 bar)	60,2	32,5	2,6	4,6

Tableau 1 - Analyse chimique (en masse) de la poudre

Pression du gaz d'atomisation (bar)	Rapport des débits ( $Q_g/Q_m$ )	$D_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )
16	62	49	99	193
26	122	29	80	187
40	178	29	63	140

Tableau 2 - Relation entre la pression d'atomisation, le rapport des débits massiques gaz / métal et la granulométrie



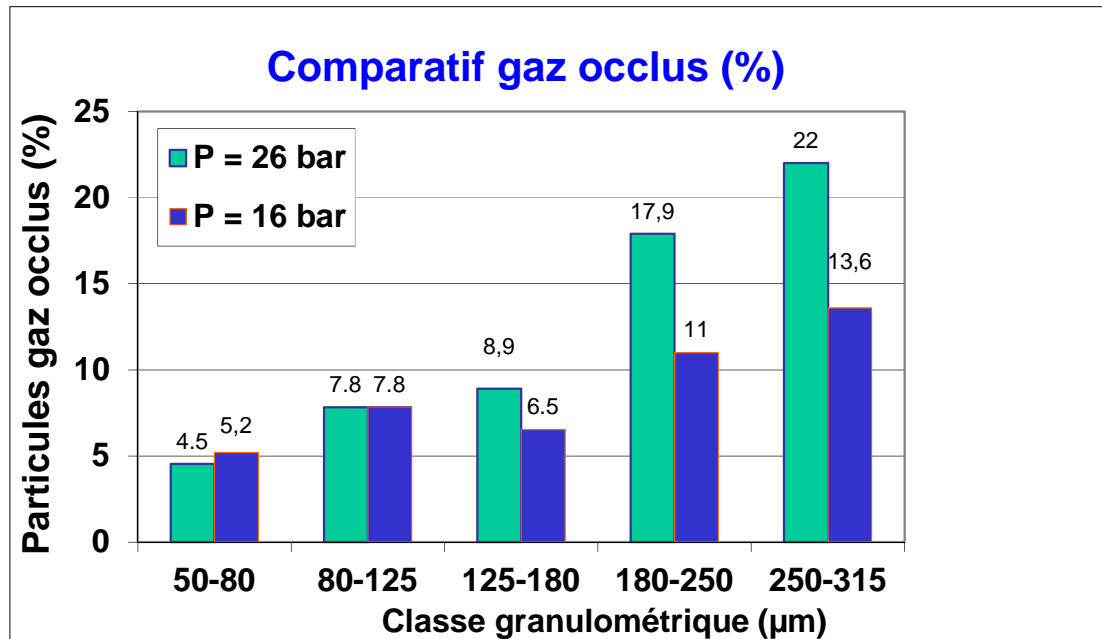


Figure 5 - Relation entre taille de particules et taux de particules creuses

### 2.3 Influence du fournisseur de poudre sur la microstructure après fabrication additive

Nous avons vu précédemment qu'il était possible d'ajuster les caractéristiques des poudres de manière à les rendre plus conformes à tel ou tel procédé de fabrication additive. Il s'agissait jusque-là de caractéristiques de taille et de morphologie de poudre qui sont des facteurs bien connus pour contribuer favorablement à la coulabilité de la poudre et donc à sa mise en couche. À une échelle plus fine, la question que nous nous posons ici est de savoir si la microstructure initiale d'une poudre peut avoir une incidence sur ses propriétés après fabrication additive. Les travaux présentés ci-dessous et effectués au Cetim [6], confirme le fait que l'histoire thermique de la poudre est partiellement conservée après fusion laser (LBM). Deux poudres d'alliage durcis par précipitation martensitique, en l'occurrence l'acier inoxydable 17-4 PH qui est un alliage largement utilisé dans les secteurs aéronautique, automobile et en médecine, ont été comparées [7]. Ces deux poudres 17-4 PH, dénommées poudre N° 1 et poudre N° 2, se caractérisent par une distribution de taille monomodale et présentent une morphologie sphérique avec des "satellites" et quelques particules ellipsoïdales. La poudre N° 1 ( $D_{90} < 16 \mu\text{m}$ ) est plus fine que la poudre N° 2 ( $D_{90} < 50 \mu\text{m}$ ). Il convient de noter que les particules plus fines possèdent une surface spécifique plus grande et conduisent à une fusion plus rapide, ce qui pourrait logiquement aboutir à une consolidation plus efficace. Néanmoins, il faut également prendre en compte une tendance à l'agglomération des poudres plus fines, ce qui pourrait empêcher le dépôt d'une couche de poudre mince homogène. Le choix définitif doit donc tenir compte du type de machine LBM. D'autre part, la composition chimique des deux poudres étudiées a été analysée par ICP-OES. Les résultats présentés dans le tableau 3 font apparaître des différences très significatives de composition entre les deux poudres. Le fait par exemple que la poudre N° 2 soit enrichie en éléments C et Ni, qui sont des éléments bien connus pour stabiliser la phase  $\gamma$ , laisse supposer qu'une quantité importante d'austénite résiduelle sera formée dans cette poudre. Cela est confirmé par les analyses par diffraction des rayons X (XRD) puisque la figure 6 montre que la poudre P1 se caractérise principalement par une microstructure martensitique, alors que la poudre P2 est principalement de microstructure austénitique.

La fabrication d'échantillons par LBM a été réalisée sur une machine commerciale PM100 de Phenix Systems, avec une atmosphère d'argon inerte pour protéger les pièces contre l'oxydation. La paramétrie utilisée en termes de puissance du laser, de vitesse de balayage, d'épaisseur de couche et d'écart vecteur a visé la fabrication de pièces complètement denses, en tout cas avec une porosité totale inférieure à 1 %. La diffraction des rayons X a de nouveau été utilisée pour déterminer la fraction volumique de martensite et d'austénite dans les échantillons massifs. Le fait d'utiliser la poudre P1, martensitique, mais possédant un certain pourcentage d'éléments chimiques qui stabilisent la formation d'austénite résiduelle (Cu, Ni,



etc.) permet de fabriquer des pièces LBM avec seulement 38 % de martensite et 62 % d'austénite en fraction volumique. Quant aux échantillons issus de la poudre P2, ils sont majoritairement austénitiques (à 94 %). Ces résultats révèlent l'effet important de la nature de la poudre sur les transformations de phase au cours du cyclage thermique par LBM. Il est probable que la dureté et les autres propriétés des pièces fabriquées à partir des poudres P1 ou P2 seront également très différentes, en partant pourtant de deux alliages dont les compositions chimiques sont dans les tolérances admises pour l'acier 17-4 PH.

Poudre	Cr	Ni	Cu	Mn	Si	C	P
N°1	16,2	3,4	41	0,39	1,00	0,04	0,020
N°2	15,1	4,5	4,1	0,58	0,63	0,07	0,015

Tableau 3 - Composition chimique des poudres 17-4 PH (en masse)

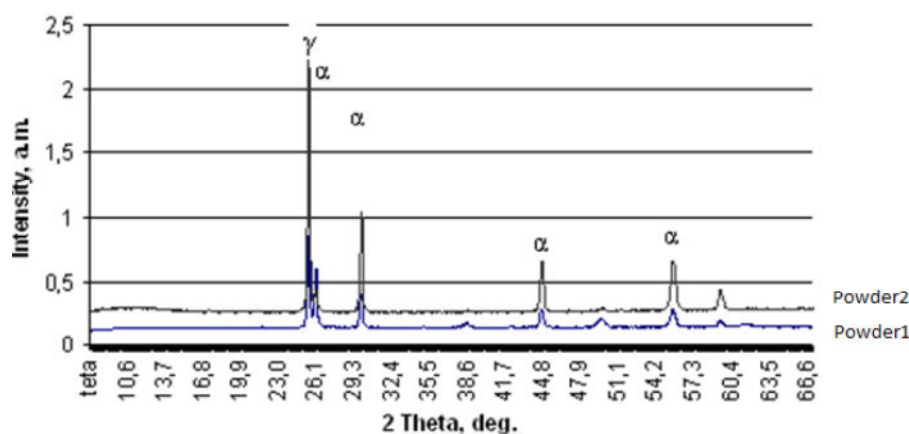


Figure 6 - Diagrammes XRD des poudres N°1 et N°2

## 2.4 Influence du fournisseur de poudre sur les propriétés finales

Une étude assez similaire à la précédente a été effectuée à l'Onera à partir de deux lots de poudre d'acier maraging MS1 (1.2709), cette fois en allant jusqu'aux propriétés mécaniques finales. Les travaux qui sont présentés ci-dessous s'inscrivent dans le cadre d'une étude de faisabilité d'obtention d'une maquette de démonstration par fabrication additive pour des essais en soufflerie cryogénique. Outre l'intérêt de l'acier maraging pour les fortes sollicitations à froid, ce matériau est également bien adapté pour la fabrication additive car il se caractérise par un coefficient de faible dilatation thermique faible ( $\sim 11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) ce qui réduit en particulier le niveau de contraintes résiduelles. Alors que maquettes étaient principalement fabriquées par usinage, la fabrication additive offre l'avantage de réduire de façon significative les coûts et temps de réalisation d'éléments de maquettes grâce à la suppression de l'outillage et à la simplification de la conception. Plus particulièrement, la technique LBM s'avère parfaitement adaptée pour la réalisation de ces pièces métalliques de géométrie très complexe et fortement équipées en prises de pression (canaux d'environ 1 millimètre de diamètre).

Une étape préliminaire avait pour objectif d'identifier les différences entre deux lots de poudre d'acier maraging provenant de deux fournisseurs différents. Les deux poudres, que nous appellerons par la suite M1 et M2, ont été utilisées sur la même machine Concept-Laser en utilisant les mêmes conditions opératoires. Les éprouvettes d'essai mécanique ont subi le même traitement thermique et ont été testées sur la même machine de traction. L'intérêt de cette étude était de vérifier si de légères différences au niveau de la poudre, en particulier la chimie, pouvaient entraîner des différences significatives au niveau des propriétés mécaniques.

La figure 7 fait apparaître quelques différences de taille puisque la poudre M1 est légèrement plus fine avec une distribution granulométrique bimodale. Une taille médiane de 25  $\mu\text{m}$  et 32  $\mu\text{m}$  est obtenue

respectivement pour les poudres M1 et M2. Cette différence dans le spectre granulométrique est également renforcée par un ratio plus élevé de particules plus grossières ( $> 40 \mu\text{m}$ ) dans la poudre M2 (35 %) par rapport à la poudre M1 (15 %), et de façon concomitante par un taux plus élevé de particules fines ( $< 20 \mu\text{m}$ ) dans la poudre M1 (33 %) par rapport à la poudre M2 (19 %). Enfin, un prélèvement de la poudre à des hauteurs ou des niveaux différents aboutit à des résultats de spectre granulométrique légèrement différents. En parallèle, les micrographies n'ont révélé aucune différence significative entre les deux poudres en termes de forme et de microstructure interne (figure 8). Il était également instructif de comparer la composition chimique des deux poudres. Comme le révèle le tableau 4, la poudre M1 présente une quantité légèrement inférieure de Ti que celle de la poudre M2, ce qui pourrait affecter le potentiel de durcissement ultérieur par précipitation. En outre, la teneur en Si est un ordre de grandeur inférieur dans la poudre M1 par rapport à la poudre M2. Enfin, les éléments mineurs P, S, C et N sont en moyenne en quantités deux fois plus faibles dans la poudre M1. Il convient également de mentionner que l'analyse chimique effectuée sur des échantillons après fabrication additive conduit à des résultats similaires, ce qui permet de conclure à l'absence d'évaporation de certains éléments pendant le procédé LBM (tableau 4).

L'étape suivante consistait à comparer les propriétés de traction des échantillons qui ont été découpés à partir de murs de 9 mm d'épaisseur. La figure 9 rassemble ces résultats en utilisant des éprouvettes issues des poudres M1 et M2 suivant deux orientations et aussi en modifiant certains paramètres de procédé pour accélérer la construction. Toutes les éprouvettes avaient reçu préalablement le même sur-revenu à  $560 \text{ }^\circ\text{C}/6 \text{ h}$ , sachant que le pic de revenu –  $490 \text{ }^\circ\text{C}/6 \text{ h}$  – avait été identifié à partir de mesures de microdureté. Ce sur-revenu s'est avéré présenter l'avantage d'adoucir très légèrement l'acier maraging tout en permettant une relaxation des contraintes résiduelles.

En moyenne, de meilleures propriétés de traction sont obtenues pour l'orientation X avec une augmentation relative de 32 % de la ductilité et d'environ 8 % de la limite d'élasticité à 0,2 %. Ceci est attribué à certains défauts inter-couches liés au procédé. En outre, une construction plus rapide entraîne une baisse de la ductilité d'environ 30 % par rapport aux conditions standard. Enfin, les échantillons d'essai fabriqués à partir de la poudre M2 présentent, par rapport aux résultats pour la poudre M1, une baisse de 46 % de la ductilité alors que la limite d'élasticité a augmenté de 4,4 %. Ce résultat peut être lié à la teneur plus élevée en éléments Ti, Si et mineurs pour la poudre N° 2, participant ainsi à un durcissement supplémentaire par précipitation. La ductilité qui se trouve être systématiquement plus faible pour les échantillons M2 est également attribuée à ces différences de composition chimique. Il s'avère que, malgré de telles différences de propriétés, les deux poudres satisfont aux spécifications exigées en traction pour l'application maquette. Toutefois, des résultats complémentaires sont attendus sur le comportement en fatigue avant de faire un choix définitif sur la poudre à utiliser.

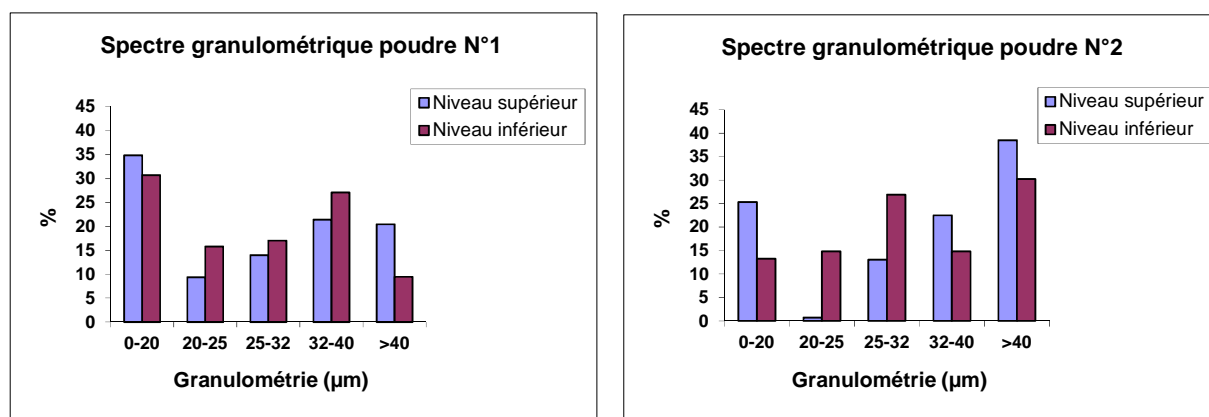


Figure 7 - Distribution de tailles de particule pour les poudres N°1 et N°2

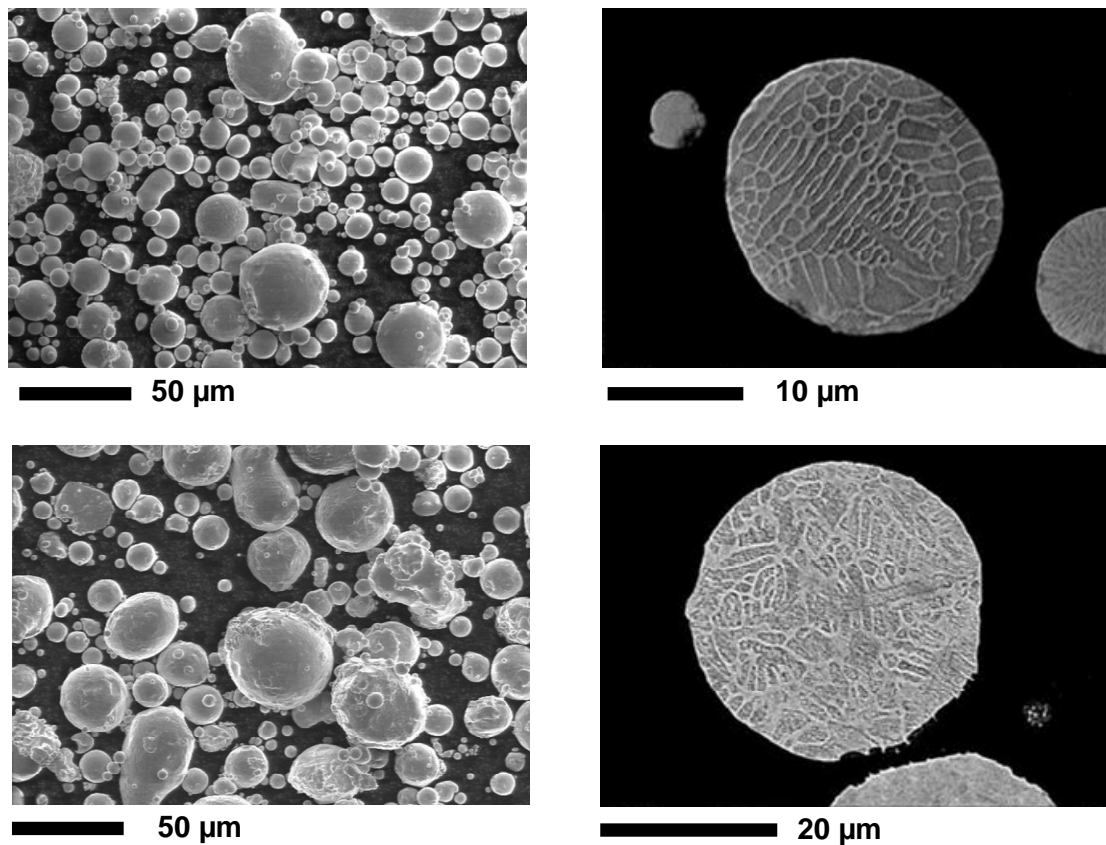


Figure 8 - Micrographies (MEB) pour les poudres N°1 (haut) et N°2 (bas)

Acier maraging pds%	Poudre		Massif après LBM	
	N°1	N°2	N°1	N°2
Fe	67,28	66,46	67,33	66,54
Ni	17,69	17,76	17,63	17,93
Co	9,05	8,85	9,04	8,96
Mo	5,01	5,31	5,04	5,10
Ti	0,64	0,86	0,61	0,84
Cr	0,13	0,15	0,13	0,09
Al	0,09	0,12	0,08	0,11
Si	0,04	0,40	0,08	0,35
Mn	0,06	0,09	0,06	0,09
P (µg/g)	110	210	110	230
S (µg/g)	61	96	71	120
C (µg/g)	130	270	110	230
N (µg/g)	410	890	540	700

Tableau 4 - Analyse chimique comparative des deux lots de matière avant et après LBM

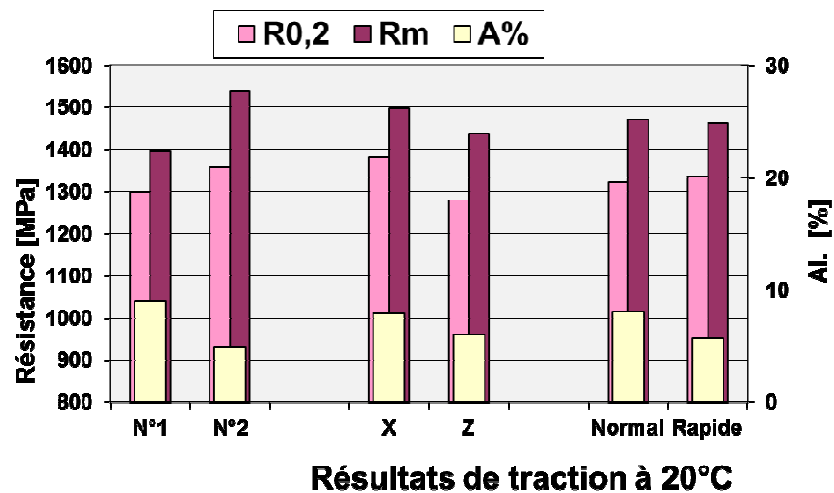


Figure 9 - Résultats de traction pour l'acier maraging après un revenu de 6 heures à 560°C. Orientation X dans le plan du lit de poudre, orientation Z dans la direction de construction. Limite élastique (R0,2), résistance maximale (Rm) et ductilité (allongement plastique à rupture A%)

## 2.5 Modification de composition chimique induite par le procédé

La quatrième étude de cas implique des poudres d'aluminium 6061 (Al-Mg-Si). Le lot de poudre révèle des particules sphériques avec quelques "satellites" et une distribution monomodale de taille de particules avec un diamètre médian  $d_{50}$  de 31  $\mu\text{m}$  (figure 10). L'analyse chimique a été effectuée à la fois sur la poudre initiale et sur les échantillons construits par LBM (tableau 5). Il s'avère qu'une perte importante des éléments Mg et Si se produit au cours de la fabrication. La répercussion négative de cette déviation de composition chimique est de rendre l'alliage plus sensible à la fissuration. En conséquence, il pourrait être recommandé d'ajuster la composition chimique de la poudre initiale de manière à pouvoir anticiper la perte consécutive de ces éléments sous le faisceau laser.

Une autre étude illustrant cette nécessité de prise en compte de la composition chimique initiale des poudres du fait de la perte de certains éléments, concerne les alliages TiAl élaborés avec le procédé de fusion par faisceau d'électrons (EBM). Les premiers essais EBM de la poudre Ti-47Al-2Cr-2Nb (at%) ont été réalisés il y a une dizaine d'années [8], mais ils se sont soldés par une perte importante d'aluminium, en l'occurrence 7 % en absolu. Ce phénomène est lié au fait que l'aluminium est un élément volatil possédant une pression de vapeur élevée, ce qui se traduit par une forte évaporation en surface dans un environnement sous vide. D'autres auteurs ont signalé par la suite la forte influence de l'apport d'énergie sur l'évaporation d'Al pour les poudres Ti-47Al-2Cr-2Nb, pouvant provoquer des pertes allant jusqu'à 15 % en absolu pour les plus fortes densités d'énergie [9]. Dans ces conditions, il n'est pas étonnant que les transformations de phase soient vraiment différentes en fonction de la densité d'énergie, sachant que pour cette famille d'alliages, les propriétés mécaniques sont grandement tributaires de la teneur en aluminium. Certains résultats relativement récents ont montré qu'il était possible de maintenir une perte en aluminium inférieure à 0,5 % pour l'alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb, à condition de diminuer la surchauffe dans le bain fondu [10]. Toutefois, étant donné que l'évaporation d'Al se déroule dans la partie supérieure des couches fondues, il subsiste un gradient de teneur en aluminium dans l'épaisseur des couches. Ces variations locales de concentration d'aluminium sont alors susceptibles de modifier le chemin de solidification et par voie de conséquence la taille et la morphologie de la microstructure le long de l'orientation Z.

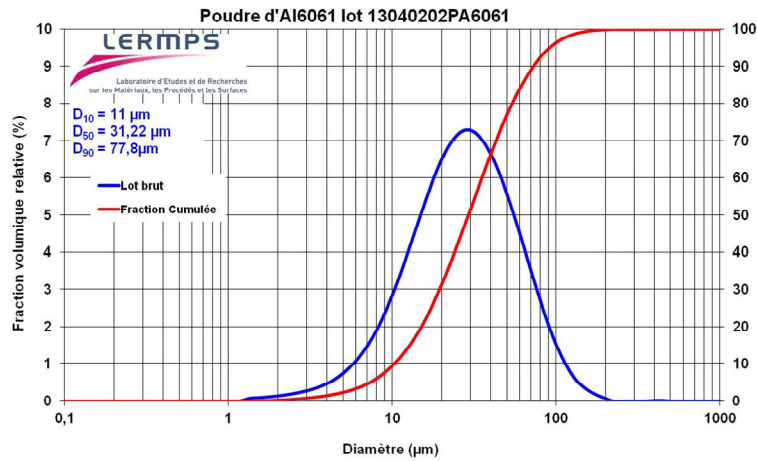


Figure 10 - Spectre granulométrique de la poudre d'aluminium 6061

Al 6061	Al (pds%)	Cr (pds%)	Cu (pds%)	Fe (pds%)	Mg (pds%)	Si (pds%)
Poudre	Bal.	0,11	0,34	0,28	1,28	0,83
Massif	Bal.	0,11	0,36	0,29	1,17	0,73

Tableau 5 - Analyse chimique de la poudre d'aluminium 6061

## 2.6 Benchmark sur l'alliage TA6V

Nous terminerons ce parcours avec l'alliage TA6V qui représente l'alliage de titane le plus couramment utilisé dans l'industrie aérospatiale. La mise au point des conditions opératoires des différentes technologies de fabrication additive pour cet alliage constitue en effet un enjeu majeur pour ce secteur d'activité. L'objectif visé est un benchmark pour évaluer les écarts éventuels de propriétés et l'impact qu'elles pouvaient avoir sur la qualité du produit lorsque la poudre provient de différents fournisseurs et que les technologies de fabrication additive sont également différentes. À titre d'information, les différentes plates-formes de fabrication additive sont explicitées au tableau 6. Pour autant, les échantillons fabriqués ont tous reçu le même post-traitement thermique et les éprouvettes ont toutes été testées dans le même laboratoire.

Le protocole expérimental qui a servi à caractériser les différents échantillons comprend des analyses métallographiques standard, des analyses chimiques, puis l'usinage par électroérosion, le polissage et la caractérisation mécanique des éprouvettes. Comme le montre le tableau 7, les analyses chimiques des alliages TA6V élaborés avec les différentes plateformes révèlent que les techniques utilisant les faisceaux d'électrons (sous vide) induisent une perte d'aluminium. En outre, la technique de fusion plasma avec fil (WF-PS) induit la teneur en oxygène la plus élevée, même si elle reste inférieure aux spécifications. De même, la technique de projection laser (PF-LB) est celle qui présente la teneur en azote la plus élevée. Sachant qu'elle s'accompagne également d'une teneur élevée en oxygène, il s'est avéré après coup que la manipulation de la poudre dans ce cas précis n'avait pas toujours eu lieu dans une atmosphère de gaz inerte tout au long du processus de fabrication.

Des essais de traction ont été effectués à température ambiante sur des éprouvettes comparatives après avoir reçu le même traitement thermique de relaxation de contrainte. La principale tendance qui ressort de la figure 11 est une grande variation de la résistance maximale, indépendamment de la plate-forme et de la direction de la sollicitation mécanique (X ou Z) par rapport à celle de la construction (Z), typiquement de 720 MPa à 1180 MPa. Mis à part les éprouvettes WF-LB dans la direction Z et les éprouvettes WF-EB, toutes les plateformes présentent des résistances mécaniques plus élevées que celles de la plaque forgée de référence qui répondait à la norme AIMS03- 20-002. L'allongement en traction est le plus faible

pour les éprouvettes PF-LB, ce qui est attribué à la forte teneur en interstitiels. De manière générale, la ductilité est plus élevée suivant Z pour les techniques de fil alors qu'elle est plus élevée suivant X pour les techniques à base de poudre. Des examens métallographiques complémentaires, notamment sur les faciès de rupture, devraient permettre de clarifier ces différences de ductilité.

Par ailleurs, il est intéressant de séparer l'incidence des effets chimiques et microstructuraux sur les propriétés de traction. En comparant les résultats obtenus pour les deux techniques PB-LB et PF-LB et la même orientation X, il s'avère que l'écart de limite élastique est d'environ 80 MPa. Sachant que la teneur en oxygène est proche dans les deux cas et que les teneurs en éléments mineurs sont même plus élevées pour PF-LB, on peut conclure à un durcissement supplémentaire obtenu par l'affinement microstructural supplémentaire généré par la technique PB-LB par rapport à la technique PF-LB. Une comparaison similaire peut être faite entre les techniques WF-LB et WF-PS qui se caractérisent par la même limite élastique en dépit de teneurs en interstitiels très différentes : 720 µg/g contre 1900 µg/g pour l'oxygène et 140 µg/g contre 260 µg/g pour le carbone, respectivement. Cela démontre encore une fois le fort affinement microstructural par WF-LB avec une microstructure fine de type Widmanstätten par rapport à une microstructure plus grossière de type basketweave pour la technique WF-PS, qui vient compenser l'effet durcissant des éléments interstitiels présents dans les éprouvettes WF-PS.

Abbrev.	Technique	Dénomination courante	Machine
PB-LB	<b>P</b> owder <b>B</b> ed <b>L</b> aser <b>B</b> eam	Laser Beam Melting (LBM)	EOS
PB-EB	<b>P</b> owder <b>B</b> ed <b>E</b> lectron <b>B</b> eam	Electron Beam Melting (EBM)	ARCAM
PF-LB	<b>P</b> owder <b>F</b> eed <b>L</b> aser <b>B</b> eam	Laser Metal Deposition (LMD)	OPTOMECH
WF-LB	<b>W</b> ire <b>F</b> eed <b>L</b> aser <b>B</b> eam	Wire Laser Additive Manufacturing (WLAM)	Prototype de laboratoire
WF-EB	<b>W</b> ire <b>F</b> eed <b>E</b> lectron <b>B</b> eam	Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM)	SCIACY
WF-PS	<b>W</b> ire <b>F</b> eed <b>P</b> lasma <b>S</b> ource	Plasma Wire Deposition (PWD)	Norsk Titanium

Tableau 6 - Inventaire des différentes plateformes

TA6V	Al (%)	V (%)	Fe (µg/g)	C (µg/g)	N (µg/g)	O (µg/g)	H (µg/g)
Nominal (AMS 4928R forgé)	5,5-6,75	3,5-4,5	3000	800	500	2000	200
PB-LB	5,97	4,14	560	120	300	1300	26
PB-EB	5,74	4,09	1500	210	230	1100	23
PF-LB	6,02	4,09	1300	260	440	1300	61
WF-LB	6,06	3,99	520	140	330	720	26
WF-EB	4,36	4,05	510	47	63	690	41
WF-PS	6,00	4,02	1500	260	110	1900	62

Tableau 7 - Analyse chimique du TA6V utilisé sur les différentes plateformes

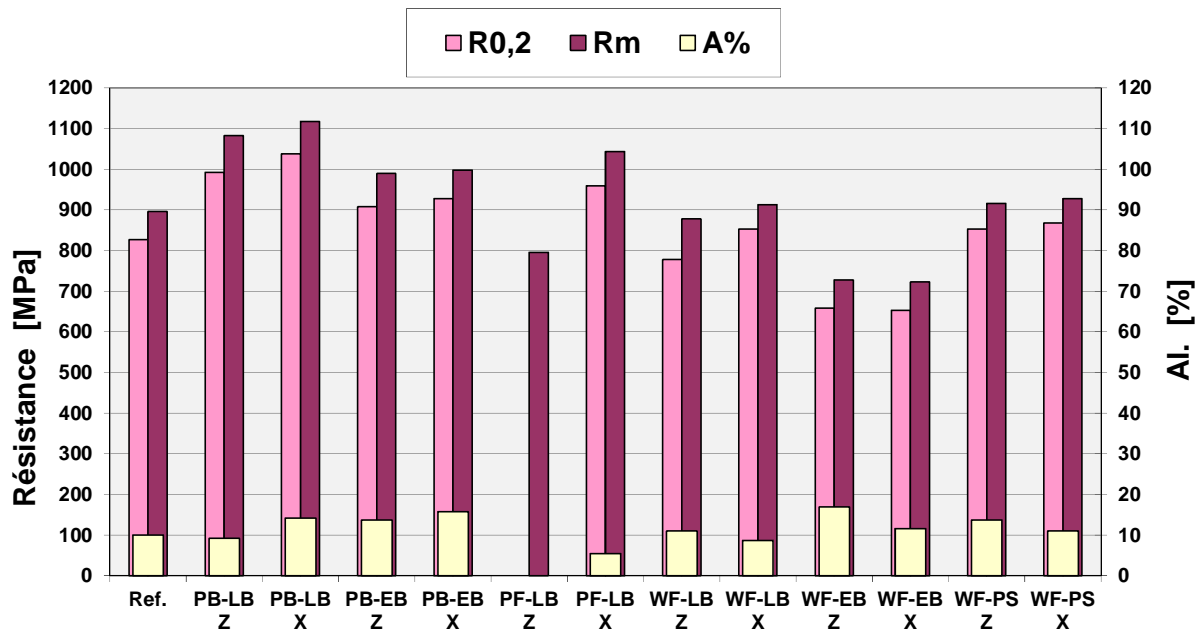


Figure 11 - Essais de traction après traitement de relaxation pour les différentes plateformes (X : perpendiculaire à la direction du laser/faisceau d'électrons. Z : direction verticale)

### 3. CONCLUSION

Ces travaux ont permis de mettre en lumière un certain nombre de relations claires entre les poudres métalliques, les propriétés des matériaux et les performances des machines. Ces différentes études de cas révèlent qu'il est important de prendre en compte les caractéristiques détaillées des poudres métalliques en vue de l'obtention de produits finis avec des propriétés adéquates et attendues. Nous avons démontré qu'il était possible de jouer sur les paramètres d'atomisation pour modifier certaines caractéristiques des poudres. À partir des différentes études de cas, il apparaît que des facteurs chimiques tels qu'une légère différence de composition des poudres ou la perte de certains éléments majeurs sont des facteurs qui affectent de manière significative les propriétés mécaniques après fabrication additive. Une problématique clé actuellement pour la fabrication additive concerne justement la normalisation des poudres. Une bonne connaissance des caractéristiques des poudres en fabrication additive est donc nécessaire pour répondre aux exigences spécifiques des clients en fonction de l'application visée. Dans ces différents travaux, nous avons également vu qu'il était parfois difficile de séparer les défauts induits par les poudres de ceux induits par le procédé. Pour un procédé de fabrication additive robuste, il est essentiel d'assurer un contrôle sévère de tous les paramètres les plus influents. Au stade actuel, des efforts restent donc à faire pour déterminer les paramètres les plus sensibles pour l'amélioration de la robustesse des différents procédés de fabrication additive.

### 4. REMERCIEMENTS

Nous remercions vivement L. Dembinski de l'UTBM pour les discussions et les travaux effectués sur l'aluminium 6061. Nous sommes également reconnaissants de pouvoir exposer les travaux de B. Verquin du Cetim sur l'acier 17-4PH. EADS-IW est également remercié pour la réalisation des essais de traction pour le matériau TA6V.

### 5. RÉFÉRENCES

- [1] J. Dexheimer, "Need for Metal and Alloys in AM Expected to Rise", *Metalworking World Magazine*, May 2015.
- [2] LPW Technology Ltd, Runcorn (UK), at EuroMold 2014, Frankfurt, November 25-28.



- [3] ASTM F3049-14: Standard Guide for Characterizing Properties of Metal Powders Used for Additive Manufacturing Processes (2014)
- [4] NF E 67-010 : Fabrication additive – Poudres – Spécifications techniques, Décembre 2014.
- [5] S.F. Clark, "787 Propulsion System", *Aero Quarterly*, Available from:[http://www.boeing.com/commercial/aeromagazine/articles/2012\\_q3/2/](http://www.boeing.com/commercial/aeromagazine/articles/2012_q3/2/).
- [6] M. Averyanova, Ph. Bertrand, B. Verquin, "Improvement of the metallurgical quality of metal parts manufactured by Selective Laser Melting technology", DDMC Conference, Berlin, 2012.
- [7] Randall M. German, Powder metallurgy from A to Z (The Pennsylvania State University, 2005), p.472.
- [8] D. Cormier, O. Harryson, T. Mahale and H. West, "Freeform fabrication of titanium aluminide via electron beam melting using prealloyed and blended powders", *Research Letters in Materials Science*, 2007: **4**.
- [9] W. Ge, C. Guo and F. Lin, "Effect of process parameters on microstructure of TiAl alloy produced by electron beam selective melting", *Procedia Engineering*, 2014, **81**, 1192 – 1197.
- [10] J. Schwerdtfeger and C. Körner : "Selective electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: Microstructure and aluminium loss", *Intermetallics*, 2014, **49**, 29-35.