

---

## **Ïy Mise en Suvre d'un alliage "invar" Fe-Ni par Laser Bea**

**Auteur** : Koumgang Mbiandji, Franklin

**Promoteur(s)** : Beckers, Jacqueline

**Faculté** : Faculté des Sciences appliquées

**Diplôme** : Master en ingénieur civil électromécanicien, à finalité approfondie

**Année académique** : 2015-2016

**URI/URL** : <http://hdl.handle.net/2268.2/1555>

---

### *Avertissement à l'attention des usagers :*

*Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative"(BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.*

*Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.*

---



Université de Liège - Faculté des Sciences Appliquées

---

**Mise en œuvre d'un alliage "invar" Fe-Ni par Laser  
Beam Melting**

---

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade de Master Ingénieur  
Civil en électromécanique par Koumgang Mbiandji Franklin

Promoteur académique : Lecomte-Beckers

Composition du jury :

- Mertens Anne
- Bechet Eric
- Duysinx Pierre
- Ruffoni Davide

Année académique : 2015-2016

## Remerciements

Je remercie tout particulièrement madame Lecomte-Beckers qui a supervisé tout mon travail de fin d'étude malgré toutes ses occupations

Je remercie également madame Anne Mertens qui a assuré l'encadrement et le suivi complet de mon travail.

J'exprime mes sincères remerciements à monsieur Olivier Rigo, pour sa disponibilité, ses conseils et son aide dans la réalisation de ce travail de fin d'étude.

Je tiens à exprimer ma très sincère gratitude à madame Sylvie Salieri pour avoir effectué toute la préparation métallographique des échantillons. Monsieur Hakan Paydas, monsieur Tchuindjang Jérôme et monsieur Olivier Dedry pour avoir supervisé toutes les analyses au microscope optique et électronique à balayage, et enfin à madame Nathalie Gerlach pour ses précieux conseils.

Enfin, je tiens à remercier ma famille, mes amis pour leurs constants encouragements, leur soutien et tous leurs conseils pratiques.

## Résumé

La technique de fusion sélective au laser (Sélective Laser Melting ou SLM) qui a été élaborée à la fin du 20e siècle connaît des développements importants à l'heure actuelle. Cette technique qui consiste à fondre un lit de poudre par couches successives présente l'avantage de réaliser des pièces de formes extrêmement complexes, irréalisables par des techniques traditionnelles. L'utilisation de différents types de matériaux métalliques permet d'élargir ses champs d'application. Le but de ce travail est la mise en œuvre d'un alliage d'Invar par sélective laser melting. Notre objectif principal était de connaître l'influence de chaque étape du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés de l'Invar 36. L'Invar est un alliage fer-nickel à 36% de Ni, qui a la particularité d'avoir un très faible coefficient de dilatation thermique dans une large gamme de température autour de la température ambiante. Cette particularité présente un intérêt technologique majeur. Après un état de l'art sur l'Invar, l'effet Invar et le procédé SLM, je présenterai les pièces en Invar fabriquées par SLM pour lesquelles une caractérisation de la microstructure a été réalisée, avant et après traitement thermique. Les caractérisations microstructurales ont été réalisées au microscope optique et électronique à balayage, et à travers des mesures de dureté Vickers et de dilatation. Les résultats montrent que le traitement thermique n'influence pas de manière significative la microstructure et la dureté des échantillons. Le taux de porosité diminue de l'extérieur vers l'intérieur de la plaque de construction et le coefficient de dilatation thermique des alliages varie très peu après traitement thermique. Dans le but de faire une "validation préliminaire et non optimisée" de la technique de fabrication par SLM de l'Invar, une comparaison est réalisée entre les pièces élaborées par SLM et une barre extrudée en Invar. Une importante discussion est ensuite proposée sur l'influence de différents paramètres tels que la composition chimique, le mode d'élaboration et les traitements thermiques, sur les propriétés en dilatation et sur la microstructure.

The technique of selective laser melting (SLM), developed in the late 20th century knows significant developments at present times. This technique, consisting of melting powder by successive layers, has the advantage of making extremely complex shapes, unachievable by traditional techniques. The use of different types of metal materials broadens its scope. The purpose of this work is the implementation of an Invar alloy by laser melting selective. Our main objective was to know the influence of each stage of heat treatment on microstructure and properties of Invar 36. Invar is an iron-nickel alloy with 36% Ni, which has the distinction of having a very low coefficient of thermal expansion in a wide temperature range around room temperature. This feature presents a major technological interest. After a brief explanation about the art on Invar, Invar effect and the SLM process, I will then present the pieces Invar manufactured by SLM for which a characterization of the microstructure was performed before and after heat treatment. The microstructural characterizations were performed with an optical microscope and scanning electron, and through Vickers hardness measurements and expansion. The results showed that the heat treatment does not significantly affect the microstructure and hardness of samples. The porosity rate decreases from the outside towards the inside of the building board and the thermal expansion coefficient of the alloys varies very little after heat treatment. In order to make a "preliminary validation and unoptimized" of the fabrication technique SLM Invar, a comparison is made between the parts produced by SLM and an extruded rod of Invar. An important discussion is then proposed on the influence of various parameters such as chemical composition, method of preparation and heat treatment on the properties and microstructure expansion.

# Table des matières

## Table des matières

<b>Remerciements</b> .....	2
<b>Résumé</b> .....	3
<b>Table des matières</b> .....	4
<b>Liste des figures</b> .....	6
<b>Liste des tableaux</b> .....	12
<b>Glossaire</b> .....	13
<b>Chapitre I Etat de l'art</b> .....	14
I.1. Introduction.....	14
I.2. Fabrication additive.....	14
I.2.1. Avantages et inconvénients.....	15
I.2.2. Les différents procédés de fabrication additive.....	16
I.2.2.1. La fusion laser sélective .....	18
I.2.2.1.1. Principe de fonctionnement.....	19
I.2.2.1.2. Paramètres du procédé .....	20
I.2.2.1.3. Echanges thermodynamiques du procédé de SLM .....	23
I.2.2.1.4. Contraintes résiduelles du procédé de SLM.....	24
I.3. Alliages binaires Fe-Ni .....	26
I.3.1. La structure cristalline des alliages Fer-Nickel .....	27
I.3.2. La dilatation des alliages Fe-Ni.....	28
I.3.4. Température de curie.....	31
I.3.4. Magnétostriction spontanée et forcée.....	32
I.3.5. Effet Invar .....	34
I.3.6. Autres propriétés .....	35
<b>Chapitre II Matériaux et techniques expérimentales</b> .....	37
II.1. Introduction.....	37
II.2. Matériaux utilisés.....	37
II.2.1. Poudre et tige d'Invar .....	37
II.2.1. Plaque de ST37 .....	38
II.3. Technique de caractérisation .....	38
II.3.1. Préparation des échantillons .....	38
II.3.2. Observation de la microstructure .....	39
II.3.3. Observation de la porosité .....	40

II.3.4. Caractérisation thermo physique .....	41
II.3.5. Dureté Vickers .....	42
<b>Chapitre III : Expérimentation</b> .....	<b>44</b>
III.1. Choix des paramètres .....	44
<b>Chapitre IV : Résultats</b> .....	<b>55</b>
IV.1. Caractérisation de la poudre .....	55
IV.1.1. Observation de la microstructure .....	55
IV.1.2. Observation de la granulométrie .....	55
IV.1.3. La cartographie et microanalyse des poudres.....	56
IV.2. Caractérisation thermo physique de la plaque (ST37) .....	58
IV.2.1 Coefficient de dilatation thermique.....	58
IV.2.2. Essais de dilatométrie.....	58
IV.3. Caractérisation des échantillons d'Invar .....	59
IV.3.1. Analyse de la porosité .....	60
IV.3.1.1. Barreau extrudé à l'état poli miroir .....	61
IV.3.1.2. Echantillons fabriqués par fusion laser sélective .....	64
IV.3.2. Microstructure des alliages formés.....	74
IV.3.2.1. Barreau extrudé à l'état attaqué.....	75
IV.3.2.2. Barreau fabriqué par fusion laser sélective à l'état attaqué.....	76
IV.3.3. Propriétés mécaniques des échantillons d'Invar .....	85
IV.3.4. Analyse chimique et Comportement de dilatation thermique des échantillons d'Invar	87
IV.4. Discussion .....	94
IV.4.1. Développement de la porosité .....	94
IV.4.2. Microstructure et analyse chimique .....	94
IV.4.3 dureté des échantillons .....	96
IV.4.4 Comportement de dilatation thermique.....	96
<b>VI. Conclusion et perspectives</b> .....	<b>98</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>100</b>

## Liste des figures

- Figure I-1 : les différentes méthodes de fabrication additive.
- Figure I-2 : machine du SLM.
- Figure I-3 : principe de fonctionnement du SLM.
- Figure I-4 : Concept de processus SLM. (i) Laser de grande puissance fond des zones sélectives de la couche de poudre. (ii) Le processus est répété pour les couches successives. (iii) Poudre libre enlevé et pièce finie révélée.
- Figure I-5 : L'absorption de la puissance laser à différentes longueurs d'onde varie en fonction des matériaux impliqués.
- Figure I-6 : Effet du plasma sur la profondeur de pénétration au cours du processus de fusion.
- Figure I-7 : dépôt de couche : en haut→poudre sphérique, en bas→poudre irrégulière.
- Figure I-8 : représentation schématique du transfert de chaleur.
- Figure I-9 : Mécanisme de l'apparition des contraintes résiduelles.
- Figure I-10 : Déformation et fissure dans une pièce fabriquée par SLM.
- Figure I-11 : diagramme de phase des alliages binaire Fe-Ni.
- Figure I-12 : (a) variation du coefficient de dilatation en fonction de la température pour différentes de Ni ; (b) the CTE de l'Invar (la courbe inférieure solide) en fonction de la température.
- Figure I-13 : coefficient de dilatation  $\alpha$  des Fe-Ni en fonction de la teneur en nickel.
- Figure I-14 : Evolution du coefficient de dilatation à température ambiante des alliages fer-nickel en fonction de la teneur massique du nickel.
- Figure I-15 : variations thermiques du coefficient de dilatation thermique linéaire de l'alliage invar.
- Figure I-16 : dilatation volumique de l'alliage invar en fonction de la température ; en tirets, la courbe de dilatation que l'on aurait pu observer en l'absence d'effets magnétoélastiques.
- Figure I-17 : Effet de la concentration en nickel sur la température de Curie des alliages fer-nickel.
- Figure I-18 : magnétostriction spontanée en volume à 0°k des alliages Fe-Ni en fonction de la concentration en nickel.
- Figure I-19 : concentration du nickel sur la résistivité des alliages fer-nickel
- Figure II-1 : Schéma des interactions faisceau d'électrons – matière
- Figure II-2 : microscope optique
- Figure II-3 : dilatomètre 402C de la société Netzsch.
- Figure II-4 : principe de mesure de la dureté.
- Figure III-1 : SLM 250<sup>HL</sup>.
- Figure III-2: densité relative des pièces obtenues en fonction du type d'atmosphère protective utilisée.
- Figure III-3: Illustration du traitement thermique.
- Figure III-4 : position des pièces sur la plaque (1er job).
- Figure III-5 : Pièces obtenues après le 1<sup>er</sup> job.
- Figure III-6 : position des pièces sur la plaque (2<sup>ième</sup> job).
- Figure III-7 : Pièces obtenue après le 2<sup>ième</sup> job.
- Figure III-8: position des pièces sur la plaque (3<sup>ième</sup> job).

Figure III-9: Pièces obtenue après le 3<sup>ème</sup> job.

Figure III-10 : état des échantillons fabriqués par laser beam melting et extrudés avant et après traitement thermique

Figure IV-1 : Image des particules de poudres polies obtenues par MEB

Figure IV-2 : Image des particules de poudres obtenues par MEB avec un agrandissement de 400 x à gauche et 3200x à droite.

Figure IV-3 : Spectre X-EDS d'un échantillon de poudre d'invar.

Figure IV-4 : Image SE avec un agrandissement de 1500 x de poudre d'Invar.

Figure IV-5 : courbe de dilatation thermique de l'acier St37 en fonction de la température.

Figure IV-6: la forme et le nombre d'échantillons à chaque étape du traitement thermique.

Figure IV-7: a) position des différents échantillons sur la plaque de construction, b) échantillons fabriqués par fusion laser sélective et traités, c) échantillons en état brut de livraison extrudés.

Figure IV-8: sens de découpe et sens de fabrication des échantillons parallélépipédiques.

Figure IV-9: sens de découpe et sens de fabrication des échantillons cubiques.

Figure IV-10: sens de découpe et sens d'extrusion du barreau.

Figure IV-11.a : 2.5x vue générale VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique

Figure IV-11.b : Vue générale et zoom sur les inclusions allongées et alignées suivant la direction principale du barreau, VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique

Figure IV-11.c : Zoom sur la matrice qui ne contient pas de fins précipités en-dehors des inclusions, VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique

Figure IV-11.d : Zoom sur la surface externe sans présence d'une couche oxydée, VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-11.e : Vue en coupe des inclusions. Absence de précipité apparent dans la matrice, VR0 (Barreau, brut de livraison, section transversale), microscope optique.

Figure IV-12.a : Vue générale et zoom sur les inclusions allongées et alignées suivant la direction principale du barreau. Absence de précipité apparent dans la matrice, VR5 (Barreau, traité, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-12.b : Oxydation (contamination) de la surface externe après traitement thermique, VR5 (Barreau, traité, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-12.c : Zoom sur la matrice qui ne contient pas de précipité apparent en-dehors des inclusions, VR5 (Barreau, traité, section transversale).

Figure IV-12.d : Oxydation (contamination) de la surface externe après traitement thermique, VR5 (Barreau, traité, section transversale).

Figure IV-13.a : 2.5x vue générale, vue de dessus, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.b : 2.5x vue générale, vue transversale, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.c: Vue générale sur les défauts, vue de dessus, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.d : Vue générale sur les défauts alignés suivant la direction de lasage et localisés entres couches, vue transversale, état polis miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.e : Surface externe sans couche d'oxydation, vue de dessus, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.f : Zoom sur la surface externe sans couche d'oxydation, vue transversale, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication)

Figure IV-13.g : Zoom sur la matrice sans précipité apparent. Présence de porosités, vue de dessus, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication), globulaires (bulles de gaz)

Figure IV-10.h : Zoom sur la matrice sans précipités apparent. Présence de porosités globulaires (bulles de gaz), vue transversale, état poli miroir, VR1 (SLM, brut de fabrication).

Figure IV-13.i : Vue générale à l'état attaqué du dessus de l'échantillon VR1 (brut de fabrication LBM). Présence de porosité grossière localisée majoritairement dans le coin inférieur gauche.

Figure IV-13.j : Vue générale à l'état attaqué de la section transversale (selon l'axe Z) et l'échantillon VR1 (brut de fabrication LBM).

Figure IV-14.a : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé a eau, vue de dessus)

Figure IV-14.b : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé a eau, vue transversale)

Figure IV-14.c : Vue générale et zoom sur la zone sous-jacent à la surface externe. Présence d'une couche d'oxydation en surface, état poli miroir, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé a eau, vue de dessus).

Figure IV-14.d : Zoom sur la surface externe contaminée par l'oxygène, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé à l'eau, vue transversale).

Figure IV-14.e : Zoom sur la matrice sans précipité apparent, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé à l'eau, vue de dessus).

Figure IV-14.f : absence de précipité apparent dans la matrice, VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé à l'eau, vue transversale).

Figure IV-15.a : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus)

Figure IV-15.b : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale).

Figure IV-15.c : 20x oxyde, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus)

Figure IV-15.d : Zoom sur la zone contaminée en oxygène à proximité de la surface externe suite au traitement thermique, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale).

Figure IV-15.e : 50x, Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue dessus).

Figure IV-15.f : Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent, état poli miroir, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale).

Figure IV.16.a : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus).

Figure IV.16.b : 2.5x vue générale, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale).

Figure IV-16.c : Zoom sur la zone contaminée en oxygène à proximité de la surface externe suite au traitement thermique, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus).

Figure IV-16.d : Vue générale sur les défauts et la zone contaminée en oxygène, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale).

Figure IV-16.e : Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus).

Figure IV-16.f : absence de précipité apparent dans la matrice, état poli miroir, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale).

Figure IV-17.a : Vue générale du taux de porosité de VR1 (SLM, brut de fabrication, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-17.b : Vue générale du taux de porosité de VR1 (SLM, brut de fabrication, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-17.c : Vue générale du taux de porosité de VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé à l'eau, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-17.d : Vue générale du taux de porosité de VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé à l'eau, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-17.e : Vue générale du taux de porosité de VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-17.f : Vue générale du taux de porosité de VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-17.g : Vue générale du taux de porosité de VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-17.h : Vue générale du taux de porosité de VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-18 : évolution du taux de porosité en fonction des différents échantillons.

Figure IV-19.a : VR0 (Barreau extrudé à l'état attaqué, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-19.b : VR0 (Barreau extrudé à l'état attaqué, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-19.c : VR5 (Barreau extrudé à l'état attaqué, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-19.d : VR5 (Barreau extrudé à l'état attaqué, traité, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique.

Figure IV-19.e : VR5 (Barreau extrudé à l'état attaqué, traité, brut de livraison, section longitudinale).

Figure IV-19.f : VR5 (Barreau extrudé à l'état attaqué, traité, brut de livraison, section transversale) au microscope optique.

Figure IV-19.g : VR5 (Barreau extrudé à l'état attaqué, traité, brut de livraison, section transversale) au microscope optique.

Figure IV-20.a : Zoom sur la microstructure constituée de grains d'austénite, VR1 (SLM, brut de fabrication, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-20.b : Présence de précipités dans la matrice et aux joints des grains, VR1 (SLM, brut de fabrication, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-20.c : Vue générale de la microstructure mettant en évidence les différents cordons formés lors des différentes passes du laser, VR1 (SLM, brut de fabrication, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-20.d : Zoom sur la structure cellulaire observée dans certains grains, VR1 (SLM, brut de fabrication, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-21.a: Vue générale de la microstructure, VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-21.b : Présence de précipités dans la matrice et aux joints des grains, VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-21.c : Zoom sur les grains d'austénite présentant une structure cellulaire à l'intérieur, VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-21.d : 50x, progression des grains à travers les couches VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue transversale)

Figure IV-21.e : 50xbis, progression des grains à travers les couches VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue transversale).

Figure IV-22: grossissement des grains après recuit. A gauche état brut de l'échantillon (VR1) et à droite l'échantillon ayant subi le recuit suivi de la trempe à l'eau (VR2).

Figure IV-23.a : Vue générale sur la microstructure, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-23.b : Zoom sur les grains d'austénite de forme irrégulière et de différentes tailles, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-23.c: Vue générale sur la microstructure, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-23.d : Zoom sur les grains de forme irrégulières et qui présente une précipitation aux joints de grains, VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-24.a : Vue générale de la microstructure. Présence particulière de phase blanche autour des défauts de type porosité, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus).

Figure IV-24.b : Zoom sur les grains d'austénite présents dans la microstructure, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-24.c : Zoom sur les grains d'austénite présentant à l'intérieur une structure cellulaire, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus) cellulaire.

Figure IV-24.d : 100x, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus) au microscope optique.

Figure IV-24.e : 10x, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-24.f : 10x, VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale) au microscope optique.

Figure IV-25.a : Vue générale des grains d'austénite de forme irrégulières et de différentes tailles SE, VR2 (Vue de dessus, état attaqué), analyse au microscope électronique à balayage (MEB).

Figure IV-25.b : Zoom sur les grains d'austénite et les joints de grains, VR2 (Vue de dessus, état attaqué), analyse au microscope électronique à balayage (MEB).

Figure IV-25.c : Zoom sur la structure cellulaire observée à l'intérieur des grains et des joints de grains SE, VR2 (Vue de dessus, état attaqué), analyse au microscope électronique à balayage (MEB).

Figure IV-25.d : VR2-coupe longitudinale-SE-021.

Figure IV-25.f : VR3-coupe milieu-SE-011111.

Figure IV-25.g : VR3-coupe milieu-SE-011111.

Figure IV-25.h : VR4-coupe milieu-SE-011.

Figure IV-25.i : VR4-coupe milieu-SE-011111.

Figure IV-25.j: VR4\_transversale\_zone1121.

Figure IV-26: Dureté Vickers des différents échantillons.

Figure IV-27: évolution de la dureté des échantillons VR1, VR2, VR3 et VR4 (a : vue dessus et b : vue transversale) où 1 : état brut de fabrication, 2 : 830°C-30 min, 3 : 830°C-30 min et 315°C-1h, 4 : 830°C-30 min et 315°C-1h et 95°C-48h.

Figure IV-28: analyse quantitative des précipités présents dans l'échantillon VR4.

Figure IV-29: cartographie des précipités présents dans l'échantillon VR4.

Figure IV-30 : dilatation thermique linéaire des différents échantillons

Figure IV-31 : Moyenne des valeurs de dilatation thermique linéaire des différents échantillons

## Liste des tableaux

- Tableau I-1 : Classification des différents procédés de fabrication additive.
- Tableau I-2 : Propriétés des gaz de protection.
- Tableau I-3 : propriétés du Fer et du nickel.
- Tableau II-1 : composition chimique de la poudre d'Invar.
- Tableau II-2: composition chimique de la tige d'Invar
- Tableau II-3 : composition chimique de la plaque ST37.
- Tableau III-1: comparatif des différents traitements thermiques (recuit).
- Tableau III-2 : Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup>( 1<sup>er</sup> job)
- Tableau III-3 : intervention machine (1<sup>er</sup> job).
- Tableau III-4: Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup>(2<sup>ième</sup> job).
- Tableau III-5 : intervention machine (2<sup>ème</sup> job).
- Tableau III-6 : Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup>(3<sup>ième</sup> job).
- Tableau III-7 : intervention machine (3<sup>ème</sup> job).
- Tableau III-8: Code des échantillons fabriqués par SLM en fonction des différentes étapes du traitement thermique.
- Tableau IV-1: spectre quantitatif de poudre d'Invar analysé au MEB.
- Tableau IV-2: Code MMS des échantillons extrudé et fabriqués par SLM en fonction des différents états des échantillons
- Tableau IV-3: Taux de porosité des différents échantillons.
- Tableau IV-4 : récapitulatif des valeurs de dureté obtenues pour les différents échantillons
- Tableau IV-5 : composition chimique de la matrice et des inclusions des échantillons extrudés, fabriqué par laser beam melting et traités.
- Tableau IV-6 : coefficient de dilatation thermique des différents échantillons.
- Tableau IV-7: composition chimique de précipité.
- Tableau IV-8: augmentation du coefficient de dilatation en fonction de l'élément.

## **Glossaire**

ASTM: American Society for Testing Material

CTE: Coefficient of thermal expansion

FA: Fabrication additive

LBM: Laser beam melting

MEB: Microscope électronique à balayage

SLM: Selective laser melting

# Chapitre I Etat de l'art

## I.1. Introduction

Au cours des 30 dernières années, les procédés de fabrication additive ont souvent été utilisés à des fins de prototypage rapide. Désormais, ces technologies s'appliquent également à la fabrication de pièces métalliques. Cette nouvelle méthode de fabrication nous donne la possibilité de réaliser des formes géométriques complexes, de diminuer le temps de fabrication et de réduire l'impact écologique par rapport aux procédés industriels traditionnels.

Parmi ces procédés de fabrication additive, épinglons la fusion sélective au laser encore appelée Selective Laser melting (SLM) ou laser beam melting (LBM) en anglais. Le SLM est une technique de fabrication additive qui utilise une puissance laser élevée pour faire fondre et fusionner des poudres métalliques. Un composant est construit par fusion sélective des poudres non seulement à l'intérieur et mais aussi entre les couches. Cette technique nous permet produire des pièces fonctionnelles, de formes nettes avec une densité relative allant jusqu'à 99,9% tout en étant viables économiquement.

Le matériau de base utilisé dans ce procédé particulier de fabrication additive est la poudre. Nous avons choisi l'Invar comme matière de base. L'Invar est un alliage de fer (64%) et de nickel (36%) qui doit son nom à son très faible coefficient de dilatation, qui est 6 à 10 fois plus faible que celui des aciers courants. Cette propriété en fait un alliage très prisé dans les applications cryogéniques, les appareils de mesure tels que les montres ou les pièces destinées à l'électronique. Il est aussi particulièrement utilisé pour les lignes de transfert pour gaz liquéfié, les applications télévision. De nombreuses théories ont été avancées pour expliquer l'origine de l'effet Invar. Une des hypothèses est que l'expansion normale du réseau suite à l'élévation de température est compensée par la contraction due à la magnétostriction de volume négatif. La majorité de ces théories se base sur les propriétés magnétiques des alliages fer-nickel. À l'heure actuelle, il faut admettre qu'aucune des premières hypothèses expliquant l'origine de l'effet invar n'ont été tout à fait satisfaisante. Celle de Weiss semble prometteuse, mais il n'a pas encore fait face à un examen minutieux de la communauté scientifique.

## I.2. Fabrication additive

La fabrication additive, ou impression 3D désigne les procédés de fabrication basés sur l'ajout de matière, le plus souvent assistés par ordinateur. Elle est définie par l'ASTM comme étant le procédé de mise en forme d'une pièce physique à partir d'un objet électronique par empilement de couches successives. Le terme additive s'oppose au principe des méthodes traditionnelles qui consistent à enlever la matière. Ainsi, par opposition, on peut regrouper ces méthodes plus communes sous le vocable « fabrication soustractive » [1]. La fabrication additive est souvent présentée comme une véritable révolution industrielle, basée sur des technologies innovantes, remettant en cause les techniques de fabrication traditionnelles [2]. Cette technologie peut être utilisée à n'importe quel stade du cycle de vie d'un produit depuis la pré-production (prototypage rapide) jusqu'à la production grande échelle (fabrication rapide) en passant par les

applications d'outillage. Elle est économiquement appropriée à la production de très petits composants en grandes quantités ou à la production de pièces avec une grande complexité géométrique.

Trois éléments sont nécessaires pour la fabrication additive : les matériaux, l'énergie et le modèle CAO. La matière de base peut se présenter sous forme liquide, de poudre, de ruban ou de fil. Elle peut être présente dès le début du processus de fabrication ou déposée au fur et à mesure de ce processus. La mise en forme de la matière se fait grâce à un laser, un faisceau d'électrons, une lumière visible, des rayons UV ou IR ou grâce à une source de chaleur.

Le procédé de mise en forme peut être :

- Physique :
  - Une fusion suivie par une solidification,
  - Un frittage ;
- chimique : polymérisation ou réticulation [3].

### I.2.1. Avantages et inconvénients

La technologie de fabrication additive présente de nombreux avantages :

- Liberté de forme : cette technologie permet de réaliser des pièces de forme extrêmement complexe, irréalisables par des techniques traditionnelles ;
- Allégement des pièces : Pour alléger des pièces par optimisation topologique ;
- Réparation de pièces
- Personnalisation : la technique permet de réaliser du sur mesure par exemple des prothèses personnalisées dans le secteur médical ou dentaire, outillage de production comme des moules ;
- Suppression des assemblages et des soudures : les pièces, même celles qui sont articulées, sont réalisées en une seule étape, ce qui nous permet non seulement de gagner en temps mais aussi de limiter des risques d'endommagement aux jonctions des éléments ;
- Économie de matière : en fin de processus de fabrication, la matière non utilisée est recyclable pour une utilisation ultérieure ;
- Pas d'outillage : la technologie ne nécessite pas l'utilisation d'outils spécifiques ; elle est autonome ;
- Intégration de plusieurs fonctions dans un seul objet ;
- Écologique et économique : les pièces de rechange peuvent être imprimées localement par simple envoi du modèle numérique (pas de transport, gain de place et minimisation des pertes) ;
- Production d'une grande variété de pièces avec une seule et même imprimante ;
- Production à la demande.
- Les poudres se recyclent relativement facilement.
- Conception innovante et optimisée

Cependant, de nos jours, les procédés de fabrication additive ne présentent pas que des avantages. Le domaine de la fabrication additive est en très forte croissance mais il n'est pas encore mature. La principale limitation au développement de ce procédé provient de la matière première utilisée. Les industriels se plaignent de ne pas disposer de suffisamment de matériaux pour satisfaire la demande et reprochent aux fabricants de machines de contraindre l'utilisateur à n'utiliser que les matériaux qu'ils commercialisent.

Les autres principales limitations de la FA émanent du temps d'impression et du coût des machines. Cependant, les facteurs suivants représentent également des freins pour les industriels :

- Compétences plurielles : cette technologie nécessite des compétences multiples d'où la lenteur des industriels à l'intégrer dans leur processus de fabrication. Il est nécessaire d'étendre les compétences mobilisées à des acteurs connaissant les processus de numérisation et de modélisation à partir d'informations discrètes issues de cette numérisation ;
- État de surface de l'objet final : l'état de surface des pièces en fin de fabrication est mauvais (rugueux, effet escalier) et le post-traitement nécessite plus de temps que dans le cas de l'usinage ;
- Manque de fiabilité : les procédés ne sont pas encore suffisamment répétables ;
- Petites séries uniquement : la FA n'est pas adaptée pour satisfaire de gros volumes de production.
- Limite dimensionnelle des pièces fabriquées.
- Toutes les technologies de fabrication additive ne permettent pas d'assurer une reproductibilité certaine des pièces.

Les domaines d'application de la FA sont nombreux dans divers secteurs d'activités tels que : aéronautique, aérospatial, automobile, médical mais également horlogerie, sport, design et mode [1].

### 1.2.2. Les différents procédés de fabrication additive

Il existe une multitude de méthodes de fabrication additive. Elles sont toutes basées sur la fabrication de couches successives de matière à partir d'un modèle numérique mais différent au niveau des matériaux de base, la forme sous laquelle ces matériaux se présentent, la technique de fabrication d'une couche et comment ces couches sont liées les unes aux autres. Par ailleurs, certains de ces procédés nécessitent des supports de construction pour pouvoir combler les zones de vides et permettre le dépôt d'une couche sur la précédente. Ces supports sont imprimés en parallèle et sont enlevés en fin de fabrication au cours du post-traitement. Ils engendrent des restrictions géométriques sur le dessin de la pièce, afin de pouvoir les retirer. Le post-traitement peut consister à exposer l'objet fini à un rayonnement pour parfaire la réaction chimique ayant permis la solidification d'une couche et accroître la résistance de l'objet. Enfin, une amélioration de l'état de surface de l'objet en fin de fabrication peut s'avérer nécessaire.

Les toutes premières étapes de tous ces procédés sont identiques. Elles comprennent :

1. Conception d'un modèle numérique décrivant la géométrie de l'objet à fabriquer, avec un logiciel approprié ;
2. Conversion du modèle numérique en modèle STL6 (format de fichier standard pour la FA). Le format STL permet de discrétiser la surface de l'objet sous forme d'un maillage polyédrique à facettes triangulaires ;
3. Prévision des supports éventuels ;
4. Découpage du modèle STL en strates (de quelques dizaines de micromètres à plusieurs millimètres d'épaisseur) représentant les couches à imprimer ;
5. Transfert du fichier à la machine de FA ;
6. Paramétrages de la machine de FA. [1]

Le tableau suivant classe les méthodes de fabrication additive selon la forme de la matière de base et le procédé de leur mise en forme :

Matière de base	Procédé de mise en forme	Source d'énergie	Nom en français et ou en anglais	Description	Exemples de matériau fini
Poudre	Physique : fusion	Laser	Fusion sélective par laser <b>Selective laser melting</b>	Réalisation d'un modèle 3D par couches successives 2D associée à un laser qui balaye chaque couche successivement dans un bac de fine poudre et la fait fondre. La solidification a lieu directement après l'arrêt du Laser.	Métaux, plastiques et céramiques
Poudre	Physique : frittage	Laser	Frittage sélectif par laser <b>Selective laser sintering</b>	Réalisation d'un modèle 3D par couches successives 2D associée à un laser qui balaye chaque couche successivement dans un bac de fine poudre et le fritte	Thermoplastiques (polycarbonate, polyamides, le chlorure de polyvinyle), métaux, céramiques
Poudre	Chimique : polymérisation et réticulation	Ultra-violet	Impression 3D	Dépôt mécanique de matière par couches successives	Plastiques, époxy, polymères acryliques
Solide (bobine de fil)	Physique : fusion (extrusion)	Chauffe	Dépôt fil Tendu	Dépôt d'un fil fondu	Thermoplastiques (ABS, polycarbonate)
Liquide	Chimique : polymérisation ou réticulation	Laser	Stéréolithographie	Réalisation d'un modèle 3D par couches successives 2D associée à un laser qui balaye chaque couche successivement dans un bain de liquide et la polymérise	Élastomères et plastiques thermodurcissable
Solide	Physique ou chimique selon le type d'adhésif		Modélisation d'objets laminés	Collage de film avec un adhésif	Papier, plastique, céramique ou aluminium

Tableau I-1 : Classification des différents procédés de fabrication additive [3].

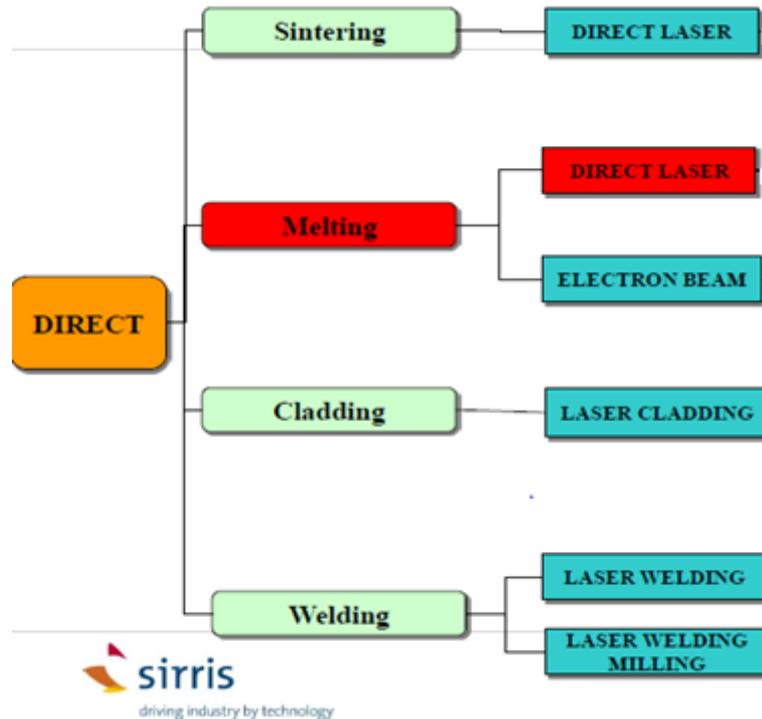


Figure I-1 : les différentes méthodes de fabrication additive [4]

### I.2.2.1. La fusion laser sélective

La fusion sélective au laser (SLM) est un procédé constructif par couches qui permet de réaliser des prototypes et pièces de série en métal, en utilisant directement les données 3D du client. C'est une technique de fabrication additive capable de produire des pièces métalliques à l'aide de lasers de haute puissance, faisant fusionner progressivement et localement, c'est-à-dire de façon sélective, une poudre métallique avec une épaisseur comprise entre 10  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  dans une atmosphère contrôlée (Ar, He, N). Cette technique est une méthode de production flexible et d'une remarquable efficacité. Ce processus technologique permet de réaliser sans outil, ni dispositif d'aucune sorte une pièce de géométrie complexe, qui serait difficilement réalisable, voire irréalisable avec des méthodes conventionnelles de fabrication.

Les principaux avantages du procédé SLM :

- Production de pièces uniques à prix modéré
- Pas de frais d'outillage ou de moule
- Intégration de fonctions en une seule phase de travail
- Grande densité des métaux
- Possibilité de refroidissement proche du contour d'inserts
- Grande liberté de conception
- Faible quantité de métal utilisée (important dans le cas de métaux précieux)
- Possibilité d'entailles et de cavités
- Stabilité absolue de dimensions, aucune déformation

# Generalities: Metal Additive Manufacturing

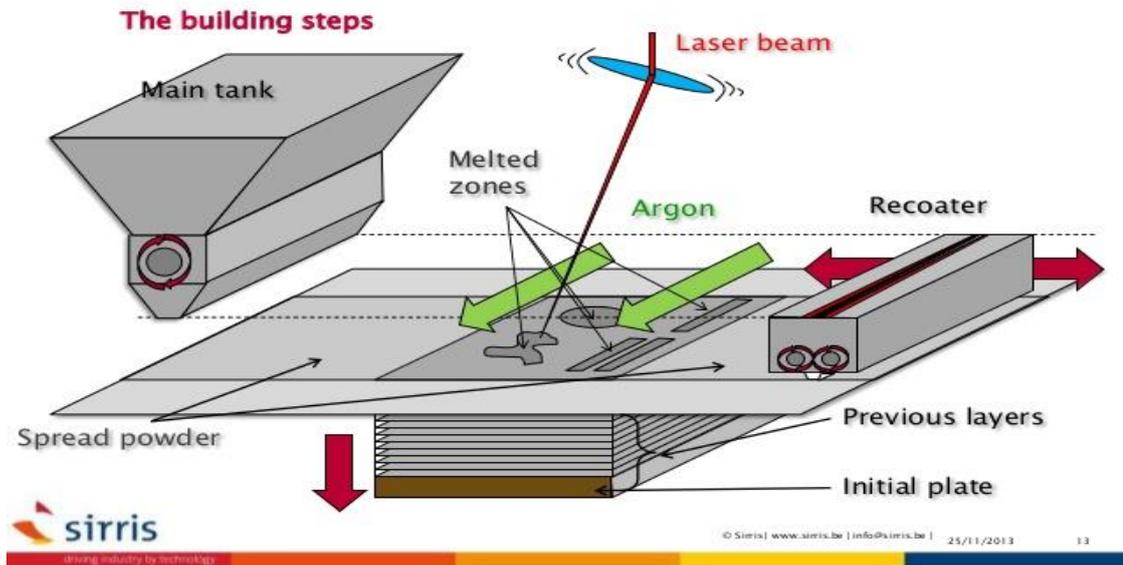


Figure I-2 : machine du SLM [4]

## I.2.2.1.1. Principe de fonctionnement

La fusion sélective au laser est un procédé dans lequel la matière sous forme de poudre est appliquée en couches sur une plate-forme de travail, et est ensuite fondue de manière sélective, en utilisant un laser à haute puissance d'une puissance maximale de 100W dont la longueur d'onde est comprise entre 1,06-1,08 micron. Le faisceau laser est commandé par le scanner sur le plan XY et la plate-forme est déplacée dans la direction Z. La poudre pour chaque couche ultérieure de l'objet est stockée dans un conteneur mobile et elle est ensuite déposée sur la précédente, fournissant une connexion permanente à travers la totalité de l'objet. Le point de fusion est variable selon l'alliage métallique utilisé, la température peut atteindre 2000°C, faisant fondre la couche de poudre supérieure mais aussi une ou plusieurs des couches inférieures, créant ainsi localement un bain liquide. La solidification des couches successives formera la pièce. L'ensemble de la production se déroule dans une chambre contrôlée sous atmosphère d'azote ou d'argon évitant l'oxydation voire l'inflammation des métaux. Au fil de la fabrication, une fois que le motif est fondu sur une couche, la plate-forme de construction se déplace vers le bas d'un pas équivalent à l'épaisseur d'une couche fusionnée. La nouvelle poudre est déposée et mise à niveau et le processus est répété jusqu'à ce que la pièce complète soit construite [5]. Dans certains cas, la pièce en cours de fabrication ne peut pas être supportée uniquement par la poudre non fusionnée qui l'entoure. Des échafaudages ou supports sont alors prévus et fabriqués en même temps que la pièce. Ils contribuent au maintien de la pièce dans le lit et évitent d'éventuels effondrements qui déformeraient la géométrie finale. Ils jouent également le rôle de dissipateurs thermiques pour répartir la chaleur plus efficacement dans la pièce.

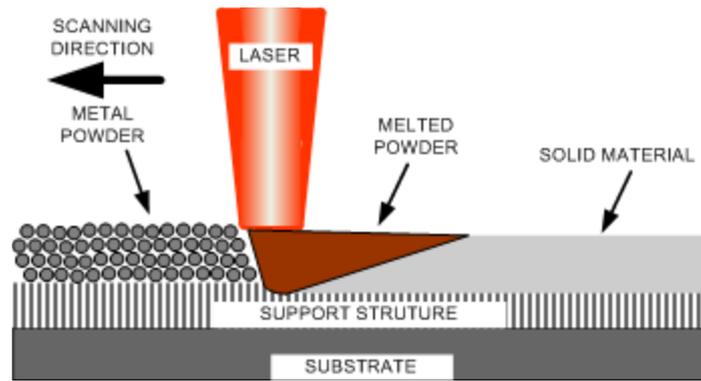


Figure I-3 : principe de fonctionnement du SLM [5]

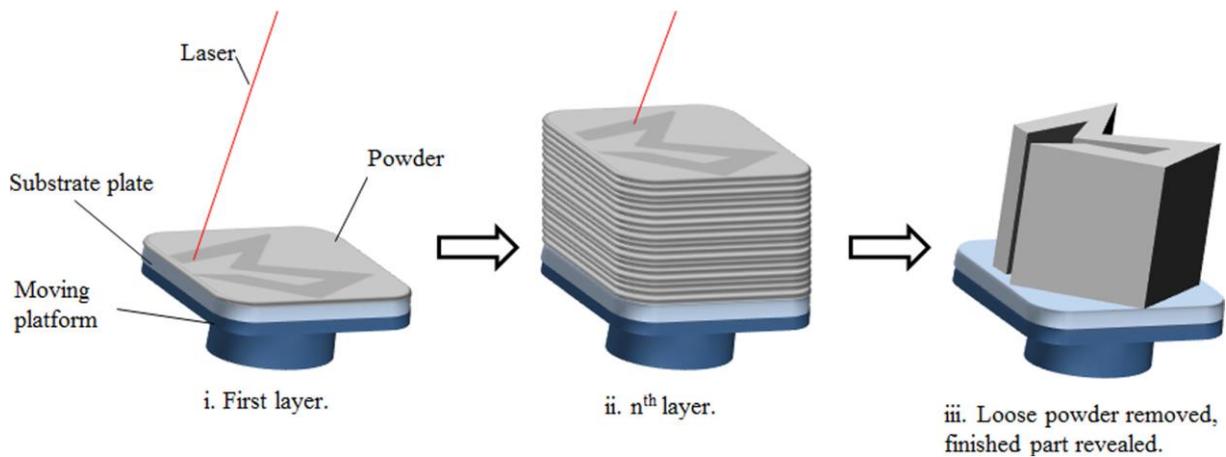


Figure I-4 : Concept de processus SLM. (i) Laser de grande puissance fond des zones sélectives de la couche de poudre. (ii) Le processus est répété pour les couches successives. (iii) Poudre libre enlevé et pièce finie révélé [6].

La technologie SLM est applicable pour un large éventail de métaux d'ingénierie, y compris l'acier inoxydable 1.4404, aciers à outils 1.2344 et 1.2709, le titane, l'alliage à base de cobalt 2.4723, les alliages à base de nickel Inconel 625 et 718, alliages d'aluminium AlSi12, ou même des matériaux difficilement utilisable dans les procédés de fabrication classique.

Cette variété de métaux fait de la fusion laser sélective, une technique ouverte et flexible, mais la spécificité du processus génère certaines limites. Dans la métallurgie des poudres, on sait que les paramètres ayant le plus d'impact sur les propriétés mécaniques peuvent être divisés en deux groupes :

- Les facteurs associés au matériau utilisé dans le procédé et non contrôlables : conductivité thermique, le coefficient d'absorption, point de fusion, coefficient de dilatation thermique.
- Les facteurs associés au processus et contrôlables

#### I.2.2.1.2. Paramètres du procédé

Beaucoup de paramètres ont une influence sur le déroulement du processus de fusion sélective par laser. Une bonne analyse de ces paramètres permet de comprendre les mécanismes qui se

produisent et d'une manière appropriée le procédé dans son ensemble. Les paramètres de fonctionnement peuvent être soit variables (puissance du laser, temps de balayage, stratégie de balayage) soit fixes (atmosphère de protection, température, type et forme du matériau en poudre) [5].

- **LASER** : l'un des éléments clés du processus SLM est la sélection du type de source de rayonnement laser. Le choix du laser est important car les matériaux présentent des paramètres d'absorption d'énergie différents. Cette absorption dépend de la longueur d'onde de la source laser, la puissance, la taille du spot, le faisceau distribution spatiale du faisceau, la vitesse de balayage et l'atmosphère protectrice [5].

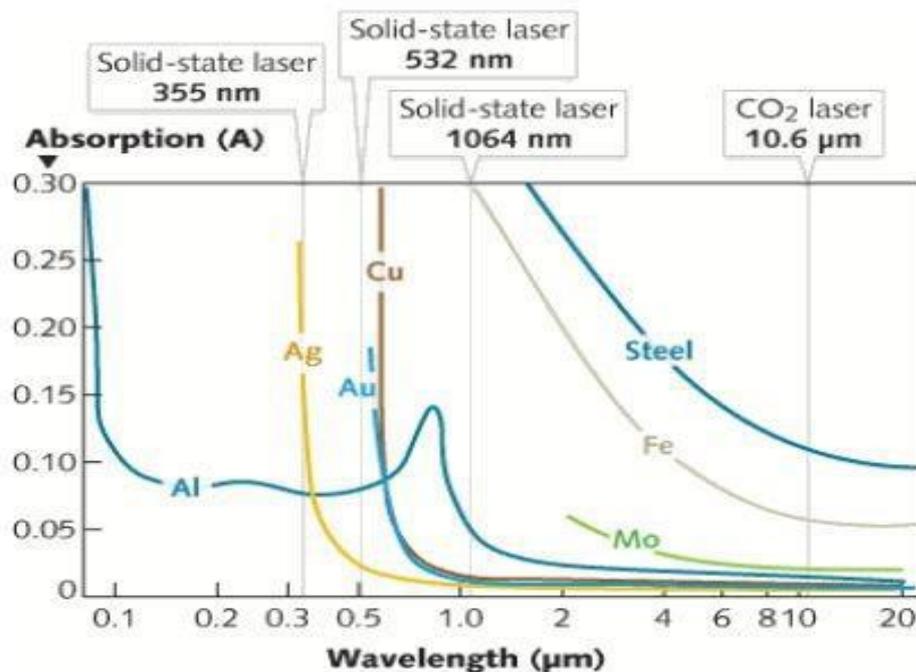


Figure I-5 : L'absorption de la puissance laser à différentes longueurs d'onde varie en fonction des matériaux impliqués [5].

- **Atmosphère** : L'atmosphère dans laquelle se déroule le processus, est très importante. L'oxydation est une conséquence à la fois de la température élevée qui accompagne le processus de SLM et de la présence d'oxygène dans la chambre. L'oxygène, qui est situé dans la chambre pendant le processus est également responsable de l'apparition de pores dans le matériau. Une atmosphère protectrice sélectionnée de façon incorrecte peut provoquer de la décarburation et la réduction de la dureté de la totalité du frittage, ce qui a un effet négatif sur les propriétés mécaniques telles que la résistance à la fatigue, la ductilité et la résistance à l'abrasion. Afin donc de réduire la teneur en oxygène dans la chambre qui affecte de manière significative la qualité des matériaux, la chambre est remplie d'un gaz approprié de pureté élevée. Les gaz de protection les plus couramment utilisés dans les procédés SLM sont les suivants : l'azote, l'argon et l'hélium [7].

	Azote	Hélium	Argon
Masse molaire	28	4	40
Point de fusion [°C]	-210	-268,9	-189,4
Point d'ébullition [°C]	-195,8	-	-185,9

La température critique [° C]	-147	-267,9	-122,5
Point d'éclair [° C]	Inflammable	Inflammable	Inflammable
Densité relative du gaz (air = 1)	0,97	0,14	1,38
Le premier potentiel d'ionisation [eV]	14,54	24,46	15,68

Tableau I-2 : Propriétés des gaz de protection

La présence d'une atmosphère protectrice affecte la formation de plasma, ce qui inhibe l'absorption du faisceau dans le matériau traité. L'affaiblissement de l'effet du faisceau laser par le plasma est plus faible pour les gaz ayant un potentiel d'ionisation élevé. Les différences dans la profondeur de pénétration du matériau peuvent être considérables, en particulier lorsqu'un faisceau de puissance élevé est utilisé.

Gas	Ionization potential [eV]
Helium	24,46
Argon	15,68
Nitrogen	14,54
CO <sub>2</sub>	14,41
Water vapor	12,56
Oxygen	12,50

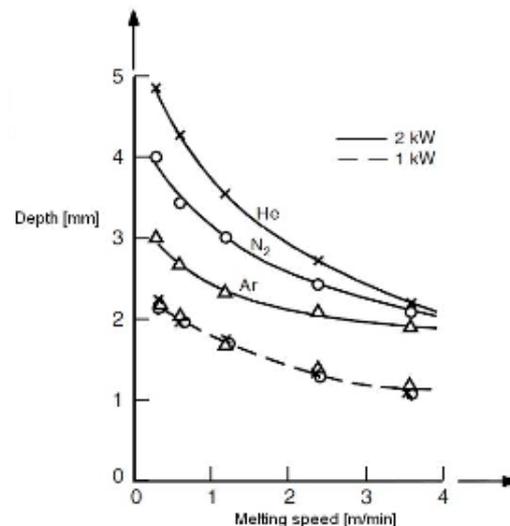


Figure I-6 : Effet du plasma sur la profondeur de pénétration au cours du processus de fusion [5].

- Température : la température dans la chambre de construction peut être réglée entre 22 °C (température ambiante) et 300°C. Une température plus élevée est meilleure pour le processus car les propriétés de la poudre métallique sont meilleures (la fluidité, la création de couches), et il est plus facile de faire fondre les couches de poudre préchauffées.
- Poudre : La taille des grains de la poudre utilisée est très importante. Dans la technologie SLM, l'épaisseur des couches est comprise entre 20 µm et 100 µm et la taille maximale du grain ne peut pas être plus grande que l'épaisseur de la couche. La poudre choisie doit également être sphérique. La forme détermine la possibilité de traitement de la poudre. La poudre est déposée par gravité à travers le système de vannes. Si la poudre était irrégulière, elle se coincerait dans les vannes et la couche ne serait pas créée [5]. La composition, la distribution de taille, la forme, les propriétés optiques et de transfert de chaleur, l'épaisseur de la couche déposée pour chaque cycle de fabrication sont des caractéristiques à prendre en compte pour le choix de la poudre à utiliser [8].

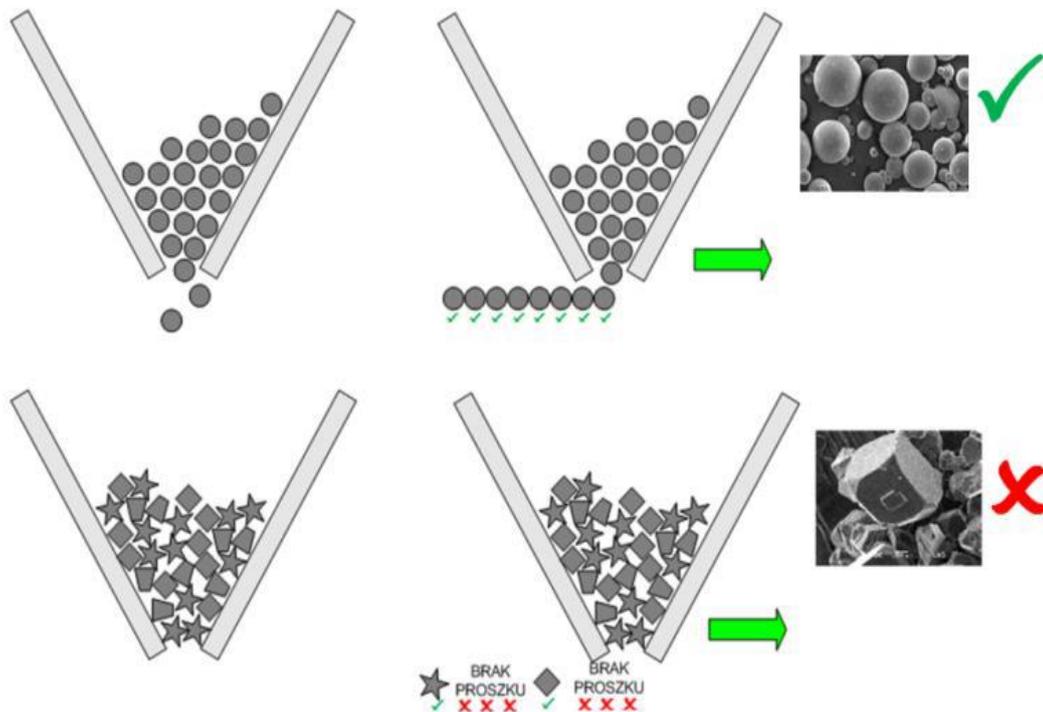


Figure I-7 : dépôt de couche : en haut→poudre sphérique, en bas→poudre irrégulière [5].

- Stratégie de la fabrication : Ces paramètres influencent le bilan thermique, la vitesse de construction [5].

### I.2.2.1.3. Echanges thermodynamiques du procédé de SLM

La théorie de Fourier de conduction de chaleur est la théorie la plus couramment utilisée pour décrire les différents problèmes de conduction thermique. Elle est également adoptée à la simulation du problème de la source de chaleur en mouvement afin d'étudier l'évolution thermique dans les processus de SLM. La plupart des chercheurs utilisent l'équation de conduction thermique exprimée à l'équation 1. L'équation 2 représente la condition limite initiale à température constante dans tout le domaine, tandis que les équations 3 et 4 expriment les conditions limites (convection, les conditions aux limites de contraintes).

$$\lambda(T) \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + q = \rho(T)c(T) \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1)$$

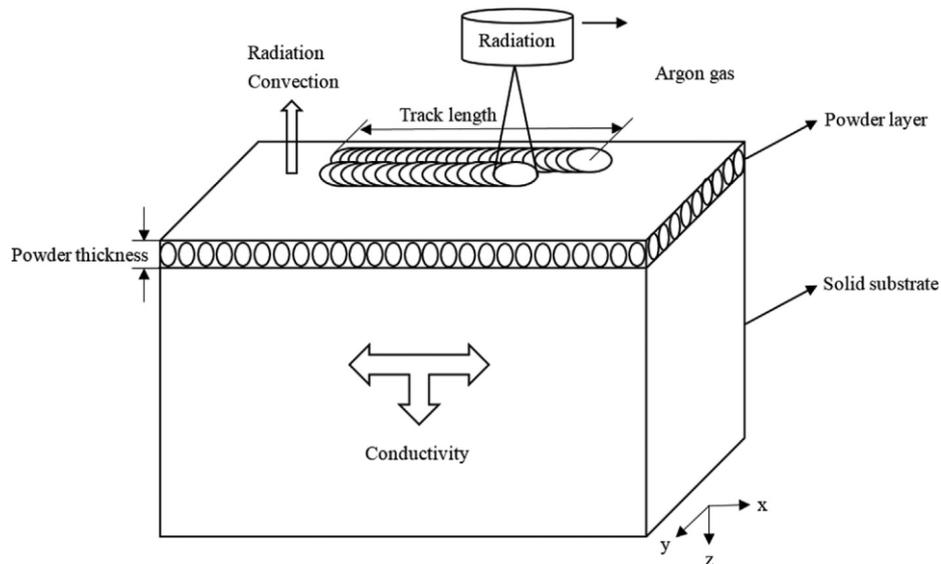
Condition initiale :

- Température initiale :  $T(x, y, z, 0) = T_0$  (2)

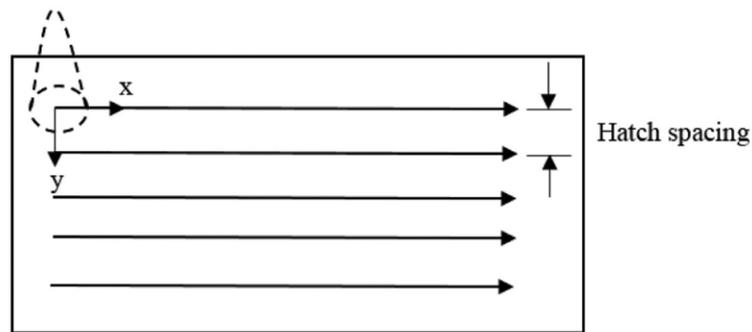
Condition aux limites :

- Convection de surface :  $-\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial z} = h(T - T_e)$  (3)

- Pas de perte de chaleur au fond :  $-\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial z} (z = 0) = 0$  (4)



(a)



(b)

Figure I-8: représentation schématique du transfert de chaleur [9], [10], [11].

Dans ces équations :  $T$  est la température,  $\lambda$  le coefficient de conductivité,  $\rho$  la densité,  $c$  capacité de chaleur,  $q$  la source de chaleur interne,  $T_0$  la température initiale du lit de poudre,  $T_e$  la température de l'environnement et  $h$  le coefficient de convection de transfert de chaleur. Les coefficients thermiques  $\lambda$ ,  $\rho$ , et  $c$  sont considérés comme dépendants de température.

#### I.2.2.1.4. Contraintes résiduelles du procédé de SLM

Au cours de la fabrication, l'énergie apportée par le faisceau laser est absorbée par la poudre et ensuite convertie en chaleur. Ainsi, de nombreux cycles thermiques et d'importants gradients thermiques apparaissent dans la pièce. Ces phénomènes induisent des cycles d'expansion et de contraction de la matière, générant ainsi des déformations permanentes et des contraintes résiduelles [12]. La température élevée induite par le laser provoque un gradient thermique dans la matière avec une limitation de l'expansion des couches supérieures chaudes par les couches inférieures froides, ce qui induit une contrainte de compression liée à une déformation élastique et plastique dans cette zone. Lorsque la limite d'élasticité du matériau est atteinte, il y a la génération de déformation plastique de compression. Le refroidissement produit quant à lui une contraction des couches fondues supérieures, gênées par les couches solidifiées inférieures. Ce mécanisme, donne naissance à des contraintes de traction dans la couche supérieure et des

contraintes de compression dans les couches du dessous. Ces deux mécanismes sont illustrés sur la figure I-9 [13].

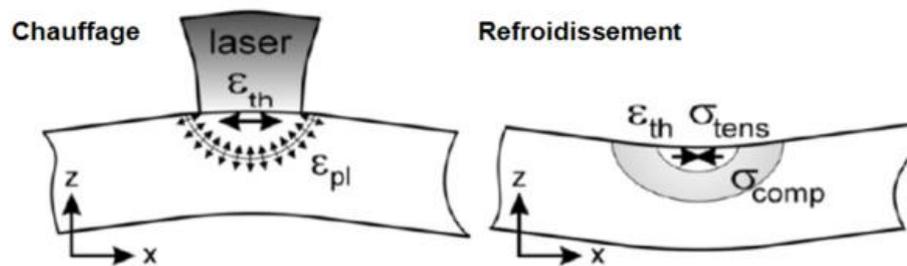


Figure I-9 : Mécanisme de l'apparition des contraintes résiduelles [13] [11].

Ces contraintes influencent le comportement mécanique de la pièce et peuvent diminuer la résistance, par exemple la tenue en fatigue. De plus si leurs niveaux sont assez élevés, les contraintes peuvent favoriser l'apparition de fissures. Les contraintes résiduelles sont très élevées en surface. L'ajout d'une couche modifie la répartition des contraintes dans les couches sous-jacentes. Le niveau des contraintes résiduelles augmente légèrement lorsque les couches de poudres sont plus fines [12].

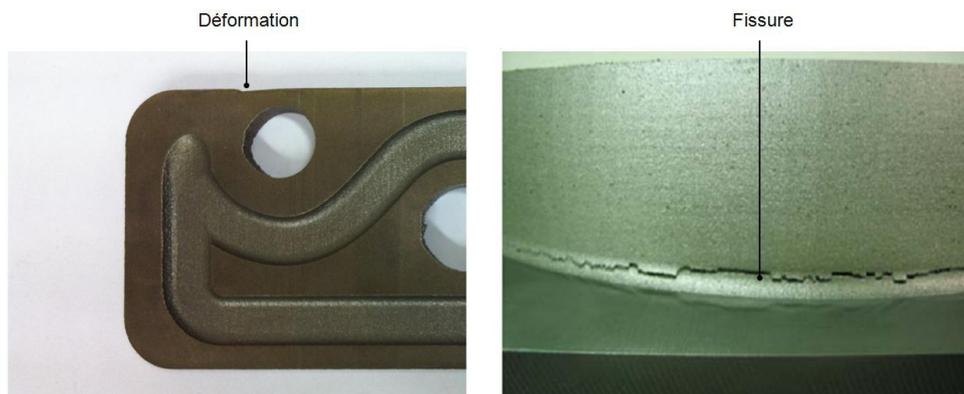


Figure I-10 : Déformation et fissure dans une pièce fabriquée par SLM

L'impact de certains paramètres de fabrication sur les contraintes résiduelles et les déformations plastiques a donc été étudié et les principaux enseignements de ces études sont :

- La température de préchauffage du support est le paramètre qui possède le plus d'influence sur le niveau des contraintes résiduelles. L'augmentation de la température du support à une valeur de 800°C, permet de réduire de manière assez significative les gradients de température dans la pièce et par conséquent les contraintes résiduelles. Cependant une telle valeur n'est pour l'heure pas envisageable sur les systèmes SLM, cette solution n'est donc pas industriellement viable.
- De même, la trajectoire du laser influence le niveau des déformations, car les gradients thermiques diffèrent en fonction des stratégies de balayage.
- L'utilisation et la forme du support, sur lequel la pièce est fabriquée, influence la répartition des contraintes résiduelles dans la pièce créée. Un support présentant des colonnes par exemple, permet d'obtenir une pièce équilibrée mécaniquement. C'est-à-

dire qu'après élimination du support, il y aura peu de déformations dues à l'auto-équilibre des contraintes internes.

- Le niveau des contraintes résiduelles augmente légèrement lorsque les couches de poudres sont plus fines.
- Enfin, d'autres paramètres peuvent avoir un impact sur les contraintes résiduelles, comme le recouvrement du faisceau laser, le matériau composant le support, la vitesse de balayage du laser.

### I.3. Alliages binaires Fe-Ni

L'association au fer de différents éléments a donné naissance à de nombreux alliages aux propriétés variées parmi lesquels les aciers. La plupart de ces alliages associent au fer des éléments souvent chimiquement très différents, ce qui n'est pas le cas de l'association fer-nickel. En effet, il s'agit d'une association de deux éléments très proches l'un de l'autre puisqu'ils présentent une structure électronique quasiment identique. De manière inattendue, le comportement de l'alliage n'est pas banal car d'une part le fer et le nickel sont deux métaux de transition et d'autre part, les alliages Fe-Ni sont ferromagnétiques comme les constituants [14]. Les principales propriétés du fer et nickel résumées le tableau I-3.

	Fe	Ni
Structure électronique	$[Ar]3d^64s^2$	$[Ar]3d^84s^2$
Rayon $\alpha$	1,27	1,24
Température de fusion	1535	1453
Dilatation à 20°C	12	13
Résistivité à 20°C	10	7,8
Etat paramagnétique	Ferromagnétique	Ferromagnétique

Tableau I-3 : propriétés du Fer et du nickel [14].

Les alliages Fe-Ni industriels qui mélangent au moins deux éléments de transition ferromagnétiques avec quelques fois des additions complémentaires présentent des propriétés complexes et originales qu'il est parfois difficile de justifier qualitativement.

En 1987, Guillaume a découvert que les alliages cubiques à faces centrées (c.f.c) de fer-nickel, avec une concentration en nickel d'environ 35 % présentent un coefficient de dilatation thermique anormalement bas, proche de zéro sur une large plage de température [15]. Cet effet est appelé l'effet Invar. D'autres propriétés physiques de ces alliages d'invar, tels que le volume atomique, module d'élasticité, la capacité thermique, la magnétisation et la température de Curie, montrent également un comportement anormal. Nous nous sommes depuis longtemps rendu compte que l'effet Invar est lié au magnétisme mais une compréhension complète de ce phénomène fait toujours défaut [15] [16].

### I.3.1. La structure cristalline des alliages Fer-Nickel

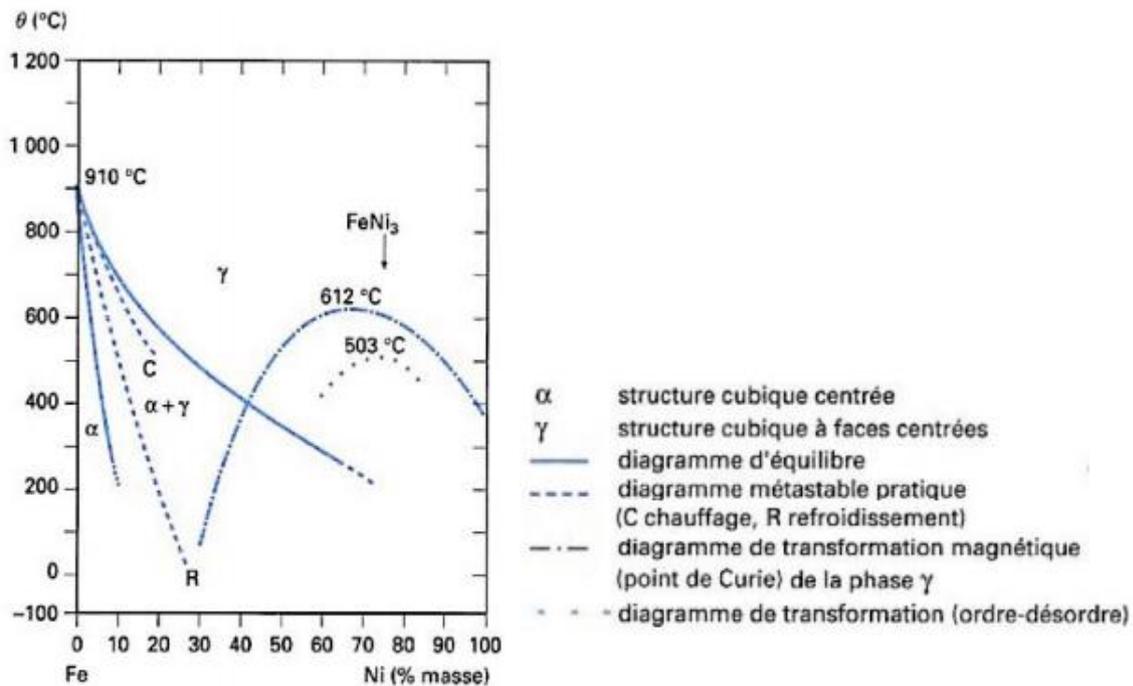


Figure I-11 : diagramme de phase des alliages binaire Fe-Ni [14].

La figure I-11 nous montre le diagramme de phase des alliages Fe-Ni fréquemment admis en pratique. Il montre peu de surprises. Puisqu'on mélange deux éléments de transition à structure électronique voisine et de taille très proche, on s'attend à obtenir :

- Des températures de fusion élevées et de faibles intervalles de solidification
- Une large plage de concentration avec une structure cubique à faces centrées partant du nickel peut se transformer vers 27 % Ni à l'ambiance en cubique centrée au moment où la concentration électronique par atome, ne permet plus à la structure compacte du nickel de se maintenir

Cette structure cubique à faces centrées dans toute la zone à Ni > 27% présente de grands avantages :

- Elle permet des laminages jusqu'à de très faibles épaisseurs
- Elle ne présente aucune fragilité aux basses températures
- Elle réserve la possibilité de traitement thermique à toutes températures sans changement de phase ; des traitements très utiles pour développer des textures de recristallisation ou des propriétés magnétiques exceptionnelles

Dans tout le domaine des Ni > 27% , la phase γ cubique à faces centrées (c.f.c) n'est perturbée que par deux mises en ordre :

- L'une ferromagnétique
- L'autre cristallographique

Les alliages Fe-Ni ayant une concentration de nickel entre 35 et 38% présentent donc une structure cubique à face centrée γ stable [14].

### I.3.2. La dilatation des alliages Fe-Ni

Dans les métaux de transition voisins du nickel, le coefficient de dilatation au voisinage de l'ambiance est de l'ordre de  $10^{-5}K^{-1}$  et croît lentement avec la température. On s'attend à observer un comportement semblable pour les alliages Fe-Ni monophasés. En réalité il n'en est rien comme le montre la figure I-12.a sur laquelle on observe trois phénomènes intéressants :

- Des coefficients de dilatation très petits, environ 10 fois moins que ceux attendus aux basses températures ; spécialement pour Ni  $\approx 36\%$  : l'invar
- Une variation très rapide du coefficient de dilatation thermique  $\alpha$  d'environ 50 à 100°C autour du point de curie, zone de température où disparaît progressivement le ferromagnétisme et donc l'alignement des moments magnétiques des atomes du réseau.
- Au-dessus du point de curie des alliages, un comportement classique du coefficient de dilatation  $\alpha$

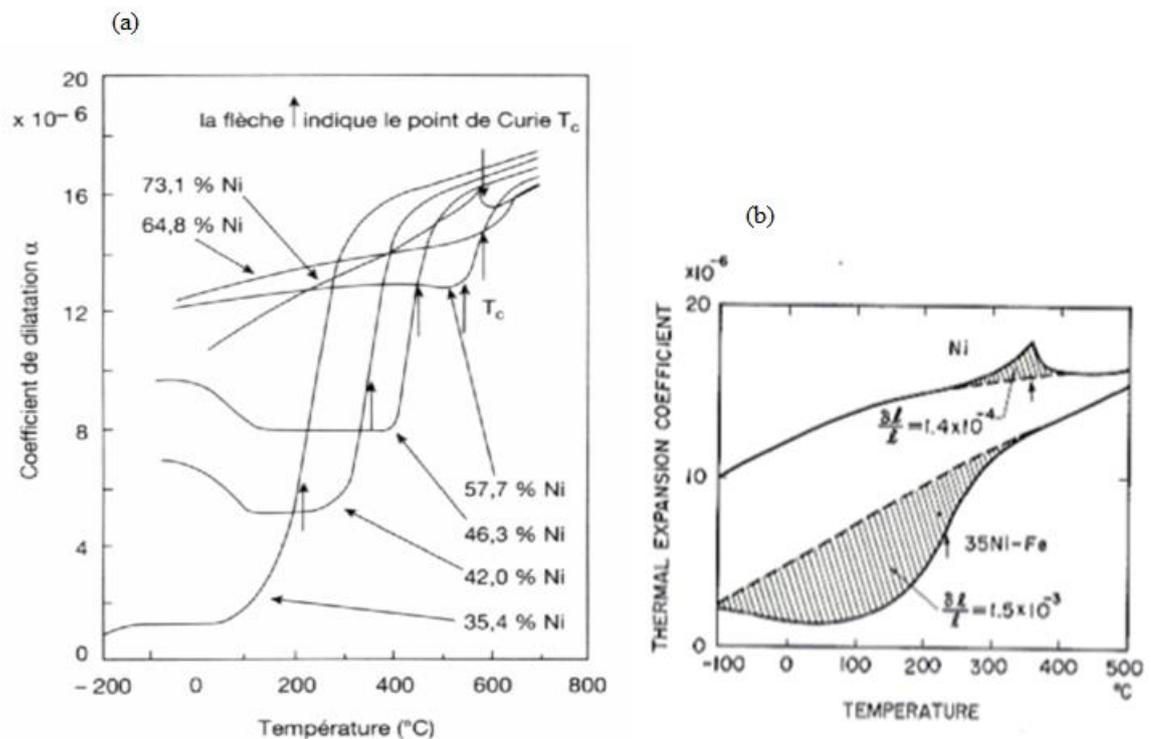


Figure I-12 : (a) variation du coefficient de dilatation en fonction de la température pour différentes de Ni [14]; (b) the CTE de l'Invar (la courbe inférieure solide) en fonction de la température [17].

Une façon additionnelle d'illustrer ces phénomènes consiste à observer la dilatabilité des Fe-Ni mais cette fois en fonction de la teneur en nickel et pour différentes températures comme le montre la figure I-13.

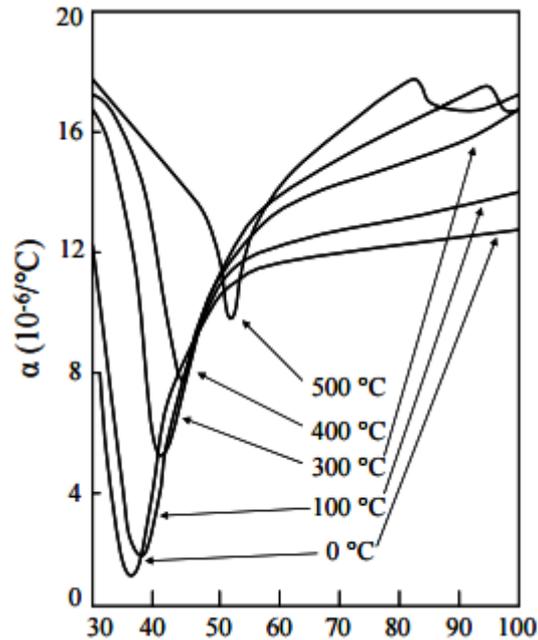


Figure I-13 : coefficient de dilatation  $\alpha$  des Fe-Ni en fonction de la teneur en nickel [14].

La figure I-13 souligne également quelques points curieux :

- Le minimum du coefficient de dilatation  $\alpha$  se décale vers les taux de nickel croissants quand la température croît et sa valeur augmente régulièrement
- Pour les teneurs élevées en nickel ( $\text{Ni} > 70\%$ ), il apparaît une anomalie de dilatation de signe opposé à celle des Fe-Ni, type invar. Elle se situe toujours un peu avant le point de curie mais présente une amplitude moindre. Ce dernier comportement est classique dans les ferromagnétiques.

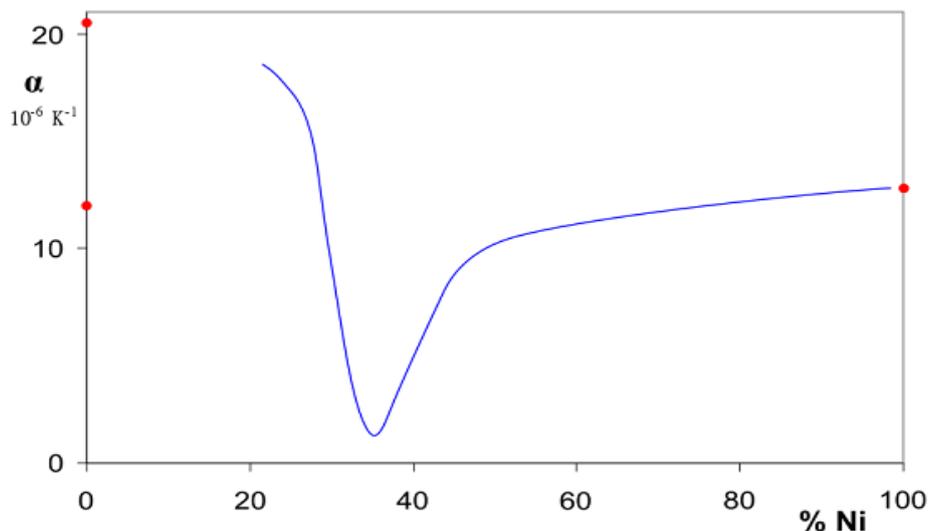


Figure I-14 : Evolution du coefficient de dilatation à température ambiante des alliages fer-nickel en fonction de la teneur massique du nickel [14].

En observant la figure I-14, on constate que l'on obtient un minimum du coefficient de dilatation thermique lorsque la concentration de nickel varie entre 35 et 37% ; dans la plage de

30 à 60% de Ni, il est possible de choisir des alliages aux caractéristiques de dilatation appropriées. L'alliage contenant 36% de nickel, avec de petites quantités de manganèse, de silicium et d'un montant total de moins de 1% de carbone présente un coefficient de dilatation thermique si faible (proche de 0 entre -200 et +100°C) qu'il est presque invariable pour les variations ordinaires de température. Cet alliage est connu comme Invar, ce qui signifie invariables. Le principal intérêt de ces alliages contenant approximativement 36% de nickel réside dans leur "anomalie" de dilatation thermique. Ce très faible coefficient de dilatation thermique de l'Invar est dû à son caractère ferromagnétique.

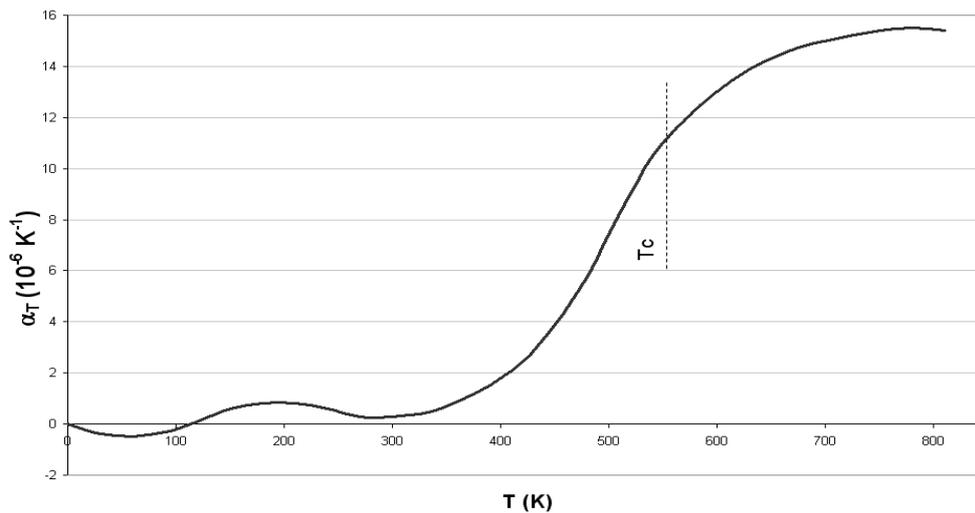
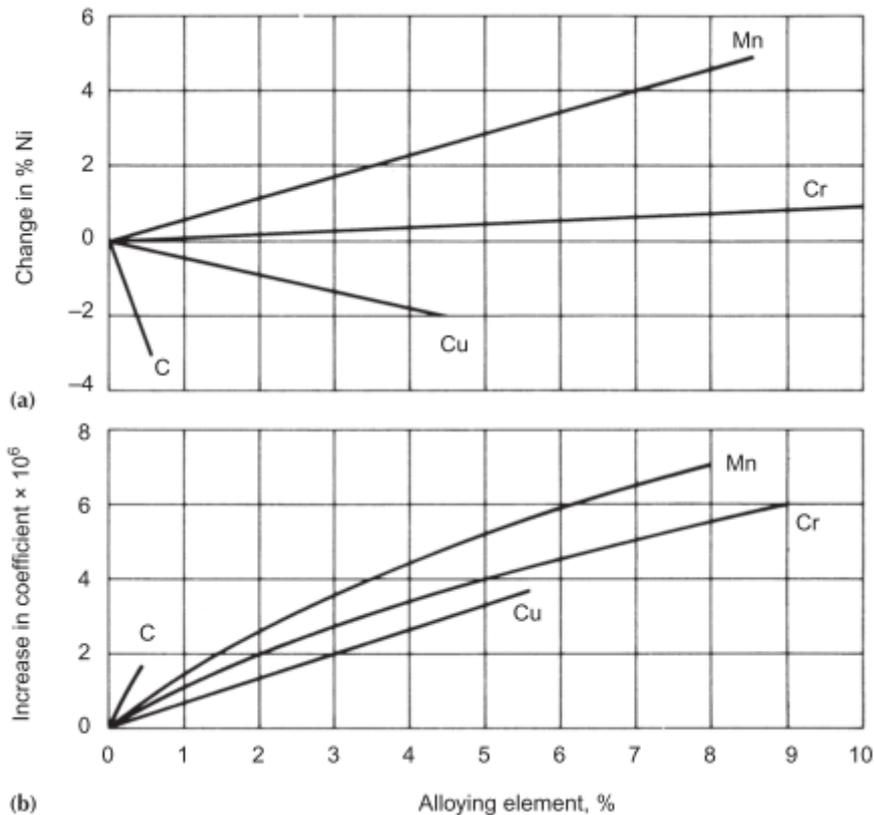


Figure I-15 : variations thermiques du coefficient de dilatation thermique linéaire de l'alliage invar [18].

La figure I-15 nous permet de constater que le coefficient de dilatation thermique de l'Invar est donc négatif en dessous de 100 K, très faible au voisinage de 300 K, et excède les  $15 \times 10^{-6}$  au-dessus de 700 K. Du zéro absolu à 90 °C, elle reste inférieure à  $2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Nous constatons que le coefficient de dilatation varie d'une petite valeur négative (-0,5 ppm/°C) à une valeur positive élevée (20 ppm/°C).

De petites additions d'autres métaux ou concentration en impureté ont une influence considérable sur la position du minimum de coefficient de dilataion thermique. Une étude a été réalisée sur l'effet de la composition sur le coefficient d'expansion. Elle déduit que le coefficient de dilatation minimum se déplace vers des teneurs élevées en nickel lorsque le manganèse ou le chrome est ajouté et vers les teneurs nickel basses lorsque le cuivre, le cobalt ou le carbone est ajouté. À l'exception des alliages ternaires avec des compositions de Ni-Fe-Co, la valeur du coefficient de dilatation minimum pour ces alliages ternaires est, en général, supérieure à celle d'un alliage d'Invar typique [19].



**Figure I-16:** Effet des éléments d'alliage sur les caractéristiques de dilatation des alliages fer-nickel. (A) Déplacement du nickel teneur provoquée par des additions de manganèse, le chrome, le cuivre et un alliage de carbone pour expansivité minimum. (B) Variation de la valeur du coefficient minimal de dilatation provoquée par des additions de manganèse, de chrome, de cuivre et de carbone [19].

### I.3.4. Température de curie

Dans un matériau ferromagnétique ou ferrimagnétique, la température de Curie, ou point de Curie, est la température  $T_C$  à laquelle le matériau perd son aimantation spontanée. Elle constitue la limite de transition ferromagnétique / paramagnétique, c'est-à-dire la limite d'aimantation du matériau. Au-dessus de cette température, le matériau est dans un état désordonné dit paramagnétique. Cette transition de phase est réversible ; le matériau retrouve ses propriétés ferromagnétiques quand sa température redescend en dessous de la température de Curie. En revanche il a perdu son aimantation, même s'il peut être à nouveau magnétisé. En effet, bien que la température de Curie se situe à 280 °C pour l'alliage à 36 % de nickel, la stabilité dimensionnelle de l'Invar se dégrade fortement dès que l'on dépasse 130°C. L'alliage nickel-fer à 50 % de nickel présente une température de Curie de 565 °C, ce seuil évoluant avec la teneur en nickel. Au-delà de 600 °C, aucun alliage de fer-nickel connu ne conserve son effet Invar.

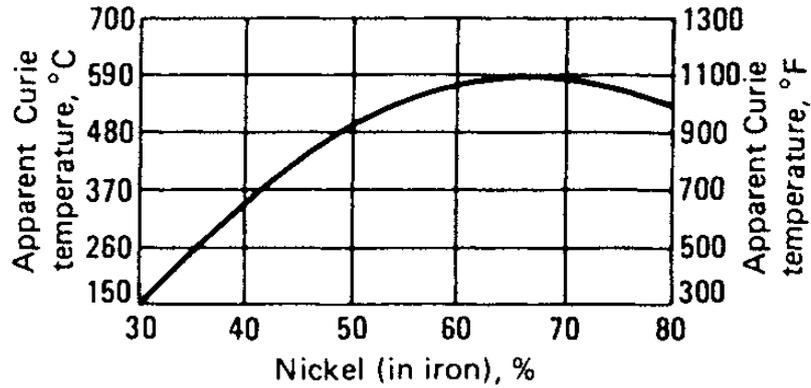


Figure I-17: Effet de la concentration en nickel sur la température de Curie des alliages fer-nickel [20].

#### I.3.4. Magnétostriction spontanée et forcée

L'invar est un alliage dont la propriété principale est d'avoir un coefficient de dilatation thermique très faible. Cette faible dilatation thermique de l'invar est due à une forte magnétostriction en volume positive de cet alliage. La zone hachurée illustrée sur la figure I-12(b) représente la magnétostriction en volume provoquée par une perte d'aimantation spontanée au cours du processus de chauffage. Nous avons la magnétostriction spontanée et forcée en volume. La magnétostriction spontanée en volume  $\omega_s$  définie comme la différence relative en volume entre l'état ferromagnétique ordonnée et l'état paramagnétique, est une propriété fondamentale des alliages et des composés magnétiques. On constate que les anomalies de dilatation apparaissent justes au-dessous du point de curie des alliages donc dans la phase ferromagnétique. Lorsqu'au point de curie, on passe de l'état paramagnétique où les moments magnétiques des atomes sont désordonnés à l'état ferromagnétique ordonné (Figure I-17), il se produit une variation de volume due au couplage ferromagnétique des moments (spin parallèles) : c'est l'effet magnétostrictif volumique spontané  $\omega_s$  qui s'obtient à partir de l'équation suivante :

$$\omega_s = \frac{1}{2} \chi \frac{dW}{d\omega} M^2 = \chi M^2 \frac{dJ}{d\omega} \quad (5)$$

Où M aimantation,  $\chi$  compressibilité, W coefficient de couplage des moments dits de champ moléculaire,  $\omega$  variation de volume.

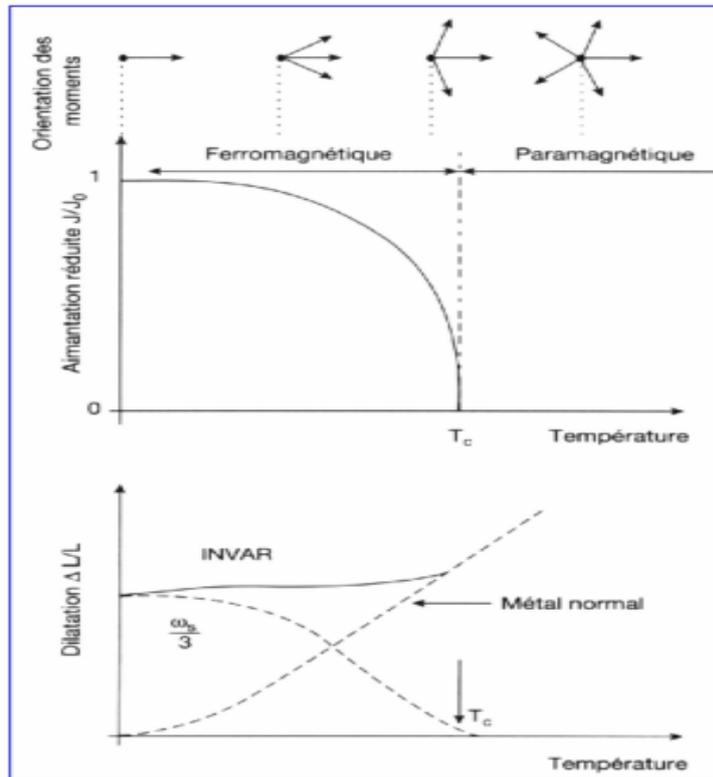


Figure I-17 : comportement schématique d'un Fe-Ni type invar au passage du point de curie  $T_c$  [14].

Cette variation de volume  $\omega_s$  engendrée par la naissance du ferromagnétisme se superpose aux variations naturelles de volume dues aux vibrations du réseau sous l'effet de la température (Figure I-17). Si on part de l'état paramagnétique et que l'on baisse la température, le réseau se contracte de façon continue jusqu'à la température  $T_c$ . En revanche, dès la température de curie, le réseau enregistre, en plus de ses variations propres de volume, les variations de volume  $\omega_s$  dues à l'apparition du ferromagnétisme.

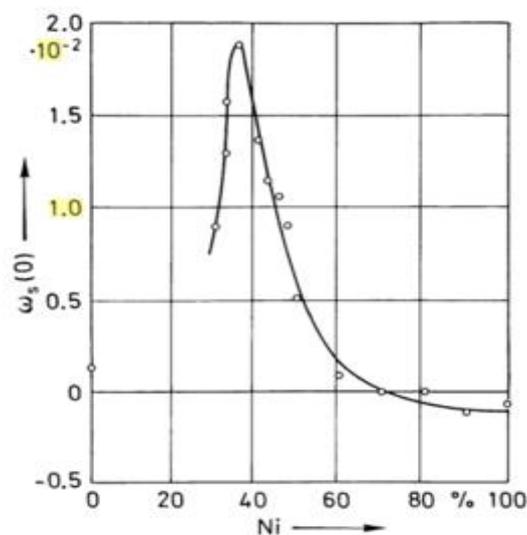


Figure I-18 : magnétostriction spontanée en volume à  $0^\circ\text{K}$  des alliages Fe-Ni en fonction de la concentration en nickel [14].

Les variations de  $\omega_s$  dans les alliages Fe-Ni représentées sur la figure I-18 montrent que si  $\omega_s$  est positif dans la région ferromagnétique, il compense en partie la contraction du réseau et peut même l'annuler comme c'est le cas des alliages Fe-Ni à 36% de nickel (figure I-13 et I-12.a). En revanche, s'il est négatif, il produit l'effet contraire et on a un maximum de  $\alpha$  un peu en-dessous du point de curie, ce que l'on observe sur les alliages Fe-Ni à Ni>70% (figure I-12.a). La magnétostriction spontanée de l'Invar se calcule aussi à partir de la magnétostriction forcée en volume  $\frac{\partial\omega}{\partial H}$ . La magnétostriction forcée en volume, présente une allure linéaire en fonction du champ extérieur appliquée à l'échantillon, pour les basses températures, tandis qu'au-dessus de  $T_c$ , les variations sont quadratiques à champ faible. La variation spectaculaire de la magnétostriction forcée avec la composition des alliages fer-nickel, découverte dès 1902 par Nagaoka et Honda, présente un pic prononcé autour de la composition invar Fe<sub>64</sub>Ni<sub>36</sub>. Il n'est donc pas étonnant que l'anomalie de dilatation thermique soit étroitement corrélée à la magnétostriction forcée, puisque la contribution magnétique au coefficient de dilatation thermique,  $\alpha_M$ , est la dérivée de la magnétostriction en volume  $\omega$  par rapport à la température  $\alpha_M = \frac{\partial\omega}{\partial t}$ , tandis que la magnétostriction forcée est la dérivée de cette même quantité par rapport au champ magnétique  $\frac{\partial\omega}{\partial H}$  [21], [22].

### I.3.5. Effet Invar

De nombreuses théories ont été émises pour tenter d'expliquer les caractéristiques particulières de l'Invar, mais la découverte progressive de nouveaux composés présentant les caractéristiques d'Invar a permis d'en éliminer la plupart. Une des théories suggère que le très faible coefficient de dilatation thermique des alliages d'Invar est dû au fait qu'aux forces normales de cohésion s'ajoutent les forces interatomiques d'origine magnétiques qui compensent les précédentes. Il s'agit d'un effet de magnétostriction important en volume. Des physiciens spécialistes de l'effet Invar s'accordent à interpréter cet effet par une instabilité du moment magnétique vis-à-vis du volume, une instabilité due au fait que les électrons 3d des métaux de la série de transition comme le fer et le nickel, peuvent présenter deux états de spin différents mais d'énergie très proche. Nous avons des états dits à haut spin pour l'un et bas spin pour l'autre. Beaucoup d'atomes 3d de la série de transition ont plusieurs états de spin mais la véritable signature de l'effet Invar réside dans la très faible différence d'énergie entre les différents états de spin qui ne dépasse pas l'énergie d'agitation thermique à la température voisine de l'ambiante.

Depuis la découverte de l'effet Invar, de nombreuses hypothèses ont été formulées. Pour l'interpréter, on peut citer :

La transition structurale  $\alpha - \gamma$  : la première approche pour expliquer l'effet Invar fut structurale puisque les chercheurs ont noté que l'Invar est un alliage de structure cubique à faces centrées situé sur le diagramme de phase fer-nickel à proximité de la frontière  $\alpha - \gamma$ . Il était ainsi tentant d'attribuer les anomalies observées à cette proximité. Donc cette proximité a été longtemps considérée comme la condition nécessaire à l'existence de l'effet Invar. Malheureusement, cette approche structurale a été abandonnée car de nombreux alliages présentant les caractéristiques « Invar » sans

présenter une structure cubique à faces centrées ont été découverts par exemple dans les alliages cubiques centrés Cr-Mn, Cr-Fe et les alliages amorphes [14].

- Les modèles des électrons localisés : dans ce modèle développé par Heisenberg, les atomes portent un moment magnétique permanent et indépendant de la température. Ce modèle très simple décrivait la magnétostriction en volume comme conséquence de la variation de l'intégrale d'échange  $J$  avec la distance interatomique. Il prévoit donc qu'une forte magnétostriction positive en volume est responsable de l'effet Invar. Une difficulté soulevée par le modèle d'électrons localisés était son incapacité à prévoir, à très basse température une variation sous pression de l'aimantation de l'Invar [14].
- Le modèle Weiss a deux états  $\gamma$  : contrairement au modèle d'électrons localisés où les moments magnétiques étaient indépendants de la température. Weiss a proposé une hypothèse qui tout en retenant l'idée de moments localisés, permettait d'envisager les moments qui évolueraient en fonction de la température. Weiss suggérait la possibilité d'expliquer l'effet Invar par l'existence de deux états du fer dans la structure cubique à faces centrées, l'un à moment magnétique élevé (HS), conformément à la règle de Hund, et l'autre à bas spin (LS). Il a supposé que le fer pouvait coexister dans deux états électroniques différents, l'un défini  $\gamma_1$ , pour lesquelles les orbitales électroniques ont été remplies sans respecter la règle de Hund ce qui conduit à un faible moment magnétique (0,5 magnétons de Bohr par atome) et un faible paramètre de maille cristalline (3,54 Å), et l'autre  $\gamma_2$  qui respecte la règle de Hund et présente un fort moment magnétique (2,8 magnétons de Bohr par atome) et une maille cristalline plus grande (3,64 Å), considérant que l'état fondamental était  $\gamma_2$ , il a expliqué l'effet Invar par un peuplement progressif de l'état  $\gamma_1$  lorsque la température augmente : la dilatation thermique était alors compensée par la réduction de volume de l'alliage évoluant vers la phase de plus haute densité. Toutes ces théories basées sur le magnétisme n'ont pas été retenues [14].
- Les modèles des électrons itinérants.

Toutes ces hypothèses ont été successivement mises en échec par l'expérience, au fur et à mesure que la famille d'invar s'est élargie à de nouvelles compositions et à de nouvelles structures. Il ressort de tous les travaux de recherche effectués que les propriétés peu banales de l'Invar trouvent leur origine dans les caractéristiques même du ferromagnétisme à savoir la nature et le couplage entre les moments magnétiques et le couplage de ces moments dans le réseau cristallin. Toutefois si ces nombreuses études ont permis d'avancer dans la compréhension de l'effet Invar, celle-ci n'est pas encore complète ce qui demande des travaux ultérieurs.

### I.3.6. Autres propriétés

D'autres propriétés physiques des systèmes Invar, tels que le volume atomique, module d'élasticité, la capacité thermique, l'aimantation et la température de Curie, montrent également un comportement anormal [15]. Les différentes propriétés de cet alliage sont résumées dans le tableau ci-dessous à la température de 20°C.

Résistivité	75 – 85 $\mu\Omega cm$
Module de Young	140 – 150 $GPa$
Module de cisaillement	57 $GPa$
Dureté brinell	160
Allongement à la rupture	< 45%
Résilience	140 – 150 $J/cm^2$
Coefficient de poisson	0.22807 ( $= E/2G - 1$ )
Limite à la rupture	450 – 590 $MPa$
Densité	8.125
Coefficient de dilatation linéaire (20-90°C)	1,2 – 2,0 $\times 10^{-6} K^{-1}$
Conductivité thermique (à 23 °C)	13 $Wm^{-1}K^{-1}$
Capacité thermique massique	510 $JKg^{-1}K^{-1}$

Tableau I-4 : Propriétés de l'alliage d'Invar

# Chapitre II Matériaux et techniques expérimentales

## II.1. Introduction

Ce chapitre regroupe la description des différents matériaux et techniques expérimentales que nous avons utilisées tout au long de notre travail. Les matériaux utilisés sont une poudre et une tige d'Invar 36, une plaque de ST37, les différents échantillons d'Invars fabriqués par laser beam melting (état brut de fabrication) et traités thermiquement, enfin les échantillons en état brut de livraison fournis par la société Goodfellow. En fait, il est recommandé de choisir pour le procédé de SLM une plaque et poudre de même matériau pour éviter les problèmes de dilatation et de contraintes résiduelles. Pour des raisons économiques dues au fait que la plaque d'Invar coûte assez cher, la plaque d'acier a été pour nous un choix approprié. Nous avons ainsi réalisé des tests de dilatométrie sur cette plaque d'acier et sur la tige d'Invar pour pouvoir observer, comparer leur coefficient de dilatation thermique, et déterminer par exemple à quelle température nous devrions chauffer la plaque de ST37 pour que son coefficient de dilatation thermique se rapproche de celle de l'Invar. Ensuite, nous avons effectué une analyse morphologique, granulométrique et microstructurale non seulement de la poudre utilisée mais aussi des différents échantillons obtenus par SLM, traités thermiquement et en état brut de livraison. Enfin, nous avons réalisé les tests de dureté et dilatométrie sur les différents échantillons d'Invar.

## II.2. Matériaux utilisés

### II.2.1. Poudre et tige d'Invar

Le matériau de base utilisé dans notre étude est de l'Invar 36 fourni par Erasteel et stocké sous argon, dans des lots de 30 kg. La répartition granulométrique de la poudre fournie varie de 10-63  $\mu\text{m}$ . La composition chimique de la poudre d'Invar fournie est résumée dans le tableau suivant :

Eléments	Ni	Fe	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	Co
Min	35	reste								
Max	38		0.10	0.06	0.025	0.025	0.035	0.50	0.50	1.0

Tableau II-1 : composition chimique de la poudre d'Invar

La tige d'Invar est fournie par la société Goodfellow. La composition chimique est la suivante :

Eléments	Ni	Mn+Si+C	Fe
	36%	<1%,	Reste

Tableau II-2: composition chimique de la tige d'Invar

### II.2.1. Plaque de ST37

La plaque de base utilisée dans notre procédé est une plaque de ST37, un acier de construction non allié dont la composition chimique est donnée au tableau II.2

Eléments	% maxi
<b>C</b> carbone	0.17
<b>Mn</b> manganèse	1.40
<b>P</b> phosphore	0.045
<b>S</b> soufre	0.045
<b>N</b> azote	0.009
<b>Fe</b> fer	Le reste

Tableau II-3 : composition chimique de la plaque ST37

### II.3. Technique de caractérisation

La révélation, la visualisation et la caractérisation de détails (microstructure, porosité, précipités, phases, morphologie, microrelief) des échantillons fabriqués par sélective laser melting, de la tige et poudre d'Invar ont été effectuées par microscopie optique et électronique à balayage. Cela nécessite dans la grande majorité des cas une préparation spécifique. Nous reprenons dans cette section les différentes méthodes de préparation des échantillons et de fonctionnement des équipements utilisés.

#### II.3.1. Préparation des échantillons

Il existe de nombreuses techniques de préparation d'échantillons. Le choix de la procédure la mieux adaptée va dépendre de deux critères principaux.

1. La nature de l'échantillon
2. Le type d'information recherchée

La préparation des échantillons débute par l'étape d'enrobage. L'enrobage consiste à immerger l'échantillon dans une résine liquide que l'on durcit par polymérisation. Après l'enrobage, la surface de l'échantillon n'est pas adaptée pour la caractérisation au MEB par Imagerie ou Analyse EDS. Il est donc nécessaire de préparer métallographiquement la surface, pour atteindre si possible un état de surface de l'échantillon avec :

- La meilleure planéité possible afin de révéler la microstructure
- Une surface représentative de l'état chimique et mécanique de l'échantillon

Une méthode de préparation est une série d'étapes durant lesquelles de la matière est enlevée mécaniquement de la surface de l'échantillon, à l'aide d'abrasifs de plus en plus fins. La méthode de préparation métallographique de la surface adoptée est le polissage mécanique. Elle est divisée entre deux opérations : le pré-polissage et le polissage.

1. Le pré-polissage est un enlèvement de matière en utilisant des particules abrasives fixes qui produisent des copeaux du matériau de l'échantillon. L'objectif est d'obtenir une

surface plane avec un minimum de dommages pouvant être éliminés facilement et le plus rapidement possible lors du polissage.

2. Le Polissage comprend les dernières étapes du processus de préparation. Tout comme le pré-polissage, le polissage doit éliminer les dommages introduits aux étapes précédentes. Il est accompli par étapes successives à l'aide de particules abrasives de plus en plus fines.

Deux échantillons ont été ainsi préparés pour l'observation au MEB :

1. Un premier échantillon : la poudre a été mélangée avec une résine conductrice thermodurcissable contenant des charges de carbones et l'échantillon est poli avec des papiers abrasifs. Cet échantillon nous permettra d'observer la taille, la distribution et morphologie des pores et aussi de contrôler l'homogénéité chimique des grains de poudre.
2. Un deuxième échantillon : la poudre est déposée libre sur un support adhésif double face ensuite soufflée à l'air comprimé afin de retirer les particules mal fixées. Cet échantillon est utilisé pour observer la taille, la distribution et morphologie des grains de poudre

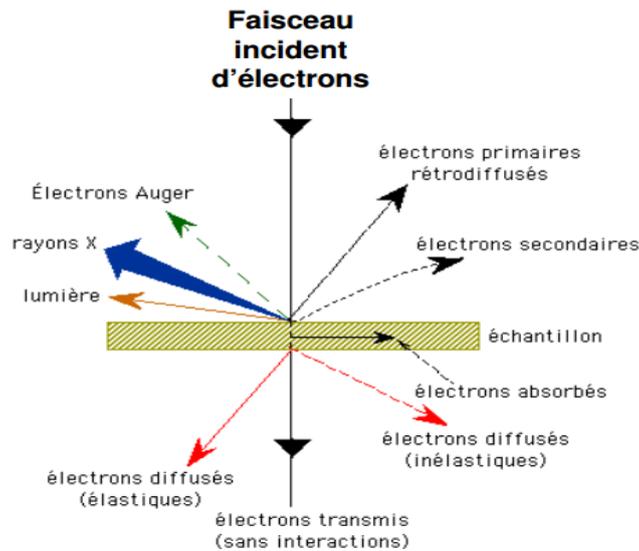
### II.3.2. Observation de la microstructure

Afin de révéler, la taille, la distribution des phases, la morphologie et l'analyse chimique des grains de poudre, de la tige d'Invar et des échantillons fabriqués, un microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé.

La microscopie électronique à balayage est une technique puissante d'observation capable de produire les images à haute résolution de la surface de l'échantillon. Le microscope électronique à balayage nous permet d'obtenir des images de surfaces à très haute résolution de pratiquement tous les matériaux solides. Le MEB conventionnel fonctionne dans un vide ordinaire ( $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  mbar); les échantillons à analyser peuvent être massifs, de dimension allant de quelques  $1\mu\text{m}$  (particules) à une dizaine de cm de diamètre, voire plus. Ils doivent supporter le vide sans le polluer et être conducteurs. Equipé de détecteurs appropriés, le MEB permet de faire entre autres de la microanalyse X, analyse élémentaire locale

Principe de fonctionnement : En microscopie électronique à balayage, un faisceau d'électrons incident de quelques dizaines de kilovolts bombarde la surface de l'échantillon qui réémet ensuite tout un spectre de particules et de rayonnement :

1. Électrons secondaires(SE) : qui nous permettent d'avoir une vue en relief de la surface de l'échantillon. On obtient une image dont le contraste est lié à la topographie
2. Électrons rétrodiffusés (BSE) : la détection de ces électrons nous fournit une image dont le contraste est lié à la composition chimique de l'échantillon. Elle permet une analyse qualitative de l'homogénéité chimique d'un échantillon
3. Émission de photons X qui sont utilisés en microanalyse. Ils permettent de faire une analyse quantitative locale de la composition chimique de l'échantillon.



**Figure II-1:** Schéma des interactions faisceau d'électrons – matière

La détection de ces différentes particules ou rayonnement permet d'obtenir une image de la surface de l'échantillon. Le détecteur de base du MEB récupère un mélange en proportion variable d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés, proportion dépendant de l'énergie primaire, de la distance échantillon-objectif, de l'angle d'incidence du faisceau primaire, du matériau observé. D'autres détecteurs permettent de discriminer les électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés.

### II.3.3. Observation de la porosité

L'estimation du taux de porosité, de la forme et de la distribution des pores à la surface de l'échantillon a été effectuée grâce à un microscope optique Olympus. L'utilisation d'un microscope optique nous donne une image agrandie de la surface des échantillons avec des grossissements de 25 à 2000 X et nous permet de révéler tous les détails. Il est équipé d'un dispositif d'acquisition d'images relié à un micro-ordinateur permettant l'analyse des images. Le logiciel Stream OLYMPUS est ainsi utilisé pour le contrôle de la caméra, de la platine et du logiciel de traitement d'image.



Figure II-2 : microscope optique

Les différentes étapes à suivre pour l'acquisition d'images au moyen de la platine motorisée sont :

1. Calibrer la platine motorisée suivant les axes X/Y et Z
2. Acquérir une vue d'ensemble au moyen du navigateur de platine
3. Acquérir une simple photo d'une zone de l'échantillon avec contrôle de la caméra
4. Acquérir une image reconstituée (MIA) d'une zone étendue de l'échantillon au moyen du gestionnaire de traitement

#### II.3.4. Caractérisation thermo physique

La dilatométrie est l'étude des variations dimensionnelles d'un matériau solide en fonction de la température et du temps. Les mesures obtenues permettent de déterminer les changements de phase se produisant lors de la chauffe et du refroidissement ainsi que le coefficient de dilatation des phases détectées. Nous avons ainsi deux situations :

- Si aucune transformation ne se produit dans le métal quand la température varie, l'augmentation de la longueur de l'éprouvette est régulière.
- Si une transformation se produit à une certaine température, il en résulte un changement de dimensions ainsi qu'une variation du coefficient de dilatation thermique et une anomalie apparaît sur la courbe

La variation de longueur se détermine selon la norme DIN 51045. Les essais ont été réalisés d'une part sur des températures variant de 25 à 1410°C avec des vitesses de chauffage de 3,0(K/min) pendant la chauffe, d'autre part sur des températures variant de 1410 à 25°C avec des vitesses de refroidissement de 3,0(K/min) pendant le refroidissement

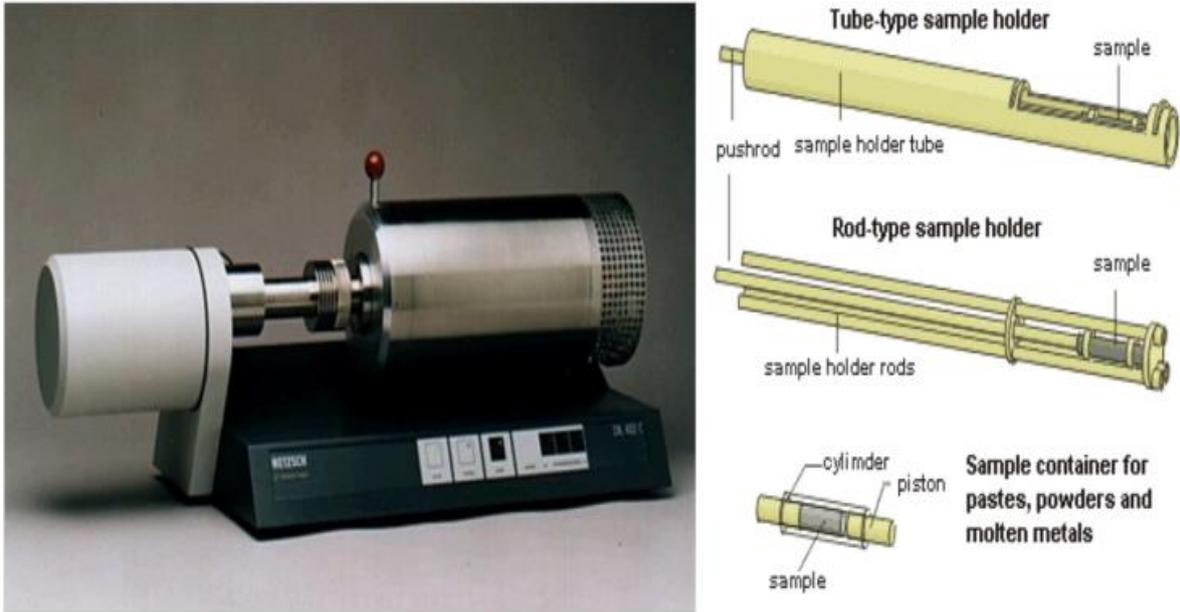


Figure II-3 : dilatomètre 402C de la société Netzsch

### II.3.5. Dureté Vickers

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon. La mesure de dureté a été réalisée grâce à un microduromètre de marque Presi. Des filiations de dureté en ligne et en croix, sous une charge de 10kg, ont été réalisées sur les différents échantillons (barreau extrudé et fabriqué par LBM) dans les différents états (brut, traité thermiquement).

Le principe de l'essai :

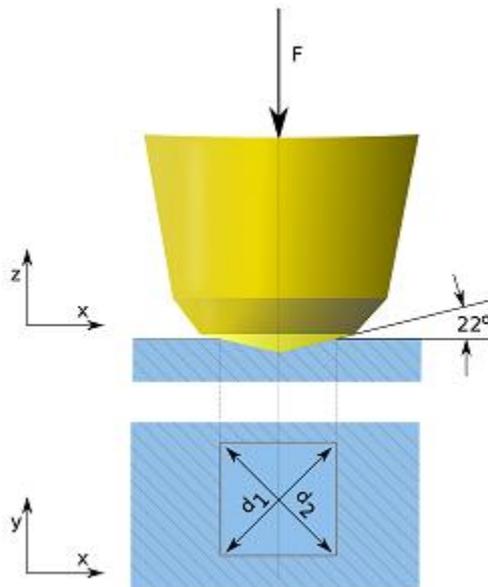


Figure II-4 : principe de mesure de la dureté [23]

La mesure se fait durant 15 secondes avec un indenteur pyramidale normalisée en diamant de base carrée dont les faces opposées font un angle de  $136^\circ$ . La marque ou empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur  $d$  en effectuant la moyenne de  $d_1$  et  $d_2$ . C'est  $d$  qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées. La dureté se calcule alors par la formule suivante :

$$HV = \frac{2F * \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g * d^2} \approx 0,189 \frac{F}{d^2};$$

HV : dureté Vickers, F : force appliqué [N], d : moyenne diagonal de l'empreinte [mm], g : accélération terrestre [ $m/s^2$ ]

## Chapitre III : Expérimentation

### III.1. Choix des paramètres

La définition des paramètres à utiliser est une étape importante de la fabrication des échantillons. La machine utilisée dans notre étude est la SLM 250<sup>HL</sup> de la société MTT Technologies Group qui est la machine de SLM la plus rapide disponible à ce jour.



Figure III-1 : SLM 250<sup>HL</sup>

Les caractéristiques de la SLM 250<sup>HL</sup> sont :

- Volume de la chambre de construction : 250x250x215mm<sup>3</sup> - Z jusqu'à 350mm (selon le processus)
- Résolution : 0,1 jusqu'à 0,4 mm (selon le laser)
- Productivité : 2 à 70 cm<sup>3</sup> / h (en fonction du procédé, de la matière et de la masse)
- La température de préchauffage de la plate-forme : 20 jusqu'à 300 ° C (en fonction du procédé)
- Puissance du laser comprise entre 200 et 400W
- La taille standard du spot laser est de 50 microns (<60 microns) de diamètre à la surface de la poudre
- Épaisseur de couche : 20 à 100 µm
- Densité : 98,8% jusqu'à 99,9%
- Vitesse de numérisation jusqu'à 25m / sec.
- Taille des grains de poudre 10–45 µm
- Ra = 5 à 10 µm
- Précision : +/- 30 à 70 µm

- L'atmosphère protectrice utilisée ici pour éviter les risques d'oxydation est l'argon. Le niveau d'oxygène est maintenu autour de 2%. Après une analyse des différents gaz utilisés pendant le processus de SLM, l'argon apparaît comme le gaz le plus utilisé pour la fabrication des échantillons d'Invar par SLM. L'utilisation de l'argon nous permet d'obtenir à la fois une densité relative et une qualité de surface plus élevée des pièces fabriquées en SLM.

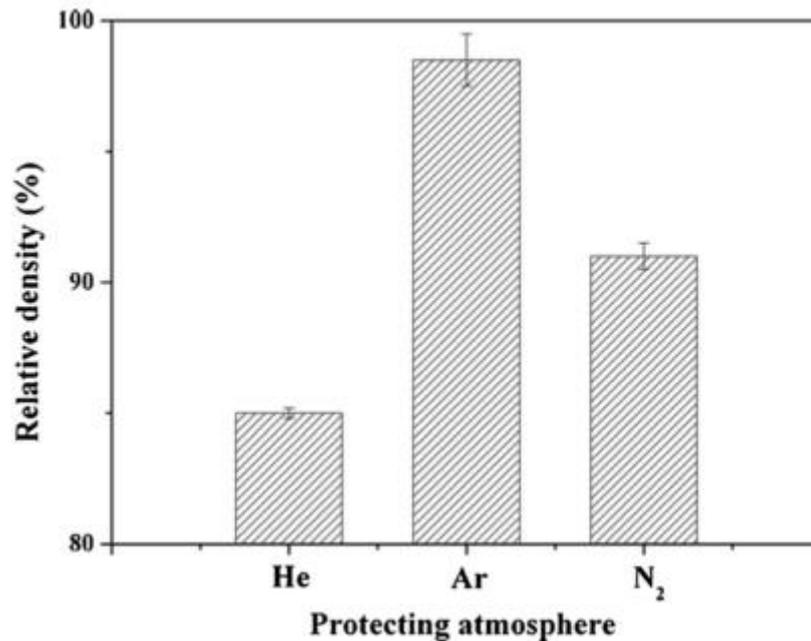


Figure III-2: densité relative des pièces obtenues en fonction du type d'atmosphère protectrice utilisée [24].

Rappelons toutefois que la plate-forme de construction utilisée ici est la plaque de **ST37**.

Le choix du traitement thermique adéquat est une partie importante de notre travail. Le choix du traitement thermique à adopter est très important car il influence la qualité et les propriétés des pièces obtenues. Ce choix dépend par exemple de la composition chimique de notre poudre de base, des propriétés que l'on souhaite obtenir, du type d'application dans lequel les pièces seront utilisées. De nombreux documents nous ont permis d'avoir une idée des différents traitements thermiques utilisés pour les Invars et des atmosphères protectrices qui y sont utilisées. Nous avons ainsi pu résumer les informations relatives aux différentes étapes du traitement thermique. Nous avons :

1. Recuit : Le but du recuit est de transformer le fer  $\alpha$  en fer  $\gamma$ , car l'effet Invar est lié à la présence de la phase  $\gamma$  et cet effet augmente avec la quantité de fer  $\gamma$ . Alors que le recuit tend à augmenter le coefficient de dilatation, la trempe a juste l'effet contraire. La trempe des échantillons à partir d'une température de recuit de 800°C nous permet donc d'obtenir les valeurs du coefficient de dilatation thermique les plus faibles [25]. Les alliages d'Invar doivent être recuits dans une atmosphère réductrice car ils sont sensibles à une attaque inter-cristalline au cours du recuit. Il faut une atmosphère qui contient une forte proportion d'un gaz neutre tel que l'azote, argon et un faible pourcentage de gaz réducteurs [26].

2. Revenu : Le but du revenu est d'éliminer partiellement les contraintes de la trempe. La forme et la taille de la pièce deviennent stables. Ainsi pour réduire les contraintes résiduelles, un revenu entre 315 et 425°C est conseillé.
3. Vieillissement : Cette dernière étape est nécessaire pour obtenir une stabilité dimensionnelle élevée des échantillons fabriqués. Le but du vieillissement est de résoudre les problèmes d'instabilité dimensionnelle et de réduire les contraintes résiduelles. Elle n'a pratiquement aucun effet sur le coefficient de dilatation thermique. Une étude réalisée sur l'effet du vieillissement sur l'instabilité dimensionnelle des alliages Invar nous permet de déduire que, lorsque la température de vieillissement est comprise entre 200°C et 500°C, la structure de l'alliage Invar est en phase austénite  $\gamma$ -Fe et la contrainte résiduelle de l'alliage Invar a diminué de manière significative avec l'augmentation de la température de vieillissement. Les coefficients de dilatation thermique (CTE) de l'alliage Invar restent inchangés avec l'augmentation de la température de vieillissement lorsque celle-ci est inférieure à 400°C. Cependant, le CTE de l'alliage Invar a augmenté de manière significative avec l'augmentation de la température de vieillissement lorsque celle-ci est supérieure à 400°C. Après vieillissement à 500°C, le CTE moyenne des alliages a augmenté de 100% et l'instabilité dimensionnelle de l'alliage Invar est mauvaise [27].

Nous avons réalisé par la suite une analyse comparative des différents traitements utilisés dans le tableau III-1.

Référence	Etat et but	Conditions de recuit	Résultats obtenus
[26]	But : caractérisation mécanique des feuilles d'invar État initial : feuille d'invar laminé à froid de 0,127 mm d'épaisseur	++GN : N et --Gr	1. Structure austénitique 2. YSL=575 MPA et YST=558 MPA 3. UTL=608 MPA et UTT=571,1 MPA 4. UTT < de à 3% UTL / YST < de 6% à YTL
[28]	Etat initial : plaque d'invar laminé à froid But : influence du traitement de recuit sur la microstructure et les propriétés mécaniques	$T_R = 900, 950 \text{ et } 1000^\circ\text{C}$ $t_R = 3, 4, 5 \text{ et } 6 \text{ min}$	1. GA ↑ (accompagné d'1 <sup>e</sup> petit quantité de macle) et P&T ↑ avec ↑ $T_R$ & $t_R$ / 2. Structure $\gamma$ après RR et $\alpha+\gamma$ après RL Choix approprié : $950^\circ\text{C}$ et 4 min
[29]	But : comportement élastique des alliages d'invar à température élevée État initial : feuille d'invar laminé à froid de 0,13 mm d'épaisseur	$T_R = 790, 800, 810, 850^\circ\text{C}$ $t_R = 2.5\text{h}$ H&N	1. YS ↓ 55% et UTS ↓ 30% (20 à $180^\circ\text{C}$ ) 2. YS : 120-30MPA et UTS : 300-320MPA ( $180^\circ\text{C} \rightarrow$ ) pour même $T_R$ (790-850 $^\circ\text{C}$ ) et $T_C$ 3. ME n'est pas sensible à la $T_R$ et $T_C$ et varie entre $1,41-1,5 \cdot 10^{-6}$ MPA pour 790-850 $^\circ\text{C}$
[30]	But : effet de la température de recuit sur les propriétés mécaniques de l'invar	$T_R$ varie de $900 \text{ à } 1200^\circ\text{C}$ (+100 $^\circ\text{C}$ ) sous vide et $\text{H}_2$	1. T.G.R ↑ avec $T_R$ ↑ / dureté constant quelque soit $T_R$
[31]	Etat initial : Tige d'invar de diamètre 0,250 et 0,375 inch dans l'état étiré à froid.	N, H ou Ar et trempe à $830^\circ\text{C}$	
[32]	But : Effet du traitement thermique sur CTE Etat initial : coquille d'invar de 780 $\mu\text{m}$ de diamètres		1. CTE(AVR)=5,9075 ppm/ $^\circ\text{C}$ APR à $620^\circ\text{C}$ CTE=2,09 ppm/ $^\circ\text{C}$

Tableau III-1: comparatif des différents traitements thermiques.

Légende : GN : gaz neutre ; GR : gaz réducteur ;  $T_R$  : température de recuit ;  $t_R$  : temps de recuits,  $T_C$  : température de chauffage  
T.G.R taille des grains recuit ; GA : grains austénitiques ; P : plasticité ; T : ténacité ; RR : refroidissement rapide ; RL : refroidissement lent  
↓ : diminue ; ↑ : croit ; AVR : avant recuit ; APR : après recuit ; < : inférieur ; ME : module d'élasticité ; ++ : très grande ; -- : très faible.

Des exemples de traitements thermiques proposés pour les Invars sont :

Traitement 1 :

- Recuit à 830°C (1525°F) pendant 30 minutes et trempe à l'eau
- réchauffe à 300°C (570°F) pendant 1 heure et trempe à l'eau.
- enfin réchauffe à 100°C (212°F) pendant 48 heures et refroidissement à l'air (alloy web site) [33].

Traitement 2 :

- Chauffe à 815°C, ensuite maintien pendant 30 minutes et on le trempe à l'eau
- Réchauffe à 315°C pendant une heure suivi d'un refroidissement à l'air
- Réchauffe à 93°C pendant 48 heures (Cartech web site) [33].

Traitement 3 :

- Chauffe à 830°C, ensuite on le maintien pendant 3 minutes et on le trempe à l'eau
- Réchauffe à 300°C pendant une heure suivi d'un refroidissement à l'air
- Réchauffe à 100°C, maintien pendant 30 minutes, refroidissement au four pendant 48 heures à la température ambiante (Pernifer 36 data sheet) [33].

Traitement 4 : la plupart des recuits ont lieu entre 850-900°C, suivis d'un refroidissement lent. Pour obtenir une haute stabilité dimensionnelle avec un coefficient de dilatation minimum, nous avons :

- Recuit à 830°C (1525°F) pendant 30 minutes et trempe à l'eau
- réchauffe à 300°C (570°F) pendant 1 heure et un refroidissement à l'air.
- enfin réchauffe à 100°C (212°F) pendant 48 heures et refroidissement à l'air (Nilo 36 data sheet) [33].

Traitement 5 :

- Recuit à 830°C (1525°F) pendant 30 minutes et trempe à l'eau
- réchauffe à 315°C (570°F) pendant 1 heure et refroidissement à l'air.
- enfin réchauffe à 96°C (212°F) pendant 48 heures et refroidissement à l'air (Email from Les Harmer Consultant to Ed Fagan Inc) [33].

Nous avons choisi pour notre travail le traitement thermique de base utilisé sur les Invars, recommandé par Lement, Averbach et Cohen qui nous permettrait de réaliser une combinaison optimale entre le coefficient de dilatation minimum et une stabilité dimensionnelle élevée. Notre but est principalement pour nous de comprendre l'effet de chaque étape du traitement thermique sur nos échantillons :

- Le recuit à 830°C pendant 30 minutes suivi d'une trempe à l'eau
- Un revenu à 315°C pendant 1 heure suivi d'un refroidissement à l'air
- Vieillessement à 95°C pendant 48 heures [34] [35].

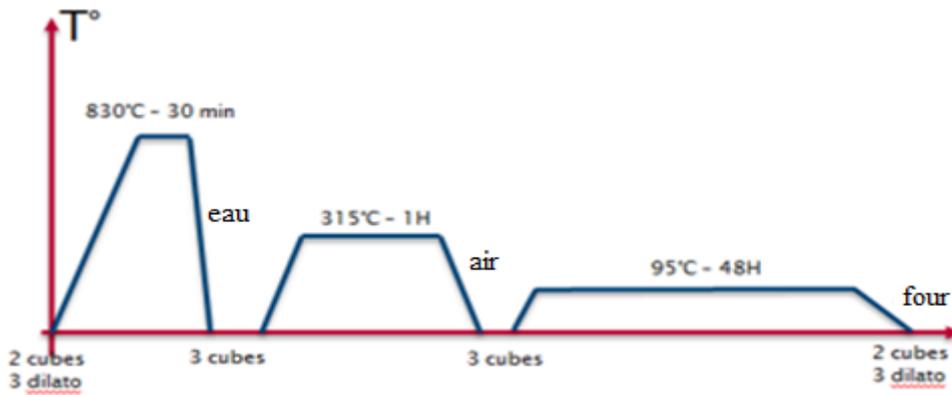


Figure III-3: Illustration du traitement thermique

Afin de révéler la microstructure, les grains et leur orientation dans des échantillons fabriqués, différentes solutions d'attaque chimique ont été utilisées. Nous avons ainsi recensé les différentes solutions utilisées pour révéler la microstructure des échantillons. Nous avons ainsi:

1. Une solution contenant 40%  $HCl$ , 25%  $HNO_3$  et 35%  $H_2O$  [36].
2. Une solution de 4g  $CuSo_4$ , 20 ml  $HCL$ , 12ml  $H_2So_4$  et 25 ml  $H_2O$  [28]
3. Une solution de 5g  $CuSo_4$ , 20 ml  $HCL$ , 15 ml  $H_2So_4$  et 25 ml  $H_2O$  [37]

Notre choix s'est porté sur la solution qui a été utilisée sur les échantillons fabriqués par laser beam melting avec des matériaux ayant une composition chimique proche de la nôtre. Pour cette raison, nous avons choisi la solution 1 pour révéler et caractériser en détails.

Avant de lancer la fabrication des échantillons, nous avons d'abord commencé par effectuer un nettoyage complet de la machine à l'aide de chiffon imbibé d'isopropanol. Tous les échantillons ont été fabriqués sous atmosphère protectrice d'argon pour minimiser l'oxydation pendant le processus. Les paramètres définis pour le premier job sont :

Paramètre	
puissance laser	P=400 W
vitesse laser	V=2067 mm/s
Hatch space	HS=0,075 mm
VED	86 j/mm <sup>3</sup>

Tableau III-2 : Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup> (1er job)



Figure III-4 : position des pièces sur la plaque (1er job)

opérateur	heure	couche	causes	actions
Démarrage initial	15H07	1	$T_{amb}=100$	
Arrêt	15H49	138	$T_{amb}=180^{\circ}\text{C}$ : <b>manque de poudre.</b>	arrêt manuel, réintroduction de la poudre et redémarrage e tout urgence
Redémarrage	15H59	138	$T_{amb}=158^{\circ}\text{C}$	
Arrêt brusque	16H07	154	Décrochage du bloc avant droit	
Redémarrage	16H15		$T_{amb}=100$ et $V=100$ l/min	
arrêt	16H18	161		Arrêt avant la fin

Tableau III-3 : intervention machine (1<sup>er</sup> job)

Notons que le problème de manque de poudre dans le conteneur est un problème récurrent dans le procédé de fabrication des pièces en SLM ce qui nous a souvent obligé d'arrêter manuellement la machine afin de rajouter rapidement la poudre dans le rack. Ce problème nous oblige souvent d'exposer la pièce à l'air si on a oublié de laisser un peu de poudre à l'intérieur de la chambre de construction pour pallier au manque de poudre.



Figure III-5: Pièces obtenues après le 1<sup>er</sup> job

Les paramètres choisis se sont avérés mauvais pour notre premier job. En effet, nous n'avons pas pu terminer la fabrication de nos échantillons, forcé d'arrêter le procédé à la 161<sup>ème</sup> couche à cause du décollement du support. De plus, les pièces obtenues étaient de mauvaise qualité comme le montre la figure III-5. Le décollement des échantillons de la plaque peut s'expliquer d'une part le fait que nous utilisons une plaque de ST37 qui est un alliage différent de la poudre de base (Invar) utilisée dans notre étude, d'autre part par les paramètres de fabrication que nous avons choisis qui étaient trop énergétiques. En effet, en observant la figure III-5, on constate que les premiers millimètres de la pièce sont moins bons que les autres. Pour pallier à ce problème, nous avons décidé par la suite de réduire la vitesse durant l'élaboration du support et de l'augmenter au fur et à mesure après l'élaboration du support.

Pour notre deuxième job, nous avons donc décidé de choisir des paramètres moins énergétiques. Pour cela, nous avons réduit la puissance laser, fait varier la vitesse de balayage laser et enfin, nous avons augmenté le hatch space. Nous avons choisi les paramètres suivants:

Paramètre	1	2	3
puissance laser	P=175 W	P=175 W	P=175 W
vitesse laser	V=992 mm/s	V=756 mm/s	V=579 mm/s
Hatch space	HS=0,12 mm	HS=0,12 mm	HS=0,12 mm
Epaisseur de couche	e=30µm	e=30µm	e=30µm
Focus offset	2,000 mm	2,000 mm	2,000 mm
Point distance	1 µm	1 µm	1 µm
Point exposure time	1 µs	1 µs	1 µs

Tableau III-4: Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup> (2<sup>ème</sup> job)

En observant le tableau III-4, on constate que la seule variable qui varie pour le job 2 est la vitesse laser.

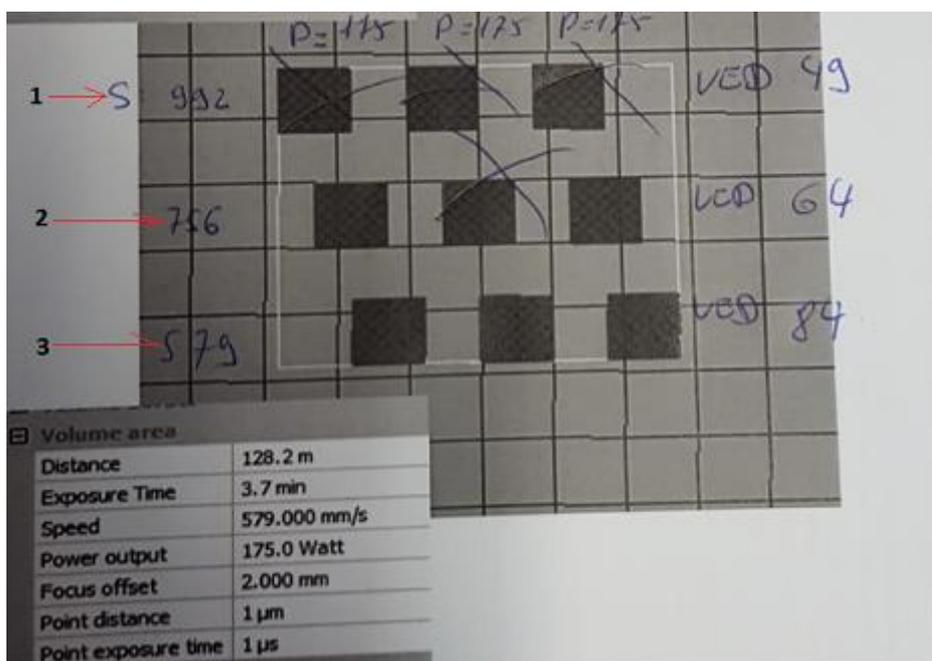


Figure III-6 : position des pièces sur la plaque (2<sup>ème</sup> job)

opérateur	heure	couche	causes	actions
Démarrage initial	18H	1	$T_{amb}=100^{\circ}\text{C}$	
		67	$V=300 \rightarrow 80$	Réduction de la vitesse
		71		Recharge de la poudre
		167	Plus de poudre	Arrêt job

Tableau III-5 : intervention machine (2<sup>ème</sup> job)

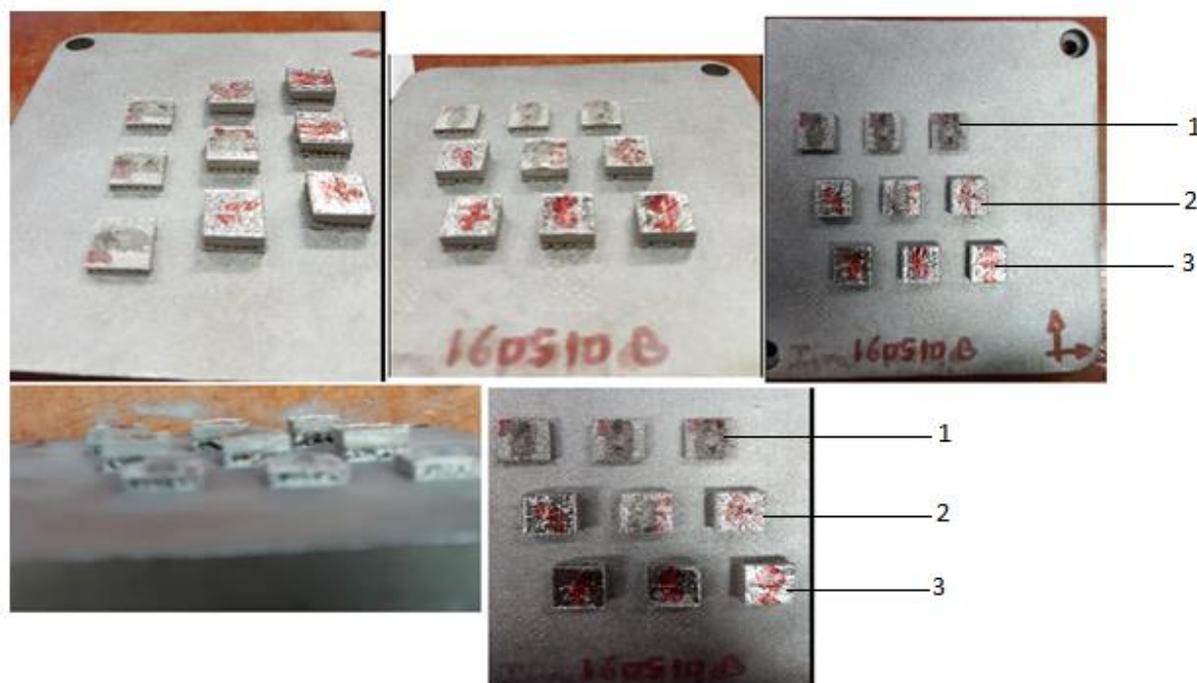


Figure III-7 : Pièces obtenues après le 2<sup>ème</sup> job

En observant le tableau III-5, vous pourrez constater que nous avons dû arrêter ce job à la 167<sup>ème</sup> couche dû à un manque de poudre ou une quantité insuffisante de poudre dans le conteneur. Nous constatons que la réduction de la puissance laser et la vitesse de balayage s'est avéré une bonne solution car nous avons obtenu des pièces de meilleure qualité (figure III-7). En observant la figure III-7, nous constatons que tous les échantillons de la ligne 1 et l'échantillon du milieu de la ligne 2 étaient de bien moins bonne qualité que les autres. Nous pouvons observer la présence des tâches foncées sur tous les échantillons de ligne 1, ces tâches représentent les porosités. Nous remarquons que les échantillons de ligne 1 sont fort attaqués par rapport à celle de la ligne 2, eux-mêmes plus attaqués que celle de la ligne 3. Les croix que nous observons sur la figure III-6, représentent les échantillons de mauvaise qualité. La vitesse de balayage du laser a donc une grande influence sur la structure superficielle car comme le montre la figure III-7, nous avons choisi des vitesses différentes pour chaque ligne et nous constatons que la qualité des pièces obtenues varie en fonction de la vitesse. Nous déduisons ainsi que plus on réduit la vitesse, meilleure est la qualité des pièces obtenues. Donc pour notre dernier job, nous avons donc choisi comme vitesse de balayage de 579 mm celle correspondant à la ligne 3 de la figure III-6 qui est celle avec laquelle on obtient les échantillons de meilleure qualité.

Les paramètres du 3<sup>ème</sup> job ont été déduits à partir du job deux, nous avons ainsi :

Paramètre	3
puissance laser	P=175 W
vitesse laser	V=579 mm/s
Hatch space	HS=0,12 mm
Epaisseur de couche	e=30µm
Focus offset	2,000 mm
Point distance	1 µm
Point exposure time	1 µs

Tableau III-6 : Fiche suivi SLM 250<sup>HL</sup>(3<sup>ième</sup> job)

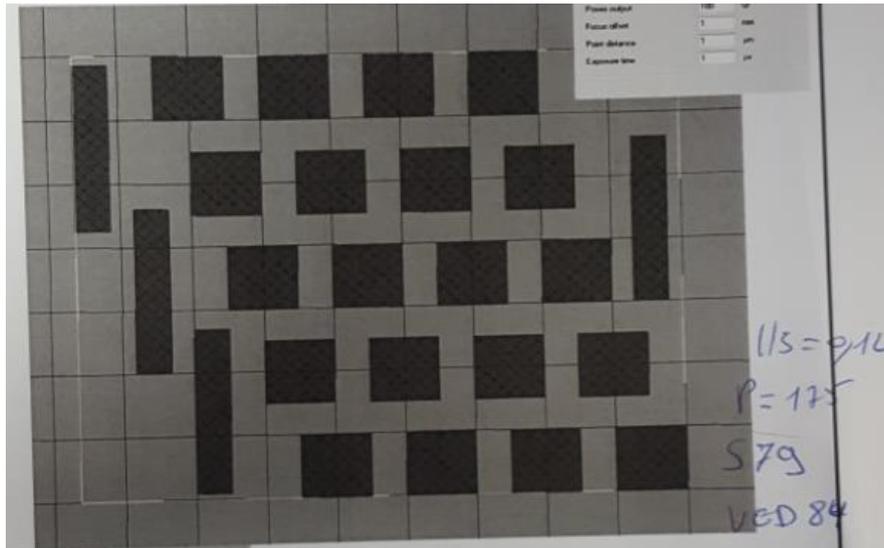


Figure III-8: position des pièces sur la plaque (3<sup>ième</sup> job)

opérateur	heure	couche	causes	actions
Démarrage initial	11H 00	1	$T_{amb}=100^{\circ}\text{C}$ et $V=80$ mm/s	
		71	Fin de l'élaboration du support $V=80$ à $300$ mm/s	Recharge de la poudre
	12H 30	80	$T= 100^{\circ}\text{C}$	

Tableau III-7 : intervention machine (3<sup>ème</sup> job)

Durant le procédé de fabrication, nous avons fait varier la vitesse lentement et de façon progressive



Figure III-9: Pièces obtenues après le 3<sup>ème</sup> job

En observant la figure III-9, on constate que les pièces obtenues sont de meilleure qualité que les précédentes. Néanmoins, nous observons la présence de porosité sur certains échantillons de la ligne 1, un niveau de porosité inférieur par rapport à celui sur les échantillons obtenus lors du 2<sup>ème</sup> job. Une partie des pièces obtenues a été conservée telle quelle et une autre partie des pièces a subi les différentes étapes du traitement thermique. Nous les avons référencées comme ci-dessous :

Code des échantillons	Etat des échantillons
	Brut de fabrication
ADD546	830°C-30min
ADD547	830°C-30min et 315°C-1h
ADD549	830°C-30min et 315°C-1h et 95°C-48h

Tableau III-8: Code des échantillons fabriqués par SLM en fonction des différentes étapes du traitement thermique



Figure III-10 : état des échantillons fabriqués par laser beam melting et extrudés avant et après traitement thermique

## Chapitre IV : Résultats

### IV.1. Caractérisation de la poudre

Cette section reprend les différents résultats obtenus lors de l'observation de la poudre au microscope électronique à balayage. Nous avons ainsi la microstructure, la granulométrie et une cartographie chimique (élémentaire) des échantillons de poudre.

#### IV.1.1. Observation de la microstructure

L'observation des échantillons de poudres polies au MEB, nous donne les images suivantes :

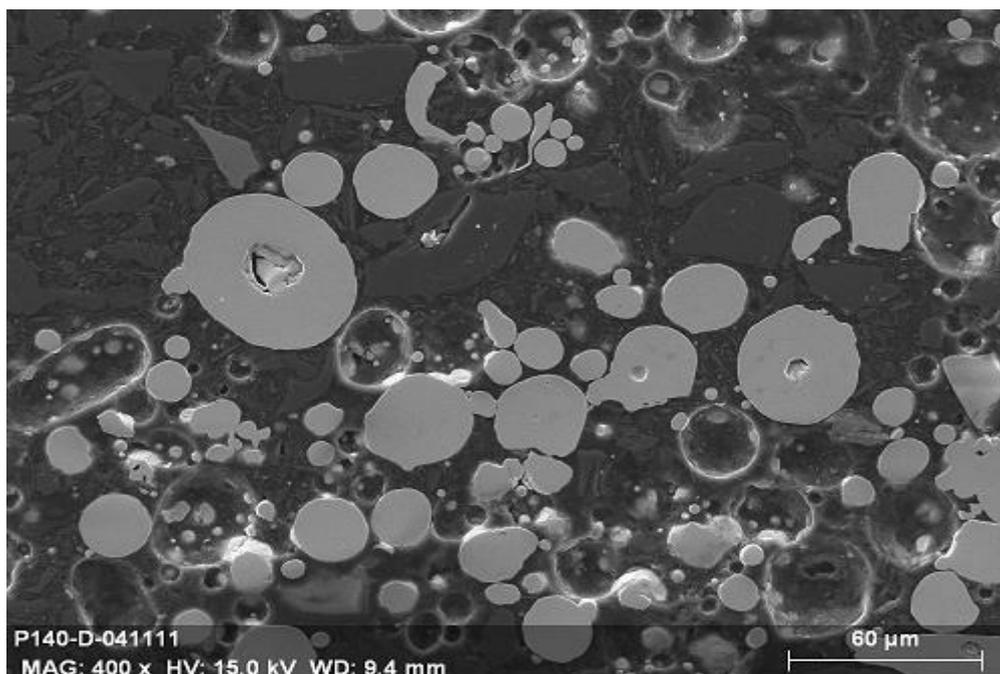


Figure IV-1 : Image des particules de poudres polies obtenues par MEB.

Grâce au détecteur d'élection secondaire (SE) installé sur le MEB, nous avons pu obtenir des images de la topographie de surface des échantillons (1<sup>er</sup> échantillon), avec une résolution de quelques dizaines de nanomètres. En observant la figure IV-1, nous observons la présence d'une quantité de grains poreux présents dans la poudre d'Invar. Les grains de poudre polis nous révèlent la présence de pores de formes irrégulières d'environ 15  $\mu\text{m}$ .

#### IV.1.2. Observation de la granulométrie

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) du 2<sup>ème</sup> échantillon nous permet de révéler la morphologie des particules de poudre. La figure IV-2 nous montre que les particules de poudre sont de forme et taille aléatoires, de l'ordre du micromètre. Toutefois, on peut remarquer qu'ils ont pour la plupart une morphologie quasi-sphérique. Nous constatons que les grains de poudre présentent en plus une forme lisse et arrondie sans angles ou arrêtes vifs.

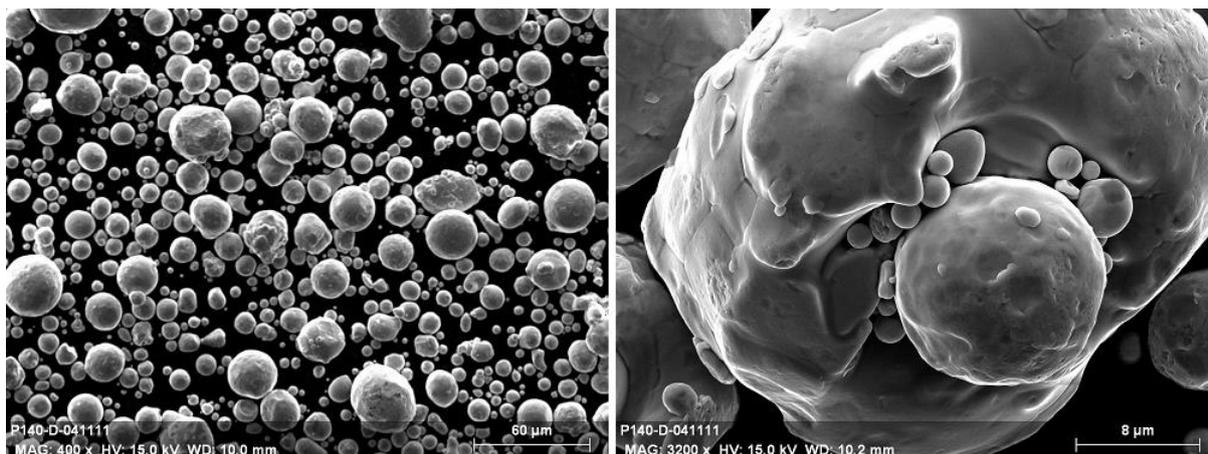


Figure IV-2 : Image des particules de poudres obtenues par MEB avec un agrandissement de 400 x à gauche et 3200x à droite.

Grâce à la figure IV-2, nous pouvons constater que la poudre est constituée d'un assemblage de particules de taille et forme différentes formant des agglomérats. Elle nous montre clairement la présence de grains avec de petits satellites attachés. On constate aussi que certains grains de poudre ont une taille inférieure à 10  $\mu\text{m}$  ce qui est bien hors de la répartition granulométrique annoncée par la société Erasteel.

#### IV.1.3. La cartographie et microanalyse des poudres

Une cartographie aux rayons X de la surface des poudres, nous permet d'avoir une idée réelle de la composition chimique élémentaire de la poudre d'Invar. En effet, nous constatons que la société Erasteel ne nous a pas fourni la composition exacte de notre poudre d'Invar, notamment pour certains éléments comme le carbone, le phosphore, le manganèse, le soufre, le silicium, le chrome, le molybdène et le cobalt. Nous disposons uniquement de la valeur maximale et minimale de ces éléments. Après avoir défini la surface à analyser, on peut ainsi savoir quel type d'atome est présent sur la surface et leur répartition, une couleur correspondant à un élément chimique, l'intensité du pic correspond à la concentration de l'élément.

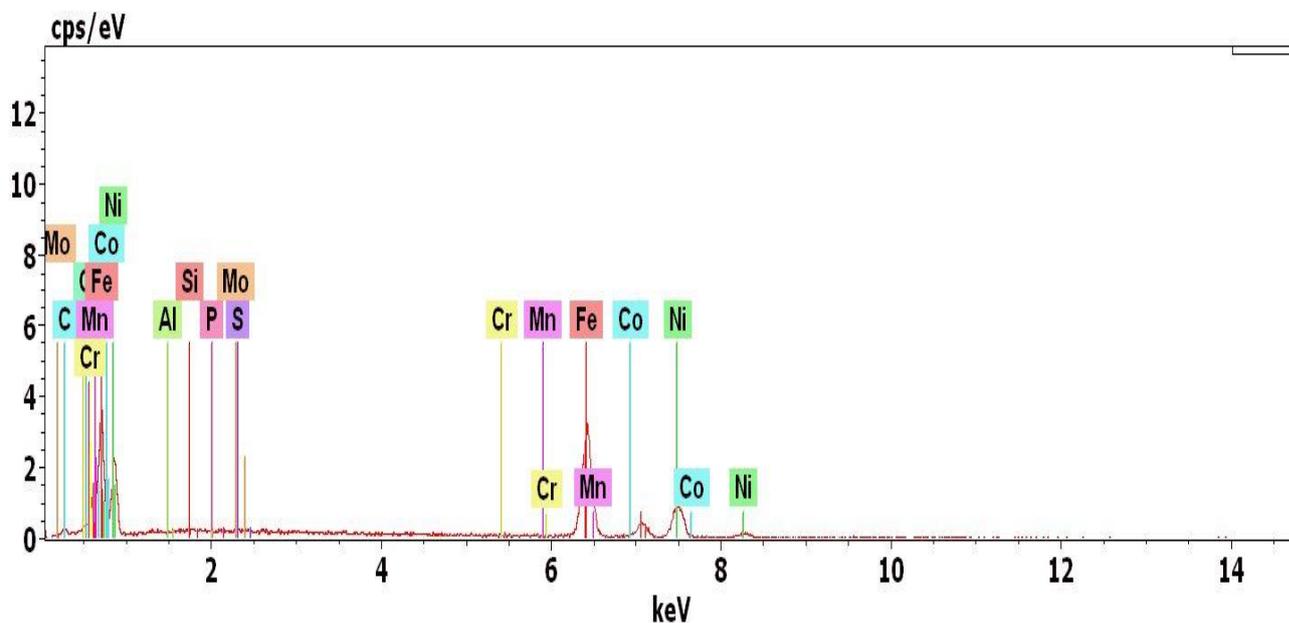


Figure IV-3 : Spectre X-EDS d'un échantillon de poudre d'Invar.

En observant la figure IV-3, nous constatons que la poudre d'Invar utilisée ne contient pas de manganèse, de molybdène et de phosphore car nous n'observons pas de pics au niveau de ces trois atomes.

Eléments	[norm. wt.%]	[norm. at.%]
Carbone	3,545	14,71
Oxygène	0,213	0,663
Silicium	0,076	0,136
Phosphore	0	0
Soufre	0,107	0,167
Chrome	0,0302	0,0289
Manganèse	0,958	0,869
fer	62,21	55,52
Cobalt	0	0
nickel	32,854	27,89
molybdène	0	0

Tableau IV-1: spectre quantitatif de poudre d'Invar analysé au MEB

Après une micro-analyse chimique de la poudre utilisée par la méthode EDX, nous avons pu déterminer un spectre quantitatif de notre poudre et ainsi avoir une estimation de sa composition chimique. En observant le tableau IV-1, on constate que la composition massique et atomique du molybdène, cobalt et phosphore est nulle dans la poudre fournie par Erasteel, ce qui confirme notre observation précédente. Nous rappelons toutefois que la technique de MEB n'est pas appropriée pour l'estimation du taux de carbone, il surestime sa valeur. En effet, nous obtenons une valeur bien supérieure à celle donnée de la composition chimique. Notons qu'avec cette technique, il est impossible de doser les éléments légers, elle nécessite souvent d'utiliser les étalons. Nous déduisons ainsi que nous ne connaissons pas la composition chimique exacte de l'Invar car la technique par MEB nous donne une estimation semi-quantitative de la composition de notre poudre d'Invar.

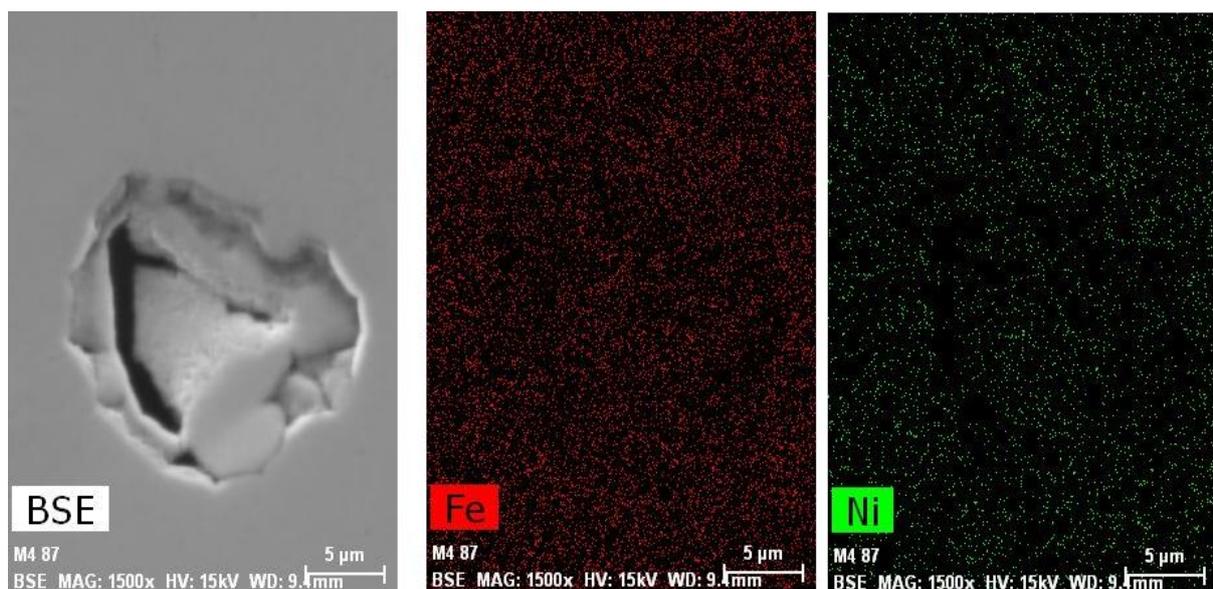


Figure IV-4 : Image SE avec un agrandissement de 1500 x de poudre d'Invar

Grâce au détecteur d'électrons secondaires, nous avons pu obtenir un spectre qualitatif de notre poudre d'Invar. En observant la figure IV-4, nous pouvons constater que le fer et le nickel sont les deux éléments majoritaires. Nous constatons aussi une répartition homogène de ces deux éléments.

## IV.2. Caractérisation thermo physique de la plaque (ST37)

### IV.2.1 Coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique mesure la variation relative de volume ou de longueur d'un système lorsqu'on fait varier la température. Il établit donc une relation entre les variations dimensionnelles d'un échantillon et la température :

$$L = L_0 \times (1 + \alpha T)$$

Où :  $L_0$ : longueur à  $T_0$ ,  $L$ : longueur à  $T$  et  $\alpha$ : le coefficient de dilatation thermique

### IV.2.2. Essais de dilatométrie

Pour réaliser ces essais, nous avons prélevé deux échantillons de 5 mm de diamètre et 25 mm de longueur dans une plaque d'acier ST37. Les essais ont été réalisés avec des températures variant de 25 à 1410°C pendant la chauffe et inversement pour le refroidissement. Les vitesses de chauffage et de refroidissement sont de 3,0(K/min). Nous avons pu ainsi obtenir la courbe de dilatation thermique de notre plaque en fonction de la température. Nous déduisons ainsi un coefficient de dilatation thermique moyen en fonction de la température :

1. De 40 à 640°C :  $\alpha = 15,282 \times 10^{-6} K^{-1}$
2. De 967 à 1200°C :  $\alpha = 22,560 \times 10^{-6} K^{-1}$

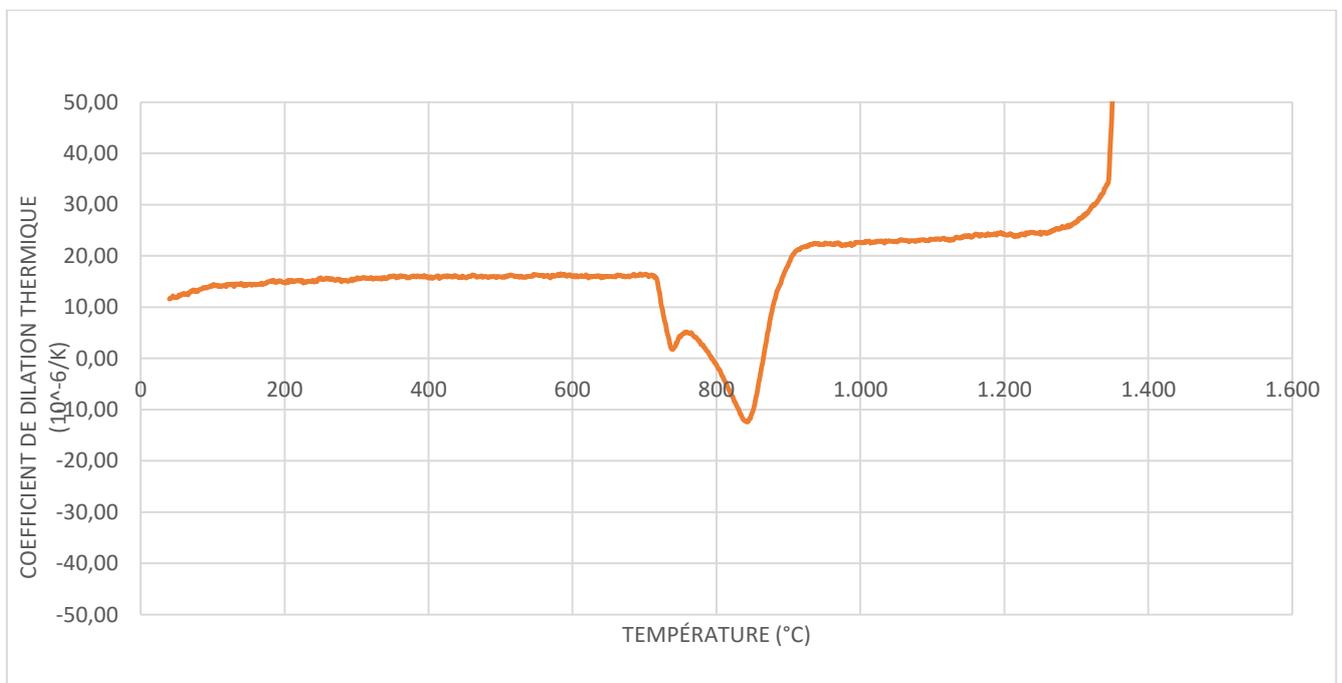


Figure IV-5 : courbe de dilatation thermique de l'acier St37 en fonction de la température

### IV.3. Caractérisation des échantillons d'Invar

Dans cette section nous reprenons toutes les observations et analyses effectuées sur les échantillons suivants :

Code Métallo MMS	Code des échantillons	Etat des échantillons
VR0		extrudé en état brut de livraison
VR1		Brut de fabrication
VR2	ADD546	830°C-30min
VR3	ADD547	830°C-30min et 315°C-1h
VR4	ADD549	830°C-30min et 315°C-1h et 95°C-48h
VR5		extrudé et traité

Tableau IV-2: Code MMS des échantillons extrudés et fabriqués par SLM en fonction des différents états des échantillons

Nous illustrons ici les différentes étapes de notre traitement thermique, ainsi que le nombre et la forme des échantillons ayant subi ces différentes étapes

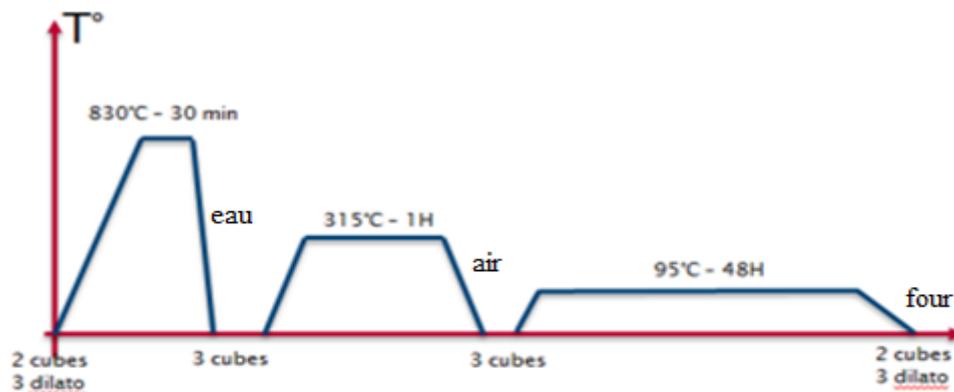


Figure IV-6: forme et nombre échantillons à chaque étape du traitement thermique

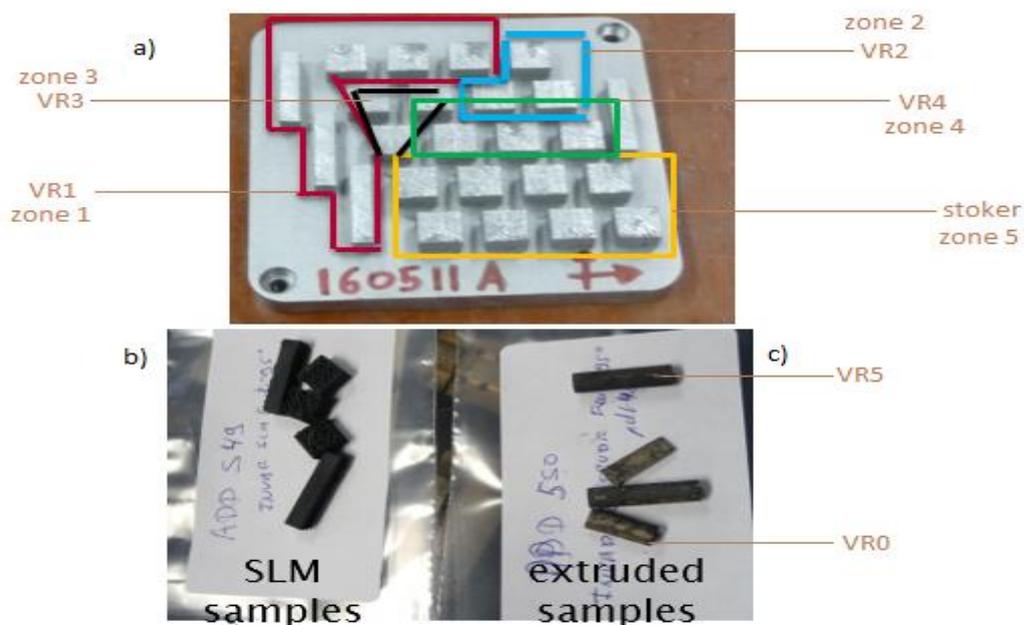


Figure IV-7: a) position des différents échantillons sur la plaque de construction, b) échantillons fabriqués par fusion laser sélective et traités, c) échantillons en état brut de livraison extrudés

La figure IV-7.a, nous présente les différents échantillons utilisés dans cette section. La couleur rouge représente ceux en état brut de fabrication, en bleu ceux ayant subi la première étape de notre traitement (recuit), en noir ceux ayant subi les deux premières étapes (recuit et revenu), en vert ceux ayant subi le traitement thermique complet et en jaune ceux qui ont été laissés chez Sirris. Ici, nous analyserons par exemple l'influence des différentes étapes du traitement thermique et de la position occupée par les différents échantillons sur les résultats obtenus. Nous analyserons ainsi la porosité, la microstructure, la dureté, la dilation des différents échantillons.

### IV.3.1. Analyse de la porosité

Les échantillons à analyser ont d'abord été découpés, ensuite enrobés dans une résine époxy enfin polis jusqu'à l'état poli miroir et après attaqués pour pouvoir révéler la microstructure.

- Les échantillons de forme parallélépipédique fabriqués par fusion laser sélective ont été découpés dans le sens longitudinal

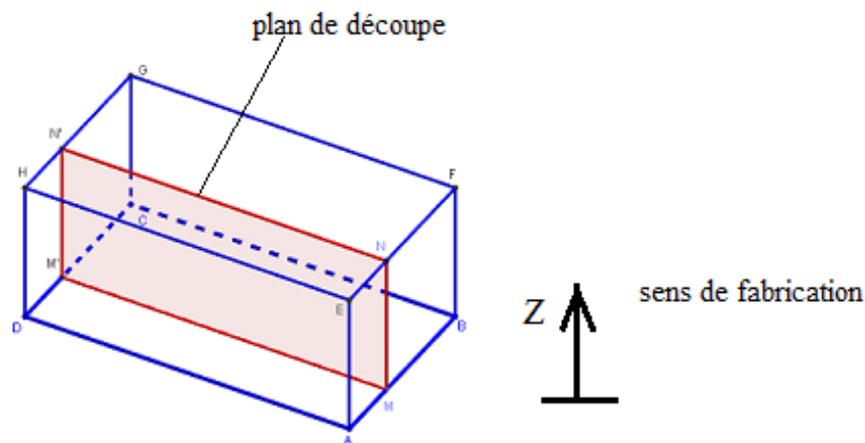


Figure IV-8: sens de découpe et sens de fabrication des échantillons parallélépipédiques

- Les échantillons cubiques fabriqués par fusion laser sélective ont été découpés en deux au milieu suivant deux orientations

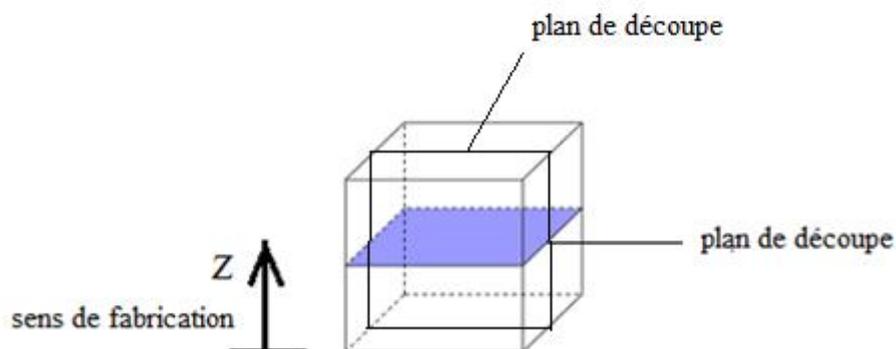


Figure IV-9: sens de découpe et sens de fabrication des échantillons cubiques

- Les échantillons de forme cylindrique fournis par Goodfellow ont été découpés de deux façons différentes ; dans le sens de la hauteur d'une part et dans le sens du diamètre d'autre part.

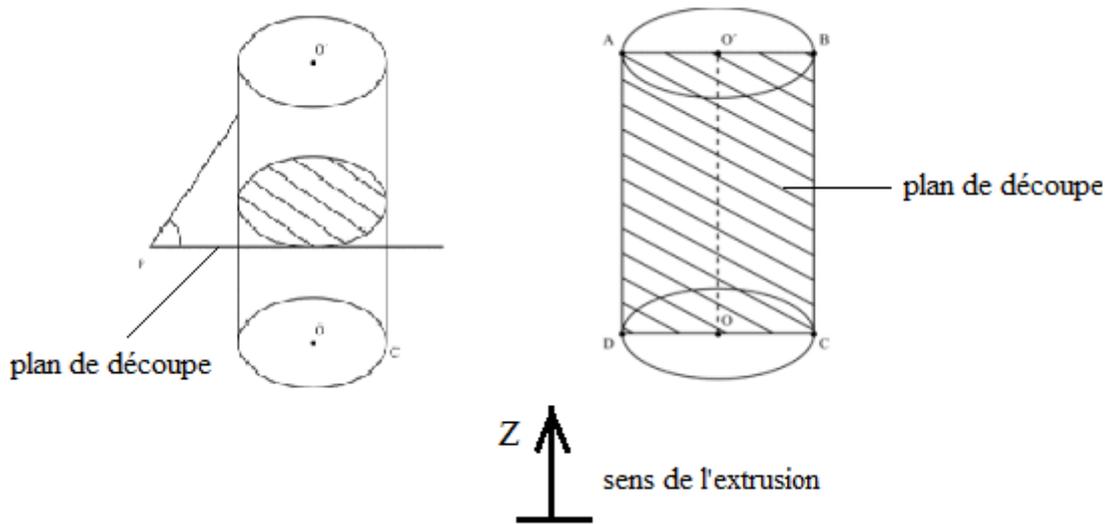
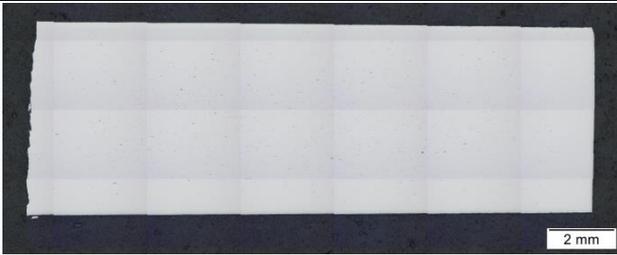
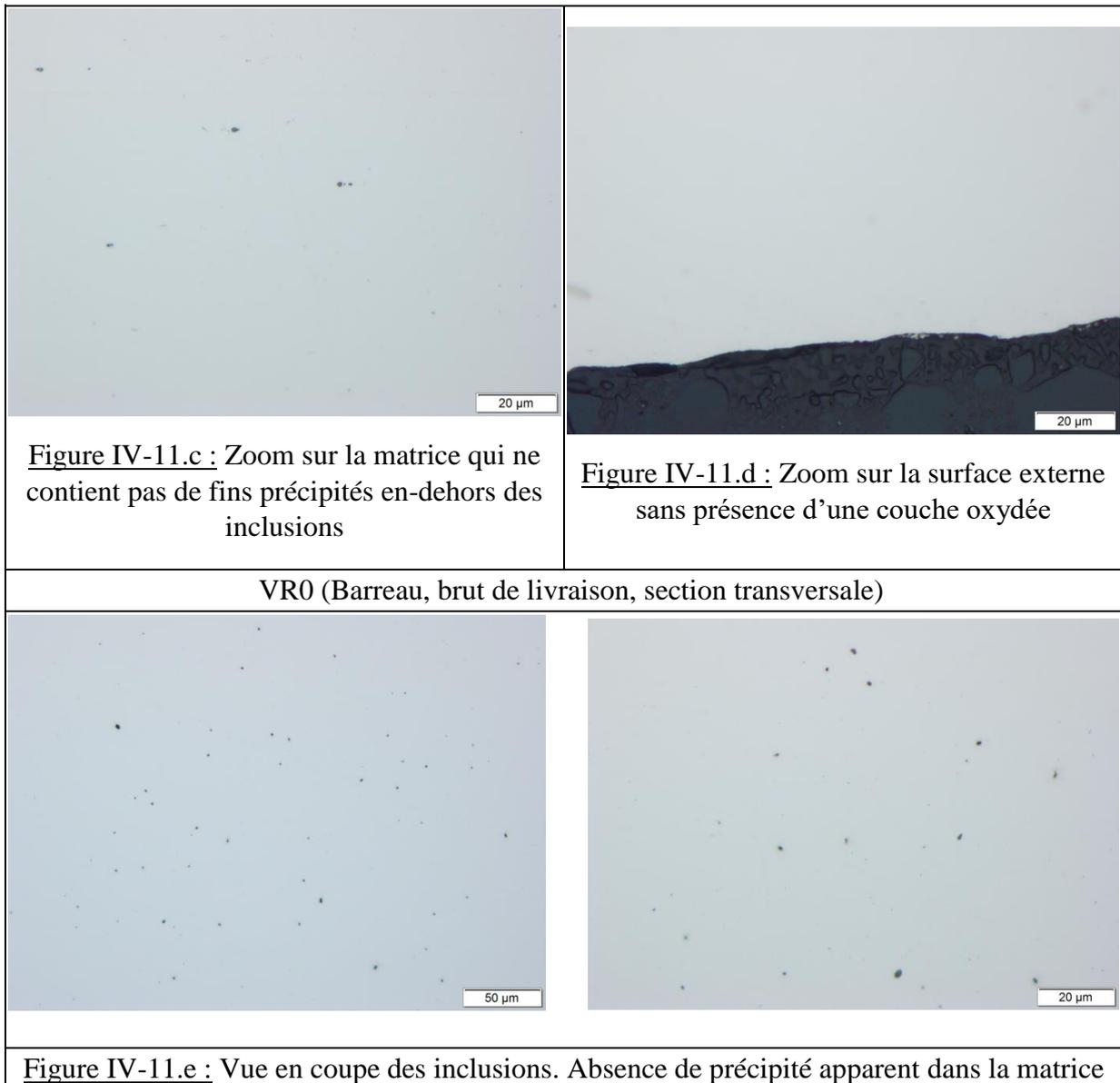


Figure IV-10 : sens de découpe et sens d'extrusion du barreau

#### IV.3.1.1. Barreau extrudé à l'état poli miroir

VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique	
Vue générale	
	
Figure IV-11.a : 2.5x vue générale	
	
Figure IV-11.b : Vue générale et zoom sur les inclusions allongées et alignées suivant la direction principale du barreau	



Lorsque que nous observons les figures IV-11, nous constatons que la section longitudinale de notre échantillon extrudé en état brut de livraison (VR0) présente des inclusions allongées et alignées suivant l'axe principal du barreau, suivant une répartition assez homogène (Figure IV-11.b). En zoomant sur la matrice à la fois sur la section longitudinale et transversale, nous constatons que l'on n'a pas de précipité apparent en dehors des inclusions (Figure IV-11.c et e). Un zoom sur la surface externe du barreau ne révèle la présence d'aucune couche d'oxyde (Figure IV-11.d).

VR5 (Barreau, traité, section longitudinale) au microscope optique



Figure IV-12.a : Vue générale et zoom sur les inclusions allongées et alignées suivant la direction principale du barreau. Absence de précipités apparents dans la matrice



Figure IV-12.b : Oxydation (contamination) de la surface externe après traitement thermique

VR5 (Barreau, traité, section transversale) au microscope optique



Figure IV-12.c : Zoom sur la matrice qui ne contient pas de précipité apparent en-dehors des inclusions

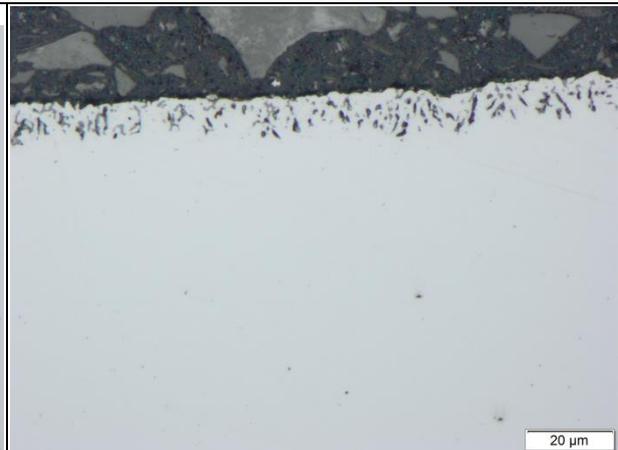
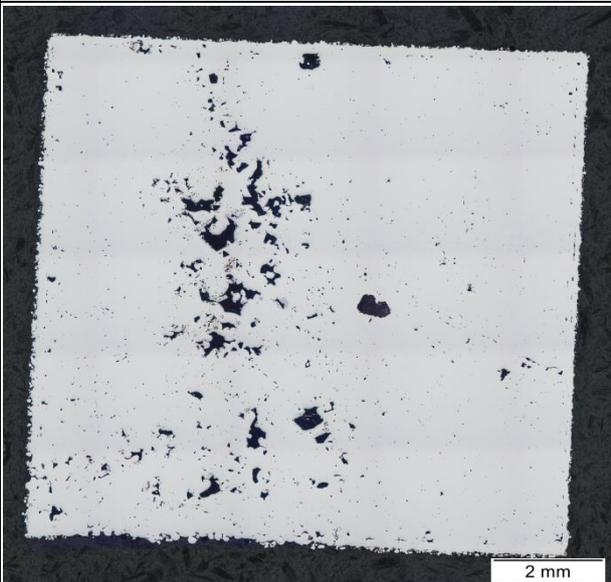
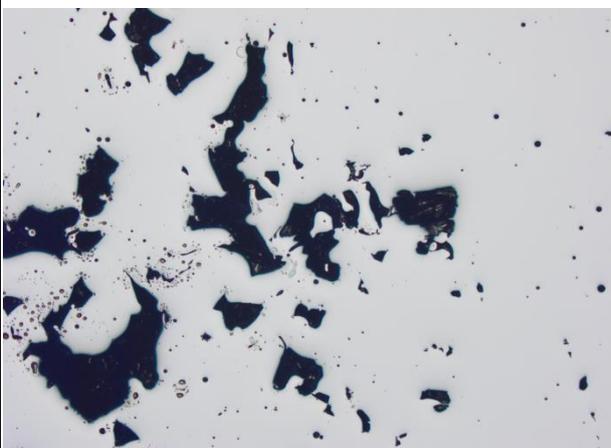
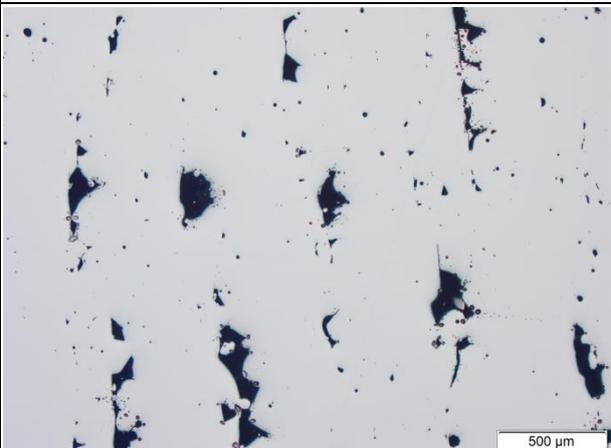


Figure IV-12.d : Oxydation (contamination) de la surface externe après traitement thermique

Après traitement thermique, Nous observons toujours sur la section longitudinale et transversale du barreau extrudé et traité (VR5), la présence des inclusions comme sur l'échantillon VR0 (Figure IV-12.a). Nous n'observons aussi aucun précipité apparent sur la matrice (Figure IV-12.c) mais nous observons la présence de couches d'oxyde sur sa section longitudinale et transversale qui provient d'une contamination à l'oxygène pendant le traitement (Figure IV-12.b et d).

#### IV.3.1.2. Echantillons fabriqués par fusion laser sélective

VR1 (SLM, brut de fabrication) au microscope optique	
l'état poli miroir	
vue de dessus	Vue transversale
 <p>Figure IV-13.a : 2.5x vue générale</p>	 <p>Figure IV-13.b : 2.5x vue générale</p>
 <p>Figure IV-13.c: Vue générale sur les défauts</p>	 <p>Figure IV-13.d : Vue générale sur les défauts alignés suivant la direction de lasage et localisés entres couches</p>

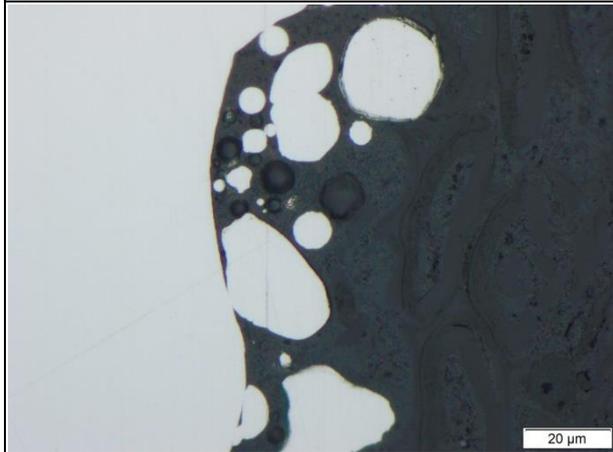


Figure IV-13.e : Surface externe sans couche d'oxydation

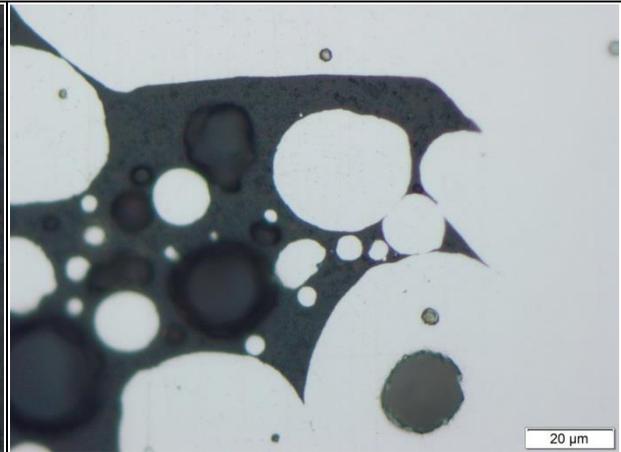


Figure IV-13.f : Zoom sur la surface externe sans couche d'oxydation



Figure IV-13.g : Zoom sur la matrice sans précipité apparent. Présence de porosités globulaires (bulles de gaz)



Figure IV-13.h : Zoom sur la matrice sans précipité apparent. Présence de porosités globulaires (bulles de gaz)

l'état attaqué



Figure IV-13.i : Vue générale à l'état attaqué du dessus de l'échantillon VR1 (brut de fabrication LBM). Présence de porosités grossières localisées majoritairement dans le coin inférieur gauche

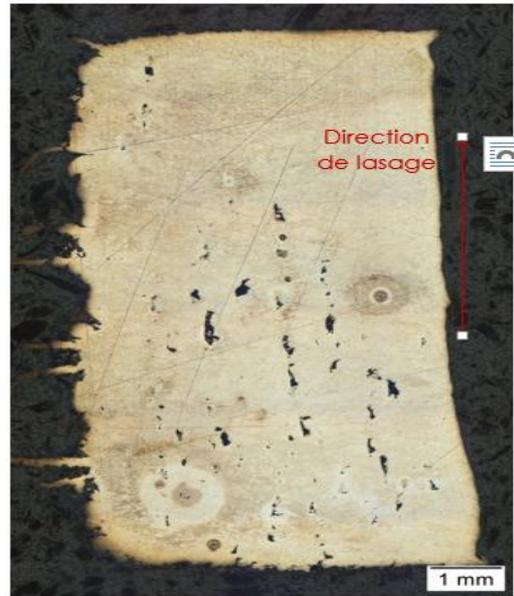


Figure IV-13.j : Vue générale à l'état attaqué de la section transversale (selon l'axe Z) de l'échantillon VR1 (brut de fabrication LBM). Présence de porosités grossières, de forme irrégulière et localisées majoritairement dans la partie inférieure. Ces défauts sont alignés suivant la direction de lasage et localisés entre couches successives

L'observation des figures IV-13.a, b, c, d, met en évidence sur la surface de l'échantillon VR2 la présence des porosités représentées par les taches noires sur la pièce qui sont de taille et de formes irrégulières. Elles ne sont pas réparties de façon homogène mais elles sont plutôt localisées. Les figures IV-13.b et j, illustrant la vue transversale notre échantillon en état brut de fabrication, nous permet de déduire que les porosités sont alignées suivant la direction principale de lasage et localisées entre les couches. Ces porosités grossières sont de formes irrégulières et localisées majoritairement dans la partie inférieure de la section transversale. Nous remarquons que les porosités sur la vue de dessus sont localisées majoritairement dans le coin inférieur gauche, avec une porosité isolée dans le coin supérieure gauche de la pièce (Figure IV-13.i). Nous constatons que l'on n'observe aucun précipité apparent sur la matrice de l'échantillon VR1 (Figure IV-13.g et h), toutefois, nous avons la présence de porosité globulaire (Figure IV-13.h) et aucune couche d'oxydation sur sa surface externe (Figure IV-13.e et f). Enfin, nous observons sur la surface externe de la présence de grains non-fondus (Figure IV-13.f).

VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé a eau, vue de dessus) au microscope optique	
l'état poli miroir	
vue de dessus	Vue transversale

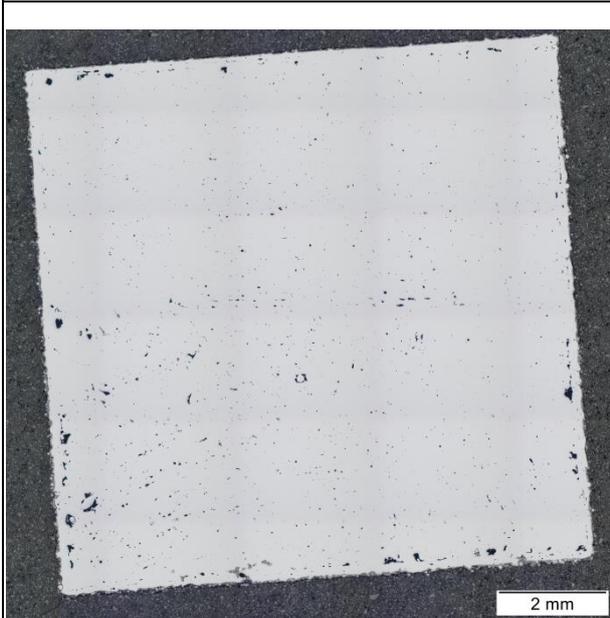


Figure IV-14.a : 2.5x vue générale



Figure IV-14.b : 2.5x vue générale

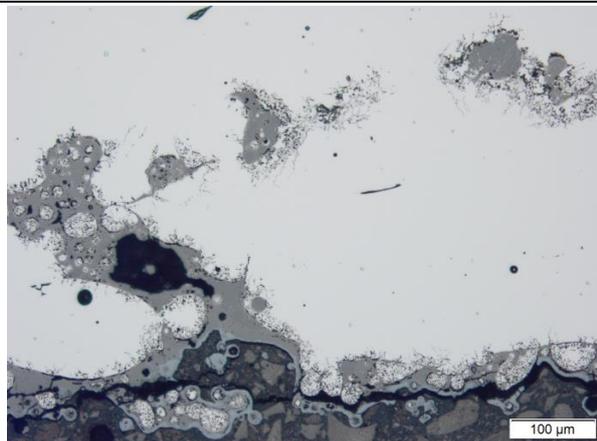


Figure IV-14.c : Vue générale et zoom sur la zone sous-jacent à la surface externe. Présence d'une couche d'oxydation en surface. Présence de zone contaminée par l'oxygène dans le métal sous-jacent à la surface externe. Ces agrégats oxydés contiennent des poudres non-fondues contaminées à l'intérieur et aussi une précipitation d'inclusions d'oxyde dans leur voisinage

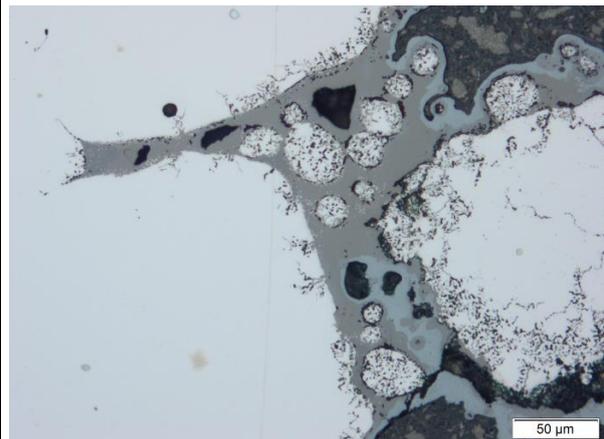
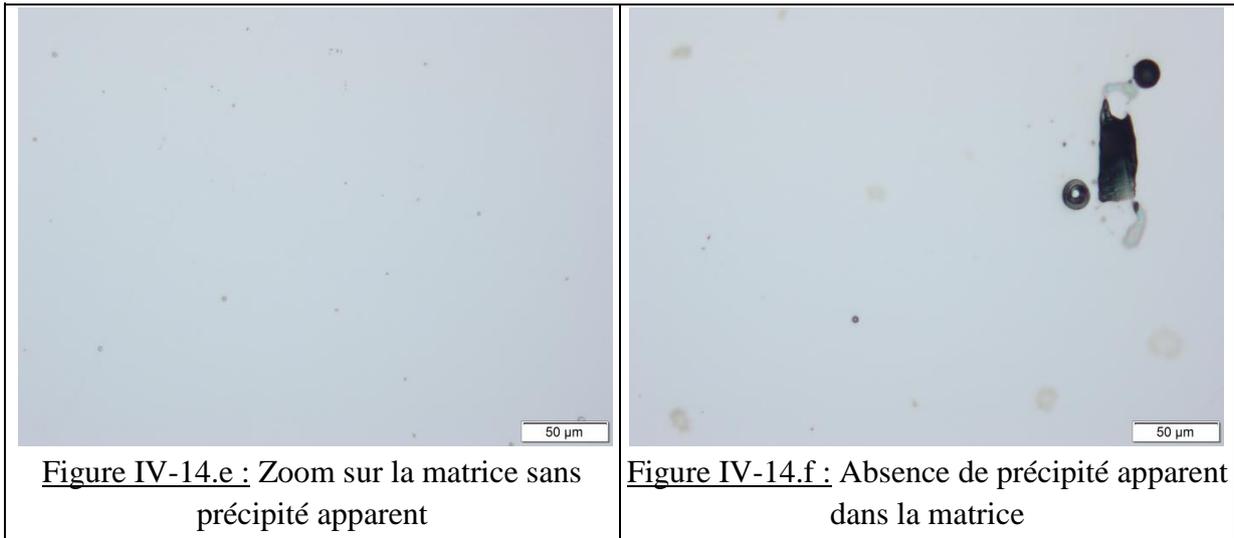


Figure IV-14.d : Zoom sur la surface externe contaminée par l'oxygène. On observe dans la couche d'oxydation deux couleurs différentes en relation avec les teneurs en éléments chimiques (O, Fe, ...) qu'elles contiennent



**Figure IV-14.e :** Zoom sur la matrice sans précipité apparent

**Figure IV-14.f :** Absence de précipité apparent dans la matrice

Après traitement de recuit à 830°C pendant 30 minutes suivies d’une trempe à l’eau des échantillons fabriqués par laser beam melting (VR2), nous observons la présence d’une couche d’oxydation en surface, une zone contaminée par l’oxygène dans le métal sous-jacent à sa surface externe. Les agrégats oxydés contiennent des poudres non-fondues de tailles différentes contaminées à l’intérieur et aussi une précipitation d’inclusions d’oxyde dans leur voisinage (figure IV-14.c et d). Comme dans la figure IV-13.g et h, nous ne décelons aucun précipité apparent après un recuit à 830°C pendant 30 minutes (figure IV-14.e et f). Un zoom sur la surface externe contaminée par l’oxygène nous permet d’observer dans la couche d’oxydation deux couleurs différentes en relation avec les teneurs en éléments chimiques (O, Fe) [38]. Comme avec l’échantillon VR1 (brut de fabrication), lorsque nous observons la matrice de l’échantillon VR2, nous constatons que l’on n’observe aucun précipité apparent sur sa matrice (figure IV-14.e et f), avec toutefois, la présence de porosité globulaire d’environ 20 microns (bulle de gaz) (figure IV-14.f). Nous constatons que l’échantillon VR2 est moins poreux que l’échantillon VR1.

VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus)	
l’état poli miroir	
vue de dessus	Vue transversale

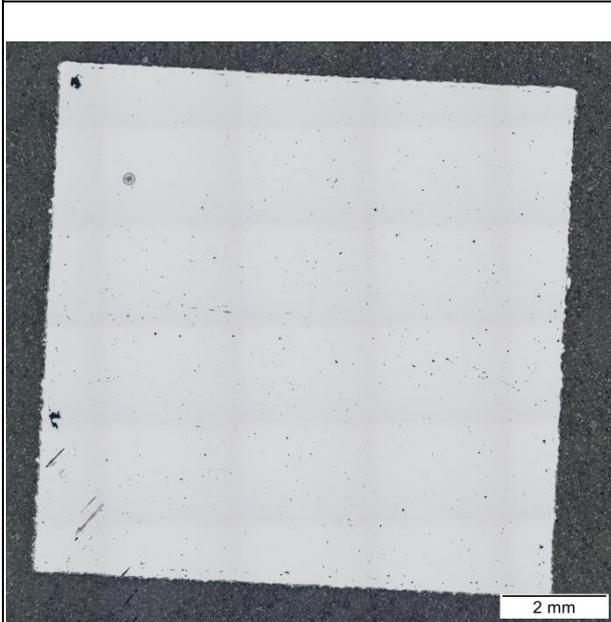


Figure IV-15.a : 2.5x vue générale

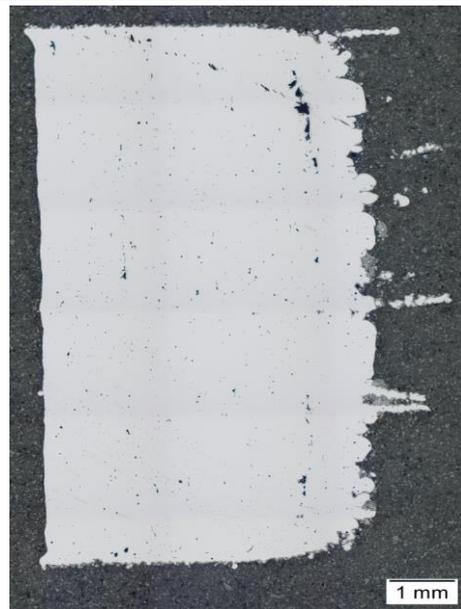


Figure IV-15.b : 2.5x vue générale

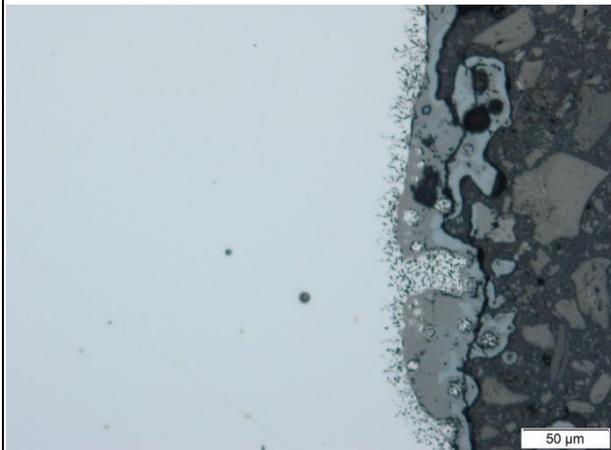


Figure IV-15.c : 20x oxyde

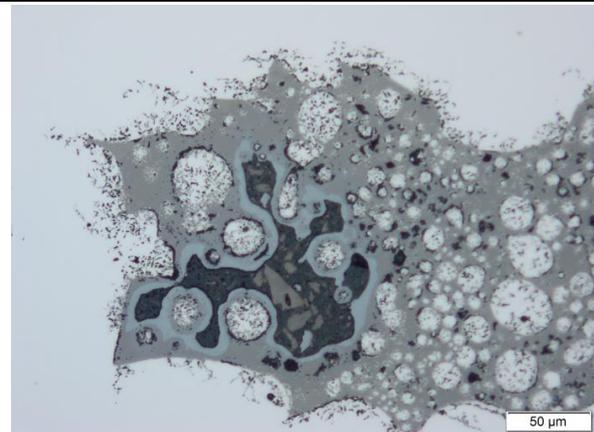


Figure IV-15.d : Zoom sur la zone contaminée en oxygène à proximité de la surface externe suite au traitement thermique



Figure IV-15.e : 50x, Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent

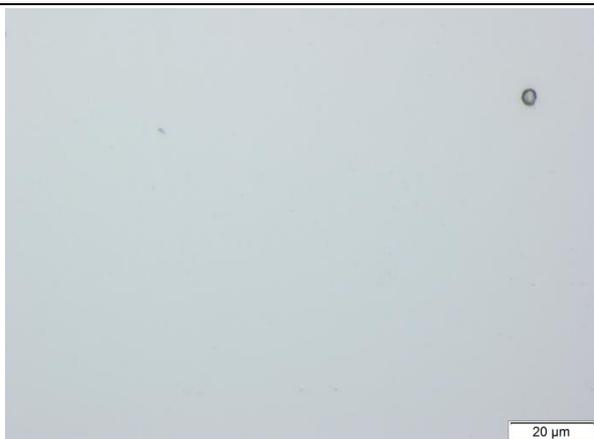


Figure IV-15.f : Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent

Lorsque nous observons les figures IV-12, nous constatons que les observations déduites sur les échantillons ayant subi le recuit et la trempe (VR2) sont valables pour les échantillons qui ont subi en plus un revenu (VR3). La seule différence entre ces deux échantillons est le taux de porosité, la forme et la disposition des porosités.

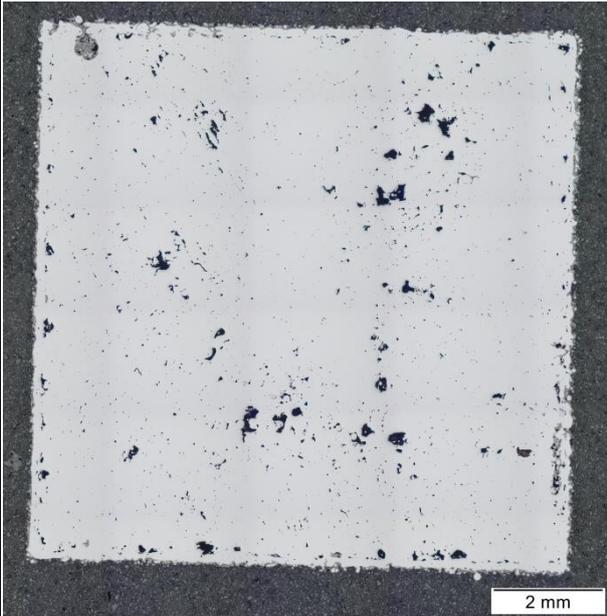
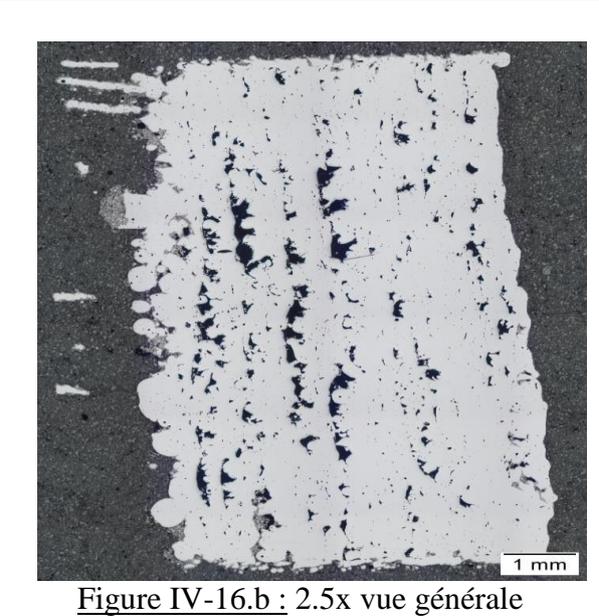
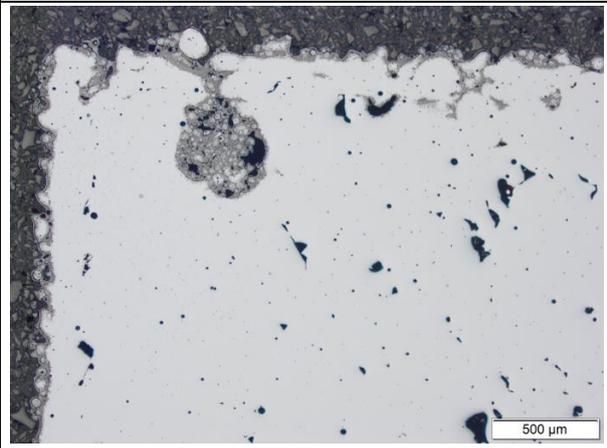
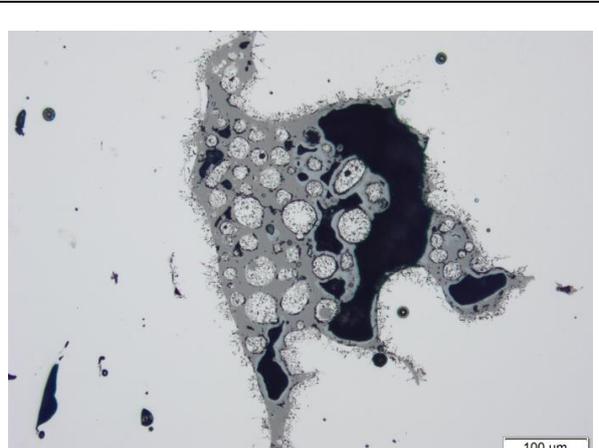
VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h) au microscope optique	
l'état poli miroir	
vue de dessus	Vue transversale
 <p>Figure IV.16.a : 2.5x vue générale</p>	 <p>Figure IV-16.b : 2.5x vue générale</p>
 <p>Figure IV-16.c : Zoom sur la zone contaminée en oxygène à proximité de la surface externe suite au traitement thermique</p>	 <p>Figure IV-16.d : Vue générale sur les défauts et la zone contaminée en oxygène</p>



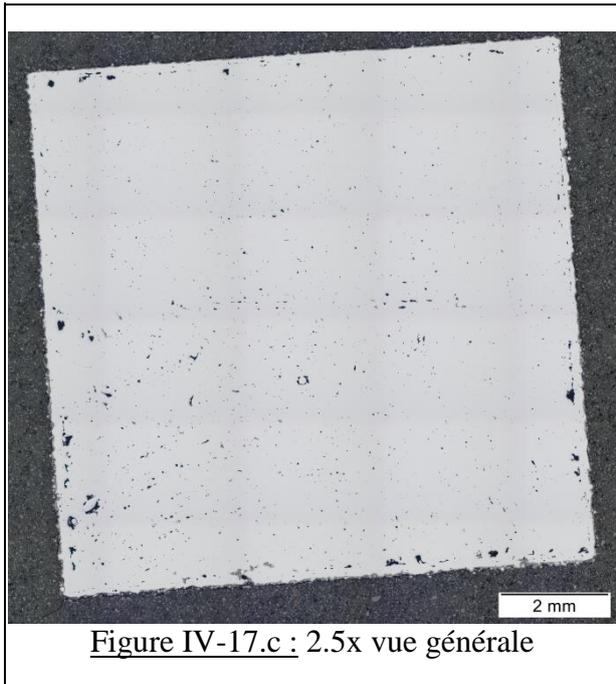
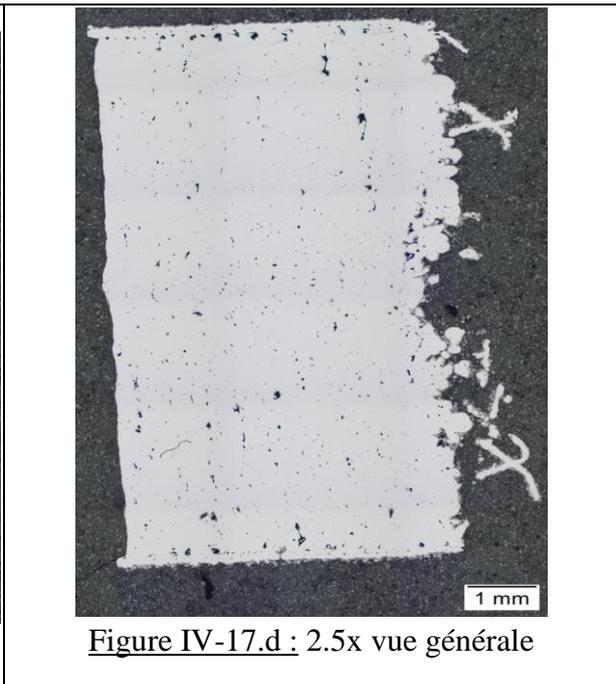
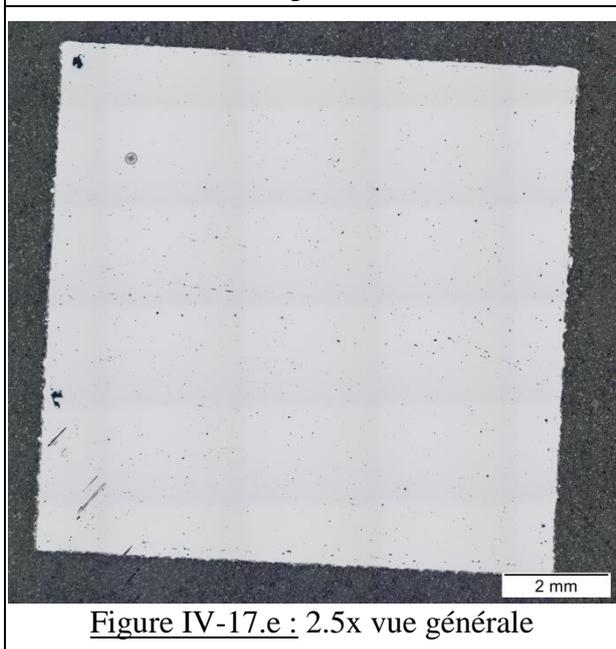
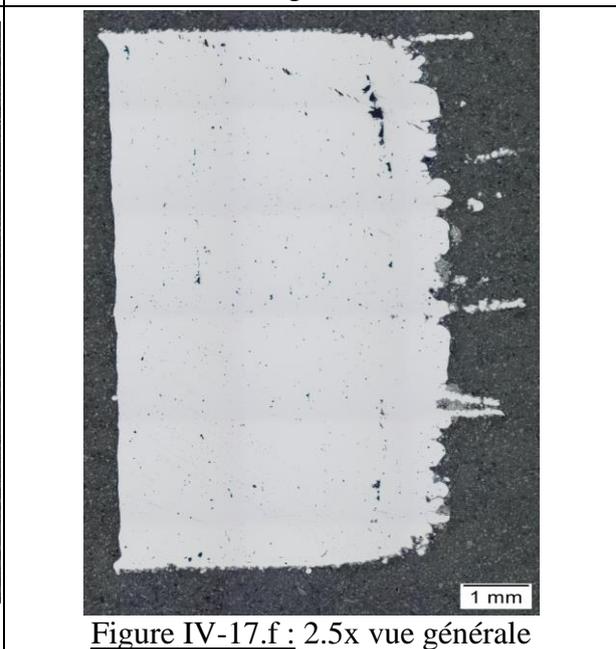
Figure IV-16.e : Zoom sur la matrice ne contenant pas de précipité apparent



Figure IV-16.f : Absence de précipité apparent dans la matrice

Les observations déduites de l'échantillon VR2 restent valables pour l'échantillon VR4 et comme précédemment la seule différence entre ces échantillons est leur taux de porosité.

VR1 (SLM, brut de fabrication) au microscope optique	
Etat poli miroir	
Vue dessus	Vue transversale
Vue générale	Vue générale
Figure IV-17.a : 2.5x vue générale	Figure IV-17.b : 2.5x vue générale
VR2 (SLM, traité 830°C/30min et trempé a l'eau, vue de dessus) au microscope optique	
Etat poli miroir	
Vue dessus	Vue transversale
Vue générale	Vue générale

 <p>Figure IV-17.c : 2.5x vue générale</p>	 <p>Figure IV-17.d : 2.5x vue générale</p>
VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus)	
Etat poli miroir	
Vue dessus	Vue de dessus
Vue générale	Vue générale
 <p>Figure IV-17.e : 2.5x vue générale</p>	 <p>Figure IV-17.f : 2.5x vue générale</p>
VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h) au microscope optique	
Etat poli miroir	
Vue de dessus	Vue transversale
Vue générale	Vue générale

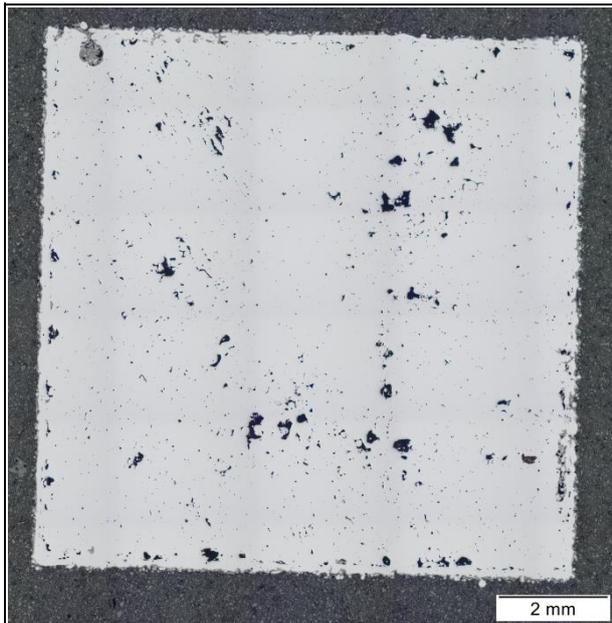


Figure IV.17.g : 2.5x vue générale

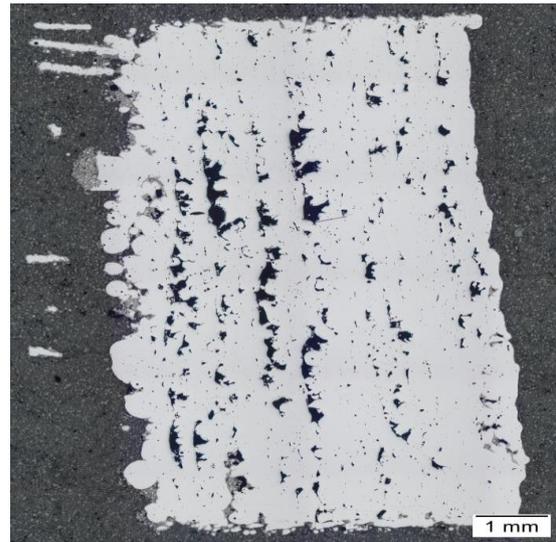


Figure IV-17.h : 2.5x vue générale

L'observation des vues générales (vue de dessus et transversale) de nos quatre échantillons nous permettent de comparer les taux de porosité de ces échantillons (figure IV-17.a.b.c.d.e.f.g.h). Nous constatons en observant ces figures que l'échantillon VR3 est le moins poreux et l'échantillon VR4 le plus poreux (figure IV-17.a.b.c.d.e.f.g.h). Nous remarquons aussi que l'échantillon VR2 est moins poreux que les échantillons VR1 et VR4 (figure IV-17.a.b.c.d.e.f.g.h).

Nous avons résumé dans le tableau ci-dessous les taux de porosité calculés des différents échantillons.

Echantillons	VR1, D	VR1, T	VR2, D	VR2, T	VR3, D	VR3, D	VR4, D	VR4, T
Taux de porosité	2,98%	2,25%	0,58%	0,9%	0,16%	0,34%	1,7%	6%

Tableau IV-3: Taux de porosité des différents échantillons

Grâce au tableau IV-3, nous avons pu représenter graphiquement le taux de porosité de chaque échantillon en fonction de leur position sur notre plaque de base.

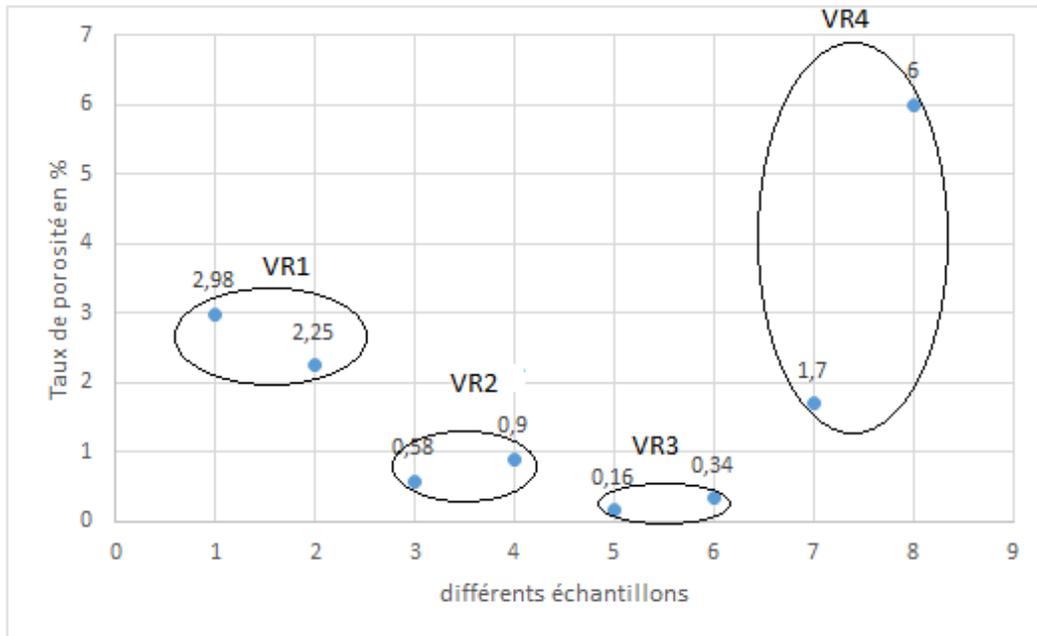


Figure IV-18 : évolution du taux de porosité en fonction des différents échantillons (zone 1, VR1) ; (zone 2, VR2) ; (zone 3, VR3) ; (zone 4, VR4).

En observant la figure IV-18, nous constatons que les porosités sont moins marquées dans la zone 3, correspondant aux échantillons (VR3) ayant subi les deux premières étapes de notre traitement thermique. Nous constatons que le taux de porosité décroît de l'extérieur vers l'intérieur de la plaque car quand nous observons les figures IV-7 et IV-18, nous constatons que la zone 3 où la porosité est la plus faible est délimitée par les zones 1, 2 et 4. Les zones 1, 2 et 4 étant celles les plus éloignées du centre la plaque et ayant les taux de porosité les plus élevés. Le taux de porosité est plus grand pour les échantillons situés aux extrémités de ces zones car comme le montre la figure IV-7, sur les éléments situés aux extrémités de ses zones on observe de petites tâches caractérisant que les éléments sont poreux.

### IV.3.2. Microstructure des alliages formés

La révélation de la microstructure des alliages formés a été réalisée par un microscope électronique à balayage et optique. Nous avons donc analysé tous les échantillons fabriqués par fusion laser sélective, ayant subi les différentes étapes du traitement thermique, les échantillons extrudés d'une part et traités d'autre part.

### IV.3.2.1. Barreau extrudé à l'état attaqué

VR0 (Barreau, brut de livraison, section longitudinale) au microscope optique

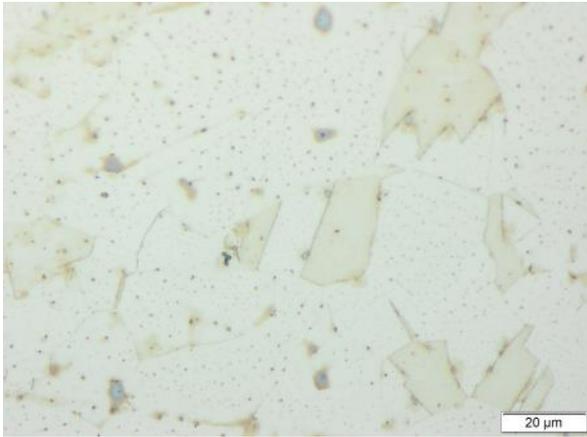


Figure IV-19.a : vue générale

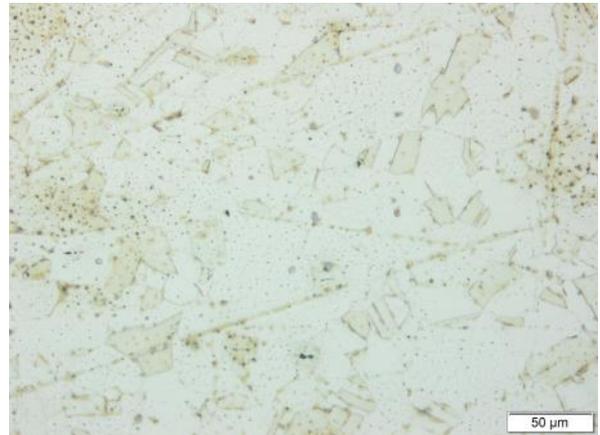


Figure IV-19.b : vue générale

VR0 (Barreau, brut de livraison, section transversale) au microscope optique



Figure IV-19.c : vue transversale

VR5 (Barreau, traité, section longitudinale) au microscope optique

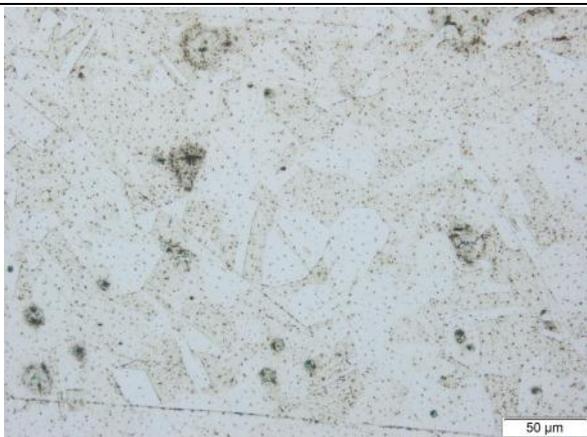


Figure IV-19.d : vue générale

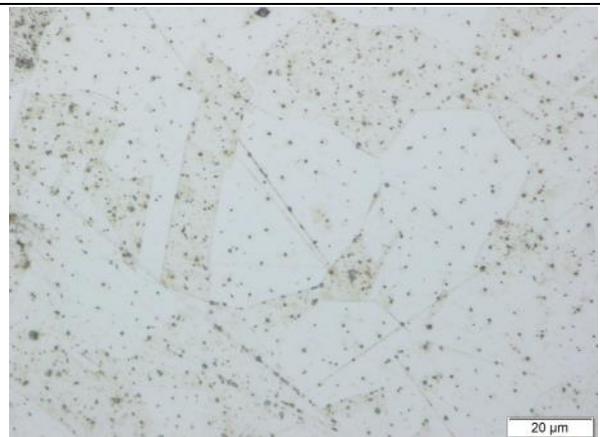


Figure IV-19.e : vue générale

VR5 (Barreau, traité, section transversale)



Figure IV-19.f: vue générale des grains

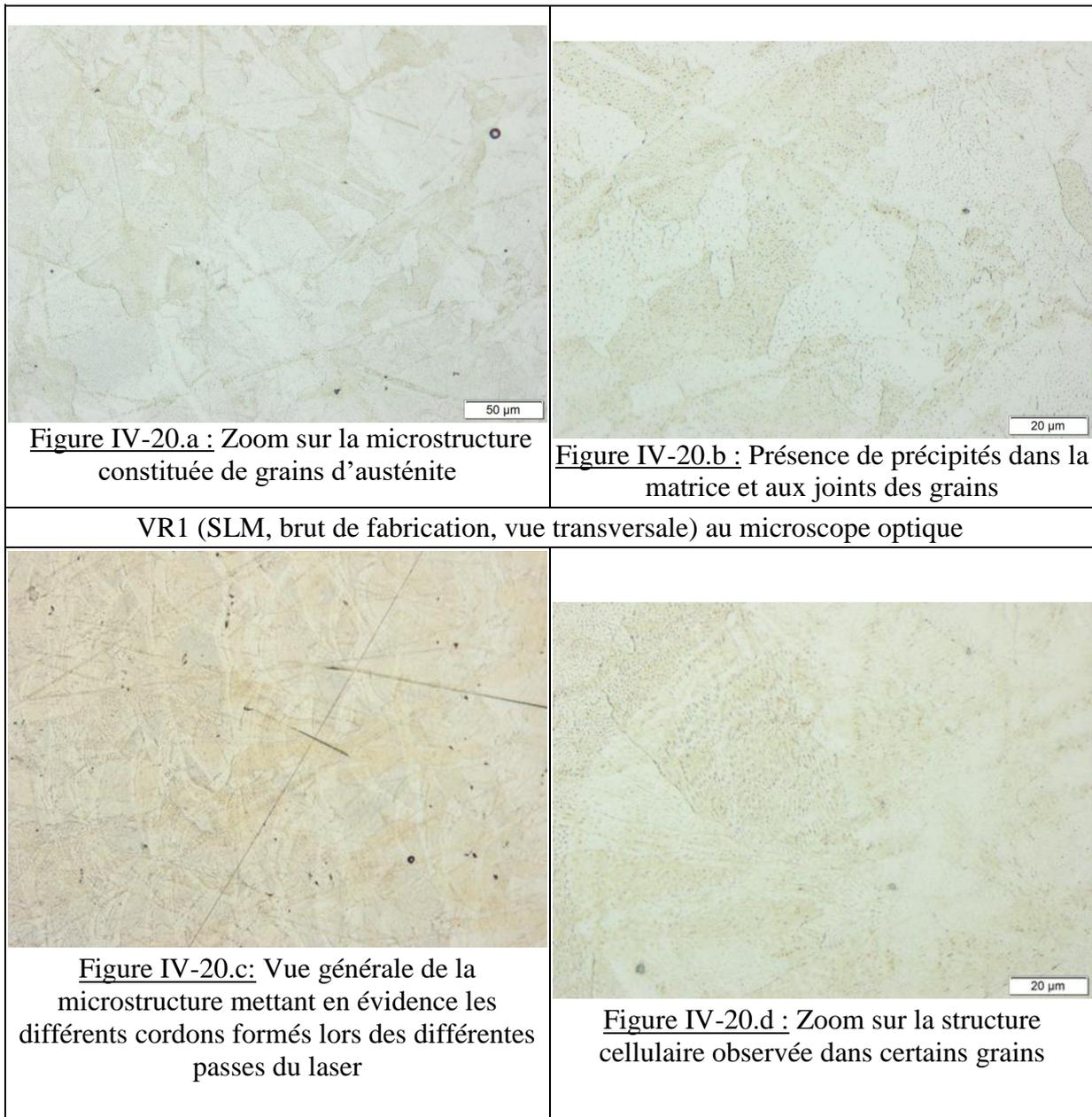


Figure IV-19.g: vue générales des grains

Lorsque nous observons les figures IV-19, nous remarquons que nous avons une image dont le contraste est lié à la composition chimique de l'échantillon. Nous constatons que le contraste chimique n'est pas fort marqué dans les échantillons dont les grains ont une composition chimique relativement similaire sur l'ensemble des échantillons. Nous parvenons toutefois à distinguer les grains sur sa surface. Nous distinguons ainsi en observant les figures IV-19, la présence de grains austénitiques de taille et forme irrégulières. Les différents points noirs que nous observons ne sont pas des précipités mais juste la réaction du barreau à la solution d'attaque chimique.

#### IV.3.2.2. Barreau fabriqué par fusion laser sélective à l'état attaqué

VR1 (SLM, brut de fabrication, vue de dessus) au microscope optique



L'observation de la vue de dessus des échantillons fabriqués par laser beam melting (VR1) au microscope optique met en évidence une microstructure monophasée austénitique constituée de grains austénitiques (figure IV-20.a et b). Nous observons la présence d'une sous structure cellulaire dans certains grains (figure IV-20.d). L'observation de la microstructure nous permet de mettre en évidence d'une part, différents cordons formés lors des différentes passes du laser (figure IV-20.c) et d'autre part, la présence de précipités très fins dans la matrice et aux joints de grains (figure IV-20.b).

VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue de dessus) au microscope optique

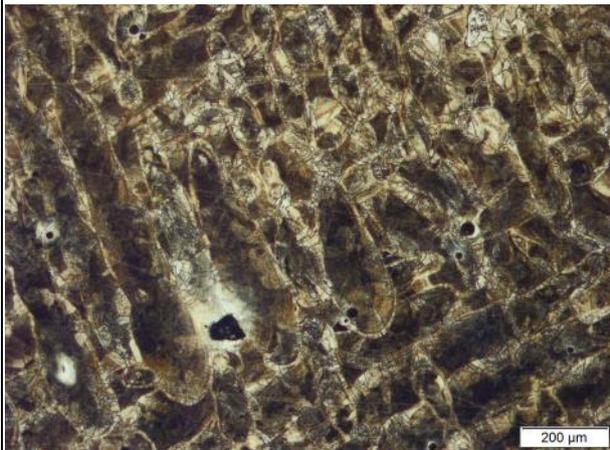


Figure IV-21.a: Vue générale de la microstructure



Figure IV-21.b : Présence de précipités dans la matrice et aux joints des grains

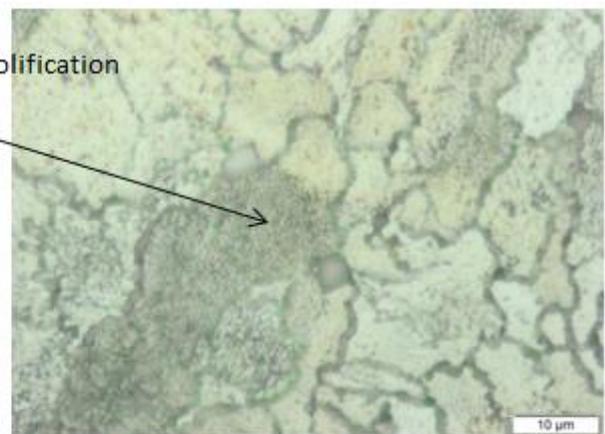
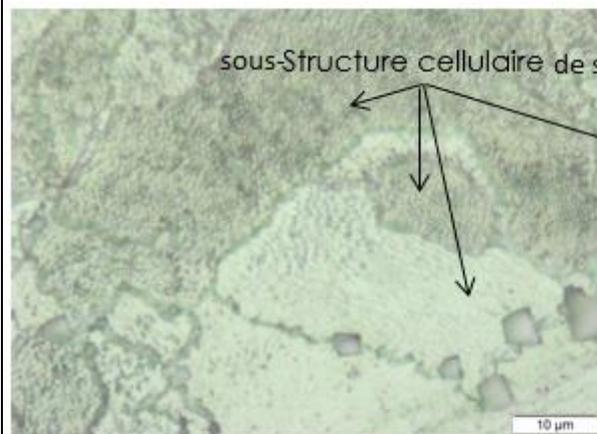


Figure IV-21.c : Zoom sur les grains d'austénite présentant une structure cellulaire à l'intérieur. Les cellules sont plus ou moins visibles dépendant de l'orientation de la direction de croissance de ces cellules par rapport au plan d'observation de l'échantillon.

VR2 (SLM, traité 830°C/30min, vue transversale) au microscope optique

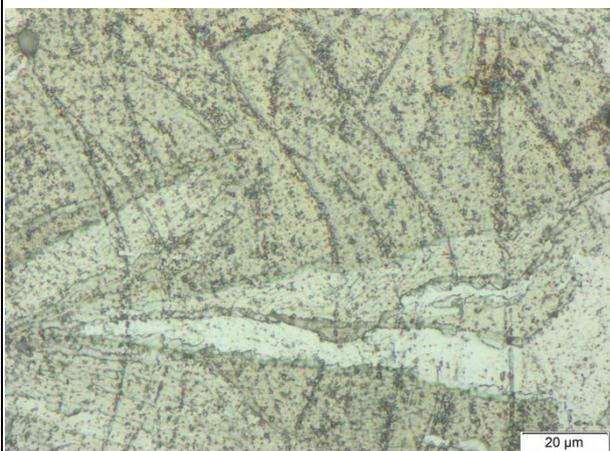


Figure IV-21.d : 50x ; progression des grains à travers les couches



Figure IV-21.e : 50xbis ; progression des grains à travers les couches

L'observation de la figure IV-21.a, montre clairement la microstructure de l'échantillon VR2. Comme avec l'échantillon VR1, nous avons l'apparition des précipités dans la matrice et aux joints de grains. Nous observons des joints de grains beaucoup plus marqués que ceux de VR1 (figure IV-21.c). Un zoom sur les grains d'austénite de tailles et formes irrégulières nous présente une sous-structure cellulaire. Les cellules sont plus ou moins visibles dépendant de l'orientation de leur direction de croissance par rapport au plan d'observation de l'échantillon. En observant la figure IV-21.c et d respectivement, on constate que nous avons une croissance non seulement equiaxiale des grains mais aussi une croissance epitaxiale des grains entre les couches. L'observation de la figure IV-21.d, met en évidence une progression des grains à travers 8 couches au moins. Nous retrouvons ainsi un mélange de grains équiaxes et de gains colonnaires (figure IV-21.c).

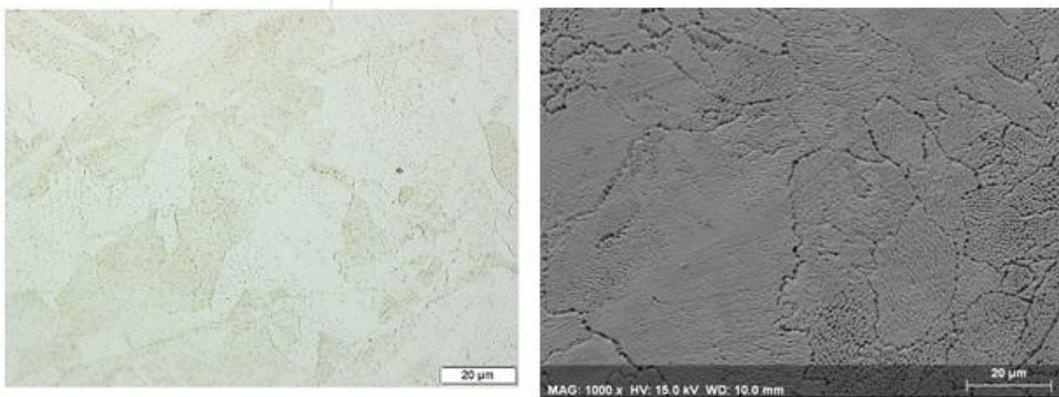
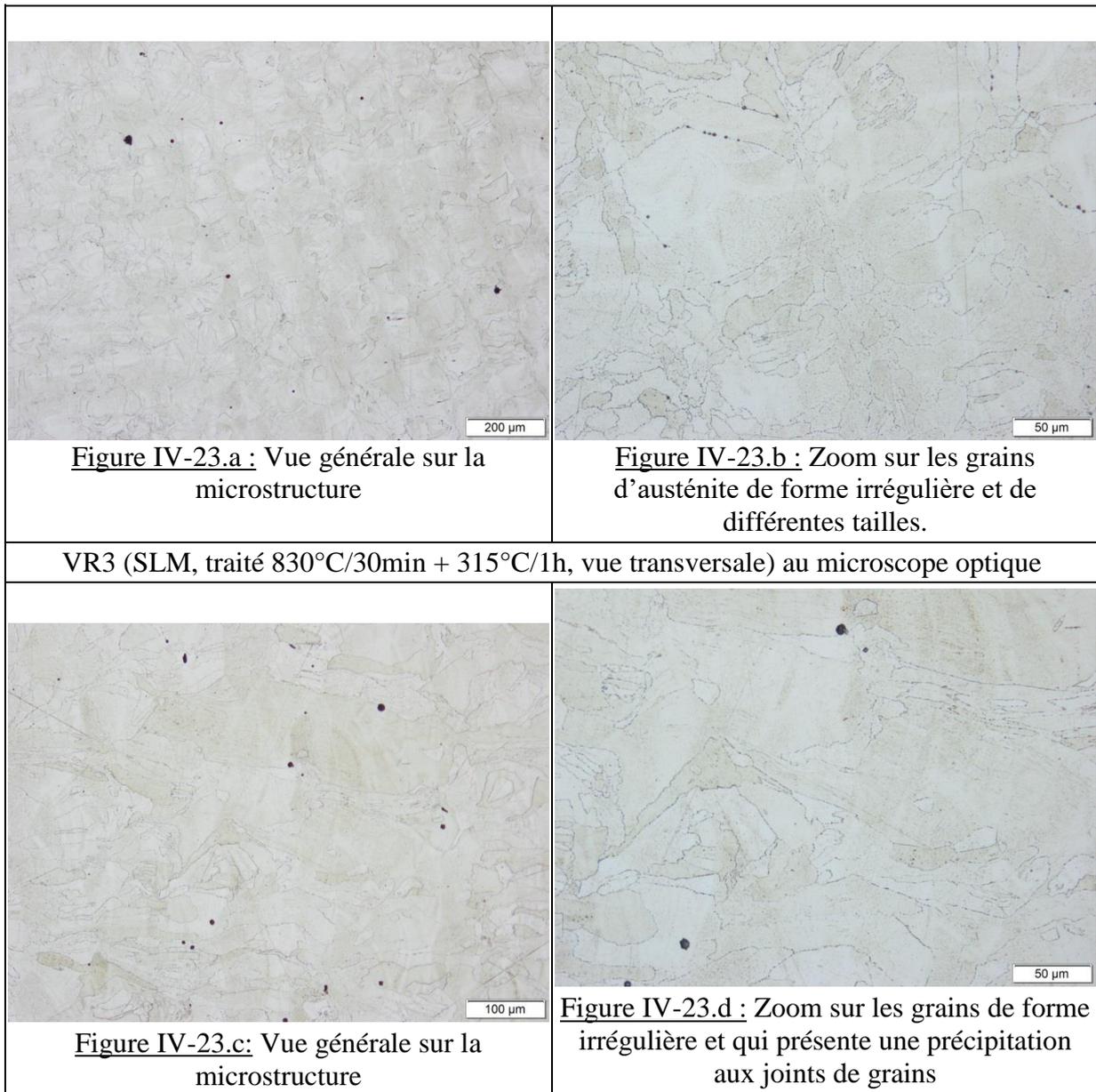


Figure IV-22 : grossissement des grains après recuit. A gauche échantillon état brut de fabrication (VR1) et à droite échantillon ayant subi le recuit suivi de la trempe à l'eau (VR2).

L'observation de la figure IV-22, met en évidence un grossissement des grains de l'échantillon VR1 après recuit.

VR3 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h, vue de dessus) au microscope optique
---



Lorsque nous observons les figures IV-23, nous constatons qu'il n'y a pas de changement évident de la microstructure de l'échantillon VR2 comparé aux échantillons VR3. Le revenu à 315°C pendant 1 heure ne semble pas affecter la microstructure de l'échantillon VR2.

VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue de dessus, attaqué) au microscope optique

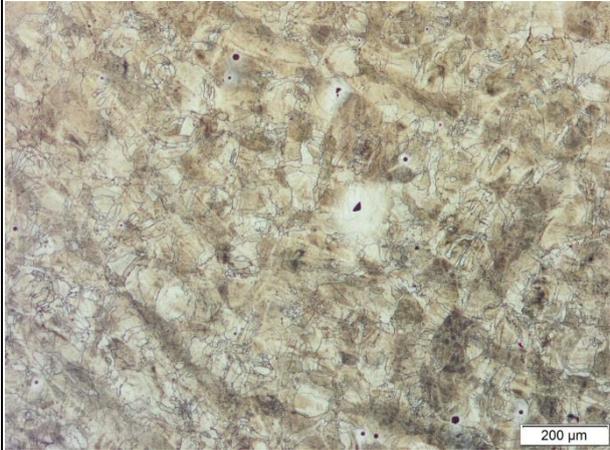


Figure IV-24.a : Vue générale de la microstructure. Présence particulière de phase blanche autour des défauts de type porosité

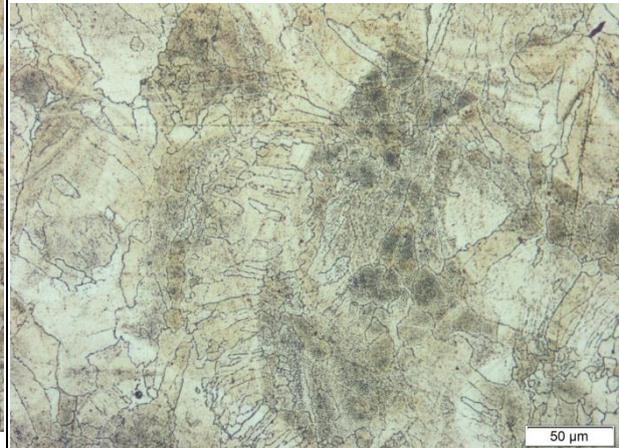


Figure IV-24.b : Zoom sur les grains d'austénite présents dans la microstructure

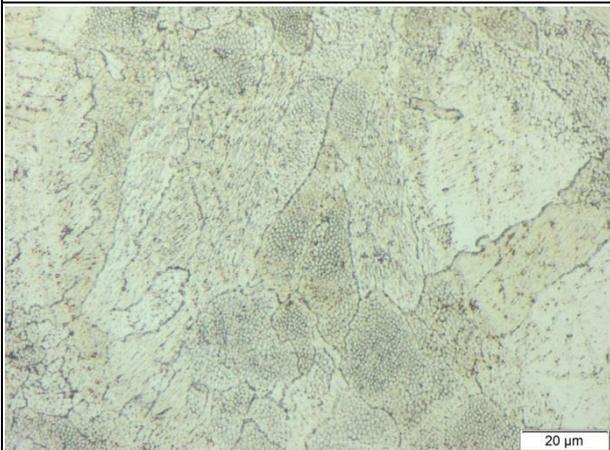


Figure IV-24.c : Zoom sur les grains d'austénite présentant à l'intérieur une structure cellulaire

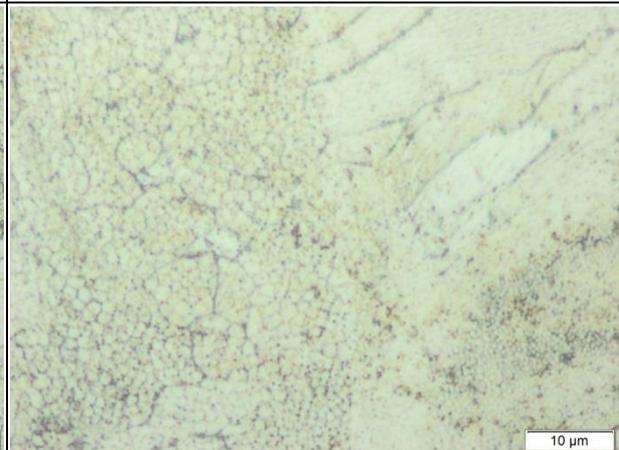
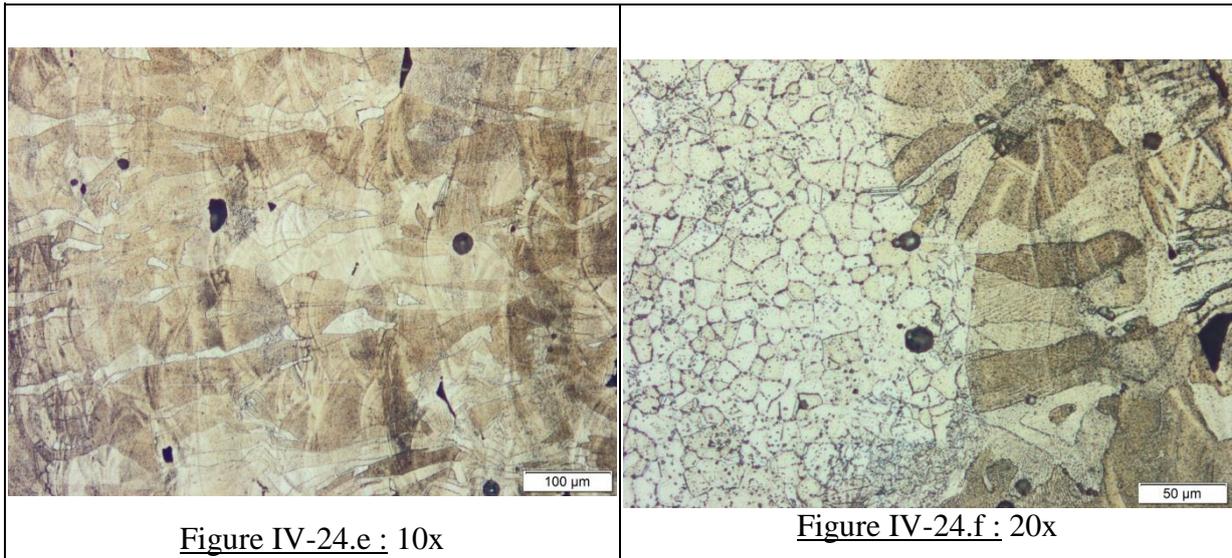
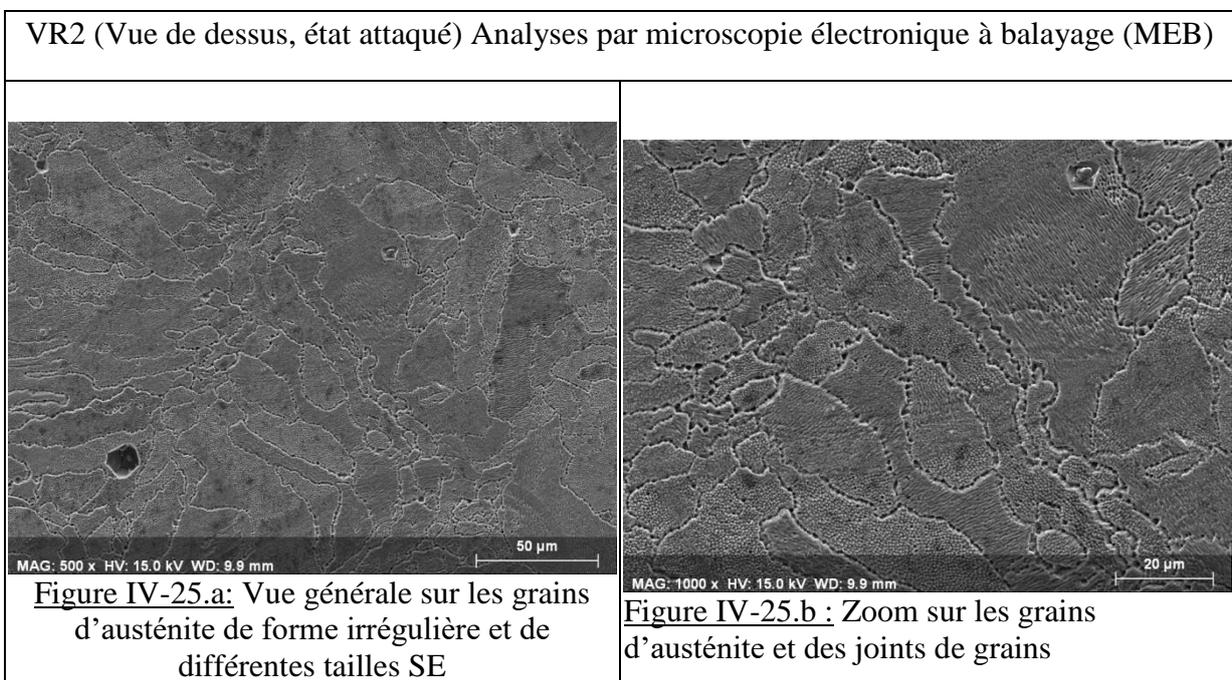


Figure IV-24.d : 100x ; Zoom sur les grains d'austénite présentant à l'intérieur une structure cellulaire

VR4 (SLM, traité 830°C/30min + 315°C/1h + 95°C/48h, vue transversale, attaqué) au microscope optique



L'observation de la figure IV-24.a, nous montre la présence particulière de phase blanche autour des défauts de type porosité dans les échantillons ayant subi le traitement thermique complet. Nous avons une microstructure monophasée austénitique contenant comme précédemment des grains d'austénite de forme irrégulière et de différentes tailles (figure IV-24.b). Nous constatons une fois de plus la présence d'une structure cellulaire à l'intérieur des grains et des cordons dus au passage du laser (figure IV-24.f).



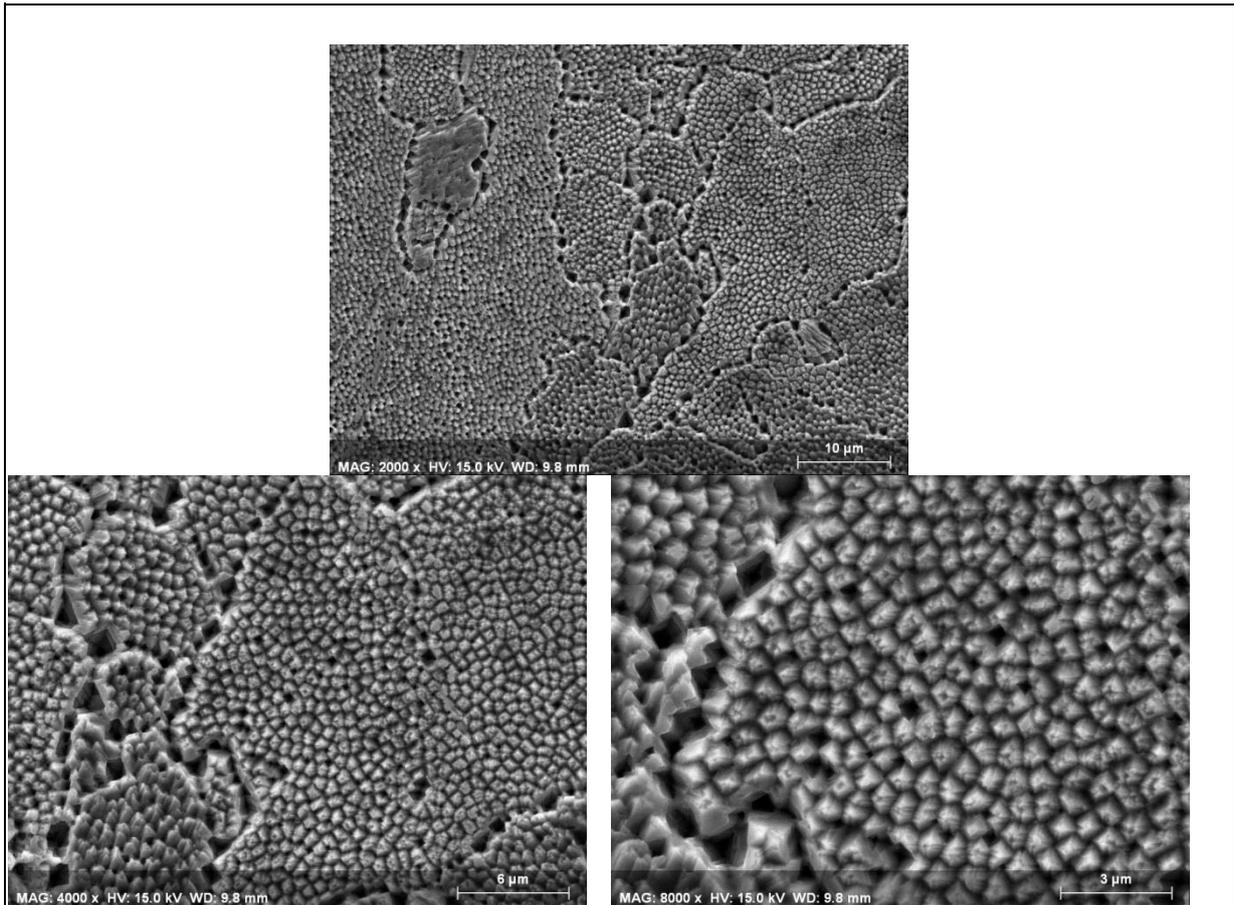


Figure IV-25.c : Zoom sur la structure cellulaire observée à l'intérieur des grains et des joints de grains SE

VR2 (Vue transversale, état attaqué)

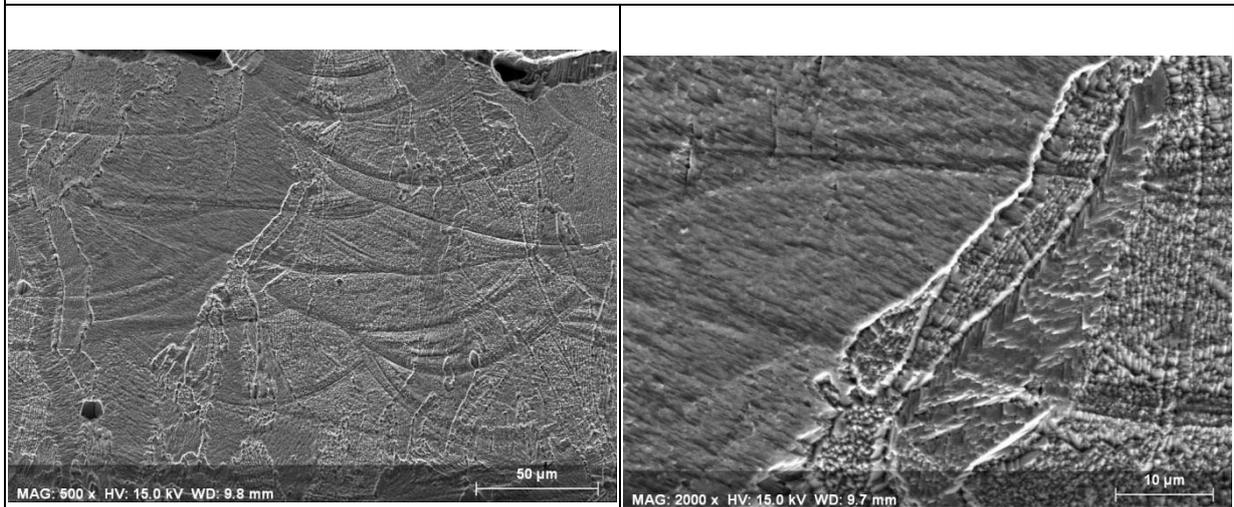


Figure IV-25.d : VR2-coupe longitudinale-SE-021

Figure IV-25.e : VR2-coupe longitudinale-SE-02111

VR3 (Vue de dessus, état attaqué)

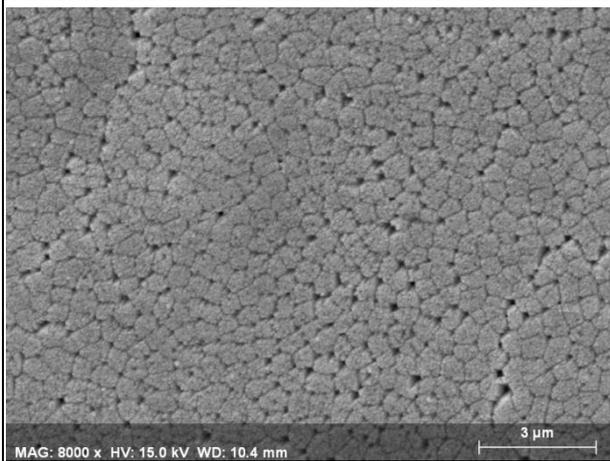


Figure IV-25.f : VR3-coupe milieu-SE-011111

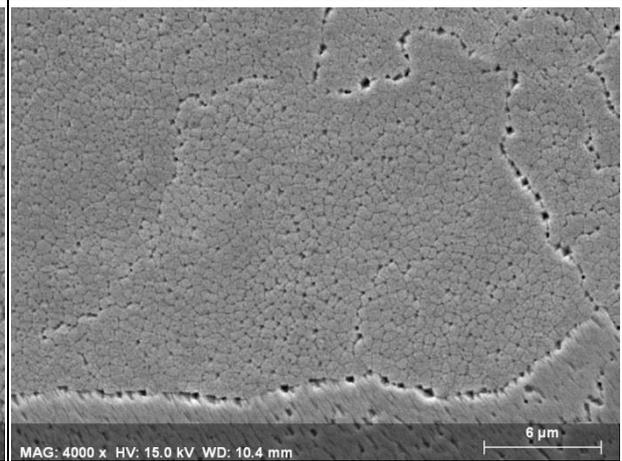


Figure IV-25.g : VR3-coupe milieu-SE-011111

VR4 (vue de dessus, état attaqué)

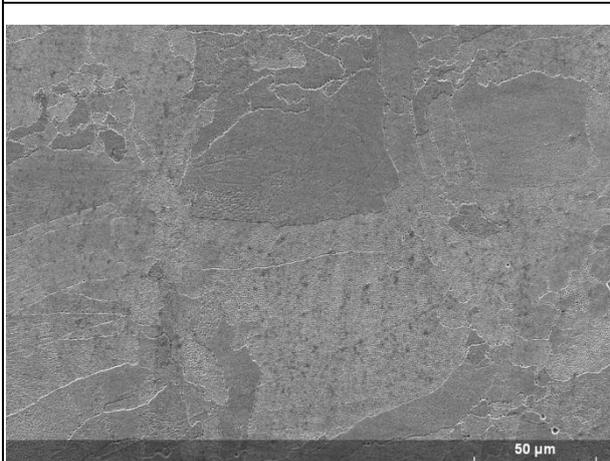


Figure IV-25.h : VR4-coupe milieu -SE-011

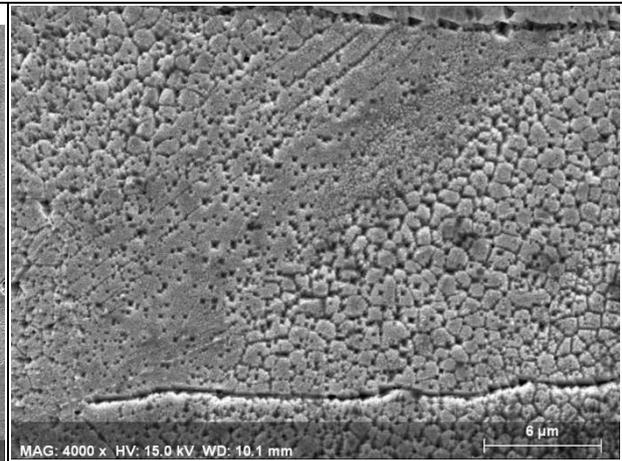


Figure IV-25.i : VR4-coupe milieu -SE-011111

Polis

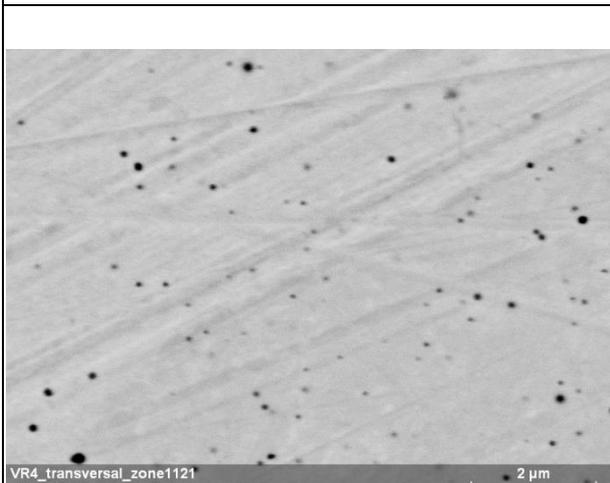


Figure IV-25.j : VR4\_transversal\_zone1121

L'observation de la vue de dessus de l'échantillon VR2 au microscope électronique à balayage nous montre clairement la sous-structure cellulaire des grains. L'observation de la figure IV-25.c, nous montre en plus des joints de grains marqués avec des creux de forme parallélépipédique. L'observation des figures IV-25.d et e, nous montrent la vue transversale de ces cellules qui sont représentées par des lignes. Elles nous permettent de mettre clairement en évidence différents cordons formés lors des différentes passes du laser. En observant les figures IV-25.f et g, nous constatons que ces cellules ont sensiblement la même taille. La vue transversale de l'échantillon VR4 met en évidence des précipités noirs sphériques (figure IV-25.i)

### IV.3.3. Propriétés mécaniques des échantillons d'Invar

Les résultats obtenus des tests de dureté effectués sur le barreau extrudé (VR0 et VR5) et les échantillons fabriqués par fusion laser sélective (VR1, VR2, VR3, VR4) sont résumés dans le tableau suivant:

Dureté HV10								
Echantillon	Barreau extrudé							
	VR0 (brut de livraison)				VR5 (traité)			
Section analysée	Section longitudinale 		Section transversale 		Section longitudinale 		Section transversale 	
Moyenne	126±2		134±7		123±2		123±1	
Echantillon	Echantillons fabriqués par LBM							
	VR1 (brut de fabrication)		VR2 (traité) 830°C/30°min		VR3 (traité) 830°C/30°min +315°C/1h		VR4 (traité) 830°C/30°min +315°C/1h +95°C/48h	
Section analysée	Vue de dessus	Vue transversale	Vue de dessus	Vue transversale	Vue de dessus	Vue transversale	Vue de dessus	Vue transversale
Moyenne	142±3	149±3	143±4	145±2	146±3	143±3	140±5	

Tableau IV-4 : récapitulatif des valeurs de dureté obtenues pour les différents échantillons

Nous avons illustré pour chaque échantillon, les valeurs de dureté moyenne obtenues figurant dans le tableau IV-4 sur l'histogramme ci-dessous.

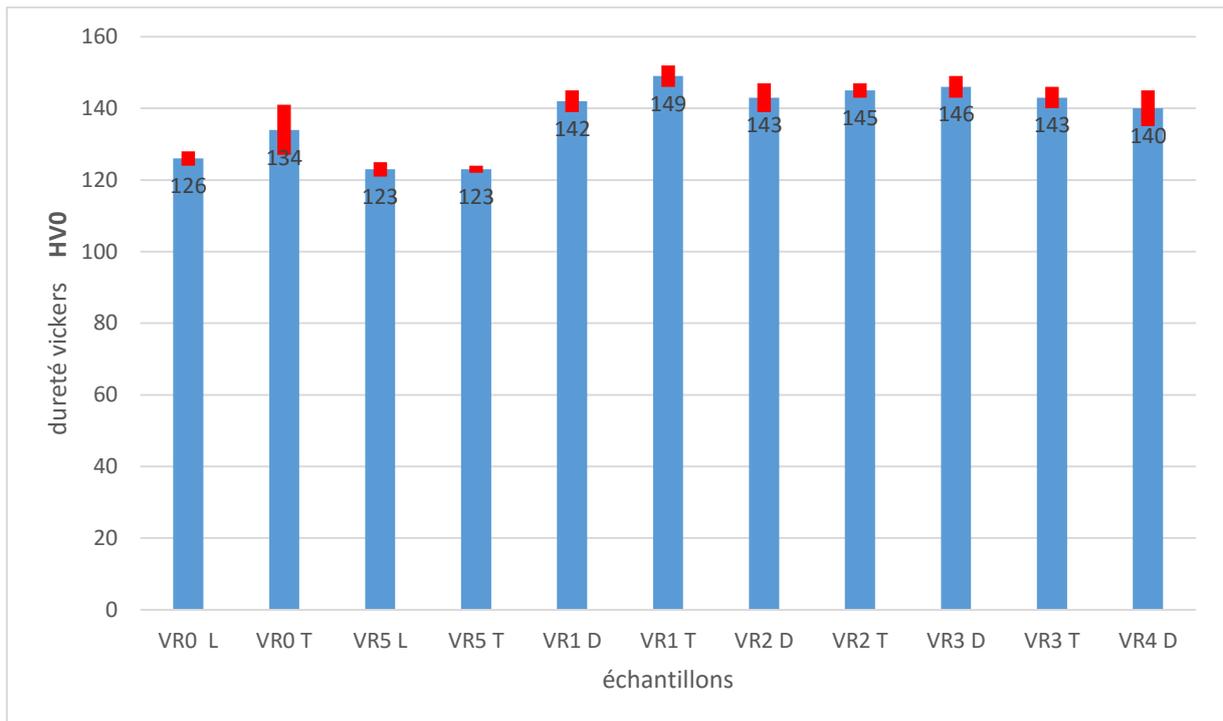


Figure IV-26: Dureté Vickers des différents échantillons

En observant le tableau IV-4 et la figure IV-26, nous constatons que la dureté Vickers des échantillons fabriqués par SLM et ou traités thermiquement est bien supérieure à celle du barreau extrudé en état brut de livraison et en état traité quelque soit la vue considérée. Nous constatons que la dureté du barreau extrudé diminue après traitement thermique plus particulièrement sur sa section transversale.

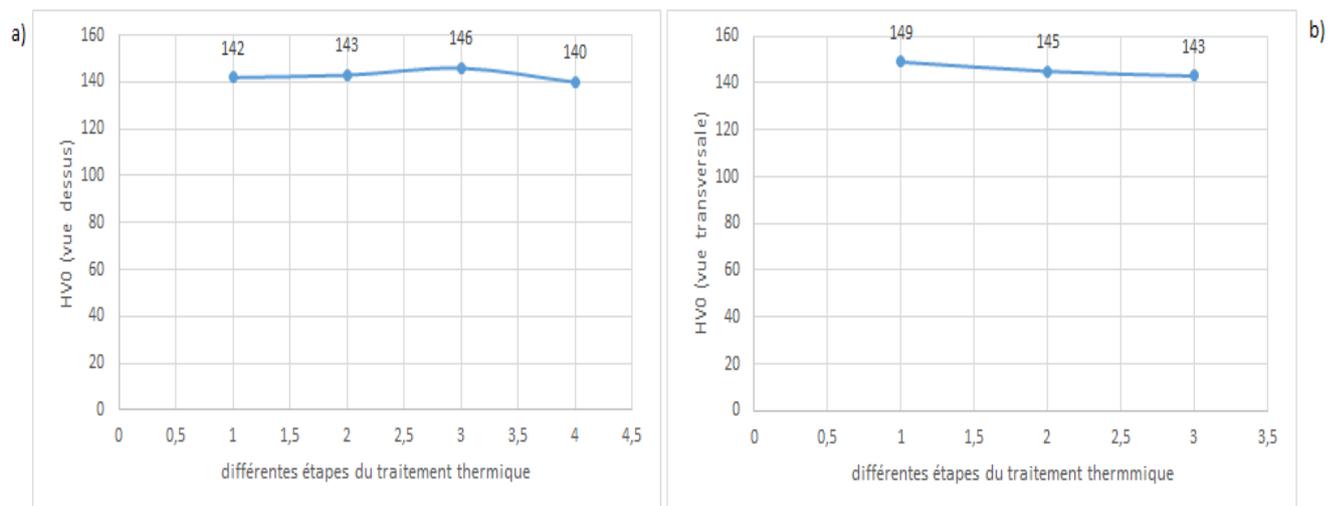


Figure IV-27: évolution de la dureté des échantillons VR1, VR2, VR3 et VR4 ( a): vue dessus et b) : vue transversale) où 1 : état brut de fabrication, 2 : 830°C-30 min, 3 : 830°C-30 min et 315°C-1h, 4 : 830°C-30 min et 315°C-1h et 95°C-48h

En observant les figures IV-27.a et b, nous constatons les valeurs de dureté des différents échantillons fabriqués varie très faiblement après chaque étape du traitement thermique. L'observation des figures IV-27.a et b nous montrent que le traitement thermique a très peu d'influence sur la dureté des échantillons fabriqués par SLM que ce soit sur le vue de dessus ou

transversale. Pour le barreau extrudé, en observant le tableau IV-4, on constate aussi que le traitement thermique n'influence pas la dureté obtenue sur sa section longitudinale et influence très peu la dureté obtenue sur sa section transversale.

#### IV.3.4. Analyse chimique et Comportement de dilatation thermique des échantillons d'Invar

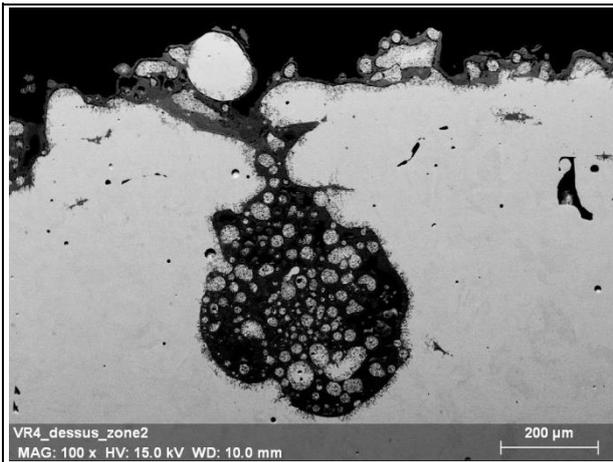


Figure IV-23.a: VR4\_dessus\_zone2

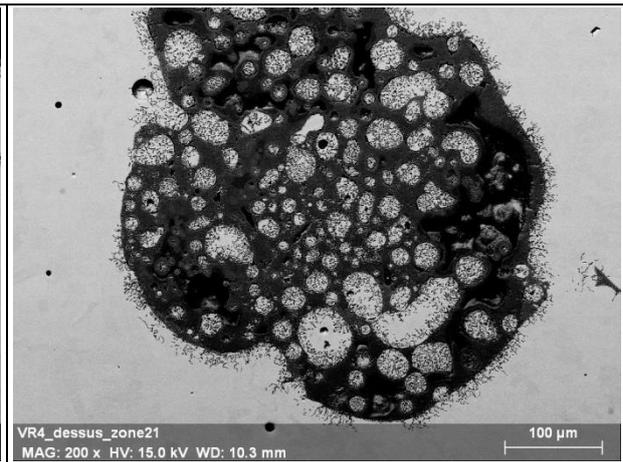


Figure IV-23.b : VR4\_dessus\_zone21

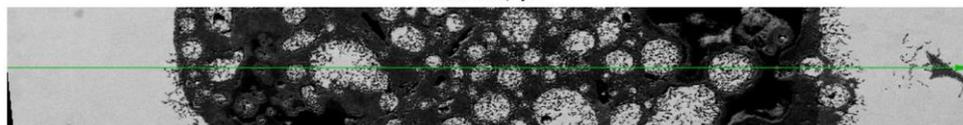
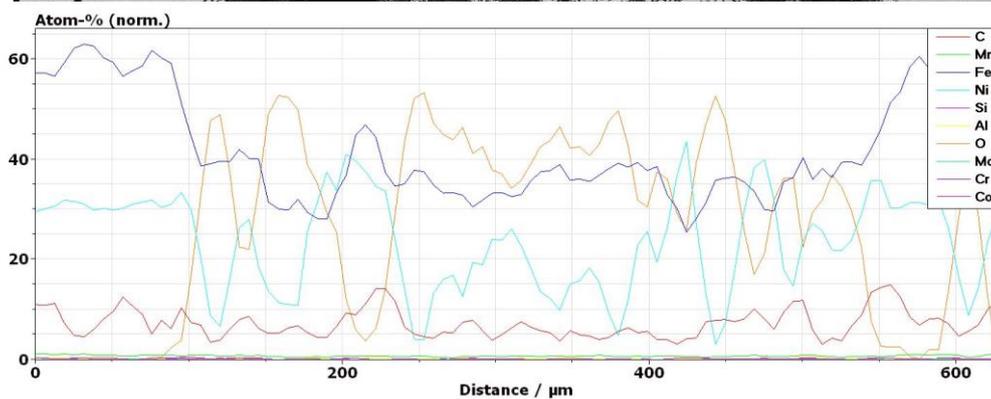
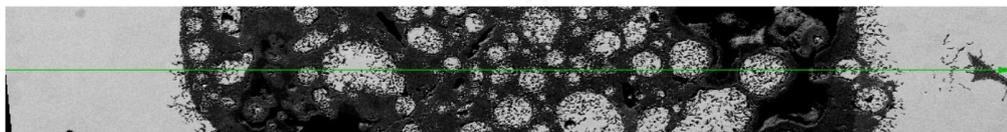
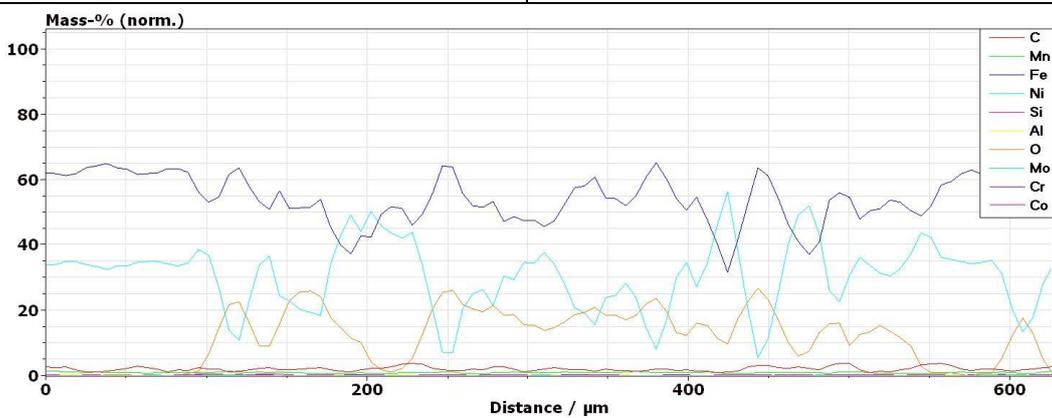


Figure IV-23.c: VR4\_dessus\_zone21\_profilchimiquemassique

Figure IV-28: analyse quantitative des porosités présentes dans l'échantillon VR4

L'analyse du profil chimique de la zone oxydée sur l'échantillon VR4, nous montre que lorsque l'on pénètre dans la porosité, la quantité d'oxygène représentée par la courbe de couleur marron

augmente alors que la quantité de fer et de nickel diminuent. Mais lorsque l'on atteint le grain non-fondu présent dans la porosité, la quantité de fer et nickel augmente mais celle de l'oxygène diminue. Ce phénomène se produit ainsi de suite lorsque l'on est hors ou dans les grains présents dans la porosité. Cette porosité est cependant très faible en cobalt, chrome, silicium, aluminium (figure IV-28).

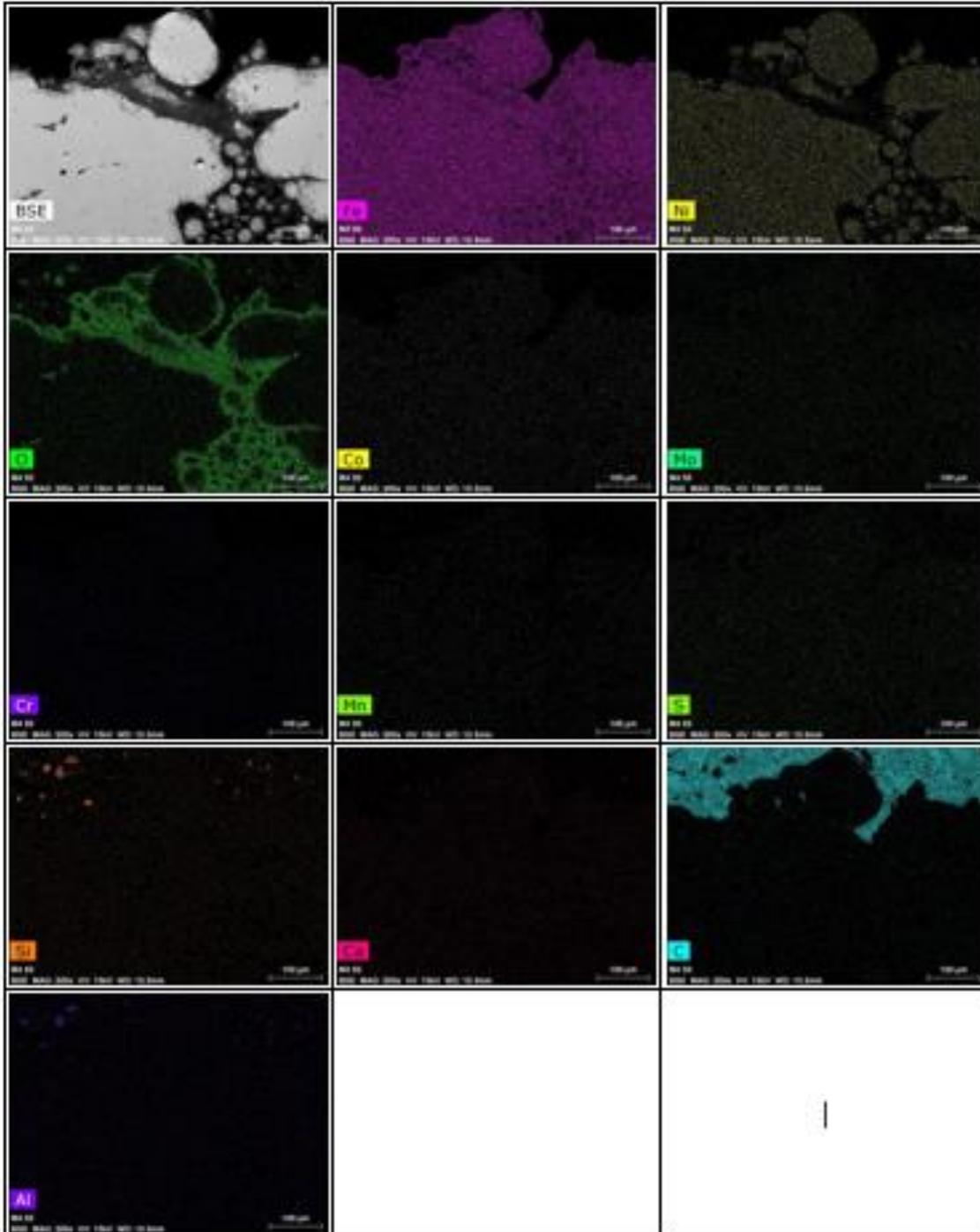


Figure IV-29: cartographie de la porosité présente dans l'échantillon VR4

En observant la figure IV-29, nous constatons que l'on a une densité de présence élevée du fer et de l'oxygène dans la porosité. On constate donc que la zone contaminée est riche en O et Fe

et correspond à un oxyde de Fer. Les poudres infondues contiennent du Nickel en plus de l'Oxygène et du Fer

L'observation au MEB du barreau extrudé nous montre la présence d'inclusions globulaires, indéformables sur sa surface. Grâce au spectre edx, nous avons pu faire une analyse chimique de l'inclusion et de la matrice des échantillons. Le tableau IV-5 nous révèle la présence de calcium dans la composition chimique de certains échantillons, calcium qui provient sans doute du polissage car il ne figure pas dans la composition chimique de base. Nous constatons que seules les inclusions contiennent une proportion élevée d'oxygène et d'aluminium. L'observation particulière de la dernière colonne de ce tableau est une bonne illustration de la composition chimique des inclusions

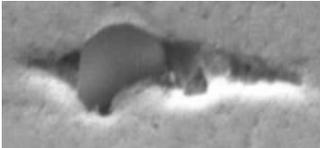
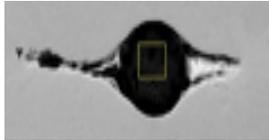
Eléments [norm. wt.%]	Poudre d'Invar	VR0			VR1		VR4, D	VR5	
		L	T	I	D	T		L	I
									
carbone	3,545	1,81	1,67	3,91	1,63	1,92	1,68	1,72	8,94
oxygène	0,213	0,00	0,00	0,72	0,00	0,00	0,00	0,00	13,71
aluminium	0,00	0,00	0,00	1,72	0,00	0,02	0,00	0,00	15,41
silicium	0,076	0,08	0,02	0,00	0,00	0,07	0,00	0,02	0,05
phosphore	0,00	0,00	0,00	0,00				0,00	
soufre	0,107	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		1,15
calcium	0,00	0,00	0,01	0,26	0,05	0,04	0,00	0,01	10,27
chrome	0,0301	0,08	0,00	0,04	0,00	0,02	0,00	0,00	0,01
manganèse	0,958	1,29	1,43	1,40	1,14	1,04	0,89	1,39	0,78
fer	62,214	62,67	62,02	60,14	61,69	61,93	62,17	62,04	31,16
cobalt	0,00	0,00	0,13	0,13	0,06	0,06	0,00	0,00	0,00
nickel	32,85	34,07	34,86	32,38	35,44	34,90	35,26	34,81	16,21
molybdène	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Tableau IV-5: composition chimique de la matrice et des inclusions des échantillons extrudés, fabriqués par laser beam melting et traités

La mesure de la dilatation thermique a également été réalisée sur quatre types d'échantillons :

- 1- échantillons cylindriques de 2,5 cm de long et 0,8 cm de diamètre en état brut livraison (VR0)
- 2- échantillons cylindriques de 2,5 cm de long et 0,8 cm de diamètre en état brut de livraison ayant subi traitement thermique (VR5 : Invar extrudé trempé + 95° pdt 48h)
- 3- échantillons parallélépipédiques fabriqués par fusion laser sélective de 2,6 cm de hauteur de 0,5 cm de base l'un en état brut de fabrication (VR1)
- 4- échantillons parallélépipédiques fabriqués par fusion laser sélective de 2,6 cm de hauteur de 0,5 cm de base ayant subi un traitement thermique (VR4)

Les différents résultats obtenus ont été représentés sur la figure ci-dessous :

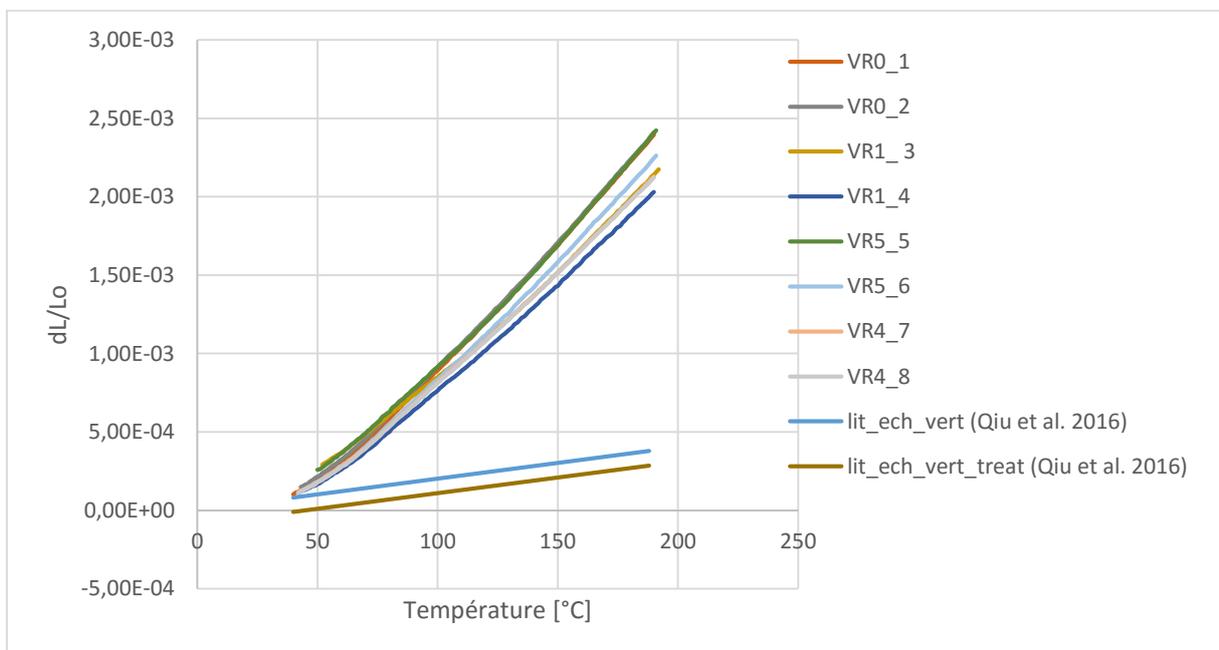


Figure IV-30 : dilatation thermique linéaire des différents échantillons

Dans figure IV-30, nous avons représenté la moyenne des valeurs de dilatation thermique de tous les échantillons à chaque température. Nous avons également représenté sur la figure IV-30, grâce aux équations fournies les courbes de dilatation thermiques linéaires provenant d'une étude réalisée sur l'Invar 36 fabriqué par fusion laser sélective.

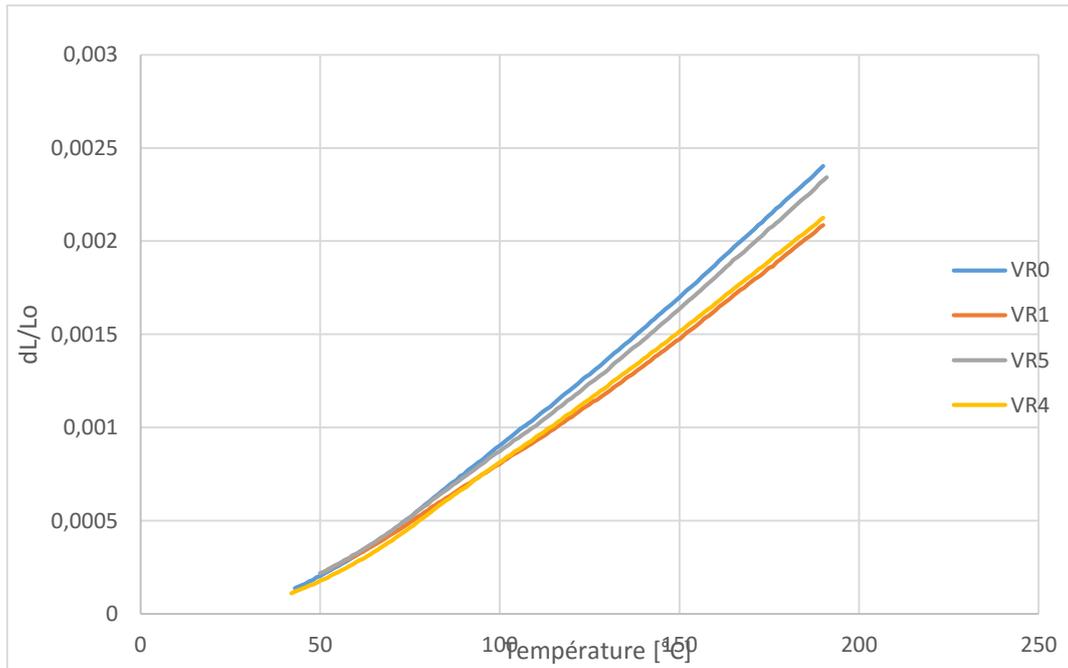


Figure IV-31: Moyenne des valeurs de dilatation thermique linéaire des différents échantillons

On constate que les courbes de dilatation thermiques de ces 4 échantillons croissent sensiblement de la même façon. Nous constatons que lorsque la gamme de température est comprise entre 50-80°C, les coefficients de dilatation thermique de tous les échantillons aussi bien fabriqués par laser beam melting qu'extrudés sont semblables. Au-dessus de 80°C, nous observons une différence plus nette des coefficients de dilatation thermique des échantillons fabriqués par laser melting et extrudés. Nous constatons d'un part que la variation thermique linéaire des échantillons fabriqués par fusion laser sélective est plus faible que celle des échantillons extrudés sur toute la gamme de température de 80 à 190°C. Nous constatons que la variation de longueur des échantillons fabriqués par fusion laser sélective augmente légèrement avec la température après traitement thermique comme le montre les courbes de VR1 et VR4 (figure IV-31). Cette augmentation de la variation de longueur entraîne donc une augmentation du coefficient de dilatation thermique des échantillons car ils sont liés par la relation :

$$\frac{\Delta L}{L} = \alpha \Delta T \text{ où } \frac{\Delta L}{L} : \text{variation de longueur et } \alpha : \text{coefficient de dilatation linéaire}$$

La figure IV-31 nous montre que le coefficient de dilatation thermique du barreau extrudé (VR0) diminue après traitement thermique. Nous constatons que traitement thermique influence peu le coefficient de dilatation thermique de nos échantillons fabriqués et extrudés. Nous remarquons que nos courbes de dilatation thermique sont bien supérieures à celles illustrées dans l'étude effectuée sur la microstructure et les propriétés des alliages d'Invar 36 fabriqués par SLM [36]

Les valeurs moyennes de coefficient de dilatation thermique des différents échantillons sur la gamme de température de 72°C-180°C sont résumées dans le tableau suivant :

échantillons	CTE ( $10^{-6}/K$ ) 80°C-180°C	CTE ( $10^{-6}/K$ ) 52°C-80°C
VR0	16,26	13,05
VR1	13,74	12,11

VR4	14,34	12,05
VR5	15,56	13,05

Tableau IV-6 : coefficient de dilatation thermique des différents échantillons.

Comme nous l'avons remarqué précédemment, lorsque nous observons le tableau IV-6, nous constatons que le coefficient de dilatation thermique des différents échantillons varie très peu en-dessous de 80°C. Au-dessus 80°C, nous constatons que le coefficient dilatation thermique augmente pour les échantillons fabriqués par SLM alors qu'il diminue pour les échantillons extrudés.

## IV.4. Discussion

### IV.4.1. Développement de la porosité

Les résultats obtenus nous montrent un taux de porosité élevé dans certains échantillons. Ce taux de porosité élevé peut s'expliquer de plusieurs façons. Il est principalement dû à la non optimisation de nos paramètres de fabrication car nous ne disposons que de peu de temps pour utiliser la machine de SLM. En effet, nous avons montré que la vitesse de balayage a une grande incidence sur la structure superficielle et le développement de porosité à l'intérieur et à la surface des échantillons. Avec une forte puissance laser constante par exemple, l'augmentation de la vitesse de balayage laser est responsable du développement d'une structure surfacique de forme de plus en plus irrégulière, d'une porosité accrue sur les surfaces et à l'intérieur des échantillons et d'une fissuration [36]. Une étude réalisée sur la microstructure et les propriétés des alliages d'Invar 36 fabriqués par fusion laser sélective à une puissance constante de 400 W nous donne un taux de porosité de <0,5% de la fraction d'air pour une vitesse laser inférieure à 3200 mm/s et un taux de porosité compris entre 0,7 et 1,8% au-dessus de 3200 mm/s [36]. Avec nos paramètres de fabrication, nous sommes parvenus au moins à obtenir pour les échantillons VR3 des taux de porosités de 0,16 et 0,34% de la fraction d'air qui sont bien inférieurs à 0,5% de la fraction d'air. Nous pouvons ainsi déduire que notre optimisation est d'assez bonne qualité pour certains échantillons. Une raison supplémentaire de ce taux de porosité est la qualité de l'étalement de la poudre et la modification du comportement d'écoulement de la poudre à l'état fondu sur notre plaque. Ce taux peut aussi provenir du fait que nous utilisons une plaque acier pour des raisons économiques au lieu d'une plaque d'Invar comme la poudre utilisée. En effet, l'acier et l'Invar n'ayant pas le même coefficient de dilatation thermique, lorsque le laser va fondre la première couche de poudre d'Invar, la poudre pourrait ne pas s'étaler de façon uniforme créant ainsi des perturbations lors de l'étalement de la deuxième couche. Nous aurons ainsi un écoulement non uniforme et instable de la poudre fondu, ce qui peut être à l'origine de l'apparition des porosités et des grains poudre non fondus comme nous avons pu le voir. Il serait souhaitable pour la suite d'utiliser une plaque d'Invar et de disposer de plus de temps pour l'optimisation des paramètres de fabrication.

### IV.4.2. Microstructure et analyse chimique

Les résultats de la microstructure nous montrent que nous avons une croissance équiaxiale et épitaxiale des grains, un mélange de grains équiaxes et colonnaires. Le développement de la

microstructure est censé être associé à l'histoire thermique que les différentes régions peuvent avoir vécue. En effet, lorsque la vitesse de refroidissement dans une zone est généralement plus rapide que dans une autre, cela favorise le développement de gros grains colonnaires. Un gradient thermique plus petit est thermodynamiquement défavorable à la croissance des grains colonnaires au-delà de plusieurs couches mais il rend possible le développement de grains plus localisés.

Nous constatons que le traitement thermique utilisé ne change pas de manière significative la microstructure. L'observation de la microstructure des échantillons nous a révélé la présence de précipités. D'après la littérature, l'analyse par diffraction des rayons X indique que ces précipités contenus dans l'alliage sont de type  $M_2C$  riche en Mo. La composition chimique du dit précipité est résumée dans le tableau ci-dessous.

éléments	Composition massique %	Composition atomique %	erreur	K- ratio
Cr	1,28	2,13	0,065	0,0123
Fe	10,34	15,97	0,206	0,1046
Ni	4,32	6,34	0,153	0,0452
Mo	84,06	75,56	0,549	0,7927

Tableau IV-7: composition chimique de précipité [37].

D'après la littérature, il a été constaté que la dureté s'accroît avec l'augmentation de la température de traitement, ce qui est dû en grande partie à la hausse de la concentration du soluté associée à la dissolution des carbures [37]. Nous pouvons ainsi dire que la dureté des échantillons d'Invars augmente avec la dissolution des précipités  $Mo_2C$ . Bien que moins de carbures restent dans la matrice, l'effet défavorable des carbures résiduels sur les propriétés de l'alliage est réduit de façon marquée. La dissolution des carbures peut conduire à une croissance anormale, ce qui peut être nuisible à l'alliage [37].

L'observation de la figure IV-25.c, nous a permis de constater que nos joints de grains ont une forme particulière. Cette forme peut être due soit à une attaque chimique très forte au niveau du joint de grain, soit à la localisation d'anciens sites de précipités déchaussés ou enfin être des précipités alpha.

Notons que notre échantillon recuit et trempé à l'eau (VR2) ne présente aucune fissuration contrairement à ceux qui avaient été observés lors de l'étude de la microstructure et des propriétés des alliages d'Invar fabriqués par fusion sélective au laser. Ces échantillons qui avaient subi un recuit à un recuit à 830°C suivi d'une trempe à l'eau, montraient de temps en temps des fissurations aux interfaces et entre des grains voisins, en particulier à l'interface de deux couches de grains [36]. Un craquage qui est censé être formé en raison de la contrainte interne développée pendant la trempe à l'eau après le traitement thermique à 830°C [36].

Nous avons remarqué l'apparition des couches d'oxydes sur la surface de nos échantillons après traitement thermique. D'après une étude réalisée sur l'oxydation de l'Invar sous air, il est clairement établi que cette couche d'oxyde est une superposition de couche de FeO,  $Fe_3O_4$  et  $Fe_2O_3$  [39].

#### IV.4.3 dureté des échantillons

Nous avons pu constater que nous obtenons une dureté plus élevée pour les échantillons fabriqués par SLM par rapport au barreau extrudé. Le traitement thermique n'a pas une influence significative sur la microstructure et de la dureté des échantillons fabriqués et extrudés. Cette différence de dureté entre les échantillons fabriqués par SLM et barreau extrudé peut s'expliquer par leur composition chimique différente tout particulièrement par les éléments d'addition. Il a été rapporté que les effets combinés du vanadium et du carbone augmentent la dureté des alliages d'Invar mais à cause de l'épuisement mondial des métaux rares tels que le vanadium, le chrome et titane sont des bons substituts [40], [41]. Ainsi, une plus grande proportion du chrome augmentera la dureté des échantillons d'Invar. Nous constatons que nous avons du chrome dans les échantillons d'invar fabriqués par SLM et nous ne retrouvons pas de chrome dans la composition chimique du barreau, ce qui explique pourquoi on a une plus grande dureté dans les échantillons fabriqués par SLM. Nous constatons que les valeurs de dureté de nos échantillons fabriqués et extrudés sont semblables à celui de l'Invar conventionnel qui est comprise entre 140 et 160.

#### IV.4.4 Comportement de dilatation thermique

Les grandeurs de dilatation thermique pour les échantillons étudiés se sont avérées comparables entre elles, mais on a constaté qu'elles sont bien supérieures à celles calculées dans la littérature [36]. Nous savons que le coefficient de dilatation thermique des alliages binaires Fe-Ni est très sensible à la fraction de Ni et est d'autant plus faible lorsque la fraction de  $\%Ni \approx 36\%$ . La différence entre le coefficient de dilatation thermique des échantillons extrudés et fabriqués par laser beam melting peut s'expliquer par le fait que d'une part la teneur en Ni des échantillons fabriqués est plus proche de 36% par rapport à celle du barreau extrudé et d'autre part par les éléments additifs présents de notre composition chimique. La valeur plus élevée du coefficient de dilatation thermique de nos échantillons fabriqués par SLM par rapport à ceux de la littérature peut provenir du fait que notre processus de fabrication n'est pas fiable, il y a une modification de notre composition chimique avant et après SLM, une perte de certains éléments par évaporation. La concentration en éléments additifs ou en impuretés dans les échantillons d'Invar a deux actions. D'une part, elle augmente la valeur du minimum atteignable du coefficient de dilatation, d'autre part, elles déplacent la teneur en nickel pour laquelle ce minimum est obtenu (figure I-16) [14]. La différence de valeurs obtenues entre le coefficient de dilatation thermique du barreau extrudé et des échantillons fabriqués par fusion laser sélective vient sans doute de leur composition chimique différente car le traitement thermique utilisé n'influence pas la microstructure des échantillons. En effet, quand nous observons les tableaux II-1 et 2, nous constatons que la concentration en éléments additifs dans le barreau extrudé (C, Mn, Si) est inférieure à 1% alors que les concentrations en manganèse, carbone et silicium dans les échantillons fabriqués par SLM sont quant à eux inférieures à 0,195%. Plus basse est la concentration en éléments additifs, moins elle augmente son coefficient de dilatation thermique. D'où le fait que les coefficients de dilatation des échantillons fabriqués par SLM est inférieur à ceux des échantillons extrudés (figure I-16). Tous les éléments usuels, sauf le cobalt

augmentent le minimum du coefficient de dilatation. Le tableau IV-7 ci-dessous donne, pour les coulées industrielles proches de Fe-36%Ni, l'augmentation du coefficient de dilatation entre 20 et 100°C en fonction de la teneur des différents éléments.

Elément	Si	Mn	Cr	Cu	Co
$\Delta\alpha$ par % d'élément ( $^{\circ}\text{C} \times 10^{-6}$ )	+1,3	+1,0	+0,8	+0,1	0

Tableau IV-8 : augmentation du coefficient de dilatation en fonction de l'élément [14].

Une autre raison qui peut expliquer que nous trouvons ces valeurs de coefficient de dilatation thermique est notre taux élevé de porosité qui vient du fait que nous n'avons pas eu assez de temps pour réaliser une bonne optimisation.

## VI. Conclusion et perspectives

Dans le cadre de ce travail de fin d'étude, nous avons étudié d'une part l'influence du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés des alliages d'Invar 36 fabriqués par fusion laser sélective. D'autre part, nous avons effectué une comparaison entre le barreau d'Invar extrudé et les échantillons d'invar fabriqués par SLM.

Dans une première étape avant de réaliser cet étude, notre principale objectif était de connaître ce que c'est que l'Invar, l'effet Invar et son origine. Par la suite, nous nous sommes intéressés au procédé de fusion laser sélective, à son principe de fonctionnement, à la fabrication des alliages d'Invar, au type d'atmosphère utilisé et à son impact sur la morphologie des pièces obtenues. Nous nous sommes penchés sur le choix du type de plaque de construction à utiliser et le plus important le type de traitement thermique à adopter. Dans une seconde d'étape, nous avons procédé à la fabrication de nos échantillons et à l'optimisation dans la mesure du possible malgré le temps très court dont nous disposons de nos paramètres de fabrication. Pour la dernière étape, nous avons effectué une caractérisation microstructurale et mécanique des échantillons fabriqués par laser beam melting et extrudés.

Nous avons ainsi pu constater que le traitement thermique n'influence pas notre microstructure. Il influence peu le coefficient de dilatation thermique et la dureté des échantillons à la fois fabriqués par laser beam melting et extrudés. Nous avons remarqué un léger grossissement de grains après recuit. Les résultats nous montrent que nous obtenons une meilleure dureté et un meilleur coefficient de dilatation thermique pour les échantillons fabriqués par SLM.

L'étude de la microstructure des alliages d'Invar a soulevé de nombreuses interrogations et idées. En effet, à cause des faibles temps dont nous disposons pour l'utilisation du microscope électronique à balayage et optique, nous ne pouvons pas réaliser une analyse détaillée de nos échantillons. Une analyse chimique sera nécessaire dans la suite pour nous permettre non seulement de connaître la composition chimique exacte de nos différents échantillons fabriqués et extrudés, de la poudre d'Invar utilisée et des précipités présents dans la microstructure. Une analyse par diffraction des rayons X et EDAX nous permettrait de connaître avec plus de précision cette composition chimique. En plus de l'analyse chimique, une analyse par EBSD nous permettrait de connaître plus précisément le sens de croissance de nos grains, leur orientation et leur forme, et en savoir plus sur la microstructure. Nous pourrions ainsi connaître à travers combien de couches nos grains croissent, la taille de nos grains à chaque étape du traitement thermique. Nous avons pu constater que notre traitement thermique n'était pas bonne qualité car nous avons eu l'apparition de couches d'oxyde sur la surface de nos échantillons, qui sont sans doute dues au refroidissement à l'air. Pour éviter ce problème d'oxydation sur les pièces, nous proposons ce traitement thermique qui est utilisé pour les alliages d'invar ayant une composition chimique très proche de la nôtre :

- Recuit à 830°C (1525°F) pendant 30 minutes et trempe à l'eau
- réchauffé à 300°C (570°F) pendant 1 heure et trempe à l'eau.
- enfin réchauffé à 100°C (212°F) pendant 48 heures et refroidissement à l'air

Nous ne disposions que d'un temps très court pour l'utilisation de la machine de fusion laser sélective, ce qui ne nous a pas permis de réaliser une bonne optimisation de nos paramètres de fabrication. Pour la suite, pour améliorer l'optimisation de nos paramètres de fabrication, nous pourrions légèrement augmenter la puissance laser tout en conservant la vitesse utilisée lors de notre troisième job.

## Bibliographie

- [1] A. B. G. T. e. J.-M. M. Anne-Françoise OBATON, Fabrication additive : état de l'art et besoins.
- [2] S. Christophe, L'impression 3D\_etat des lieux et perspectives.
- [3] M. Awkal, "wikipédia," 6 06 2016. [Online]. Available: [https://fr.wikipedia.org/wiki/Fabrication\\_additive](https://fr.wikipedia.org/wiki/Fabrication_additive). [Accessed 13 06 2016].
- [4] "The Selective Laser Melting ( SLM ) – 2010 Best choice for accurate and complex geometries".
- [5] T. Kurzynowski, E. Chlebus, B. Kuźnicka and J. Reiner, "Parameters in selective laser melting for processing metallic powders," vol. 8239, 2012.
- [6] C. Y. Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Z. H. Liu, D. Q. Zhang, L. E. Loh and S. L. Sing, "Review of selective laser melting: Materials and applications," vol. 2, 2015.
- [7] K. U. Leuven, "COMPLEXITY of SELECTIVE LASER MELTING : a new optimisation approach," 2007.
- [8] I. Yadroitsev and I. Smurov, "Surface morphology in selective laser melting of metal powders," vol. 12, no. 264-270, 2011.
- [9] K. Zeng, "Optimization of support structures for selective laser melting . By," no. 201, 2015.
- [10] Y. Huang, L. Yang, X. Du and Y. Yang, "Finite element analysis of thermal behavior of metal powder during selective laser melting," vol. 104, no. 146-157, 2016.
- [11] J. P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts and B. Lauwers, "Selective laser melting of iron-based powder," vol. 149, no. 616-622, 2004.
- [12] Y. Lu, S. Wu, Y. Gan, T. Huang, C. Yang, L. Junjie and L. Junjie, "Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy," *Optics and Laser Technology*, vol. 75, no. 197-206, 2015.
- [13] L. Van Belle, "Analyse, modélisation et simulation de l'apparition de contraintes en fusion laser métallique," 2013.
- [14] G. Béranger, F. Duffaut, J. Morlet and J.-F. Tiers, " Les alliages de fer et de nickel : 100 ans après la découverte de l'INVAR," p. 508, 1996.
- [15] M. V. Schilfgaarde, I. a. Abrikosov and B. Johansson, "Origin of the Invar effect of iron-nickel alloys," vol. 400, no. 1-4, 1999.
- [16] M. Shiga, "Invar Alloys," no. 340-348, 1996.
- [17] S. Chikazumi, T. Mizoguchi, N. Yamaguchi and P. Beckwith, "The invar problem," vol. 39, no. 939-944, 1968.

- [18] Bob08, "wikipédia," 8 06 2016. [Online]. Available: <https://fr.wikipedia.org/wiki/Invar>. [Accessed 13 06 2016].
- [19] R. H. Alloys, "Special-Purpose Nickel Alloys," vol. 270, 2000.
- [20] J. R. Davis, Alloying, ASM International, 2001.
- [21] S. Khmelevskiy and P. Mohn, "Magnetostriction in Fe-based alloys and the origin of the Invar anomaly," *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, vol. 69, pp. 1-4, 2004.
- [22] A. V. Ruban, S. Khmelevskiy, P. Mohn and B. Johansson, "Magnetic state, magnetovolume effects, and atomic order in Fe<sub>65</sub> Ni<sub>35</sub> Invar alloy: A first principles study," *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, vol. 76, pp. 1-9, 2007.
- [23] Djhé, "Wikipédia," 25 02 2010. [Online]. Available: [https://fr.wikipedia.org/wiki/Duret%C3%A9\\_Vickers](https://fr.wikipedia.org/wiki/Duret%C3%A9_Vickers). [Accessed 06 06 2016].
- [24] D. Dai and D. Gu, "Effect of metal vaporization behavior on keyhole-mode surface morphology of selective laser melted composites using different protective atmospheres," vol. 355, no. 310-319, 2015.
- [25] R. M. Rowell, "Thermal properties," no. 718-864, 2005.
- [26] A. Tseng, "Mechanical and bending characteristics of invar sheets," vol. 17, no. 89-96, 1996.
- [27] X. Wang, B. Wang, W. Ding, C. Wang, Y. Shi and Q. Guo, Effect of aging temperature on dimensional instability of invar alloys, 2013.
- [28] X. Jiang, L. Li, X. Xia, J. Huang and Q. Zhai, "Influence of Annealing Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Cold-Rolled Sheet of," no. 511-518, 2012.
- [29] J. Nan, G. Li and K. Xu, "Yielding behavior of low expansion invar alloy at elevated temperature," vol. 114, no. 36-40, 2001.
- [30] S.-T. Won and J.-H. Kim, "The Effects of the Annealing Heat Treatments and Testing Temperatures on the Mechanical Properties of the Invar Materials," *Journal of the Korean Society for Precision Engineering*, vol. 18, pp. 167-176, 2001.
- [31] B. S. Lement, "the dimensional behavior of invar," 1938.
- [32] N. Mehanathan, V. Tavassoli, P. Shao, L. Sorenson and F. Ayazi, "Invar-36 micro hemispherical shell resonators," no. 40-43, 2014.
- [33] S. Scott, "Engineering Design Guidelines," 22 06 2015. [Online]. Available: <http://confluence.diamond.ac.uk/display/EDG/Dimensional+stability+of+Invar>. [Accessed 13 06 2016].
- [34] R. Bacher, "Influence of thermomechanical of invar and superinvar g. hausch,," vol. 161, pp. 22-24, 1989.

- [35] S. S. Gorelik, L. M. Letyuk, A. V. Seleznev and N. G. Chomova, "Effect of heat treatment on the properties of Elinvar alloys," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 16, pp. 953-955, 1974.
- [36] N. J. A. M. M. A. Chunlei Qiu\*, Selective laser melting of Invar 36: Microstructure and properties, *Acta Materialia*, 2015.
- [37] T. Y.-f. X. J. Z. J.-s. Z. J.-l. Zhang Jian-fu, "Effect of Solid Solution Treatment on Microstructure of Fe-Ni Based High Strength Low Thermal Expansion Alloy," vol. 15, no. 75-78, 2008.
- [38] M. Inaba, Y. Honma, T. Hatanaka and Y. Otake, "Effects of the annealing conditions on the oxidation behavior of Fe-36Ni alloys," *Applied Surface Science*, vol. 27, pp. 164-179, 1986.
- [39] N. L. P. Lefort, "Oxydation de l' invar sous air," no. 810-829, 1999.
- [40] S. t. K. s. Y. S. Kazui Nakama, "strengthening of Fe-36mass%Ni Low thermal expansion alloy by additions of C, V, Ti and Cr and the effect of reducing Ni on thermal expansion," *the japan institue of metals and materials*, vol. 78, pp. 37-44, 2014.
- [41] K. Nakama, K. Sugita and Y. Shirai, "Effect of MC Type Carbides on Age Hardness and Thermal Expansion of Fe-36 wt%Ni-0.2 wt%C Alloy," *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 2, pp. 383-387, 2013.