

# These de doctorat



# Gautier DOUMENC

## UNIVERSITÉ DE NANTES

Comue Université Bretagne Loire

ECOLE DOCTORALE N° 602 Sciences pour l'Ingénieur Spécialité : Génie des Matériaux

# Fabrication additive arc-fil en alliage d'aluminium à durcissement structural AA6061 : relations procédé, microstructures et propriétés mécaniques

Thèse présentée et soutenue en vue de l'obtention du grade de Docteur de l'Université de Nantes prévue à Saint-Nazaire, le 19/02/2021

Unités de recherche :

Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM), UMR CNRS 6183 Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN), UMR CNRS 6502

#### **Composition du Jury :**

Président :	Patrice PEYRE	Directeur de recherche, PIMM - CNRS
Rapporteurs :	Aude SIMAR	Professeure des Universités, Université catholique de
	Damien FABREGUE	Professeur des Universités, INSA Lyon
Examinateurs :	Frédéric DESCHAUX-BEAUME Laurent COUTURIER	Professeur des Universités, Université de Montpellier Maître de conférences, Université de Nantes
Directeur de thèse : Co-directeur de thèse : Encadrant de thèse :	David GLOAGUEN Pascal PAILLARD Bruno COURANT	Professeur des Universités, Université de Nantes Professeur des Universités, Université de Nantes Maître de conférences, Université de Nantes
Invité(s) :	Alexandre BENOIT	Docteur Ingénieur, IRT Jules Verne, Nantes

# REMERCIEMENTS

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit a été réalisé au sein de l'Institut de recherche en génie civil et mécanique (GeM) de Saint-Nazaire et de l'institut des matériaux Jean Rouxel à Nantes (IMN). Cette thèse a été financée dans le cadre du programme de recherche PERFORM de l'IRT Jules Verne.

Au moment de clore ce mémoire, toutes les personnes qui m'ont entouré me viennent en tête. Les personnes avec qui j'ai pu évoluer durant ces trois années sont pour beaucoup dans le travail accompli et l'épanouissement personnel que j'ai pu en tirer.

Je souhaite tout d'abord remercier Patrice Peyre d'avoir présidé le jury de cette thèse, Aude Simar et Damien Fabrègue d'avoir accepté de rapporter cette thèse. Je remercie également Frédéric Deschaux-Beaume d'avoir montré l'intérêt qu'il portait à ce travail en acceptant de participer à ce jury.

Je remercie infiniment David Gloaguen pour avoir dirigé cette thèse d'une main de maître. Ses enseignements, ses conseils toujours avisés, sa disponibilité et son soutien indéfectible auront été indispensables à ce travail.

Je souhaite remercier Pascal Paillard de m'avoir encadré et épaulé pendant trois ans. Son expertise et ses conseils concernant le monde du soudage et de la métallurgie ont été d'une grande aide. Merci de tous les moyens qu'il a mis à ma disposition.

Je remercie Laurent Couturier pour tout ce qu'il a apporté à ce travail et qui ne pourrait être résumé ici. Outre son expertise scientifique, sa volonté de transmettre son savoir et ses compétences techniques ont rendu nos travaux communs particulièrement formateurs et fructueux.

J'adresse mes remerciements chaleureux à Bruno Courant, pour sa disponibilité, son sens de l'humour, sa bonne humeur et ses conseils subtils. Merci de sa bienveillance constante et de son soutien.

Je remercie Alexandre Benoit pour ses nombreux conseils, son soutien et les échanges toujours passionnants que nous avons eus.

J'ai ainsi pu bénéficier du meilleur encadrement qu'un doctorant puisse avoir : non seulement de très grande qualité scientifique, mais également dans une ambiance chaleureuse et bienveillante. Je leur suis très reconnaissant d'avoir encadré ce travail. La liberté et la confiance qu'ils m'ont octroyées durant ces trois années est une chance inouïe pour un doctorant. Ils m'ont énormément apporté tant sur le plan professionnel que personnel.

Je remercie l'ensemble de mes collègues de l'IRT, du GeM, et de l'IMN, non seulement pour leur accueil et pour leur sympathie. Pour leurs contributions à ce travail, pour les nombreuses formations qu'ils m'ont dispensé et pour leur sympathie, je remercie Marie-José Moya-Hernandez, Baptiste Girault et Emmanuel Bertrand. Je remercie également mon voisin de bureau, Sam, toujours prêt à rendre service. Je pense également à Eric Gautron, Nicolas Gautier et Anne-Claire Gaillot pour leur sens de l'humour et leur expertise sur la microscopie électronique en transmission. Je souhaite remercier Lionel Porcar et Williams Lefebvre qui ont pris le temps de m'expliquer et qui ont permis la réalisation d'expériences que je pensais particulièrement inaccessibles. Pour ses conseils en conception, en usinage et en pêche je remercie Fanch Guillou qui a donné de son temps et de son expertise ! Le BOSS de l'usinage ! Je remercie Sabrina Samson et Natalie Guerin pour leur gentillesse (leur patience) et le soutien administratif qu'elles m'ont apporté.

Je remercie tous les doctorants du GeM Vincent, Anna, Quentin H, Romain, Sarah, Quentin D, Nadjib, Quentin R, Ischam, Ameni pour avoir essayé de m'apprendre des disciplines loufoques comme le foot ou le squash. Merci Dezouz' pour nos sorties surf au lever du soleil. Je tiens à remercier l'équipe des « Malfaiteurs », expérimentateurs chevronnés du comportement des œufs de poule, du polystyrène dans l'acétone et modélisateurs du comportement viscoélastique de sucreries en caramel. Merci notamment à la responsable en chef de cette équipe de recherche, Madeleine Bignon ainsi qu'à tous ses membres Thibault, Etienne, Julio, Mathieu, Vincent.

J'adresse une pensée amicale à Olivier Berteaux, Bernard Lorrain et Olivier Brucelle qui m'ont encouragé à me lancer dans la recherche !

Enfin, je souhaite remercier l'ensemble de mes proches : mes parents, mon frère Robin, Emma, Quentin A. et tous mes amis, sans qui rien de tout cela n'aurait été possible.

# Sommaire

### Introduction générale

1. Intro	duction du chapitre11	
2. Géné	ralités sur la fabrication additive12	
2.1.	De la fiction à la réalité12	
2.2.	Définition actuelle	
2.3.	Déroulement des opérations : du modèle à l'objet13	
2.4.	Atouts de la fabrication additive16	
2.5.	Limites de la fabrication additive	
3. Fabri	cation additive des matériaux métalliques26	
3.1.	Présentation des procédés26	
3.2.	Choix du procédé	
4. Fabri	4. Fabrication additive arc-fil (WAAM)	
4.1.	Introduction à la fabrication additive arc-fil	
4.2.	Sources d'énergie en WAAM	
5. Desc	ription du matériau de l'étude, l'alliage d'aluminium 6061	
5.1.	L'aluminium et ses alliages47	
5.2.	L'alliage d'aluminium 606148	
6. WAA	AM d'alliages d'aluminium	
6.1.	Le soudage des alliages d'aluminium57	
6.2.	Développement du WAAM d'alliages d'aluminium64	
7. Conc	lusions du chapitre72	
Bibliograp	ohie74	

1.	Introd	uction du chapitre9	1
2.	Dispo	sitif expérimental	2
2	.1.	Banc d'essais	2
2	.2.	Instrumentation du procédé	4
2	.3.	Métal d'apport	6
3.	Reche	erche des paramètres de dépôt9	7
3	.1.	Paramètres de la littérature	7
3	.2.	Recherche des fenêtres paramétriques d'utilisation 10	0
3	.3.	Caractérisation des synergies10	15
4.	Élabo	ration de parois minces12	8
4	.1.	Recherche de paramètres permettant la superposition de dépôts 12	8
4	.2.	Réalisation de murs avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT 13	7
4	.3.	Réalisation de murs en synergie utilisant le mode de transfert CMT-P14	0
5.	Santé	matière et conformité des dépôts14	-2
5	.1.	Contrôle visuel	-2
5	.2.	Géométries des pièces produites14	4
5	.3.	Santé matière	0
6.	Pièces	s massives	6
6	.1.	Problématique de juxtaposition de dépôts15	6
7.	Concl	usions du chapitre	;3
Bib	Bibliographie		

1.	Introd	luction du chapitre	. 171	
2.	Matér	atériaux et méthodes de caractérisation		
2.	.1.	Définition des échantillons étudiés	. 171	
2.	.2.	Traitements thermiques	. 172	
2.	.3.	Techniques employées et informations recherchées	. 173	
3.	Techn	iques de caractérisation des microstructures	. 174	
3.	.1.	Microscopie optique	. 174	
3.	.2.	Microscopie électronique à balayage	. 174	
3.	.3.	Analyses chimiques par dispersion d'énergie des photons X	. 174	
3.	.4.	Analyse EBSD	. 174	
3.	.5.	Microscopie électronique en transmission	. 176	
3.	.6.	EELS	. 177	
3.	.7.	Diffusion des neutrons aux petits angles	. 177	
3.	.8.	Sonde atomique tomographique	. 181	
4.	Carac	térisation des microstructures	. 183	
4	.1.	Morphologies et taille des grains	. 183	
4	.2.	Phases micrométriques	. 201	
5.	Carac	térisation des précipités à l'échelle nanométrique	. 205	
5.	.1.	Étude par microscopie électronique en transmission	. 205	
5.	.2.	Caractérisation par SANS	.211	
5.	.3.	Campagne de caractérisation par SAT	. 212	
6.	Concl	usion du chapitre	. 214	
Bibl	liograpl	hie	. 215	

1.	Introd	luction du chapitre	
2.	Techr	niques de caractérisation mécanique	
2	.1.	Essais de microdureté	
2	.2.	Contraintes résiduelles	
2	.3.	Essais de traction	
2	.4.	Essais de traction sous faisceau de RX	
3.	Propri	iété en microdureté	
3	.1.	Profils de microdureté en fonction de l'état de précipitation	
3	.2.	Lien avec les propriétés en traction	
4.	Comp	ortement mécanique du matériau	
4	.1.	Propriétés mécaniques de l'alliage 6061	
4	.2.	Prélèvement d'échantillons	
4	.3.	Propriétés mécaniques pour différentes conditions de dépôt	
4	.4.	Propriétés mécaniques des pièces issues de la synergie CMT	
4	.5.	Propriétés mécaniques des pièces massives	
5.	Analy	ses des contraintes résiduelles	
5	.1.	Constantes d'élasticité radiocristallographiques	
5	.2.	Analyse des contraintes résiduelles surfaciques	
5	.3.	Analyse des contraintes résiduelles en profondeur	
6.	Modé	lisation du comportement mécanique	
6	.1.	Modélisation du comportement élastique	
6	.2.	Modélisation du comportement plastique	
6	.3.	Simulation des déformations dans le volume diffractant	
6	.4.	Paramètres d'entrée du modèle	

6.5.	Prise en compte des textures cristallographique et morphologique	. 278
6.6. diffracta	Détermination expérimentale des propriétés mécaniques à l'échelle du vol ant	lume . 279
6.7.	Confrontations simulations-expériences	. 283
6.8.	Résultats de simulation et vérification expérimentale avec la simulation combi	inée . 286
7. Conc	clusions du chapitre	. 290
Bibliographie		. 291
Conclus	sions générales	

Perspectives

# ANNEXES

Annexe 1 - Histoire de la fabrication additive	303
Annexe 2 – Polluants et impuretés sur le fil d'apport	311
Annexe 3 – Liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium	312
Annexe 4 – Mesure des épaisseurs effectives sur les parois minces	314
Annexe 5 – Mesure des porosités sur les parois minces	315
Annexe 6 – Gamme de préparation des lames minces en présence de porosités	317
Annexe 7 – Plans de prélèvement des éprouvettes de caractérisation dans les parois min	nces 320

## INTRODUCTION GENERALE

La fabrication additive permet d'optimiser les performances d'une pièce ainsi que son impact énergétique et environnemental. La fabrication additive arc-fil (WAAM : Wire and Arc Additive Manufacturing) est un concept novateur issu des procédés de soudage à l'arc. Elle permet d'améliorer la liberté de conception des pièces sans limites dimensionnelles théoriques. C'est également la technique qui détient actuellement les taux de dépôt les plus importants de la fabrication additive des matériaux métalliques (1 à 3 kg/h). Une opportunité intéressante se présente quant à l'emploi de ce procédé pour la réalisation, l'allégement et la fonctionnalisation de pièces de structure qui sont généralement de grandes dimensions. Cependant, ce type de procédé n'est encore qu'aux prémices de son développement. La connaissance approfondie de l'effet du procédé sur les microstructures du matériau déposé ainsi que sur les propriétés d'usage des pièces produites est primordiale afin de démocratiser son utilisation dans l'industrie.

Les alliages d'aluminium à durcissement structural, incontournables acteurs des secteurs aérospatial et automobile, sont largement utilisés comme matériaux de structure en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques au regard de leur densité. Cependant, les principaux alliages d'aluminium à durcissement structural ne sont actuellement pas utilisés en WAAM en raison de leur soudabilité médiocre. Le développement d'un procédé de dépôt spécifique pour ce type d'alliage est donc nécessaire. La nuance 6061, choisie dans cette étude, est un de ces alliages d'aluminium à durcissement structural. Cet alliage tire ses propriétés mécaniques de son état de précipitation à l'échelle nanométrique. Ces phases précipitées apparaissent lors des traitements thermiques de l'alliage et leurs caractéristiques - nature, morphologie et taille notamment - sont largement influencées par sa composition et son histoire thermomécanique. Les cycles thermomécaniques imposés par le procédé WAAM gouvernent ainsi l'état métallurgique final des pièces produites en aluminium 6061. Afin de maîtriser les propriétés des pièces fabriquées, il est donc nécessaire d'étudier finement l'influence d'un tel procédé sur la microstructure de l'alliage à une échelle submicronique ainsi que sur les caractéristiques mécaniques aux différentes échelles du matériau.

Les objectifs de la thèse sont fondés sur le triptyque procédé, matériau et propriétés mécaniques. L'objectif premier est de réaliser des pièces en alliage d'aluminium à durcissement structural 6061 par fabrication additive arc-fil exemptes de défauts critiques. Il s'agit ici de déterminer des critères de validation des pièces produites afin de garantir leurs propriétés d'usage. Dans ce contexte, nous chercherons à comprendre les effets des différents paramètres du procédé de fabrication sur les géométries des dépôts ainsi que sur les défauts (distorsions, porosités, fissuration à chaud). Le second objectif est de caractériser les différents éléments de microstructure (grains, précipités...) présents dans les pièces élaborées par WAAM. Ces caractérisations permettront de faire le lien entre les paramètres du procédé et les microstructures obtenues. Enfin, le comportement mécanique du matériau (essais de traction, de dureté, analyses des contraintes résiduelles et des champs de déformations *in situ* en diffraction) sera caractérisé puis simulé dans le cadre de l'élastoplasticité via une approche à champs moyens. Le dernier but de ce travail est de mieux comprendre le comportement du matériau obtenu à différentes échelles et d'avoir des éléments d'information pour la fabrication permettant d'obtenir les caractéristiques mécaniques souhaitées. Ce manuscrit réunit nos réflexions et démarches scientifiques autour des objectifs présentés : l'élaboration de pièces en alliage 6061 par WAAM, la caractérisation des microstructures du matériau produit avec de multiples jeux de paramètres du procédé et la caractérisation et modélisation du comportement mécanique correspondant. Ces travaux sont présentés au travers de quatre chapitres.

Le premier chapitre fait l'objet d'une synthèse bibliographique. Nous présenterons dans un premier temps les généralités sur la fabrication additive. Son application dans le cas des matériaux métalliques sera ensuite abordée plus en détails, nous permettant de positionner le WAAM au sein des nombreux procédés existants. Nous nous focaliserons plus spécifiquement sur le procédé Metal Inert Gas (MIG), issu du soudage, ainsi que sur son mode de transfert nommé CMT®, pour Cold Metal Transfer, mis en place dans cette étude. Dans un deuxième temps, l'alliage d'aluminium employé - alliage à durcissement structural 6061 - sera présenté. Nous passerons alors en revue ses différentes propriétés physiques et mécaniques ainsi que ses liens avec la microstructure et la métallurgie très particulière d'un alliage à durcissement structural. Enfin, la mise en œuvre et les limites du WAAM dans son utilisation pour l'impression d'un alliage d'aluminium à durcissement structural seront discutées permettant de mettre en lumière l'apport de notre étude par rapport aux différents travaux issus de la bibliographie dont ce chapitre livre une synthèse.

Dans le deuxième chapitre, la mise en œuvre de l'alliage 6061 par WAAM est étudiée. L'étude expérimentale exploratoire développée dans ce chapitre aura pour objectif de rechercher des paramètres opératoires permettant de produire des pièces qui ne présentent pas de défauts critiques. Le dispositif de dépôt ainsi que le protocole expérimental mis au point seront également décrits. Nous détaillerons l'étude paramétrique qui a conduit à la réalisation de dépôts monocouches et de parois minces en fabrication additive. L'étude de la santé matière ainsi que les caractéristiques géométriques de ces parois minces seront également développées. Enfin, nous présenterons notre méthode d'élaboration de blocs parallélépipédiques, réalisés dans le but de caractériser les propriétés mécaniques de la matière dans les différentes directions de l'espace relatives aux directions de dépôt (direction de soudage et direction de construction).

Les opérations de fabrication additive affectent profondément la microstructure des alliages métalliques. De plus, la nuance 6061 possède une microstructure complexe composée de nombreuses phases qui apparaissent ou non en fonction de son histoire thermomécanique. Le chapitre 3 vise donc à étudier les microstructures produites à l'aide des différents paramètres et stratégies retenus et détaillés dans le chapitre 2. L'objectif ici est de comprendre l'influence du procédé d'élaboration sur les microstructures produites. Pour ce faire, nous avons croisé différentes techniques de caractérisation (comme l'EBSD, le MET, la SAT, le SANS...) permettant de décrire finement les paramètres microstructuraux (grains, phases intermétalliques, précipités grossiers, précipités nanométriques...).

Le dernier chapitre concerne l'influence du procédé WAAM et des paramètres du procédé sur les propriétés mécaniques. Ce chapitre permettra d'évaluer l'effet de modifications microstructurales générées par le procédé de fabrication sur le comportement mécanique du matériau. Une campagne de caractérisations mécaniques complète sera menée au travers d'essais de dureté, d'essais de traction et d'analyses par diffraction des Rayons X et des neutrons. Nous nous sommes également intéressés à la modélisation du comportement élastoplastique du matériau. La modélisation repose sur une méthode de transition d'échelles (approche autocohérente élastoplastique) qui se base sur les caractéristiques microstructurales et les phénomènes physiques principaux régissant le comportement du matériau. L'objectif est de mettre au point un outil numérique permettant de mieux appréhender les propriétés mécaniques en fonction des microstructures produites par la fabrication additive. Cet outil permettra de donner des éléments de réponse d'un point de vue mécanique dans le but d'optimiser les paramètres du procédé. Finalement, nous serons en capacité de produire un matériau dont les propriétés mécaniques sont, d'une part optimisées, mais également comprises à l'aide d'un modèle basé sur une démarche micromécanique par changement d'échelles.Une conclusion générale et une présentation des perspectives clôtureront ce travail.

Ce travail a fait l'objet d'un brevet et d'une publication indiqués ci-dessous :

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, « Procédé de fabrication additive d'une ébauche en alliage d'aluminium à durcissement structural. » Brevet Français, IRT Jules Verne, N° d'enregistrement INPI FR2010414, 2020

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, Marie-José MOYA HERNANDEZ, David GLOAGUEN, "Effects of Process Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of Wire Arc Additive Manufactured Al-Mg-Si alloy" – En cours de rédaction.

Ainsi que des communications indiquées ci-dessous :

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, "Effects of Process Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of Wire Arc Additive Manufactured Al-Mg-Si alloy" – TMS2020, San Diego, USA, 2020

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, « Fabrication additive à base de fil de l'alliage d'aluminium 6061 : influence du procédé sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales » – Matériaux 2018 –, Strasbourg, France, 2018

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, « Fabrication additive à base de fil d'alliages d'aluminium de la série 6XXX : influence du procédé sur les propriétés microstructurales » – Journée Annuelle SF2M – Paris, France, 2018

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, « Fabrication additive à base de fil de l'alliage d'aluminium 6061 : influence du procédé sur les propriétés microstructurales » – Journée SF2M Ouest – Rennes, France, 2017

Gautier DOUMENC, Alexandre BENOIT, Laurent COUTURIER, Pascal PAILLARD, Bruno COURANT, David GLOAGUEN, « Fabrication additive par le procédé arc-fil : optimisation paramétrique et analyses microstructurales » – Journées du GeM – Saint-Jean-De-Monts, France, 2017

# CHAPITRE 1 – Synthèse bibliographique

La fabrication additive bouleverse les techniques de fabrication dites traditionnelles. Le contexte de l'étude ainsi que les différentes problématiques liées à la fabrication additive d'alliage d'aluminium de la série 6000 seront présentés ici. Un état de l'art sur la fabrication additive, le procédé de fabrication, les alliages de la série 6000 et enfin sur les propriétés des pièces produites par fabrication additive arc-fil d'alliage d'aluminium sera réalisé.

#### TABLE DES MATIÈRES DU CHAPITRE 1

1.	Introd	uction du chapitre	13
2.	Génér	alités sur la fabrication additive	14
	2.1.	De la fiction à la réalité	14
	2.2.	Définition actuelle	15
	2.3.	Déroulement des opérations : du modèle à l'objet	15
	2.4.	Atouts de la fabrication additive	18
	2.5.	Limites de la fabrication additive	26
3.	Fabric	cation additive des matériaux métalliques	29
	3.1.	Présentation des procédés	29
	3.2.	Choix du procédé	32
4.	Fabric	cation additive arc-fil (WAAM)	36
	4.1.	Introduction à la fabrication additive arc-fil	36
	4.2.	Sources d'énergie en WAAM	37
5.	5. Description du matériau de l'étude, l'alliage d'aluminium 6061		48
	5.1.	L'aluminium et ses alliages	48
	5.2.	L'alliage d'aluminium 6061	49
6.	WAA	M d'alliages d'aluminium	57
	6.1.	Le soudage des alliages d'aluminium	57

6.2	2. Développement du WAAM d'alliages d'aluminium6	4
7. (	Conclusions du chapitre	2
Bibli	ographie7	4

#### 1. Introduction du chapitre

La fabrication additive bouleverse les techniques de fabrication traditionnelles et est considérée aujourd'hui par de nombreux auteurs comme l'une des technologies liées au numérique susceptibles de transformer profondément les modes de production actuels [1–3]. Grâce à la fabrication additive, il est devenu relativement simple d'optimiser les performances d'une pièce ou d'un procédé, ainsi que leur impact énergétique et environnemental. La fabrication additive peut permettre d'allier une adaptabilité industrielle accrue, un coût de production réduit ainsi qu'une ouverture à de nouvelles possibilités de conception et de matériaux. Les alliages d'aluminium, incontournables acteurs des secteurs aérospatial et automobile, nécessitent encore de nombreux développements avant d'être pleinement employés en fabrication additive. Ce chapitre dresse un état de l'art sur la fabrication additive. Des précisions seront également données sur la fabrication additive des matériaux métalliques et plus particulièrement sur le procédé utilisé dans ce travail de thèse ainsi que sur l'alliage d'aluminium que l'on souhaite mettre en œuvre. Il permettra ainsi de mettre en exergue les défis à relever pour parvenir à développer le concept de WAAM et à participer plus largement au développement de l'impression 3D.

Dans un premier temps, nous présenterons les généralités sur la fabrication additive. Les concepts de base de la fabrication additive seront décrits. Les avancées technologiques, les atouts mais aussi les limites dans son développement seront également abordés. La fabrication additive des matériaux métalliques sera plus finement étudiée. Nous nous focaliserons plus spécifiquement sur la fabrication additive arc-fil (Wire-Arc Additive Manufacturing, WAAM en anglais) car c'est le type de procédé retenu dans le cadre de ce travail. Le WAAM peut être mis en œuvre au travers de différentes sources d'énergie qui seront passées en revue. Nous nous concentrerons sur le procédé Metal Inert Gas (MIG) issu du soudage, ainsi que sur son mode de transfert nommé CMT®, pour Cold Metal Transfer, qui fait l'objet de nombreuses études en fabrication additive [4–12]. Dans un deuxième temps, l'alliage d'aluminium employé - alliage à durcissement structural 6061 - sera présenté. Nous passerons alors en revue ses différentes propriétés physiques et mécaniques ainsi que leurs liens avec la microstructure et la métallurgie très particulière d'un alliage à durcissement structural. Enfin, la mise en place et les limites du WAAM dans son utilisation pour l'impression d'un alliage d'aluminium à durcissement structural seront discutées, permettant de mettre en lumière l'apport de notre étude par rapport aux différents travaux issus de la bibliographie dont ce chapitre livre une synthèse.

#### 2. Généralités sur la fabrication additive

#### 2.1.De la fiction à la réalité

Tout comme la communication audio/vidéo, les hologrammes, les robots androïdes et la plupart des évolutions modernes, le concept d'impression 3D voit le jour dans les écrits de science-fiction. Arthur C. Clarke (Figure I-1 (a)), célèbre auteur de science-fiction, évoque pour la première fois dans son livre « 2001 : l'odyssée de l'espace » (Figure I-1 (b)), sorti en 1968, la « machine à répliquer » [13]. Ses prédictions faites dans la série « The Knowledge Explosion » réalisée en 1964 par la BBC [14], il explique que cette dernière, qu'il nomme « The Replicator », pourrait réaliser la réplique exacte d'un objet tout comme le font les enregistreurs pour le son, les appareils photo pour les images et les caméras pour les vidéos. Il nous invite donc à imaginer un monde dans lequel les objets pourraient être répliqués à souhait, perdant ainsi toute valeur commerciale. En considérant l'adaptabilité humaine presque infinie, il prévoit que cette abondance illimitée, mettrait fin à la « Malédiction d'Adam » ayant un effet profondément positif sur la société.



**Figure I-1.** (a) Arthur C. Clarke auteur de science-fiction et précurseur du concept d'impression 3D ; (b) affiche du film "2001 : l'odyssée de l'espace" mis en scène par Stanley Kubrick [13].

En 1972, une apparition également précoce de l'impression 3D est mise en exergue dans le long métrage d'animation « Tintin et le lac aux requins » [15]. Le professeur Tournesol invente une photocopieuse tridimensionnelle, qui permettrait, à partir d'une pâte informe, de reproduire immédiatement n'importe quel objet (Figure I-2).



**Figure I-2.** Extrait de l'adaptation en bande dessinée du long métrage « Tintin et le lac aux requins » dans lequel Rastapopoulos s'empare de la machine à dupliquer du professeur Tournesol [15].

2.2. Définition actuelle

Aussi nommée impression 3D, prototypage rapide, fabrication directe, fabrication par couche, la fabrication additive recouvre tous les procédés qui permettent de fabriquer des objets par dépôt de matière. Les grandes lignes de l'histoire de la fabrication additive sont disponibles en **Annexe 1**. La norme NF EN 67-001 [16] donne de la fabrication additive la définition suivante : « l'ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique ». Ainsi, par définition, et de par ce principe d'ajout de matière, elle s'oppose à trois techniques de mise en forme/élaboration plus traditionnellement employées que sont les procédés d'enlèvement de matière, le formage et les procédés de fonderie.

#### 2.3.Déroulement des opérations : du modèle à l'objet

La fabrication additive implique un certain nombre d'étapes qui passent de la description CAO virtuelle à la pièce physique résultante. Cette succession d'opérations est appelée « chaîne numérique » [2]. L'organigramme présenté en **Figure I-3**, expose cette chaîne numérique. Il est issu des travaux de Thompson et al. [17] et complété ensuite. Le déroulement des opérations permettant de passer d'une pièce virtuelle à une pièce réelle est composé de 4 étapes principales :

- 1. Création d'un modèle numérique 3D (en bleu)
- 2. Conversion des données (en vert)
- 3. Préparation de la fabrication (en orange)
- 4. Fabrication et parachèvement du produit (en rouge).

Nous détaillerons chacune des opérations de cette chaîne numérique liée à la fabrication additive dans les prochaines sections de ce chapitre.



Figure I-3. Schéma du déroulement des opérations qui composent la chaîne numérique mise à jour et complétée depuis les travaux de Thompson et al. [17].

#### Création d'un modèle numérique 3D

La démarche de fabrication additive commence par une description 3D de la pièce souhaitée. On utilise alors un modèle numérique en 3D disposant de géométries précises. Ce modèle peut être obtenu à l'aide d'un logiciel CAO donnant accès directement à la maquette numérique. Cette dernière peut également être obtenue à partir de la numérisation d'objets existants : on parle alors de rétro-ingénierie ou rétro-conception. Ces moyens pour obtenir des maquettes numériques reposent sur des techniques de reconstruction 3D à partir de l'acquisition d'un nuage de points représentant les surfaces enveloppes de l'élément numérisé [3,17,18].

#### 2.3.1. Conversion des données

Le format de fichier le plus couramment utilisé pour transférer les données CAO vers la machine d'impression 3D est le STL (STereoLithography). Il décrit les surfaces externes des pièces grâce à une approximation faite à l'aide d'un ensemble de triangles et de leurs normales. L'opération permettant d'obtenir ces facettes s'appelle la tessellation [2].

#### 2.3.2. Préparation de la production

Il est nécessaire ensuite de définir la stratégie de fabrication de la pièce. Cette stratégie tient compte de nombreux paramètres tels que l'orientation de la pièce, la position sur le plateau, l'utilisation ou non de supports permettant de construire correctement la pièce voulue. La machine d'impression 3D doit également être correctement configurée avant la construction. Ces réglages concernent les paramètres de construction tels que le réglage de la source d'énergie, l'épaisseur des couches, les délais de refroidissement, etc. Il vient alors l'étape de tranchage des fichiers STL qui doit tenir compte de l'épaisseur de couche et de la résolution de la machine. Les trajectoires de la machine sont générées à partir des strates ainsi obtenues [3,17,18].

#### 2.3.3. Fabrication et parachèvement

Une fois que l'ensemble des paramètres est fixé, la production des pièces peut être lancée. L'étape de construction de la pièce est (en dehors des moyens expérimentaux de laboratoire) un processus automatisé qui ne nécessite généralement pas de supervision. La surveillance du dispositif de dépôt suffit pour s'assurer qu'aucune erreur n'a lieu. Le post-traitement consiste tout d'abord à retirer la pièce de son support de fabrication. D'autres étapes menant à la finition des pièces peuvent être ajoutées : des traitements thermiques de détensionnement pour permettre une relaxation des contraintes résiduelles, des traitements de densification (de type compression isostatique à chaud) afin de limiter les porosités dans les pièces, des traitements de surfaces et/ou de finition pour améliorer l'état de surface inhérent au processus de fabrication par dépôt de couches [3,17,18].

#### 2.4. Atouts de la fabrication additive

Si la fabrication additive connaît un tel engouement dans un si grand nombre de domaines, c'est qu'elle dispose d'avantages incontestables par rapport aux autres moyens de fabrication actuels. L'intérêt majeur de l'impression 3D est son immense liberté dans les choix de conceptions accessibles. Elle rend possible la réalisation de n'importe quelle géométrie en une seule opération de fabrication et elle permet ainsi de repousser les limites des techniques traditionnelles. De plus, la réalisation de géométries complexes n'engendre pas de surcoût, contrairement aux procédés traditionnels qui font usage de nombreuses opérations souvent coûteuses et chronophages. L'accès à de nouvelles géométries apporte une variété infinie de designs esthétiques, fonctionnels, économiques et ergonomiques. Ensuite, elle peut permettre de réduire les coûts de production et elle est capable d'une très grande adaptabilité industrielle. A l'heure actuelle, l'impression 3D dispose d'une très grande variété de matériaux disponibles : des polymères, des métaux et des matériaux céramiques mais également les matériaux du vivant : du bois, du liège, du sable ou même du chocolat. C'est la raison pour laquelle elle représente un terrain favorable à l'innovation. Elle ouvre la porte à de nouveaux développements dans de nombreux domaines. Sur la base des travaux de Thompson et al. [17], Gibson et al. [18] et de Laverne et al. [2], nous pouvons regrouper ces atouts en fonction de leurs champs d'action. Ainsi, nous observons trois groupes :

- La créativité accrue au service de l'esthétisme
- Un atout pour la productivité et la compétitivité
- L'amélioration drastique des performances

#### 2.4.1. Créativité accrue au service de l'esthétisme

La liberté de conception accrue donne lieu à un choix infini de personnalisations qui peuvent être largement utilisées dans l'art et à des fins esthétiques. La fabrication additive a été adoptée par les artistes, les artisans et les designers industriels en raison de sa capacité à créer des formes géométriques uniques, intrigantes et attrayantes. La fabrication additive est déjà employée dans des domaines comme l'industrie de la bijouterie en fabrication directe ou pour la fabrication de moules à cire perdue [19–21]. Elle est également utilisée dans l'industrie textile et de la mode où elle permet des prouesses techniques en rendant possible l'exploration de nouvelles formes. L'utilisation de la fabrication additive était jusqu'alors principalement destinée à la fabrication de modèles uniques aux formes complexes, de prototypes ou de modèles d'exposition. Cependant, les dessins et les modèles fabriqués par impression 3D s'étendent et ils sont de plus en plus disponibles à l'achat. On observe aujourd'hui son application dans l'industrie du luxe car elle permet la réalisation de petites séries. Un exemple est donné avec les chaussures « Mutatio » de l'artiste Francis Bitonti [22] visibles en **Figure I-4** (a). On retrouve également l'impression 3D dans le prêt-à-porter accessible au grand public, comme exposé en **Figure I-4** (b) avec la chaussure « Alphaedge 4D » commercialisée par la marque Adidas [23].



**Figure I-4.** (a) Chaussures « Mutatio » de l'artiste Francis Bitonti produite en SLS puis plaquées or [22]; (b) Chaussure « Alphaedge 4D » commercialisées par Adidas en 2018 [23].

#### 2.4.2. Atout pour l'adaptabilité, la productivité et la compétitivité

Employée pour le prototypage rapide et la fabrication directe, l'impression 3D devient un atout industriel primordial lorsqu'il s'agit d'améliorer l'adaptabilité d'une chaîne de production. Dans un sens, elle permet le prototypage ou la personnalisation d'objets unitaires ou de petites séries. Des formes libres peuvent être combinées pour fabriquer des objets avec n'importe quel degré de personnalisation. Il est désormais possible de produire du « sur mesure » à moindre coût, favorisant son utilisation dans les secteurs médical et dentaire. Un exemple parfait d'application sur mesure à moindre coût est la réalisation d'implants en titane personnalisés grâce à l'impression 3D exposés en **Figure I-5** (a) sur une partie de crâne et sur la **Figure I-5** (b) pour une partie de hanche. L'adaptabilité dont elle fait preuve d'un point de vue industriel lui permet aussi d'envisager son utilisation sur une chaîne de production - en général assez spécialisée. En effet, elle permet de réaliser (dupliquer) rapidement des pièces de série nouvelles faisant d'elle un outil de fabrication reconfigurable très intéressant d'un point de vue industriel.



**Figure I-5.** Exemples d'implants personnalisés : (a) reconstruction d'une partie de crâne et (b) reconstruction d'une partie de hanche [17].

Les gains en temps et en coût proviennent de différents éléments directement liés à la chaîne de production : le retrait de nombreuses opérations ou la limitation du nombre d'outillages (ainsi que leur développement et leur fabrication). Elle permet de regrouper les différentes parties d'un assemblage existant en un seul objet imprimable, permettant en plus d'éliminer le temps lié à l'assemblage et de réduire les coûts liés au stockage.

En employant un dégagement entre les différents corps pendant la fabrication, il est possible de réaliser des assemblages articulés ainsi que des structures interconnectées pré-assemblées et prêtes à l'emploi. La **Figure I-6** illustre les différentes possibilités d'articulations imprimées en une seule fois (Calí et al. [24]).



Figure I-6. Joints articulés produits par fusion sélective sur lit de poudre [24].

D'autres gains sont réalisables en ce qui concerne les coûts en matière première. Effectivement, la quantité de matière employée en fabrication additive est réduite de deux façons. D'une part, parce que presque toute la matière employée fera partie de la pièce finale contrairement au cas des pièces usinées (qui conservent le plus souvent moins de 70 % de la matière initiale). D'autre part, l'accès à une infinité de géométries permet des optimisations topologiques, ne conservant la matière qu'aux endroits où elle est nécessaire, réduisant alors la matière engagée en production.

#### 2.4.3. Amélioration des performances

C'est du point de vue des performances que les avantages sont les plus nombreux. Deux aspects permettent l'optimisation des propriétés.

L'**aspect structure** (géométrie) : la liberté de conception au niveau des géométries donne lieu à un grand nombre d'optimisations permettant d'accéder à de bien meilleures performances (réduction de la masse, amélioration des propriétés thermiques...). Ces nouvelles formes permettent aussi l'ajout de fonctionnalités sur des pièces existantes.

L'aspect matériaux : la fabrication additive permet aux concepteurs de modifier et de combiner des matériaux. L'usage de matériaux complexes est aussi rendu possible et on assiste à un essor important des structures multi-matériaux, des matériaux à gradient de composition ainsi qu'à de nouvelles propriétés notamment dans le cas des matériaux métalliques en raison de leur microstructure particulière. Des microstructures et méso-structures sont ainsi créées dans le but de donner de nouvelles propriétés, formes et fonctionnalités [2,25–41].

#### Aspect structure

• Géométries internes

La fabrication additive permet la création de géométries internes complexes qui peuvent augmenter les fonctionnalités et améliorer les performances. Ces évolutions ont été très bénéfiques dans les domaines de la thermique et de l'écoulement des fluides. On retrouve de nombreux exemples dans la littérature concernant l'utilisation de la fabrication additive pour créer des conduits d'air [42–44]. Un exemple est donné ici en **Figure I-7**. La pièce d'origine d'un collecteur de redistribution d'eau est illustrée en **Figure I-7** (a). La nouvelle conception optimisée

grâce à l'impression 3D, présentée en Figure I-7 (b) a permis de réduire de 90 % les forces de vibration induites par les turbulences par rapport à la pièce d'origine (Figure I-7 (a)) [17].



**Figure I-7.** Collecteur de redistribution d'eau, (a) conception originale en PEEK, canaux présentant des changements de direction à angles droits, (b) et conception optimisée imprimée en titane [17].

Le domaine de la thermique est le plus concerné. De nombreuses applications comme le refroidissement uniforme (moules...) ou l'augmentation des performances techniques (échangeurs...) sont au centre de l'attention des chercheurs. Les géométries peuvent désormais suivre et s'adapter aux flux de chaleur sans difficulté, permettant un refroidissement uniforme dans les outils de moulage par injection améliorant ainsi l'efficacité et la qualité du procédé [45]. Les échangeurs thermiques hautes performances trouvent de nombreuses possibilités d'amélioration dans la fabrication additive [46–50]. Les géométries complexes accessibles en fabrication additive améliorent la capacité de transfert de chaleur. Une illustration est donnée dans les travaux de Scheithauer et al. [47] qui exploitent un procédé de fabrication additive et parviennent à doubler la surface d'échange de la chaleur (**Figure I-8**).



Figure I-8. Échangeur thermique proposé par Scheithauer et al. [47] imprimé en 3D en alumine disposant d'une géométrie complexe, (a) vue de dessus et (b) vue de côté.

• Optimisation topologique des structures

La fabrication additive peut également produire des objets aux géométries optimisées topologiquement. Une approche numérique identifie les zones qui nécessitent de la matière dans un domaine donné pour obtenir la fonctionnalité souhaitée (résistance mécanique, rigidité,

intégrité, résistance à la fissuration...). Cette approche repose sur un ensemble de données comprenant les données matériaux ainsi que les charges, les contraintes, et plus généralement les sollicitions appliquées à la pièce. L'optimisation consiste ensuite à rechercher les meilleures qualités telles que la minimisation de masse ou l'uniformité de distribution des contraintes. Pour ce faire, on suppose que la structure est composée d'un seul matériau homogène et que le matériau est présent ou absent dans chaque partie du domaine de conception. Ces optimisations topologiques sont particulièrement convoitées par les industriels du milieu du transport (aérospatiale et automobile) dans lesquels la réduction de la masse embarquée peut entraîner des économies non négligeables de l'énergie consommée au cours de l'utilisation du produit et ainsi contribuer à la préservation de l'environnement [25,51–54]. Un exemple d'optimisation de la topologie d'une pièce de structure aéronautique est donné en **Figure I-9**.



**Figure I-9.** Supports d'articulation de la nacelle de l'Airbus A320 avant et après l'optimisation de la topologie [17].

Surfaces, textures et rugosités optimisées sont des améliorations désormais possibles grâce à l'impression 3D. C'est en partie grâce à la résolution de certains procédés (sur lit de poudre notamment qui permettent d'accéder à l'échelle du micromètre) que l'on peut aujourd'hui créer et choisir des surfaces, des textures et des rugosités très fines. Un exemple d'application est l'amélioration de la fixation des prothèses et de l'ostéo-intégration des implants biomédicaux à l'aide de revêtements poreux [41]. Les implants acétabulaires en métal poreux comme exposé en **Figure I-10** sont maintenant largement utilisés pour traiter les défauts osseux chez les patients subissant une arthroplastie totale de la hanche.



**Figure I-10.** Implant acétabulaire poreux pour l'arthroplastie de révision de la hanche produit par fabrication additive par faisceau d'électrons [41].

• Structures en treillis et matériaux cellulaires

La fabrication additive rend désormais possible l'accès à un univers situé à la limite entre la structure et le matériau. Elle permet de réaliser des produits à structures complexes à différentes échelles. Les structures en treillis (aussi nommées structures lattices), cellulaires, alvéolaires ou bioniques ont pour avantage d'alléger les produits tout en accédant à des propriétés mécaniques équivalentes aux structures pleines. Les structures en treillis qui composent les matériaux sont créés en choisissant la forme et la fraction volumique de matière dans une cellule unitaire (**Figure I-11**) [2,25].



Figure I-11. Structures cellulaires à une fraction volumique de 50% (en haut) et une cellule modèle avec des fractions volumiques variables (en bas) [25].

Le choix de la forme et de la fraction volumique d'une cellule unitaire affecte les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation et de défaillance des pièces résultantes. Il existe diverses méthodes d'optimisation pour la conception de structures cellulaires périodiques à l'échelle mésoscopique. Même si les principes d'optimisation topologique s'appliquent aussi à l'échelle microscopique, il est important de tenir compte de critères supplémentaires. L'homogénéisation des propriétés mécaniques, par exemple, est basée sur l'hypothèse que la cellule individuelle doit être beaucoup plus petite que la pièce finale et ce, dans toutes les directions de l'espace. Un critère de périodicité doit également être respecté, il nécessite que le matériau à l'intérieur de la cellule corresponde au matériau de la cellule avoisinante. Des critères plus techniques relevant de la fabricabilité de ces cellules, telles que l'épaisseur minimale des parois et la taille minimale des éléments, doivent également être pris en compte.

L'utilisation de structures en treillis uniformes à la fois rigides et légères, rendue possible grâce aux matériaux cellulaires, se retrouve dans une multitude de domaines comme la bioingénierie, l'acoustique ou l'ingénierie biomédicale [26,27,34–41]. Bien que les treillis simples soient courants, d'autres formes plus complexes peuvent être utilisées. Le gyroïde de Schoen présenté en **Figure I-12** (a) et (b) a, par exemple, été testé en fabrication additive par laser sur lit de poudre (**Figure I-12** (c)). On peut donc facilement prévoir l'émergence de nouvelles structures basées sur des surfaces étudiées en mathématiques ou inspirées de la nature (cristallographie) jusqu'alors inexplorées (**Figure I-12** (d) et (e)).



**Figure I-12.** (a) Gyroïde de Shoen, unité cellulaire [55] ; (b) gyroïde de Shoen, 2x2x2 unités [55] ; (c) matériau produit par SLM par Yan et al. [34] ; (d) Surface de Néovius, unité cellulaire [55]; (b) surface de Néovius 2x2x2 unités encore inexplorées en fabrication additive [55].

#### Aspect matériau

Les innovations rendues possibles par la fabrication additive d'un point de vue matériau sont nombreuses. C'est parce que la fabrication additive permet la création simultanée du matériau et de la géométrie d'un objet (élaboration et mise en forme), qu'elle peut être utilisée pour créer des alliages et des matériaux composites sur mesure. En plus de pouvoir faire usage d'un très large éventail de matériaux, elle permet de modifier et de combiner des matériaux, des microstructures et des méso-structures pour créer de nouvelles propriétés. Ces évolutions proviennent principalement du fait que la composition peut être déterminée localement. On décrira principalement :

- Les multi-matériaux
- Les matériaux à gradient de composition
- Les méta-matériaux

• Multi-matériaux

Un multi-matériau est un composite constitué d'un empilement de matériaux suivant une **distribution discontinue** [2]. La fabrication additive permet d'intégrer des éléments préfabriqués lors de la construction. Il est donc possible d'ajouter de nouvelles fonctionnalités à l'aide, par exemple, de pistes conductrices ou d'éléments électroniques (capteurs, moteur, batteries). Des pièces mécaniques telles que des boulons, écrous, bagues, peuvent également être directement intégrés à la pièce à condition d'être prévues dans la conception. [18,56–59] Le dé de jeu conçu par MacDonald et al. [59], présenté en Figure I-13, comprend un microprocesseur, un accéléromètre pour détecter le mouvement et identifier la surface supérieure par gravité. Des diodes s'éclairent sur la surface supérieure permettant de mettre en évidence la valeur obtenue. En combinant l'impression 3D et l'électronique structurelle pour accélérer le prototypage, le cycle de développement de ce produit a été réduit de plusieurs semaines à plusieurs heures [59].



**Figure I-13.** Exemple d'un dé de jeu avec électronique intégrée produit en stéréolithographie [59] (a) conception du réceptacle ; (b) conception avec les composants électroniques ; (c) objet produit en réel.

• Matériaux à gradient de propriétés

Les matériaux à gradient de propriétés fonctionnelles proviennent d'une évolution de la composition du matériau suivant une **distribution continue (Figure I-14)**. Ces matériaux à gradient voient donc leurs propriétés changer progressivement dans la pièce en raison d'une modification graduelle de la composition chimique et/ou de la microstructure. Ces variations de composition chimique sont rendues possibles par l'utilisation de la fabrication additive, et plus précisément, grâce aux possibilités de créer des mélanges personnalisés de poudres et de liants [60], d'alterner les matières premières [61] et d'incorporer des inclusions d'une autre composition permettent de faire varier les propriétés fonctionnelles d'une même pièce comme par exemple l'augmentation locale de la résistance mécanique, la modification du coefficient de dilatation thermique ou encore l'obtention d'une rigidité réglable électriquement [63]. De plus, cette nouvelle classe de matériaux permet de soulager la conception des produits en permettant de tirer profit des meilleures propriétés de différents matériaux sans soucis d'assemblage [28].



**Figure I-14.** Vue en coupe du volant d'inertie à gradient de composition produit par Morvan et al. (a) conçu en fabrication additive ; (b) conception à gradient fonctionnel [28].

• Méta-matériaux

Enfin, la fabrication additive peut être employée pour créer des matériaux présentant des propriétés que l'on ne trouve pas dans la nature [29–33,40]. Ces matériaux sont des composites artificiels que l'on appelle « méta-matériaux ». Les nouvelles propriétés qui apparaissent dans les méta-matériaux proviennent de la structuration en réseau périodique. Ces structures ordonnées interagissent avec les ondes qui leur sont appliquées pour produire des propriétés inhabituelles et utiles telles que le magnétisme artificiel, la réfraction négative, la focalisation en champ proche, et plus encore [31–33]. Le développement des structures en treillis et des matériaux cellulaires joue un rôle important dans la découverte et le développement de cette nouvelle classe de matériaux. Ils trouvent de nombreuses applications dans tous les domaines comportant de la physique ondulatoire (électromagnétisme, optique...). Un exemple d'application des méta-matériaux dans le domaine de la mécanique est donné dans l'étude de Babaee et al. [29] où les auteurs emploient des méso-structures en boucles pour obtenir des coefficients de Poisson négatifs.

#### 2.5. Limites de la fabrication additive

Bien que la fabrication additive possède de nombreux avantages en raison de toutes les libertés offertes en matière de conception, une grande partie des travaux qui ont été présentés en sont encore au stade de la recherche ou de la validation du concept. La recherche et le développement sur l'ensemble des procédés est en plein essor, tant du côté de la conception, que de la fabrication ou des matériaux. La montée en maturité étant aujourd'hui primordiale pour envisager un déploiement plus large de ces innovations sur le marché. Les problématiques en développement sont nombreuses et l'ensemble des domaines d'innovation exposés plus tôt sont concernés. On peut par exemple citer les suivantes :

- **Disponibilité des équipements et des matériaux** : à l'heure actuelle, de nombreux équipements sont encore au stade de prototype dans les laboratoires. Il est également difficile d'accéder à tous les types de matériaux en vue d'un emploi pour la fabrication additive (disponibilité sous la forme souhaitée).
- **Fabrication** : il n'existe actuellement pas de paramètres spécifiques établis pour chaque procédé/matériau imprimable. Les jeux de paramètres et de conditions de fabrication sont encore à l'étude dans de nombreux domaines et ils sont souvent le résultat d'essais-

erreurs. Une optimisation est nécessaire afin d'obtenir des performances optimales ainsi que des conditions de production plus rapides assurant ces hautes performances.

- Géométries et état de surface : la dimension des pièces à produire est dans de nombreux cas très limitée même si de nouvelles recherches tentent de s'affranchir de cette contrainte. La possibilité de fabriquer certains matériaux est encore un défi. La prise en compte des contraintes résiduelles, conséquence des gradients thermiques et du refroidissement des couches supérieures fusionnées, ainsi que la prise en compte des déformations résultantes sur la pièce finale est particulièrement complexe. De plus, le manque de précision lors des dépôts donne lieu à la fabrication de pièces ne rencontrant pas les tolérances géométriques souhaitées avec un état de surface le plus souvent médiocre et donc nécessitant le recours à une étape finale de fabrication soustractive (techniques de fabrication conventionnelles).
- Performances des pièces produites : de nombreuses recherches sont actuellement en cours concernant l'étude des microstructures et des propriétés des pièces produites. La fabrication additive donne lieu à des propriétés bien spécifiques qui doivent être correctement caractérisées afin d'être employées dans des applications structurelles. Le manque d'homogénéité des matériaux produits pose également problème pour garantir les propriétés d'une pièce dans son intégralité. Des manques de matière imprévisibles peuvent survenir. De plus, les pièces issues de fabrication additive présentent, dans la plupart des cas rapportés, une forte anisotropie des propriétés mécaniques [4]. Ainsi, les propriétés mécaniques sont souvent liées à l'orientation de la pièce lors de la fabrication ainsi qu'aux paramètres du procédé [4].
- Nécessité de critères de validation : les standards concernant la fabrication additive sont de plus en plus nombreux. Thompson et al. [17] ont répertorié l'ensemble de ces spécifications sur la Figure I-15. On constate que des critères de validation des pièces fabriquées n'existent qu'au travers de la norme ASTM F3091 qui ne concerne que les pièces composées de polymères.



Figure I-15. Normes ASTM et ISO concernant la fabrication additive [17].

#### 3. Fabrication additive des matériaux métalliques

#### 3.1. Présentation des procédés

La norme américaine ASTM F2792 classe les différents procédés de fabrication additive en deux catégories : ceux pour lesquels l'énergie et la matière sont déposées directement (DED: Directed Energy Deposition) et les technologies utilisant un lit de poudre (PBF : Powder Bed Fusion). Elle précise l'existence de sous-groupes en fonction de la forme du matériau d'apport (fil, poudre) et de la source d'énergie employée (faisceau électronique, laser, arc électrique) [64]. Les différentes sources de chaleur suivent la nomenclature suivante : Laser (L), faisceau d'électrons (Electron Beam - EB), Plasma (Plasma Arc - PA) et arc électrique sous flux gazeux (Gas Metal Arc - GMA). Il existe également deux procédés qui sont considérés comme des procédés de fabrication additive indirects et qui, par conséquent, ne trouvent que peu d'applications commerciales [65] : la fabrication additive par stratification de feuilles comme l'UAM (Ultrasound Additive Manufacturing) et le procédé par jet de liant qui emploie une tête d'impression qui dépose le liant sur un lit de poudre d'alliage. Ces deux procédés sont également beaucoup plus rarement étudiés dans la littérature [66,67]. Nous nous concentrons principalement sur les procédés de DED et PBF qui reposent tous deux sur les mêmes principes physiques. Ils emploient une source de chaleur à haute densité d'énergie, la fusion de matière est localisée et l'évolution des microstructures est, dans les deux cas, basée sur la solidification du métal.

#### 3.1.1. Procédés DED

#### DED-L

Le procédé DED-L aussi nommé **projection de poudre sous flux d'énergie dirigé** est décrit schématiquement sur la **Figure I-16** [4,68–71]. Dans ce procédé, un laser est employé afin de créer un bain en fusion en surface d'un substrat métallique ou au niveau des dernières couches créées pour intégrer par fusion la poudre projetée dans le bain fondu. La poudre est approvisionnée par le biais d'une buse généralement dirigée suivant le même axe que le laser, lorsqu'elle entre dans le bain liquide, elle fond à son tour intégrant la pièce une fois solidifiée. Il est donc possible de réaliser une pièce en superposant des couches de poudre fondue. Un gaz de protection tel que l'argon est généralement utilisé pour protéger le métal de l'oxydation à chaud [64,65].



Figure I-16. Schéma de principe du procédé DED-L (projection de poudre sous flux d'énergie dirigée).

#### DED-EB

Le procédé DED-EB aussi nommé EBM (Electron Beam Melting) s'apparente grandement au soudage par faisceau d'électrons. Comme exposé en **Figure I-17**, un substrat métallique est placé dans une chambre sous vide. Le faisceau d'électrons crée alors un bain fondu à la surface du substrat. L'apport de métal est réalisé à l'aide d'un fil plongé au sein du bain de fusion. Le vide poussé dans la chambre est nécessaire à l'établissement et la stabilité du faisceau électronique. Ce vide poussé présente également l'avantage de protéger le métal déposé lors de la fabrication de l'oxydation ou d'éventuelles contaminations. Cette technologie est donc plus largement utilisée pour le dépôt de matériaux très sensibles à l'oxydation comme le titane ou l'aluminium [64,65].



Figure I-17. Schéma de principe du procédé DED-EB.

#### DED-GTA et DED-PA

Ces deux procédés dérivent du soudage, ils emploient donc des métaux d'apport sous forme de fil. Ces procédés utilisent une source d'énergie, un système d'alimentation en fil et un système de contrôle permettant le déplacement de la torche de soudage dans les trois directions de l'espace. Les procédés DED-GTA et DED-PA disposent d'un apport de matière dissocié de la source d'énergie. Le fil d'apport est emmené au sein de la source d'énergie à l'aide d'un dévidoir extérieur. Le DED-GTA se base sur une source d'énergie TIG alors que le DED-PA se base sur une source d'énergie de type plasma.



Figure I-18. Schéma de principe du procédé DED-GTA ou DED-PA.

#### DED-GMA

Le procédé DED-GMA vient également du domaine du soudage, il utilise donc des métaux d'apport sous forme de fil. Le principe est identique à celui décrit pour le DED-GTA et DED-PA au détail près que l'apport de matière (le fil) est dépendant des paramètres qui pilotent la source d'énergie car il joue le rôle d'électrode fusible. Dans ce cas, la source d'énergie (l'arc électrique) qui permet de faire fondre le fil est identique à celle utilisée dans le soudage MIG/MAG. Le principe du procédé DED-GMA est illustré en **Figure I-19**. Après la fabrication, la géométrie déposée peut être ou non désolidarisée du substrat. Compte tenu de l'état de surface grossier obtenu, la pièce nécessite toutefois un usinage de finition ainsi que d'éventuelles opérations de finition supplémentaires pour obtenir les tolérances dimensionnelles souhaitées [64,65].



Figure I-19. Schéma de principe du procédé DED-GMA.

#### 3.1.2. Procédés PBF PBF-L et PBF-EB

Le procédé PBF-L est aussi commercialisé sous l'abréviation SLM® qui signifie Selective Laser Melting et SLS pour Selective Laser Sintering. C'est la technologie destinée aux matériaux métalliques qui est actuellement la plus répandue et qui détient le niveau de maturité technologique (TRL) le plus élevé. Un racleur dépose une couche fine et régulière de poudre sur un support métallique et la source d'énergie focalisée vient faire fondre la poudre pour créer un bain fondu de très petite taille. L'épaisseur de chaque couche est généralement comprise entre 10 et 100 µm. Lorsque toute la couche est réalisée, le plateau s'abaisse et le racleur dépose à nouveau une couche de poudre. La source d'énergie dans le cas des lasers est pilotée à l'aide de miroirs. Dans le cas du PBF-EB, la source d'énergie utilisée est un faisceau électronique. Ce faisceau est dirigé par des bobines électromagnétiques. Le dépôt est alors réalisé en deux étapes, d'abord un frittage léger de chaque couche de poudre pour empêcher la charge électrostatique et la répulsion des particules de poudre puis un passage supplémentaire pour fusionner localement la zone souhaitée. Le procédé PBF-EB permet généralement l'utilisation de vitesses de balayage plus élevées [64,65]. La **Figure I-20** expose le schéma de principe du PBF-Ls. Dans le cas du PBF-EB, le faisceau laser du schéma est remplacé par un faisceau d'électrons.


Figure I-20. Schéma de principe du procédé PBF-L.

## 3.2. Choix du procédé

Le choix d'un procédé de fabrication additive dépend principalement de la complexité géométrique, des dimensions des pièces à produire et du coût global des procédés candidats. Mais d'autres critères peuvent entrer en compte dans le coût total de production ainsi que dans la rapidité des différents procédés. Nous allons détailler ci-dessous les avantages et inconvénients des différentes techniques afin d'illustrer ces propos. Le **Tableau I-1**, issu des travaux de T. DebRoy et al. [4], présente une comparaison entre les différents procédés de fabrication additive.

Procédé	Ι	Dépôt de matériaux et fu	sion (DED)	Fusion sur lit de poudre (PBF)	
Forme d'apport	Poudre	Fil	Fil	Pou	ldre
Source d'énergie	Laser	Faisceau d'électrons	Arc électrique ou plasma	Laser	Faisceau d'électrons
Nomenclature (suivant ASTM F2792)	DED-L	DED-EB	DED-GMA/GTA/PA	PBF-L	PBF-EB
Puissance (W)	100-3000	500-2000	1000-3000	50-1000	50-1000
Vitesse (mm/s)	5-20	1-10	5-15	10-1000	10-1000
Vitesse de dépôt (g/s)	0,1-1	0,1-2	0,2-2,8	-	-
Taille maximale de construction (mm x mm x mm)	2000x1500x750	2000x1500x750	5000x3000x1000	500x280x320	500x280x320
Durée de production	Longue	Moyenne	Courte	Longue	Longue
Précision dimentionnelle (mm)	0,5-1	1-1,5	Géométries trop complexes inatteignables	0,04-0,2	0,04-0,2
Rugosité (µm)	4-10	8-15	Nécessite un usinage de finition	7-20	7-20
Parachèvement	CIC et usinage de finition	Usinage de finition	Ré-usinage et usinage de finition	CIC parfois recommandé	CIC parfois recommandé

Tableau I-1. Comparaison des différentes techniques de fabrication additive métallique suivant DebRoy et al. [4].

Géométrie et état de surface recherchés : une première constatation peut être faite sur les données présentées par le Tableau I-1. Les procédés à base de poudre, et plus encore ceux utilisant le principe de fusion sur lit de poudre, permettent de fabriquer des pièces qui peuvent satisfaire une précision dimensionnelle fine (0,04 - 0,2 mm). Cela vient principalement de la dimension des grains de poudre qui est généralement très petite par rapport aux dimensions de la pièce finale. De plus, l'utilisation d'un laser ou d'un faisceau d'électrons permet une fusion et une solidification très localisée donnant lieu à une bonne précision dimensionnelle par rapport aux autres procédés de fabrication additive. De surcroît, ces procédés permettent la réalisation d'objets sans nécessiter systématiquement d'opération de finition. Les principales limites de ces procédés concernent avant tout la taille des pièces à produire qui est conditionnée par les dimensions de la chambre de dépôt. Au contraire, les procédés à base de fil disposent de taux de dépôt élevés et sont capables de produire des composants de grande taille. Les pièces finies sont alors composées d'un empilement de cordons de soudure qui déterminent l'état de surface et la rugosité. Les éléments déposés avec les technologies à base de fil nécessitent souvent un usinage pour obtenir la forme finale souhaitée, tandis que les procédés à base de poudre produisent souvent des formes proches de la pièce finale. Pour toutes ces technologies induisant la fusion de la matière, la maîtrise des champs de température est impérative afin de limiter les contraintes résiduelles incorporées dans la pièce finale pouvant à terme engendrer des fissures et des déformations.

Forme du métal d'apport : le procédé DED-L et les procédés PBF font usage de métaux d'apport sous forme de poudre. Lors du dépôt, l'intégralité du métal d'apport n'est pas fondue et une partie de ces poudres peut généralement être recyclée pour éviter le gaspillage. Pour de nombreuses raisons (oxydation, pollution, changement de géométrie), la réutilisation de poudre peut entraîner un état de surface médiocre ainsi que la baisse des propriétés mécaniques [65]. L'utilisation de poudres métalliques engendre également un bon nombre de problématiques. La qualification des fournisseurs de matière est une tâche complexe car peu de critères sont établis (diamètres des poudres, formes des particules, ...). Il est important dans certains cas de s'assurer également de l'état d'oxydation des poudres, la présence d'oxyde pouvant nuire au bon déroulement du dépôt. La manipulation par un opérateur nécessite des équipements de sécurité spécialisés et enfin, toutes les nuances de métaux ne sont pas disponibles sous forme de poudre et certaines d'entre elles sont extrêmement onéreuses. Les techniques DED-GMA et DED-PA se basent sur des procédés de soudage. Ils bénéficient donc de l'abondance commerciale et du prix faible du fil d'apport par rapport aux poudres métalliques. Même si, comme dans le cas des poudres, toutes les nuances d'alliages ne sont pas disponibles commercialement sous forme de fils, le catalogue s'enrichit actuellement fortement. Des développements sont également en cours concernant l'adaptation de la composition des matériaux d'apport pour tenir compte des effets du procédé (vaporisation, oxydation d'éléments d'alliage) et finalement atteindre la composition exacte de la nuance visée. L'apport sous forme de fil évite également les problématiques d'hygiène et sécurité liées à la manipulation de poudres métalliques fines par un opérateur. La forme d'apport qu'est le fil reste l'une des raisons qui rend les procédés DED-GMA ou PA moins coûteux.

**Temps de production** : les procédés de fabrication additive métallique sont souvent mis en avant pour leurs temps de production faibles [17], la taille des composants qui peuvent être fabriqués, la capacité à réaliser des géométries complexes, la qualité du produit après opération et la précision dimensionnelle. Cependant, tous ces avantages ne sont pas inhérents à chacune

des technologies. Les temps de production des procédés de fabrication additive à base de poudre (PBF) sont élevés pour des raisons techniques liées aux procédés. Tout d'abord, la vitesse d'alimentation en poudre est limitée et bien que la vitesse de balayage du faisceau d'énergie soit extrêmement élevée, seules de faibles épaisseurs peuvent être fondues à chaque passage. En revanche, les procédés à base de fils offrent une vitesse de dépôt supérieure. Ce gain sur la vitesse de dépôt se fait au détriment de la précision dimensionnelle, ils nécessitent donc très souvent un parachèvement, parfois long et coûteux. On emploie donc plus généralement les procédés à base de fil étant plus adaptés à la fabrication de composants de grande taille, généralement d'une masse supérieure à 10 kg [72,73].

En résumé, le panel des techniques de fabrication additive présenté permet de s'adapter aux différents besoins industriels. La fabricabilité est une contrainte qui tend à s'effacer, mettant alors en avant les problématiques de coût et de temps de production auxquelles la fabrication additive métallique arrive jusqu'alors à faire face avec succès. Deux possibilités sont offertes :

- La fabrication de pièces de faibles dimensions, présentant des caractéristiques géométriques complexes, pouvant atteindre une précision dimensionnelle fine et peu ou pas de parachèvement peut être élaborée avec les procédés à base de poudre (PBF et DED-L) et de source d'énergie concentrée (faisceau d'électron ou laser) dans le cadre de pièces à forte valeur ajoutée, longues à produire et dont la matière première est coûteuse.
- Les technologies à base de fil seront d'avantage réservées à la réalisation de pièces de grandes dimensions, aux caractéristiques géométriques plus simples avec des vitesses de production élevées et des coûts de production plus faibles, qui nécessitent un parachèvement, voire un usinage de finition.

Les procédés à base de fil ont un avenir très prometteur. Bien que leur niveau de maturité soit très bas (TRL3), ils se présentent comme des outils complémentaires idéaux permettant de pallier les faiblesses des procédés à base de poudre.

# 4. Fabrication additive arc-fil (WAAM)

La fabrication additive arc-fil est le procédé étudié dans ce mémoire, nous détaillerons donc le principe de cette famille de procédés ainsi que les différentes sources d'énergie permettant sa réalisation.

# 4.1.Introduction à la fabrication additive arc-fil

La première utilisation d'un fil comme source de matière et d'un arc électrique comme source d'énergie dans son application pour la fabrication additive date des années 1920. Le premier brevet ayant vu le jour date de 1925 [74] dans lequel Baker décrit la fabrication de pièces décoratives par dépôt de fil fondu à l'arc. L'utilisation du soudage dans la fabrication directe prend cependant de l'ampleur au début des années 1990, lorsque les évolutions du domaine de la robotique permettent de souder des géométries complexes de façon maîtrisée. Le soudage 3D est alors principalement utilisé afin de réaliser des prototypes [75]. A l'heure actuelle, la fabrication additive arc-fil est reconnue comme l'une des techniques les plus prometteuses de la fabrication additive pour les structures métalliques. Cette technologie ne touche pas que l'industrie aérospatiale ou la défense, mais elle devrait s'étendre plus globalement à toutes les applications industrielles [76].

La fabrication additive par dépôt de fil, regroupe les procédés DED-GMA, DED-GTA et DED-PA suivant la norme ASTM F2792 [64]. Elle est plus connue sous l'acronyme WAAM (Wire and Arc Additive Manufacturing) [72]. Cette technique est dérivée des procédés de soudage à l'arc. Le soudage à l'arc est une opération d'assemblage dans laquelle la continuité métallique entre les parties à souder est réalisée en portant les matériaux à assembler à la température de fusion par l'intermédiaire d'un arc électrique ou d'un plasma d'arc comme source d'énergie. Le WAAM consiste donc à déposer de la matière à l'aide de procédés normalement employés dans le domaine du soudage à l'arc. Ces technologies ont aussi fait l'objet de développements pour la réparation, la fonctionnalisation ou le rechargement de pièces [77,78].

Le WAAM est un procédé qui se distingue des autres technologies de fabrication additive par un taux de dépôt particulièrement élevé (0, 2 - 2, 8 g/s) [65]. De plus, il permet de réaliser des pièces sans limite de taille. Bien qu'il limite l'accès à des géométries trop complexes en comparaison avec d'autres techniques de fabrication additive, ce procédé autorise de plus grandes libertés de conception que les méthodes d'usinage conventionnel. Économiquement, il présente un intérêt majeur lorsqu'il s'agit de réaliser des pièces fortement ajourées ou de grandes dimensions [73]. Cependant, pour obtenir une pièce aux dimensions précises (tolérances) et présentant un bon état de surface, il nécessitera quasi-systématiquement un usinage de finition. La plupart du temps, un surplus de matière est donc déposé pour anticiper cette phase d'usinage [79]. De plus, comme pour les autres procédés de fabrication additive, une étude préliminaire tenant compte des contraintes thermiques est aussi nécessaire à l'obtention de pièces conformes aux géométries attendues [72,80–85].

# 4.2. Sources d'énergie en WAAM

Les sources d'énergie employées en WAAM sont issues des procédés de soudage. Cependant, les paramètres employés pour les dépôts sont différents de ceux du soudage et doivent donc être adaptés à la fabrication additive. Les différentes sources sont présentées en détails ci-dessous. L'hybridation, la variante ou addition de plusieurs sources fait également l'objet de recherche, nous ne détaillerons pas ces possibilités. Il existe trois principales sources de chaleur utilisées dans le WAAM issues de trois procédés de soudage listés ci-dessous :

- le soudage à l'arc TIG (Gas Tungsten Active Welding GTAW) [77,86,87],
- le soudage plasma (PAW) [88,89],
- le soudage à l'arc MIG/MAG (Gas Metal Active Welding GMAW)[5,90,91].

# 4.2.1. Soudage TIG

Le procédé de soudage à l'arc Tungsten Inert Gas (TIG) est très répandu dans l'industrie car il est réputé pour produire des soudures de très bonne qualité (pénétration importante, faible taux de porosités). En contrepartie, sa productivité est relativement faible par rapport aux autres techniques [77]. Le principe du soudage TIG est le suivant : l'arc électrique, produit par le passage du courant dans le gaz de protection ionisé, s'établit entre la pointe de l'électrode en tungstène (ou alliage de tungstène) infusible et la pièce à souder. La chaleur générée par l'arc porte le métal de base à fusion. Le métal d'apport, dévidé de façon indépendante, est amené dans le bain de fusion créé. Une fois le bain de fusion établi, la torche est déplacée le long du joint pour réaliser la soudure ou le dépôt [92]. La **Figure I-21** expose un schéma en coupe d'une torche de soudage TIG en fonctionnement. Le dispositif est composé d'une électrode réfractaire en tungstène, d'une pince porte-électrode qui alimente l'électrode en courant, d'un diffuseur de gaz de protection et d'une buse qui canalise le flux de protection.



Figure I-21. Principe de fonctionnement d'une torche de soudage TIG, vue en coupe [92].

### 4.2.2. Soudage plasma

Le soudage plasma est dérivé du procédé TIG dans lequel l'arc électrique est contraint mécaniquement. La torche de soudage, tout comme celle du TIG, est composée d'une électrode réfractaire en tungstène. Elle détient cependant un circuit supplémentaire permettant d'emmener le gaz plasmagène. L'arc plasmagène est un arc TIG concentré sur son axe par une tuyère en forme de buse présentant un orifice calibré comme exposé en **Figure I-22**. La constriction de l'arc électrique accroît grandement le taux d'ionisation du gaz d'où le nom de plasma. La densité d'énergie déployée ainsi que les températures atteintes sont plus élevées que pour un arc TIG [93]. Tout comme pour le TIG, le métal d'apport est amené dans le bain de fusion par un dévidoir indépendant de la source d'énergie.



Figure I-22. Principe du soudage TIG (a) en comparaison avec celui du soudage plasma (b).

### 4.2.3. Soudage MIG/MAG

Parmi les procédés de soudage à l'arc, la technique semi-automatique appelée soudage MIG/MAG (Metal Inert Gas/Metal Active Gas) repose sur l'utilisation d'une électrode fusible constituant le métal d'apport. L'arc électrique est établi entre la pièce à souder (anode) et le fil de métal d'apport (cathode) qui est dévidé par la torche. L'arc produit la chaleur nécessaire à la création d'un bain de fusion et au passage à l'état liquide du fil. Ce dernier se dévide en continu dans l'arc de sorte à être déposé. Le fil passe à l'extrémité de la torche de soudage à travers un tube-contact, qui assure à la fois son guidage et l'alimentation électrique du fil-électrode. La torche de soudage est également équipée d'un diffuseur de gaz et d'une buse, assurant la protection gazeuse contre l'oxydation du bain de fusion (**Figure I-23**). Un gaz de protection inerte (argon, hélium ou un mélange des deux) peut être utilisé. On appelle alors ce procédé : Metal Inert Gas (MIG). Au contraire, l'utilisation d'une protection gazeuse contenant des gaz dits actifs (principalement  $CO_2$ ,  $O_2$ ,  $H_2$  ou  $N_2$ , généralement mélangé à de l'argon) est appelée Metal Active Gas (MAG) [12], [13]



Figure I-23. Équipement pour le soudage MIG [94].

Le procédé de soudage MIG est apparu aux États-Unis en 1948. Il est tout d'abord utilisé pour l'assemblage des alliages d'aluminium. Il gagne ensuite en popularité lorsque des développements sont réalisés pour le soudage des aciers (formulation des gaz et travaux sur les fils d'apport). Il se répand alors largement dans le milieu industriel en raison des nombreux atouts qu'il possède [94] :

- productivité supérieure aux procédés de soudage à l'arc TIG et à l'électrode enrobée avec des vitesses de soudage et de dépôt élevées ainsi qu'un haut taux de dépôt de métal,
- large gamme d'épaisseurs soudables,
- apport de chaleur réduit,
- déformations réduites,
- soudage en toutes positions,
- procédé facilement automatisable et robotisable.

Dans ce procédé, la vitesse de dévidage du fil et l'intensité du courant de soudage sont liées. Il reste donc quatre paramètres principaux à régler : l'intensité du courant, la tension, le débit du gaz de protection et la vitesse de soudage (i.e. la vitesse de déplacement de la torche). Dans les postes de soudage récents, les paramètres électriques (intensité et tension) ont été préétablis dans des programmes appelés synergies. Ces abaques de fonctionnement multidimensionnels assurent le bon fonctionnement du procédé, quel que soit le réglage, permettant aux utilisateurs une prise en main plus aisée du dispositif. Cependant, la mise en place d'une synergie est un travail complexe qui nécessite l'établissement de plus de 80 paramètres [77]. Ainsi, les synergies délivrées par les fournisseurs de postes à souder ont été établies pour des conditions données (matériau, diamètre de fil, gaz de protection) et elles ne sont valables que dans ces conditions au risque de dégrader le fonctionnement. Lorsqu'une synergie est employée, le paramétrage n'est alors effectué que sur la vitesse de dévidage du fil, la vitesse de soudage et le débit du gaz [94].

### Modes de transfert du métal dans l'arc électrique

Pour le procédé MIG/MAG, le phénomène de transfert de métal a lieu dans l'arc électrique lorsque l'électrode fond. L'extrémité de l'électrode qui reçoit la chaleur de condensation des électrons est alors en fusion. Le métal liquide se projette à plus ou moins grande vitesse sur le joint à souder. C'est un phénomène fondamental auquel les procédés de soudage à l'arc doivent leur existence [95]. Dans le cas du soudage MIG/MAG en courant continu, on retrouve les quatre modes de transfert décrits dans la **Figure I-24**. Ils dépendent du choix des paramètres de l'arc électrique (courant, tension et nature du gaz de protection).



Figure I-24. Les modes de transfert existants pour le procédé MIG/MAG [77,94,96].

Parmi les différents modes de transfert présentés sur la **Figure I-24**, une variante du régime de court-circuit sera employée dans le cadre de cette thèse. Le court-circuit est un mode de transfert à faible énergie qui apparaît sous argon et qui se traduit par des alternances entre un arc court et un court-circuit électrique (contact entre l'extrémité fondue du fil d'apport et le bain de fusion fermant le circuit). Il produit un bain de fusion de faible volume ainsi qu'une pénétration réduite. Le cycle d'un mode de transfert par court-circuit est largement décrit dans la littérature [91,94,97–100]. Lorsque l'arc s'établit, on observe la formation d'une goutte de métal fondu à l'extrémité du fil. L'énergie qui permet de faire fondre la goutte provient alors principalement de deux phénomènes physiques : la proximité du fil avec la colonne d'arc qui dégage une chaleur importante et la condensation électronique se produisant sur l'anode. Le dévidage du fil se poursuit et le volume de la goutte croît, la goutte entre alors en contact avec le bain de fusion créant un court-circuit. À cet instant, l'augmentation du courant, due au court-circuit, génère un champ électromagnétique tel qu'il coupe le pont liquide entre le fil et la goutte qui se détache.

Ce pincement électromagnétique facilite le détachement de la goutte, qui se mélange au bain de fusion. Avec l'arrêt du court-circuit, la tension se rétablit, il se produit donc le réamorçage automatique de l'arc électrique, un nouveau cycle est alors initié. Cependant, la rupture du pont entraîne des projections fines caractéristiques qui peuvent affecter la qualité des soudures et le taux de dépôt. Il est, la plupart du temps, utilisé pour de la tôlerie fine et pour la passe de racine en soudage multipasses.

## Régime de transfert Cold Metal Transfer (CMT)

Les procédés de soudage à l'arc sous gaz, en particulier avec un mode de transfert de métal en court-circuit, sont couramment utilisés pour le procédé DED-GMA en raison de la puissance d'arc plus faible par rapport aux autres modes de transfert de métal. Le mode de transfert CMT®, aussi appelé soudage à « froid », est breveté en 2009 par Schorghuber au sein de la société Fronius ©[101]. Ce nouveau mode de transfert permet de faciliter le détachement des gouttes sans faire appel à un pic d'énergie (pulse de courant causant le pincement électromagnétique et aussi les projections éventuelles de métal) [102]. Ceci est rendu possible par l'utilisation d'une impulsion mécanique (retrait du fil) au sein du cycle de court-circuit expliqué précédemment. Ce procédé permet un contrôle particulièrement précis de la forme d'onde du courant et de la vitesse de dévidage du fil d'apport. En effet, le retrait du fil est utilisé pour amorcer plus efficacement la rupture du pont liquide permettant le maintien d'un courant bas. La **Figure I-25** expose la forme des signaux électriques et l'évolution de la vitesse de dévidage du fil au cours d'un cycle de dépôt CMT. La séquence de transfert se compose de 3 phases :

- La phase d'arc durant laquelle on observe une augmentation rapide du courant. Celle-ci permet de faire monter la température de l'extrémité de l'électrode jusqu'à ce qu'elle fonde. La taille de la goutte liquide attachée au bout du fil est très proche du diamètre du fil.
- 2) La phase d'attente durant laquelle le courant est plus faible. Elle permet un maintien de l'arc jusqu'à la phase de court-circuit.
- 3) Durant la phase de court-circuit, le fil entre en contact avec le bain de fusion et un court-circuit est créé. C'est alors que la tension avoisine une valeur proche de 0 V. Lors du soudage MIG conventionnel, cela conduit à une augmentation rapide du courant qui entraîne l'établissement d'une force électromagnétique importante permettant au pont liquide de se rompre. Dans le processus CMT, lors du court-circuit on ne laisse pas le courant autant augmenter. Bien qu'existantes, les forces électromagnétiques ne suffisent donc pas à la libération de la goutte fondue. Lors de l'établissement du court-circuit, un signal de retour est donc donné au dévidoir de fil qui fait marche arrière. Le fil se retire et il participe à la rupture du pont liquide et au transfert dans le bain de fusion. L'arc est ensuite réamorcé, le fil reprenant sa marche normale et le cycle se répète [91,98,99,102–105].

La rupture du pont liquide est stable et ne génère pas de grosses variations électriques car le courant de court-circuit est très faible. C'est la raison pour laquelle ce mode de transfert génère peu de projections.



Figure I-25. Forme d'onde des signaux électriques (intensité et tension) et vitesse de dévidage du fil lors d'un cycle de transfert CMT [105].

# Régime de transfert Cold Metal Transfer – Pulsé (CMT-P)

Une variante plus énergétique du mode de transfert CMT a également été étudiée plus récemment par Pang et al. [106]. Le mode de transfert Cold Metal Transfer – Pulsé fonctionne sur la base du régime CMT. Cette technologie combine un cycle pulsé vu en Figure I-24 avec un cycle CMT et apporte ainsi plus d'énergie lors du transfert. Le cycle d'impulsion (pulsé) consiste à élever à la fois la tension ainsi que l'intensité sous forme de pic de sorte à libérer la goutte fondue au sein du plasma de l'arc électrique et la projeter vers le bain fondu. Comme exposé plus tôt en Figure I-24, ce mode de transfert se produit lorsque l'énergie de soudage est plus haute que pour le mode de transfert par court-circuit. Les paramètres électriques de ce cycle spécifique sont exposés en Figure I-26.



Figure I-26. Vitesse de dévidage du fil, courant et tension au cours du cycle CMT-Pulsé [106,107].

Le mode CMT-P est donc caractérisé par la succession de plusieurs cycles CMT (tel que décrit plus haut) suivi de plusieurs cycles d'impulsions. Le cycle de transfert CMT est alors réalisé normalement. Une seconde phase caractérisée par un transfert pulsé apparaît. Au cours de cette phase, le fil est approché de la pièce et la gouttelette de métal fondu est projetée simultanément vers le bain fondu. A chaque pulse de courant correspond le détachement d'une gouttelette de métal d'apport fondu. L'arc électrique est rompu pour laisser place à nouveau au cycle de transfert CMT. La fréquence d'apparition de transferts pulsés est dictée par les paramètres du procédé, cette dernière permet d'élever l'énergie de soudage au-delà des limites du CMT et d'ajuster finement l'énergie déployée. Ainsi, plus il y aura de cycles d'impulsion, plus l'énergie déployée au cours du procédé sera élevée.

## 4.2.4. Choix d'une source d'énergie en WAAM

Pan et al. [108] dressent dans le **Tableau I-2** pour différentes sources d'énergie disponibles leurs spécificités lors de leur utilisation en WAAM. Le taux de dépôt des procédés WAAM reposant sur le procédé MIG/MAG (GMAW) est 2 à 3 fois plus élevé que ceux obtenus avec les techniques issues des procédés TIG (GTAW) ou Plasma (PAW). Cependant, la fabrication additive arc-fil basée sur le MIG/MAG est généralement moins stable en raison du lien indissociable qui existe entre les paramètres de l'arc électrique et le dévidage du métal d'apport. Ainsi, lors de trajectoires spécifiques ou de conditions particulières de dépôt, le MIG/MAG ne permet pas de corriger en ajustant les paramètres électriques. La modification de ces derniers engendre irrémédiablement la modification de la vitesse d'apport du métal et peut donc générer plus de fumées ou de projections que les autres sources d'énergie dans lesquelles le métal est apporté de façon indépendante. Le choix de la source d'énergie employée en WAAM influence directement les conditions de dépôt, l'état métallurgique final ainsi que la cadence de production de la pièce ciblée.

Technique de WAAM	Source d'énergie	Taux de dépôt moyen	Spécificités
	TIC		Electrode non fusible Apport de fil dissocié de la source d'énergie
IIG (GIAW)	ΠG	Aj 1 à 2 kg/h Rota et de rd 3 à 4 kg/h S <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup> <sup>1</sup>	Rotation de la torche de soudage et de l'apport de fil nécessaires pour réaliser certaines trajectoires
	MIC/MAC standard	$2 \ge 4 \ln a/b$	Electrode consommable
	MIG/MAG standard	5 a 4 kg/n	(projection de matière)
			Electrode consommable
	Cold Matal Transfor		Faible énergie de soudage
MIG/MAG (GMAW)	(CMT)	2 à 3 kg/h	Grande fenêtre de paramètres d'utilisation
		er 2 à 3 kg/h	Pas de projections
			Deux sources de métal d'apport
	MIG/MAG tandem	6 à 8 kg/h	Facilité de mélange et de contrôle de la composition
			Electrode non fusible
Plasma (PAW)			Apport de fil dissocié de la source d'énergie
	Plasma	2 à 4 kg/h	Rotation de la torche de soudage et de l'apport de fil nécessaires pour réaliser certaines trajectoires

Tableau I-2. Comparaison des différentes sources d'énergies employées en WAAM [108].

Jusqu'à présent, les technologies de fabrication additive reposant sur les procédés de soudage TIG et soudage plasma se sont révélées être plus fiables pour le WAAM, avec moins de problèmes de projections, d'excès de chaleur, de distorsions ou de porosités par rapport à celles basées sur le procédé MIG/MAG et ses variantes. Toutefois, pour ces deux technologies, le fil n'est pas amené de manière coaxiale à l'arc, nécessitant des modifications des paramètres électriques au cours du processus à chaque changement de direction de soudage. Et même si de nombreux systèmes de soudage robotisés permettent d'orienter la buse d'alimentation du fil pour la faire correspondre à la direction de soudage, l'impact sur la stabilité du dépôt n'est actuellement pas totalement maîtrisé [109], même si les travaux de Martina et al. [89] présentent des voies d'amélioration de l'utilisation du procédé plasma en WAAM. Le procédé MIG/MAG, en particulier le mode de transfert CMT, est un candidat de choix pour l'utilisation en WAAM en raison de sa faible énergie déployée, de la coaxialité de la source d'énergie et du fil d'apport ainsi que de sa capacité à émettre moins de projections grâce à son transfert contrôlé. Il est particulièrement étudié pour déposer des matériaux tels que les alliages d'aluminium ou les aciers [98].

## 4.2.5. Développements récents en WAAM

Les technologies relatives au WAAM ont fait l'objet de nombreux développements au cours des dix dernières années. Tous procédés confondus, le nombre de publications scientifiques traitant de WAAM augmente de façon très rapide. Au cours du premier trimestre 2020, on dénombre déjà plus de 100 références mentionnant cet acronyme. Les travaux de Wu et al. de 2018 [110] sont les plus récents permettant de faire le point sur les développements de cette catégorie de procédés. Mais l'évolution rapide de cette technologie, environ 11 publications par semaine au cours du premier trimestre 2020, rend difficile la réalisation d'un bilan exhaustif. En raison de la nature très complexe de la fabrication additive arc-fil, de nombreux aspects du procédé sont étudiés [110] :

- le développement et l'amélioration du procédé,
- l'interaction procédé/matière et l'emploi de différents matériaux,
- la qualité et les performances des pièces produites,
- le choix et la programmation des stratégies de fabrication,
- la modélisation du procédé et la prévision des phénomènes physiques liés,
- la surveillance et le contrôle du procédé en cours de fabrication.

De nombreux auteurs recommandent de procéder à un examen systématique des propriétés des divers matériaux fabriqués par WAAM [72,110–112]. Un résumé schématique des axes de recherche actuels et futurs visant à développer et à améliorer la WAAM proposé par Wu et al. [110] est présenté en **Figure I-27**.



Figure I-27. Résumé des sujets de recherche actuels et futurs concernant le WAAM [110].

Les technologies de fabrication additive arc-fil connaissent une forte expansion et montent rapidement en maturité. Cependant, le développement d'un procédé de WAAM commercial est un défi interdisciplinaire, qui intègre le développement de procédés de soudage, de matériaux adaptés et la conception de systèmes de contrôle et d'asservissement. Les recherches menées ces dernières années dans ce domaine sont encourageantes. L'impression de nombreux matériaux métalliques tels que des aciers, des alliages de titane, des alliages d'aluminium, ou encore des alliages de nickel est désormais possible en WAAM [9,110]. Un exemple de réussite est donné en **Figure I-28** par la reproduction à l'échelle 1/3 d'une pale creuse d'hélice de bateau réalisée par Centrale Nantes en partenariat avec Naval Group [113].



**Figure I-28.** Démonstrateur d'une pale d'hélice de bateau imprimée par WAAM par Naval Group et l'École Centrale Nantes [113].

Ce démonstrateur en acier inoxydable a nécessité une centaine d'heures d'impression et une maîtrise importante du procédé de WAAM (MIG-CMT) utilisé. La pièce finale pèse plus de 300 kilogrammes soit une réduction de près de 40 % par rapport aux pales conçues à l'aide de procédés conventionnels (fonderie et usinage) [113].

# 5. Description du matériau de l'étude, l'alliage d'aluminium 6061

# 5.1.L'aluminium et ses alliages

Les alliages d'aluminium présentent des propriétés particulièrement intéressantes dans le monde industriel. Tout d'abord, ils allient légèreté et résistance. Leur densité est proche de 2700 kg.m<sup>-3</sup> et la résistance mécanique spécifique de certains de ces alliages est particulièrement élevée. Ils présentent des propriétés physico-chimiques très adaptées pour diverses applications (résistance à la corrosion, conductivités thermique et électrique élevées, ductilité, malléabilité, aptitude aux traitements de surface, propriétés réfléchissantes). L'aluminium est recyclable à 100 % et son recyclage ne requiert que 5 % de l'énergie utilisée pour le produire [114]. On notera qu'environ 75 % de ce métal produit depuis 1880 est encore en utilisation aujourd'hui après réutilisation [114]. De plus, il est disponible et présent en quantité : c'est le troisième élément le plus abondant dans la croûte terrestre (représentant 8 % de la masse totale de la Terre) [114]. Les alliages d'aluminium sont classés en séries en fonction des éléments d'alliage principaux qui les composent. Ils sont subdivisés en deux groupes : les alliages durcis par écrouissage et/ou solution solide (séries 1000, 3000, 4000 et 5000, ainsi que certains 8000) et ceux durcis par précipitation (séries 2000, 6000 et 7000, ainsi que certains 8000) [115]. Pour ces derniers, le durcissement est réalisé lors d'un revenu ou d'une maturation (ou une combinaison des deux) de l'alliage à l'état remis en solution. Lors du vieillissement, c'est la précipitation fine de phases intermétalliques durcissantes qui est alors responsable du bon comportement mécanique de l'alliage. Les traitements thermiques généralement utilisés sur les alliages d'aluminium sont récapitulés dans le Tableau I-3.

Mise en solution	Ecrouissage	Traitements thermiques finaux	Nomenclature
		Mûri	T4
	non	Revenu	T6
		Sur-revenu	T7
oui		Ecroui puis mûri	T3
	oui	Ecroui puis revenu	T8
		Revenu puis écroui	Т9

 Tableau I-3. Récapitulatif des désignations normalisées liées aux différents états métallurgiques d'un alliage d'aluminium préalablement mis en solution [116].

Parmi les alliages durcis par précipitation, on retrouve différentes compositions. La composition en éléments d'alliage permet la formation de différents types de précipités, ainsi les alliages de la série 2000 sont composés principalement d'aluminium et de cuivre, les alliages de la série 6000 d'aluminium, de magnésium et de silicium et les alliages de la série 7000 d'aluminium et de zinc. Dans cette étude, c'est un alliage de la série 6000 qui sera étudié.

# 5.2.L'alliage d'aluminium 6061

# 5.2.1. Généralités et utilisation dans l'industrie

L'alliage d'aluminium à durcissement structural 6061, initialement appelé « alliage 61S », a été développé en 1935 [117]. C'est l'alliage le plus utilisé de la série 6000 [114]. Il est souvent choisi comme matériau de structure en raison de ses bonnes propriétés mécaniques, conférées notamment par la précipitation fine de phases riches en Mg et Si, au regard de sa densité. C'est la raison pour laquelle il est notamment trouvé dans des applications aéronautiques, navales ou automobiles [114]. Cet alliage est alors utilisé pour des pièces de structure, souvent de grandes dimensions. Il est, par exemple, employé pour la fabrication des pièces de fuselage d'avions, pour des parties de structure des ailes ou encore des châssis de voitures [114]. Il est aussi employé dans le domaine du bâtiment où il est alors employé pour la réalisation de pièces architecturales [114]. Cet alliage se prête tout particulièrement bien aux applications maritimes ou extérieures car il dispose de propriétés physico-chimiques intéressantes (basse densité, résistance à la corrosion, conductivités thermique et électrique élevées ...).

# 5.2.2. Propriétés physiques et mécaniques

Sa composition nominale telle que décrite par la norme NF-EN-573 [118] est indiquée dans le **Tableau I-4** et ses propriétés physiques et mécaniques principales sont rapportées dans les **Tableau I-5** et **Tableau I-6**.

Eléments	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ti	Zn	Mn	Cu
6061 Composition nominale	0,81 -	bal	0,40 -	0,04 -	max	max	max	max	0,15 -
(%massique)	1,20		0,80	0,35	0,70	0,15	0,25	0,15	0,40

Intervalle de fusion (°C)	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Dilatation linéique (µm.m <sup>-1</sup> )	Capacité thermique massique (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
582 - 652	2700	23,6	896	167

Tableau I-5. Propriétés physiques de l'alliage d'aluminium 6061 T6 à 20°C [118].

Module d'Young	Limite d'élasticité	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture
(GPa)	(MPa)		(%)
69,5	280	318	16

Tableau I-6. Caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 6061 T6 à 20°C [118].

#### 5.2.3. Microstructures

La nuance 6061 possède une microstructure complexe. Elle est composée de phases que l'on peut observer à différentes échelles, certaines d'entre elles sont de taille micrométrique, cependant, les précipités responsables du durcissement sont de taille nanométrique. Ces précipités sont obtenus au cours du traitement thermique de revenu. Dans cette partie, nous étudierons les phases présentes dans l'alliage 6061 associées au pic de durcissement.

### Les phases micrométriques

Précipités Mg<sub>2</sub>Si grossiers

À l'état brut de coulée, l'alliage 6061 possède une structure dendritique, dans laquelle les éléments d'alliage sont répartis de façon hétérogène, ainsi que des précipités Mg<sub>2</sub>Si formés aux joints de grains lors du refroidissement lent de la billette [119]. Effectivement, le Mg et le Si sont regroupés dans les zones interdendritiques, soit dans les précipités grossiers de Mg<sub>2</sub>Si ou bien simplement ségrégés dans l'espace interdendritique solidifiant en dernier. On effectue alors une homogénéisation à une température proche de 530 °C afin de dissoudre les précipités grossiers de Mg<sub>2</sub>Si et de réduire les ségrégations de Mg et Si dans l'espace interdendritique. La **Figure I-29** expose la position de l'alliage 6061 au sein du diagramme de phases du système pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [120]. En raison de leur grande taille, conduisant à une incohérence cristallographique avec la matrice d'aluminium, et de leur faible densité numérique, ces précipités ne participent pas au durcissement de l'alliage. La précipitation grossière de phase  $\beta$  (Mg<sub>2</sub>Si) (**Figure I-30**) contribue même à limiter le durcissement des alliages Al-Si-Mg puisqu'elle diminue la quantité de Mg et de Si disponible pour la précipitation à l'échelle nanométrique de la phase  $\beta$ " responsable du durcissement [121].



Figure I-29. Diagramme de phases du système pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [120].

• Intermétalliques au fer

Les phases intermétalliques riches en fer,  $\alpha$ c-Al<sub>12</sub>(Fe<sub>x</sub>Mn<sub>1-x</sub>)<sub>3</sub>Si sont formées lors du traitement thermique d'homogénéisation. De la même manière que les précipités  $\beta$ , ces phases (IM-Fe) sont grossières (Figure I-30) et ne participent pas directement aux mécanismes de durcissement de l'alliage [121].



**Figure I-30.** Micrographie de l'alliage 6061 exposant les précipités grossiers Mg<sub>2</sub>Si et les intermétalliques au fer IM-Fe [121].

Malgré les traitements thermiques de précipitation (homogénéisation, trempe et revenu T6), on constate, sur la **Figure I-30**, présentant deux images obtenues en microscopie électronique à balayage (MEB) en contraste chimique (électrons rétrodiffusés) d'un alliage 6061 traité à l'état T6 [121], que des phases intermétalliques de forme allongée et des précipités intergranulaires globulaires sont encore présents. Ces phases grossières, de taille micrométrique, qui sont soit des précipités grossiers de Mg<sub>2</sub>Si soit des particules intermétalliques riches en Fe sont souvent qualifiées de phases constituantes [121]. En plus de ne pas participer au durcissement et d'appauvrir la matrice en éléments d'alliage, ces phases sont nocives pour les caractéristiques mécaniques de l'alliage car elles peuvent agir comme des zones de concentration de contraintes.

## Phases nanométriques

A l'échelle nanométrique, la nature des phases présentes ainsi que leur mécanisme de formation ne sont pas totalement identifiés. Nous nous concentrerons sur les deux types de phases majoritairement présentes dans l'alliage : les dispersoïdes et les phases de type  $\beta$ . Ainsi les phases L, B, Q, Q' etc. seront détaillées au besoin dans les chapitres.

• Dispersoïdes

C'est lors du traitement thermique d'homogénéisation que des dispersoïdes riches en Cr, Mn et Fe sont formés - leur précipitation débutant vers 400 °C [122]. Ces précipités ont un effet assez limité sur les propriétés mécaniques. La **Figure I-31** présente une image MET des dispersoïdes au sein d'un alliage Al-Mg-Si après un chauffage continu jusqu'à 460 °C [122]. En raison de leur densité assez élevée et de leur grande stabilité thermique, ils jouent un rôle important sur les processus de restauration, de recristallisation et de croissance des grains, retardant ces phénomènes en épinglant les interfaces cristallines. Enfin, leur rôle principal est de servir de sites de nucléation pour la précipitation de la phase durcissante [122]. Les dispersoïdes sont de

composition  $\alpha$ -Al(Mn-Cr-Fe)Si. La manière dont se forment ces dispersoïdes n'est pas encore complètement comprise.

Une observation importante est la tendance des dispersoïdes à avoir une distribution très hétérogène dans l'alliage. Cette tendance dépend aussi fortement du traitement thermique. Des observations indiquent qu'une vitesse de chauffage lente favorise une distribution uniforme de ces dispersoïdes.



Figure I-31. Image MET en champ clair de dispersoïdes au sein d'un alliage Al-Mg-Si [122].

• Phases durcissantes de type β

La phase  $\beta$ ", qui est responsable du durcissement maximum de l'alliage, apparaît lors du revenu suivant l'hypertrempe. Nous détaillerons ici la séquence de précipitation depuis l'hypertrempe jusqu'au sur-vieillissement. Nous ferons ainsi, un tour d'horizon des précipités présents dans l'alliage sous ses différents états métallurgiques. L'alliage 6061 se distingue des autres alliages Al-Mg-Si notamment par la présence de cuivre dans sa composition. C'est pourquoi il est considéré par certains auteurs comme faisant partie des alliages Al-Mg-Si-Cu, sous-division de la série 6000. Cet élément influe sur les propriétés et la microstructure des alliages Al-Mg-Si. Un ajout de cuivre de plus de 0,1 % en masse dans les alliages Al-Mg-Si modifie significativement la séquence de précipitation [121,123–125].

La séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si-Cu est détaillée ci-dessous [126] :

SSS  $\rightarrow$  amas de soluté (Mg et Si)  $\rightarrow$  zones GP  $\rightarrow \beta$ '', L, C, QC, S, QP  $\rightarrow \beta$ ', Q'  $\rightarrow Q, \beta$  stable

 L'abréviation SSS signifie solution sursaturée en éléments d'alliage, elle est obtenue lors de l'hypertrempe. La vitesse de refroidissement doit être importante (supérieure à 10 °C/s [116]), afin principalement de figer les éléments d'alliage non précipités ainsi qu'une forte concentration en lacunes. L'excès de lacunes va favoriser la diffusion des éléments d'alliage qui formeront par la suite des clusters de manière spontanée à température ambiante [127]. Après le traitement thermique de mise en solution et l'hypertrempe, on trouve donc la matière sous forme de solution solide métastable sursaturée en éléments d'alliage.

La forte vitesse de refroidissement permet également d'éviter la précipitation parasite de phases aux joints de grains. Il est important que tous les solutés participant à la précipitation des phases durcissantes soient bien en solution solide à l'issue de l'hypertrempe et non partiellement précipités lors du refroidissement suivant la mise en solution. Par exemple, les précipités grossiers présents dans les régions des joints de grains engendrent des déplétions en solutés. On assiste alors à l'apparition de zones libres de précipités durcissants aux abords des joints de grains (aussi nommés precipitate free zone ou PFZ) [77].

- Les amas de Mg ou Si, sont des enrichissements locaux en éléments d'alliage et ne sont pas définis réellement comme des précipités. Il est par conséquent très difficile de les observer à l'aide des techniques comme la sonde atomique tomographique ou la microscopie électronique en transmission.
- Au cours du traitement thermique de vieillissement, les amas se transforment progressivement en **zone de Guinier Preston (GP)**. Ces zones de GP sont des précipités cohérents de taille nanométrique. Ces premiers précipités ont été observés par Dutta et Allen [128] à l'aide d'un MET comme montré en Figure I-32. Leur morphologie évolue depuis la sphère à l'aiguille.



**Figure I-32.** Image MET et cliché de diffraction associé, d'une zone GP décrite comme un précipité de petite taille ayant une forme allant du point à l'aiguille [128].

Les précipités β", aussi appelés dans la littérature zones « GP II » [129] en raison de leurs dimensions, germent sur les zones GP jouant le rôle de sites de nucléation [130]. Ils se présentent sous la forme d'aiguilles d'environ 4 nm de diamètre et ne mesurant pas plus de quelques dizaines de nanomètres de long [129]. Les aiguilles de β" précipitent suivant la direction <001> de la matrice d'aluminium, et leur densité numérique, à l'état T6, est d'environ 10<sup>22</sup> m<sup>-3</sup> [121]. La Figure I-33 est une image MET de précipités β"[131].



Figure I-33. Image MET de précipités  $\beta$ " apparaissant sous la forme d'aiguilles allongées dans la direction <001> de la matrice d'aluminium [131].

C'est lors de la formation des précipités  $\beta$ " que le durcissement maximal est observé et que les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont maximales. Bien qu'aujourd'hui discutée, la composition chimique des précipités  $\beta$ ", déterminée par Zandbergen et al. [132], est Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>. Si cette phase est associée au pic de durcissement des alliages de la série 6000, c'est principalement car elle est très fine et cohérente avec la matrice. La température et le temps permettant l'obtention de ces précipités sont d'environ 170 °C pour une durée d'au moins 10 h.

- Un sur-revenu permet à la phase β" qui est métastable de se transformer en de nouvelles phases [133]. L'élément principal issu de cette décomposition est le précipité β'. La disparition de la phase β" se produit au profit de la formation de la phase β' qui a lieu au tout début de la dissolution. Ces deux phases cohabitent donc jusqu'à la dissolution totale de la phase β". Les précipités β' ont une forme de bâtonnet de quelques centaines de nanomètres de long et de quelques dizaines de nanomètres de diamètre [134,135]. Ils sont semi-cohérents avec la matrice. Leurs structure et stœchiométrie, Mg<sub>9</sub>Si<sub>5</sub>, ont été déterminées par Vissers et al. [136] à l'aide d'une méthode d'analyse d'images haute résolution de MET couplée à de la modélisation. La Figure I-34 présente une image MET haute résolution d'un précipité β'.



Figure I-34. Image MET haute résolution d'un précipité  $\beta'$  [136].

- Ces phases évoluent au cours du sur-revenu pour former la phase  $\beta$ . De composition Mg<sub>2</sub>Si, la conversion des précipités  $\beta$ ' en précipités  $\beta$  est responsable de l'adoucissement de l'alliage au-delà du pic de dureté. Ils sont présents sous forme de plaquettes de taille micrométrique et ils sont incohérents avec la matrice constituant donc des obstacles aux dislocations moins efficaces. Ils apparaissent sous la forme de petits rectangles sur l'image MET présentée en **Figure I-35** car ils sont observés en coupe.



**Figure I-35.** Image MET des précipités β [137].

Le Tableau I-7 récapitule les caractéristiques des principales phases durcissantes (de type  $\beta$ ) dans les alliages 6000 par ordre d'apparition dans la séquence de précipitation.

Phases	Forme	Stœchiométrie	Structure Groupe d'espace	Paramètres de maille (nm)
Cluster Mg, Si	Sphérique	Mg : Si 0.7 : 1	-	-
	Latte	Mg: Si = 1	CFC	a=4,05
GPI Aiguille	Aiguille	$Mg_{2}+_{x}Al_{7-x-y}Si_{2y}$	Monoclinique C2/m	a=1,48 ; b=0,405 ; c=0,648 ; $\beta$ =105,3°
β''	Aiguille	Mg <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>	Monoclinique C2/m	a=1,516 ; b=0,405 ; c=0,674 ; $\beta$ =105,3°
β'	Bâtonnet	Mg <sub>9</sub> Si <sub>5</sub>	Hexagonal P63	a=b=0,715, c=0,405, γ=120°
β	Plaque carrée	Mg <sub>2</sub> Si	Fm3m	a=0,639

**Tableau I-7.** Résumé des propriétés des phases de type  $\beta$  suivant [121].

À l'état T6, la phase  $\beta$ " n'est pas la seule présente, il existe une multitude de phases plus ou moins représentées. Les alliages Al-Mg-Si-Cu permettent la coexistence de la phase  $\beta$ " avec les phases L, Q', C, S, QP et QC. Certaines de ces phases pourraient jouer un rôle sur le durcissement de l'alliage, mais leurs rôles ne sont pas encore entièrement déterminés [121,123,125]. Les travaux de Marioara et al. [133] tentent d'identifier les phases pouvant coexister avec les précipités  $\beta$ ". Le Tableau I-8 issu des travaux de Flament [121] résume les caractéristiques cristallographiques de ces précipités.

Phases	Forme	Stœchiométrie	Structure Groupe d'espace	Paramètres de maille (nm)
L	Plaquette	Mg/Si ~ 1	-	-
С	Plaquette	Mg/Si ~ 1,1	Monoclinique P2 <sub>1</sub> m	a=1,032; b=0,405; c=0,81, $\beta$ =101°
QC	Aiguille	Mg <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>	Hexagonal P <del>6</del> 2m	a=b=0,710 ; c=0,405
S	Aiguille	Mg <sub>9</sub> Si <sub>5</sub>	Hexagonal ( phase QC désorientée)	a=b=0,7 ; c=0,405
QP	Aiguille	Mg9Al3Si7	Hexagonal P <del>6</del> 2m	a=b=0,395 ; c=0,405
			Hexagonal	a=1,04; b=0,405
Q'	Latte	$Al_{3.8}Mg_{8.6}Si_7Cu_1$	Hexagonal	a=b=1,03 ; c=0,405 ; γ=120°
-		Al <sub>4</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub>	Hovegonal	a=b=1,039; c=0,402
Q	Q Aiguille Al		P62m	a=b=1,035-1,04 ; c=0,402- 0,405

**Tableau I-8.** Synthèse des caractéristiques des précipités connus dans les systèmes Al-Mg-Si-Cu, à l'exclusion des phases constituantes, dispersoïdes et précipités  $\beta$  et leurs précurseurs métastables, d'après [121].

# 6. WAAM d'alliages d'aluminium

# 6.1.Le soudage des alliages d'aluminium

Comme les autres alliages d'aluminium de la série 6000, l'alliage 6061 possède des limites concernant sa soudabilité. Cette caractéristique est en partie pilotée par les propriétés physiques de l'alliage. Le **Tableau I-9**, ci-dessous, donne les propriétés physiques ainsi que le module d'Young de l'alliage d'aluminium 6061 à 20 °C. Dans cette partie, nous exposerons les problématiques liées au soudage de l'alliage 6061 étudié dans ce travail de thèse. Celles-ci conditionneront directement le domaine d'applicabilité du WAAM. Le soudage pour ce type d'alliage est limité par sept phénomènes détaillés ci-après.

Propriété	Symbole	Valeur	Unité
Masse volumique	ρ	2698	kg.m <sup>-3</sup>
Point de fusion (1013 mbar)	Tf	660,45	°C
Capacité thermique massique	Ср	897	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Conductivité thermique	λ	237	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Coefficient de dilatation thermique linéique	$\alpha_1$	23,1	10 <sup>-6</sup> .K <sup>-1</sup>
Module d'Young	E	69000	MPa

 Tableau I-9. Propriétés physiques de l'alliage d'aluminium 6061 à 20 °C [138].

# 6.1.1. La conductivité thermique

La conductivité thermique de l'alliage d'aluminium 6061, comme celle de tous les alliages d'aluminium, est très supérieure à celle de l'acier. L'énergie thermique fournie lors du procédé de soudage est donc rapidement dissipée au travers de la pièce. C'est la raison pour laquelle, malgré sa température de fusion relativement basse ( $\approx 660$  °C), il nécessite des énergies de soudage comparables à celles utilisées sur les aciers [138].

# 6.1.2. Le module d'élasticité

La nuance 6061 a, malgré tout, pour avantage sa grande conductivité thermique, qui limite les gradients de température, et donc l'apparition des contraintes résiduelles. De plus, il présente un module d'élasticité faible (69,5 GPa) qui limite l'amplitude de ces dernières [139,140].

# 6.1.3. Le coefficient de dilatation thermique linéique

Cependant, son coefficient de dilatation thermique linéique est élevé favorisant l'apparition des contraintes pour un gradient thermique donné. Pour limiter l'apparition de contraintes trop importantes en soudage, il est ainsi préférable de souder sans brider, de sorte à permettre une liberté de mouvement aux pièces. Cette liberté limite les efforts répétés provenant des dilatations et des retraits thermiques [139,140] mais peut entraîner des déformations importantes.

### 6.1.4. La couche d'oxyde

L'aluminium se revêt d'une pellicule protectrice d'oxyde de façon spontanée au contact de l'oxygène présent dans l'air. Cet oxyde, aussi connu sous le nom d'alumine, a une température de fusion très élevée ( $\approx 2000^{\circ}$ C). Lors des opérations de soudage, cette couche superficielle peut empêcher une bonne liaison entre le métal de base et le métal déposé. On réalise alors généralement un décapage mécanique de pré-soudage. La nouvelle couche d'oxyde qui sera instantanément formée présentera alors une épaisseur plus faible et relativement homogène ne contenant pas de polluants. Lors du soudage, l'utilisation d'une protection gazeuse avec un gaz neutre comme l'argon, l'hélium, ou des mélanges de ces deux gaz permet de limiter le développement de l'oxyde au sein de la soudure [139,140]. De plus, pour certaines techniques de soudage (soudage par résistance notamment), l'alumine peut jouer un rôle d'isolant électrique.

### 6.1.5. Les porosités

La présence de porosités dans les soudures est commune à tous les alliages d'aluminium. Leur apparition est due à la différence de solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium liquide et solide, celle-ci étant largement plus élevée dans l'aluminium liquide que dans l'aluminium solide [141,142].



Figure I-36. Evolution de la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium pur en fonction de la température [142].

Lors de la solidification, la concentration maximale en hydrogène dans l'alliage diminue brutalement, l'extrayant de la solution solide pour former des bulles emprisonnées une fois la solidification terminée. Ce phénomène a lieu lorsque la vitesse de solidification est plus rapide que la vitesse de dégazage. La présence de porosités peut être renforcée par la présence de substances riches en hydrogène (graisse, eau, huile) qui contaminent la surface des pièces et des métaux d'apport. Lors de l'opération de soudage, l'arc électrique dissociera les éléments des polluants produisant de l'hydrogène. Les porosités affectent fortement les caractéristiques des pièces produites en fabrication additive. Le taux, la taille et la forme des porosités sont des indicateurs permettant d'évaluer la santé de la matière [139,140,143]. Le procédé MIG-CMT et MIG-CMT pulsé sont réputés pour limiter les projections de matière. Cependant, ils ne permettent pas de limiter le taux de porosité. La **Figure I-37** expose des micrographies observées par Fang et al. [12] d'alliages d'aluminium 2219 élaborés par WAAM avec le procédé MIG utilisant les modes de transfert CMT (**Figure I-37** (a)) et CMT-P (**Figure I-37** (b)). En **Figure I-37** (c), on peut observer un rechargement homogène en 6061 réalisé dans le cadre des travaux de Benoit [77] (réalisé avec du fil en 6061 sur une tôle en 6061).



**Figure I-37.** Micrographies d'alliages d'aluminium 2219 [12] élaborés par WAAM avec le procédé MIG utilisant les modes de transfert (a) CMT et (b) CMT-P et d'un (c) rechargement homogène en 6061 dans le cadre des travaux de thèse de Benoit [77].

### 6.1.6. La fissuration à chaud

L'alliage 6061 présente une très forte sensibilité à la fissuration à chaud. Ce défaut apparaît au niveau du front de solidification. Il correspond à l'ouverture irréversible d'espaces interdendritiques encore non solidifiés, sous l'effet des contraintes d'origine thermique induites par le soudage. Ces contraintes sont dues au retrait de solidification (conséquence de la différence de densité entre le liquide et le solide) et aux contraintes thermiques (conséquence de la présence de gradients thermiques et de la forte rétractation thermique de l'aluminium) [144]. Quatre étapes, illustrées en **Figure I-38**, permettent de décrire la solidification d'un cordon de soudure et d'expliquer ce phénomène :

- La première est la formation de dendrites entre lesquelles le métal liquide circule facilement. La phase solide est dispersée et la phase liquide est continue.
- La seconde étape est l'avancée de la solidification. Les dendrites croissent alors jusqu'à entrer en contact les unes avec les autres pour former un réseau solide continu. La température de cohérence est alors définie par la température permettant le début de la formation d'un squelette solide. Elle correspond à une fraction de solide dite de cohérence qui est de l'ordre de 0,9 pour l'alliage 6061 [145]. Au cours de cette étape, les phases solide et liquide sont continues, mais le liquide circule encore librement dans

le réseau solide en cours de formation. Les sollicitations provenant du soudage commencent à s'exercer sur le réseau solide formé et sont accommodées par le déplacement du liquide.

- Lors de la troisième étape, la solidification se poursuit. La croissance des dendrites va jusqu'à réduire fortement, voire fermer les canaux interdendritiques. Le liquide ne peut donc plus circuler et accommoder les déformations. Le réseau solide n'a pas encore coalescé et il ne possède pas les caractéristiques mécaniques suffisantes pour résister aux sollicitations produites lors du soudage, ce qui peut conduire à l'apparition de fissures. C'est au cours de cette étape que le matériau est donc sensible à la fissuration à chaud. Le domaine de température correspondant à l'intervalle de fragilité de l'alliage est appelé « Brittle Temperature Range » (BTR). Cet intervalle de fragilité se termine au niveau de la fraction solide dite de coalescence à partir de laquelle le matériau devient suffisamment résistant aux déformations imposées par le refroidissement suite au soudage.
  - La dernière étape correspond à la formation de ponts solides interdendritiques qui confèrent au squelette solide les propriétés mécaniques suffisantes pour supporter les déformations engendrées par le soudage. On atteint alors la fraction de coalescence qui, pour l'alliage 6061, est estimée à 0,97 [145]. L'alliage continue ensuite à se solidifier et se renforcer jusqu'à atteindre 100 % de phase solide.



**Figure I-38.** Schéma de l'évolution de la fraction de solide et de l'apparition du phénomène de fissuration à chaud dans les soudures, issu des travaux de Niel [146].

La fissuration à chaud est, entre autres, déterminée par la composition de l'alliage. La **Figure I-39** (a), ci-dessous, présente le risque de fissuration à chaud de différents alliages Al-Mg-Si. Le 6061 a de forts risques de produire des fissures, car il possède une composition qui le place proche du maximum sur ce graphique. La photographie, en **Figure I-39** (b), montre une fissure produite par une opération de soudage sur l'alliage 6061 [139]. Une façon relativement simple de voir si un alliage d'aluminium a un fort risque à la fissuration à chaud est de calculer son intervalle de solidification ( $T_{liquidus}$ - $T_{solidus}$ ). Si celui-ci est important alors le risque est grand.



**Figure I-39.** (a) ensibilité à la fissuration à chaud des alliages Al-Mg-Si. Le rectangle rouge désigne la zone correspondant à la composition de l'alliage 6061. Les lignes d'iso-valeur représentent les longueurs de fissures apparaissant lors d'un soudage homogène [77]. ; (b) image d'une fissure à chaud suite au soudage MIG de la nuance 6061 [139].

#### 6.1.7. Vaporisation d'éléments d'alliage

Du point de vue métallurgique, il faut tenir compte de la réactivité chimique et de la volatilité de certains éléments d'alliage [4]. Le cuivre est, par exemple, sujet à l'oxydation. Le magnésium et le zinc contenus dans l'alliage 6061 possèdent des pressions de vapeur saturante nettement inférieures à celle de l'aluminium et sont donc, quant à eux, susceptibles d'être vaporisés. Les travaux de Block-Bolten et al. [147] se focalisent sur cette problématique. Ils constatent, dans le cas de l'alliage 6061, que les vapeurs sont essentiellement issues d'un mélange des deux éléments Zn et Mg. La **Figure I-40** montre les proportions massiques de Mg et de Zn vaporisées pour différentes énergies de soudage.



Figure I-40. Vaporisation des éléments Mg et Zn en fonction de l'énergie de soudage déployée [147].

La composition des fils d'apport en soudage est généralement modifiée pour compenser les pertes provenant des phénomènes de vaporisation ou d'oxydation. La composition de l'alliage peut donc, elle aussi, être modifiée par l'opération de soudage. Cette modification de la composition peut jouer un rôle sur la proportion d'éléments d'alliage disponibles lors de la précipitation. Par conséquent, les phases durcissantes (taille, composition, forme, fraction volumique...) peuvent être modifiées entraînant un changement des caractéristiques mécaniques de l'alliage. Les travaux plus récents de Yuan et al. [148] montrent que les mêmes phénomènes se produisent en WAAM et que, tout comme en soudage, la vaporisation d'éléments d'alliage peut être influencée par les paramètres du procédé. La Figure I-42 montre l'évolution de la perte en magnésium en fonction du courant et de la vitesse de déplacement de la torche de soudage par procédé TIG pour un alliage Al-Mg (AA5356).



Figure I-41. Effet des paramètres expérimentaux sur les pertes en magnésium (a) courant ; (b) vitesse de déplacement de la torche de soudage [148].

### 6.1.8. Précipitation

Une autre problématique subsiste lorsque l'on intervient sur la température de cet alliage. La microstructure est fine et composée de nombreux éléments. Leur apparition est grandement conditionnée par les températures subies lors de son élaboration [120,121,149–151]. Lors de l'opération de soudage, la dissolution des phases durcissantes entraîne des pertes de caractéristiques mécaniques. Celles-ci pourront être en partie restaurées après un revenu. Cependant, comme le montre la Figure I-43 issue des travaux de Myhr et al. [151] qui schématise l'influence d'une opération de soudage sur les microstructures responsables du durcissement d'un alliage Al-Mg-Si, des précipités grossiers  $\beta$ ' sont retrouvés après soudage et traitement thermique post-soudage dans la partie de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) la plus éloignée de la Zone Fondue (ZF). Ces derniers ne permettent pas un durcissement aussi efficace que dans le reste de la ZAT où l'on va retrouver des précipités β". Sur la Figure I-43 (a) est représenté le matériau au pic de durcissement, présentant une distribution homogène de précipités fins. En Figure I-43 (b), après soudage, dans la ZAT proche de la ZF, le matériau est entièrement dénué de précipités. Il a subi l'équivalent d'une mise en solution suivie d'une hypertrempe. En s'éloignant de la zone fondue, aux extrémités de la ZAT, on constate la croissance des précipités  $\beta$ ' et l'apparition de précipités  $\beta$ ' en raison de l'élévation de température. Cette dernière est suffisamment haute pour permettre aux précipité \u00d3'' d'évoluer sans pour autant les remettre en solution. En Figure I-43 (c), un revenu post-soudage a été réalisé.

La ZAT proche de la ZF, qui était dénuée de précipités précédemment, permet à nouveau la précipitation de la phase  $\beta$ '' fine. Les précipités plus éloignés de la ZF restent cependant plus grossiers qu'à l'état initial.



**Figure I-42.** Représentation schématique de l'évolution de la microstructure après soudage puis traitement thermique post soudage dans un alliage Al-Mg-Si (AA : Artificial ageing ; W : welding ; PWHT : post weld heat treatment) [151].

Malgré toutes ces problématiques, les développements dans le milieu du soudage ont tout de même permis de parvenir à souder de nombreux alliages d'aluminium. La plupart des alliages des séries d'alliages 1000, 2000, 3000, 4000 et 5000 peuvent être soudés de manière homogène (la composition du métal d'apport est la même que celle du matériau de base que l'on souhaite souder). Pour éviter l'apparition de fissuration à chaud, les séries 6000 et 7000 nécessitent l'apport d'un métal tiers afin de joindre les parties à assembler. Le plus souvent, un alliage des séries 4000 ou 5000 (meilleure tenue mécanique de la ZF avec cette dernière) est utilisé [140]. Cependant les développements récents dans le domaine du soudage réalisés sur le procédé MIG utilisant le mode de transfert CMT, ont permis d'envisager le soudage homogène de ces deux séries particulièrement délicates à assembler [90,152–155].

# 6.2. Développement du WAAM d'alliages d'aluminium

Bien que reposant sur des procédés de soudage, le WAAM nécessite ses propres paramètres afin de déposer de la matière de façon satisfaisante. Les études récentes sur la WAAM montrent que seules les séries 2000 [5,9,12,156–163], 4000 [6,9,80,110,164–166] et 5000 [6,9,80,86,110,154,158,160,165,167–170] peuvent être déposées avec succès. Les travaux récents de Derekar et al. [9] ainsi que ceux de Wu et al.[110] décrivent le développement du WAAM d'alliages d'aluminium des séries 6000 et 7000 comme absolument nécessaire pour rendre le WAAM d'alliages d'aluminium réellement attractif commercialement. Les évolutions dans le monde du soudage ont permis d'améliorer la soudabilité de ces alliages d'aluminium et ont démontré la possibilité de réaliser des assemblages homogènes avec ces séries. En revanche, à l'heure actuelle aucune étude ne s'est intéressée à l'impression 3D de ces alliages à l'aide de la technologie WAAM.

## 6.2.1. Microstructures

Pour les alliages d'aluminium, la littérature montre que les microstructures des pièces élaborées par WAAM sont complexes et dépendent fortement des paramètres employés lors du dépôt.

## Grains

• Taille de grains

La taille des grains dans les pièces produites par fabrication additive est influencée par plusieurs facteurs. La vitesse de refroidissement est l'une des variables les plus importantes pour déterminer la taille des grains. Une structure de grains plus fine est obtenue lorsque la vitesse de refroidissement est plus élevée car les temps de croissance des grains sont plus courts. Généralement, la vitesse de refroidissement diminue à mesure que la hauteur du la construction augmente [171]. Une vitesse de refroidissement locale plus faible dans la couche supérieure donne donc lieu à la présence de grains dont la taille est plus importante dans les couches inférieures [172]. La stratégie de dépôt joue également un rôle important sur la taille des grains. La croissance compétitive de grains colonnaires génère peu de grains, dont la taille est donc plus importante [173,174].

• Morphologie des grains.

Deux types de microstructures sont observés en WAAM, des grains colonnaires et des grains équiaxes [70,169]. Les phénomènes à l'origine de la formation de ces microstructures sont détaillés dans le chapitre 3. Les grains colonnaires sont les plus fréquemment observés. Ces derniers proviennent de la croissance compétitive des dendrites. Dans les matériaux CFC comme les alliages d'aluminium, les dendrites, dont la direction cristallographique <100> est colinéaire avec le gradient de chaleur, croissent de façon privilégiée. C'est une des raisons pour lesquelles la stratégie de fabrication et les paramètres du procédé, qui imposent le gradient de chaleur, dictent également les microstructures obtenues au sein des dépôts [175].

Récemment, Yehorov et al. [169] ont étudié l'influence de la stratégie de fabrication en WAAM. Deux stratégies de fabrication ont été employées : unidirectionnelle (une seule direction de dépôt) et alternée (deux directions de dépôt opposées). Les résultats concernant les microstructures obtenues sont décrits en Figure I-43 (a) pour la stratégie unidirectionnelle et Figure I-43 (b) pour la stratégie alternée. Dinda et al. [173] ont également montré, sur un aluminium de la série 4XXX avec un procédé laser, que les différentes stratégies de fabrication donnent lieu à différentes microstructures. Ces résultats sont présentés en Figure I-43 (c) pour la stratégie unidirectionnelle et Figure I-43 (d) pour la stratégie alternée. En effet, le changement de direction de solidification dans le cas de la stratégie alternée produit deux directions de croissance pour les grains.



Figure I-43. Microstructures issues de WAAM observées par Yehorov et al. [47] (a) stratégie unidirectionnelle ; (b) stratégie alternée. Microstructures issues de DED-L, analyses EBSD par Dinda et al. [173] : (c) stratégie unidirectionnelle ; (d) stratégie alternée.

### Ségrégation interdendritiques

A l'interface liquide/solide lors du refroidissement, la solubilité en éléments d'alliage varie localement. Cette variation de composition chimique locale est le phénomène à l'origine des micro-ségrégations. Effectivement, lors du refroidissement cette modification locale de composition peut rester figée, emprisonnant ainsi certains éléments d'alliage dans les espaces interdendritiques [176]. Les alliages d'aluminium les plus étudiés dans le cadre de la fabrication additive arc-fil sont les alliages des séries 2000 et 4000 [9,110]. Dans l'ensemble des études qui concernent les microstructures produites en WAAM, des ségrégations interdendritiques riches en éléments d'alliage sont systématiquement observées [5,12,165,177]. L'étude de Fang et al. [12] présente un exemple des microstructures observées juste après l'élaboration par WAAM dans un alliage d'aluminium de la série 2000 avec différents modes de transfert (Figure I-44).



Figure I-44. Micrographies MEB de l'aluminium 2219 élaboré avec différents modes de transfert: (a) CMT ; (b) CMT-ADV ; (c) CMT-P et (d) CMT-PADV [12].

### Précipitation

Il existe un nombre très limité d'études qui concernent l'état de précipitation après une opération de fabrication additive arc-fil dans les alliages d'aluminium. Une étude récente de Gu et al. [177] a été menée sur un alliage déposé à l'aide d'un fil conçu spécialement pour la fabrication additive arc-fil. L'alliage en question est composé d'Al-Cu4,3-Mg1,5 et a été déposé en MIG-CMT. Les microstructures et les propriétés mécaniques de cet alliage juste après dépôt, ainsi qu'après un traitement thermique T6, ont été étudiées. Après traitement thermique T6, ils observent une augmentation des propriétés mécaniques grâce à la formation de précipités de type S', généralement observés dans les alliages d'aluminium contenant du cuivre (Figure I-45). Ainsi, après traitement thermique, ils retrouvent des propriétés mécaniques (résistance mécanique maximale et limite d'élasticité) supérieures à celles de l'alliage 2024 qui est l'alliage industriel s'approchant le plus de cette composition faite spécifiquement pour le WAAM.



**Figure I-45.** Images TEM de l'alliage Al-Cu4,3-Mg1,5 (a) brut de dépôt et (b) après traitement thermique T6 [177].

## 6.2.2. Propriétés mécaniques

En raison des microstructures particulières obtenues dans les pièces issues de la fabrication additive arc-fil, des propriétés mécaniques spécifiques sont observées.

## Propriétés en dureté

La dureté est une mesure à la mise en œuvre très aisée pour les alliages métalliques, elle varie d'un métal à l'autre et est conditionnée par l'état métallurgique du matériau. Les duretés de nombreux alliages d'aluminium sont rapportées dans la littérature et sont généralement supérieures ou égales à celles obtenues sur le même matériau issu de forgeage [4]. Le même type d'observation a été faite par Benoit et al. [152] dans le cadre du rechargement homogène de l'alliage 6061 en MIG-CMT. La **Figure I-46** présente une macrographie d'une soudure multipasses ainsi que les cartographies de dureté en coupe transverse associées. Deux états métallurgiques sont étudiés : brut de rechargement et après un traitement thermique T6. A l'état brut de fabrication, la dureté est plus basse dans la soudure que dans le métal de base. Cependant, après le traitement T6, la dureté est supérieure à cette valeur référence.


**Figure I-46.** (a) Soudure homogène en 6061 ; (b) Cartographie de dureté dans la soudure après un murissement à température ambiante pendant une semaine ; (c) Cartographie de dureté dans la soudure après un traitement thermique T6 [152].

#### Propriétés en traction

Un récapitulatif des propriétés en traction pour différents alliages d'aluminium élaborés par WAAM est présenté en Figure I-47 [177]. Sur ce graphique, on observe une catégorie intermédiaire nommée « Hybrid Manufactured » : les pièces ont été produites grâce à l'association d'un procédé de WAAM avec un procédé d'écrouissage (grenaillage, galetage) ou avec des vibrations. On remarque que l'association du WAAM avec l'un de ces procédés améliore légèrement les propriétés mécaniques. On constate que lorsqu'un traitement thermique T6 est appliqué à la matière, les propriétés mécaniques sont améliorées. On trouve dans la littérature, que ces dernières sont équivalentes ou supérieures à celles obtenues dans les matériaux corroyés [178].



Figure I-47. Propriétés en traction de différents alliages d'aluminium produits par WAAM [177].

Les propriétés en traction sont généralement conditionnées par les microstructures. Les grains colonnaires grossiers présents dans la matière déposée sont généralement indicateurs de propriétés mécaniques anisotropes. En revanche, les grains équiaxes qui sont généralement petits, présentent des propriétés mécaniques plus uniformes [174]. L'anisotropie du comportement mécanique est préjudiciable pour les applications impliquant des contraintes multidirectionnelles. La résistance à la traction et la ductilité diminuent considérablement lorsque les joints de grains colonnaires sont orientés de façon perpendiculaire à l'axe de traction. Ainsi, lors de l'élaboration de pièces, l'obtention d'une structure de grains colonnaires est à éviter. L'anisotropie peut être réduite lorsque des grains équiaxes sont présents [4]. Ces derniers peuvent également améliorer les propriétés mécaniques, notamment la ductilité et la résistance maximale à la traction [4]. Dans les études menées sur l'utilisation du procédé WAAM avec des alliages d'aluminium, un mélange de structures colonnaire et équiaxe a été observé [5,12,165,177,179]. Sur l'ensemble de ces études qui concernent les alliages de la série 2000, les auteurs ne semblent pas s'accorder sur le caractère anisotrope des propriétés mécaniques en traction. Fang et al. [12] montrent que quel que soit le mode de transfert utilisé (CMT ou CMT-P) les propriétés mécaniques sont équivalentes et isotropes. Cette observation est confirmée par Qi et al. [165] et Zhang et al. [179]. En revanche, Gu et al. [177] ont observé des différences qu'ils jugent significatives ( $\approx 4$  % de la limite d'élasticité en moins pour la direction verticale qui est la direction de construction) des propriétés en traction en fonction de la direction de sollicitation en traction.

En ce qui concerne l'alliage 6061, les études sont plus restreintes. L'étude de Benoit et al. [152] nous donne une courbe de traction dans un cordon de soudure réalisé en MIG-CMT avant et

après traitement thermique T6. Les résultats sont présentés en **Figure I-48**. On constate qu'après le traitement T6 les propriétés mécaniques de l'échantillon soudé sont supérieures à celles du métal de base également à l'état T6. Ces observations sont très encourageantes car elles laissent penser que l'alliage issu d'une fabrication additive arc-fil pourrait présenter de meilleures propriétés que l'alliage de référence.



Figure I-48. Courbes de traction issues de soudures homogènes et hétérogènes en alliage 6061 [152].

#### Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles développées pendant l'élaboration en fabrication additive arc-fil ont un impact important sur les propriétés mécaniques (tenue en fatigue, tenue à la corrosion sous contrainte, ...) et peuvent conduire à des distorsions indésirables mais également à la formation de fissures prématurées [82]. Le WAAM développe des contraintes et des déformations importantes qui dépendent fortement du matériau, de la géométrie souhaitée et des conditions de bridage. Ces dernières proviennent des contractions et des dilatations non uniformes du matériau au cours des différents cycles thermiques liés au procédé. Dans la littérature, Coules et al [180], décrivent la formation de contraintes résiduelles de traction dans les joints soudés par des phénomènes de retrait du matériau qui se produisent pendant le refroidissement. Plusieurs études portant sur les contraintes résiduelles dans les pièces fabriquées par WAAM (acier, alliages de titane et certains alliages d'aluminium des séries 2000 et 4000) sont disponibles [72,82,84,85,89,161,181–184]. Comme l'expliquent Szost et al [85], lorsque le métal en fusion se solidifie sur un substrat, le retrait dû à la solidification génère une contrainte de traction dans le dépôt et une contrainte de compression dans le substrat. Les structures fabriquées par WAAM, composées d'une succession de couches, accumulent et réorganisent des contraintes résiduelles à chaque nouveau dépôt. Il est donc possible d'observer un niveau de contrainte élevé après fabrication. Ce niveau de contrainte dépend donc de la configuration (forme du dépôt et du substrat, système de bridage) du procédé de fabrication mais aussi du

matériau déposé. Dans leur étude, Martina et al. [82] montrent que, lors de l'élaboration de parois minces en alliage de titane (Ti-6Al-4V), un niveau de contrainte supérieur en traction est généré dans la direction alignée à la direction de dépôt **Figure I-49** (b). De plus, ils observent que le maximum de contraintes se situe dans la région du dépôt qui est la plus proche du substrat **Figure I-49** (a). Ces résultats montrent qu'une zone de faiblesse peut être observée à la jonction entre le dépôt et le substrat, cette faiblesse doit être prise en compte au cours du dimensionnement des structures afin d'empêcher la rupture prématurée.



**Figure I-49.** (a) cartographie des contraintes résiduelles obtenue par la méthode du contour dans une paroi mince après WAAM d'un alliage de titane (Ti-6Al-4V) [82] ; (b) contraintes résiduelles déterminées en diffraction neutronique dans les trois directions (longitudinale, transverse et normale) [82].

## 7. Conclusions du chapitre

Loin d'être restée dans le domaine de la fiction, la fabrication additive est aujourd'hui omniprésente dans notre quotidien. Son impact ne cesse de croître, tant en termes d'activités commerciales que scientifiques [185,186]. Si les tendances actuelles se poursuivent, nous entrerons bientôt dans une nouvelle phase industrielle où la fabrication additive deviendra un paradigme de conception et non un simple moyen de production comme les autres [1]. Les évolutions extrêmement rapides de ces technologies ne cessent de se poursuivre en raison des nombreux atouts dont elles font preuve : liberté de conception, possibilité de géométries complexes et nouveaux matériaux permettent d'améliorer les performances des pièces produites, entre autres. Les matériaux métalliques sont très largement étudiés en fabrication additive et sont à l'origine de nombreuses innovations [4,17]. Il existe un nombre important de procédés permettant de déposer les métaux, ces techniques sont complémentaires les unes des autres et il n'existe actuellement aucun procédé unique permettant de satisfaire toutes les problématiques techniques et industrielles. Cependant le choix de la technique de fabrication reste limité par les caractéristiques de la pièce désirée. Le WAAM est le procédé qui détient le plus haut taux de dépôt de la fabrication additive pour les matériaux métalliques. Il est donc particulièrement intéressant lorsqu'il s'agit de réduire la durée de fabrication d'une pièce de grandes dimensions [73]. Pour ce type d'applications, les alliages d'aluminium, et notamment les alliages de la série 6000, sont des métaux privilégiés [114]. Ces derniers sont durcis par précipitation et allient de bonnes propriétés mécaniques, une masse volumique relativement faible et une bonne résistance à la corrosion [178]. Les développements récents du soudage ont permis de montrer qu'il était possible d'assembler certains alliages d'aluminium de la série 6000 de façon homogène [70,90,152–155,169]. Cependant, leur utilisation en WAAM reste complexe et encore inexplorée [9,156]. L'utilisation du WAAM appliquée aux alliages d'aluminium des séries 6000 est un défi qui permettrait de rendre le WAAM commercialement plus attractif pour de nombreuses applications et, à terme, de participer pleinement au développement de l'impression 3D.

Les études menées jusqu'alors sur les pièces en alliages d'aluminium élaborées par WAAM ont démontré la présence de microstructures particulières : mélange de grains colonnaires et équiaxes et ségrégation interdendritiques. Gu et al. [177] ont démontré qu'à l'échelle nanométrique l'état de précipitation dans un alliage de la série 2000 pouvait être identique à celui du matériau équivalent corroyé après un traitement thermique standard T6. Cependant, aucune étude n'a permis de vérifier l'état de précipitation dans un alliage de la série 6000. Après traitement thermique, les propriétés mécaniques semblent être, dans la majeure partie des cas, supérieures ou égales aux propriétés des matériaux équivalents issus de forgeage. De plus, la majeure partie des études montre que les pièces produites sont isotropes grâce à la présence de grains équiaxes. Le lien étroit entre les propriétés mécaniques et les microstructures issues du WAAM doit par conséquent être étudié de manière plus approfondie. L'emploi d'un procédé de fabrication additive arc-fil génère des contraintes résiduelles qui dépendent de la géométrie de la pièce à produire, du procédé ainsi que du matériau. Ces contraintes peuvent être très élevées en utilisant le WAAM, il est donc nécessaire de les caractériser et d'en évaluer l'impact sur les propriétés mécaniques.

La démarche scientifique mise en place, détaillée en Figure I-50, repose sur le triptyque : procédé, microstructure et propriétés mécaniques. Dans un premier temps, nous nous concentrerons ainsi sur la production de pièces exemptes de défauts en alliage d'aluminium

6061 par WAAM (chapitre 2) en optimisant le procédé. Par la suite, nous caractériserons les microstructures responsables des propriétés du matériau (forme et taille des grains, précipités...) (chapitre 3). Enfin nous caractériserons les propriétés mécaniques de la matière au travers de campagnes d'essais de traction et d'analyses des contraintes résiduelles (chapitre 4) et nous tenterons d'établir le lien entre le procédé, les microstructures et le comportement mécanique des pièces produites.



Figure I-50. Principe de la démarche scientifique adoptée dans ce travail.

### Bibliographie

- [1] J.-C. André, Fabrication additive : révolution ou simple évolution sociétale ?, Tech. l'ingénieur Ingénierie Responsab. base docum (2017) 24.
- [2] F. Laverne, F. Segonds, P. Dubois, Fabrication additive Principes généraux, Tech. l'ingénieur. 33 (2016) 20.
- [3] A. Gebhardt, A. Gebhardt, Understanding Additive Manufacturing, First Edit, Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2011. https://doi.org/10.3139/9783446431621.fm.
- [4] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties, Prog. Mater. Sci. 92 (2018) 112–224. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [5] J. Gu, B. Cong, J. Ding, S.W. Williams, Y. Zhai, Wire+Arc Additive Manufacturing of Aluminium, in: SFF Symp. Austin Texas, 2014: pp. 451–458.
- [6] K. Oyama, S. Diplas, M. M'hamdi, A.E. Gunnæs, A.S. Azar, Heat source management in wire-arc additive manufacturing process for Al-Mg and Al-Si alloys, Addit. Manuf. 26 (2019) 180–192. https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.01.007.
- [7] J. Ge, J. Lin, H. Fu, Y. Lei, R. Xiao, A spatial periodicity of microstructural evolution and anti-indentation properties of wire-arc additive manufacturing 2Cr13 thin-wall part, Mater. Des. 160 (2018) 218–228. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.09.021.
- [8] A. Caballero, J. Ding, S. Ganguly, S. Williams, Wire + Arc Additive Manufacture of 17-4 PH stainless steel: Effect of different processing conditions on microstructure, hardness, and tensile strength, J. Mater. Process. Technol. 268 (2019) 54–62. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.01.007.
- [9] K.S. Derekar, A review of wire arc additive manufacturing and advances in wire arc additive manufacturing of aluminium, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 34 (2018) 895–916. https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1455012.
- [10] C. Zhang, Y. Li, M. Gao, X. Zeng, Wire arc additive manufacturing of Al-6Mg alloy using variable polarity cold metal transfer arc as power source, Mater. Sci. Eng. A. 711 (2018) 415–423. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.084.
- [11] W. Yangfan, C. Xizhang, S. Chuanchu, Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 fabricated by wire-arc additive manufacturing, Surf. Coatings Technol. 374 (2019) 116–123. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.05.079.
- [12] X. Fang, L. Zhang, H. Li, C. Li, K. Huang, B. Lu, Microstructure evolution and mechanical behavior of 2219 aluminum alloys additively fabricated by the cold metal transfer process, Materials (Basel). 11 (2018). https://doi.org/10.3390/ma11050812.
- [13] A. Clarke, 2001: A Space Odyssey, Futurist. (1968).

- [14] A.C. Clarke, Series 1 Episode 6 "The Knowledge Explosion" broadcast on 21st Sept 1964, 1964.
- [15] R. Leblanc, Tintin et le lac aux requins, France, Belgique, 1972.
- [16] AFNOR, Fabrication additive Vocabulaire NF EN 67-001, (2011).
- [17] M.K. Thompson, G. Moroni, T. Vaneker, G. Fadel, R.I. Campbell, I. Gibson, A. Bernard, J. Schulz, P. Graf, B. Ahuja, F. Martina, Design for Additive Manufacturing: Trends, opportunities, considerations, and constraints, CIRP Ann. - Manuf. Technol. 65 (2016) 737–760. https://doi.org/10.1016/j.cirp.2016.05.004.
- [18] I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing, Johnson Matthey Technol. Rev. 59 (2015) 193–198. https://doi.org/10.1595/205651315x688406.
- [19] EOS, EOS Develops Additive Manufacturing Technology Capable of Series Production for Gold., (2017). http://www.eos.info/press/ case\_studies/download/reference\_cookson.pdf.
- [20] Mcor Technologies, Paper-Based 3D Printer Makes Jewellery with a Statement, (2015). http://mcortechnologies.com/paper-based-3d-printer-makesjewellery-with-a-statement/.
- [21] EnvisionTEC, Bosmans Jewelry 3D Printing with a Perfactory1 Micro, (2016).
- [22] F. Bitonti, Mutatio, (2015). https://virtualshoemuseum.com/francis-bitonti/mutatio/.
- [23] Adidas, Alphaedge, (2020). https://www.adidas.fr/alphaedge.
- [24] J. Calì, D.A. Calian, C. Amati, R. Kleinberger, A. Steed, J. Kautz, T. Weyrich, 3Dprinting of non-assembly, articulated models, ACM Trans. Graph. 31 (2012) 1–8. https://doi.org/10.1145/2366145.2366149.
- [25] D.M. Watts, R.J. Hague, Exploiting the design freedom of RM, 17th Solid Free. Fabr. Symp. SFF 2006. (2006) 656–667.
- [26] M.R. Dias, J.M. Guedes, C.L. Flanagan, S.J. Hollister, P.R. Fernandes, Optimization of scaffold design for bone tissue engineering: A computational and experimental study, Med. Eng. Phys. 36 (2014) 448–457. https://doi.org/10.1016/j.medengphy.2014.02.010.
- [27] W.P. Syam, M.A. Mannan, A.M. Al-Ahmari, Rapid prototyping and rapid manufacturing in medicine and dentistry: This paper presents an overview of recent developments in the field of rapid prototyping and rapid manufacturing with special emphasis in medicine and dentistry, Virtual Phys. Prototyp. 6 (2011) 79–109. https://doi.org/10.1080/17452759.2011.590388.
- [28] S. Morvan, G.M. Fadel, J. Love, D. Keicher, Manufacturing of a heterogeneous flywheel on a LENS apparatus, Proc. Solid Free. Fabr. Symp. (2001) 553–560.
- [29] S. Babaee, J. Shim, J.C. Weaver, E.R. Chen, N. Patel, K. Bertoldi, 3D soft metamaterials

with negative poisson's ratio, Adv. Mater. 25 (2013) 5044–5049. https://doi.org/10.1002/adma.201301986.

- [30] Y. Xie, A. Konneker, B.I. Popa, S.A. Cummer, Tapered labyrinthine acoustic metamaterials for broadband impedance matching, Appl. Phys. Lett. 103 (2013) 1–5. https://doi.org/10.1063/1.4831770.
- [31] D.B. Burckel, J.R. Wendt, G.A. Ten Eyck, A.R. Ellis, I. Brener, M.B. Sinclair, Fabrication of 3D metamaterial resonators using self-aligned membrane projection lithography., Adv. Mater. 22 (2010) 3171–3175. https://doi.org/10.1002/adma.200904153.
- [32] D.R. Smith, J.B. Pendry, M.C.K. Wiltshire, Metamaterials and negative refractive index, Science (80-.). 305 (2004) 788–792. https://doi.org/10.1126/science.1096796.
- [33] R.C. Rumpf, J. Pazos, C.R. Garcia, L. Ochoa, R. Wicker, 3D printed lattices with spatially variant self-collimation, Prog. Electromagn. Res. 139 (2013) 1–14. https://doi.org/10.2528/PIER13030507.
- [34] C. Yan, L. Hao, A. Hussein, D. Raymont, Evaluations of cellular lattice structures manufactured using selective laser melting, Int. J. Mach. Tools Manuf. 62 (2012) 32–38. https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2012.06.002.
- [35] J. Schwerdtfeger, F. Wein, G. Leugering, R.F. Singer, C. Körner, M. Stingl, F. Schury, Design of auxetic structures via mathematical optimization, Adv. Mater. 23 (2011) 2650–2654. https://doi.org/10.1002/adma.201004090.
- [36] X. Zheng, H. Lee, T.H. Weisgraber, M. Shusteff, J. DeOtte, E.B. Duoss, J.D. Kuntz, M.M. Biener, Q. Ge, J.A. Jackson, S.O. Kucheyev, N.X. Fang, C.M. Spadaccini, Ultralight, ultrastiff mechanical metamaterials, Science (80-. ). 344 (2014) 1373–1377. https://doi.org/10.1126/science.1252291.
- [37] M.T. Arafat, I. Gibson, X. Li, State of the art and future direction of additive manufactured scaffolds-based bone tissue engineering, Rapid Prototyp. J. 20 (2014) 13– 26. https://doi.org/10.1108/RPJ-03-2012-0023.
- [38] A. Armillotta, R. Pelzer, Modeling of porous structures for rapid prototyping of tissue engineering scaffolds, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 39 (2008) 501–511. https://doi.org/10.1007/s00170-007-1247-x.
- [39] S.M.H. Darwish, M.U. Aslam, Auxetic Cellular Structures for Custom Made Orthopedic Implants using Additive Manufacturing, Int. J. Eng. Adv. Technol. 4 (2014) 10–15.
- [40] T. Bückmann, R. Schittny, M. Thiel, M. Kadic, G.W. Milton, M. Wegener, On threedimensional dilational elastic metamaterials, New J. Phys. 16 (2014). https://doi.org/10.1088/1367-2630/16/3/033032.
- [41] P. Ohldin, Series production of CE-certified orthopedic implants with integrated porous structures for improved bone ingrowth, Ann. DAAAM Proc. Int. DAAAM Symp. 21 (2010) 1585–1586.

- [42] T. Wu, B. Ozpineci, M. Chinthavali, Z. Wang, S. Debnath, S. Campbell, Design and optimization of 3D printed air-cooled heat sinks based on genetic algorithms, 2017 IEEE Transp. Electrif. Conf. Expo, ITEC 2017. (2017) 650–655. https://doi.org/10.1109/ITEC.2017.7993346.
- [43] E.M. Dede, S.N. Joshi, F. Zhou, Topology Optimization, Additive Layer Manufacturing, and Experimental Testing of an Air-Cooled Heat Sink, J. Mech. Des. Trans. ASME. 137 (2015) 1–9. https://doi.org/10.1115/1.4030989.
- [44] J.H.K. Haertel, G.F. Nellis, A fully developed flow thermofluid model for topology optimization of 3D-printed air-cooled heat exchangers, Appl. Therm. Eng. 119 (2017) 10–24. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2017.03.030.
- [45] K. Altaf, A. Majdi Abdul Rani, V.R. Raghavan, Prototype production and experimental analysis for circular and profiled conformal cooling channels in aluminium filled epoxy injection mould tools, Rapid Prototyp. J. 19 (2013) 220–229. https://doi.org/10.1108/13552541311323236.
- [46] S.M. Thompson, Z.S. Aspin, N. Shamsaei, A. Elwany, L. Bian, Additive manufacturing of heat exchangers: A case study on a multi-layered Ti-6Al-4V oscillating heat pipe, Addit. Manuf. 8 (2015) 163–174. https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.09.003.
- [47] U. Scheithauer, E. Schwarzer, T. Moritz, A. Michaelis, Additive Manufacturing of Ceramic Heat Exchanger: Opportunities and Limits of the Lithography-Based Ceramic Manufacturing (LCM), J. Mater. Eng. Perform. 27 (2018) 14–20. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2843-z.
- [48] R. Tiwari, R.S. Andhare, A. Shooshtari, M. Ohadi, Development of an additive manufacturing-enabled compact manifold microchannel heat exchanger, Appl. Therm. Eng. 147 (2019) 781–788. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.10.122.
- [49] M.A. Arie, A.H. Shooshtari, R. Tiwari, S. V. Dessiatoun, M.M. Ohadi, J.M. Pearce, Experimental characterization of heat transfer in an additively manufactured polymer heat exchanger, Appl. Therm. Eng. 113 (2017) 575–584. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.11.030.
- [50] R. Neugebauer, B. Mller, M. Gebauer, T. Tppel, Additive manufacturing boosts efficiency of heat transfer components, Assem. Autom. 31 (2011) 344–347. https://doi.org/10.1108/01445151111172925.
- [51] D.W. Rosen, Design for additive manufacturing: A method to explore unexplored regions of the design space, 18th Solid Free. Fabr. Symp. SFF 2007. (2007) 402–415.
- [52] M. Tomlin, J. Meyer, Topology Optimization of an Additive Layer Manufactured (ALM) Aerospace Part, 7th Altair CAE Technol. Conf. 2011. (2011) 1–9.
- [53] A. Aremu, I. Ashcroft, R. Hague, R. Wildman, C. Tuck, Suitability of SIMP and BESO topology optimization algorithms for additive manufacture, 21st Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. SFF 2010. (2010) 679–692.

- [54] M. Muir, Multidisciplinary Optimisation of a Business Jet MED Hinge for Production by Additive Manufacturing, (2013) 1–16. http://www.altairatc.com/europe/eatc2013abstracts/day1/session-3/eads-muir.html.
- [55] J.B. A. Essculier, P. Lambert J. Mandonnet, Encyclopédie des formes mathématiques remarquables, (2020). https://mathcurve.com/.
- [56] J. Hoerber, J. Glasschroeder, M. Pfeffer, J. Schilp, M. Zaeh, J. Franke, Approaches for additive manufacturing of 3D electronic applications, Procedia CIRP. 17 (2014) 806– 811. https://doi.org/10.1016/j.procir.2014.01.090.
- [57] A.J. Lopes, E. MacDonald, R.B. Wicker, Integrating stereolithography and direct print technologies for 3D structural electronics fabrication, Rapid Prototyp. J. 18 (2012) 129– 143. https://doi.org/10.1108/13552541211212113.
- [58] J.A. Paulsen, M. Renn, K. Christenson, R. Plourde, Printing conformal electronics on 3D structures with aerosol jet technology, FIIW 2012 - 2012 Futur. Instrum. Int. Work. Proc. (2012) 47–50. https://doi.org/10.1109/FIIW.2012.6378343.
- [59] E. MacDonald, R. Salas, D. Espalin, M. Perez, E. Aguilera, D. Muse, R.B. Wicker, 3D printing for the rapid prototyping of structural electronics, IEEE Access. 2 (2014) 234– 242. https://doi.org/10.1109/ACCESS.2014.2311810.
- [60] A. Withell, O. Diegel, I. Grupp, S. Reay, Porous Ceramic Filters through 3d Printing, Innov. Dev. Virtual Phys. Prototyp. (2011) (pp.313-318).
- [61] P.J. Wolcott, N. Sridharan, S.S. Babu, A. Miriyev, N. Frage, M.J. Dapino, Characterisation of Al–Ti dissimilar material joints fabricated using ultrasonic additive manufacturing, Sci. Technol. Weld. Join. 21 (2016) 114–123. https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000072.
- [62] S. Dadbakhsh, L. Hao, In situ formation of particle reinforced Al matrix composite by selective laser melting of Al/Fe 2O 3 powder mixture, Adv. Eng. Mater. 14 (2012) 45– 48. https://doi.org/10.1002/adem.201100151.
- [63] J.J. Scheidler, M.J. Dapino, Stiffness tuning of FeGa structures manufactured by ultrasonic additive manufacturing, Ind. Commer. Appl. Smart Struct. Technol. 2014. 9059 (2014) 905907. https://doi.org/10.1117/12.2046247.
- [64] ASTM International, F2792-12a Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, Rapid Manuf. Assoc. (2013) 10–12. https://doi.org/10.1520/F2792-12A.2.
- [65] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties, Prog. Mater. Sci. 92 (2018) 112–224. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [66] G. Tapia, A. Elwany, A Review on Process Monitoring and Control in Metal-Based Additive Manufacturing, J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME. 136 (2014).

https://doi.org/10.1115/1.4028540.

- [67] W.E. Frazier, Metal additive manufacturing: A review, J. Mater. Eng. Perform. 23 (2014) 1917–1928. https://doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z.
- [68] J.S. Keist, T.A. Palmer, Role of geometry on properties of additively manufactured Ti-6Al-4V structures fabricated using laser based directed energy deposition, Mater. Des. 106 (2016) 482–494. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.045.
- [69] M.K. Imran, S.H. Masood, M. Brandt, S. Bhattacharya, J. Mazumder, Direct metal deposition (DMD) of H13 tool steel on copper alloy substrate: Evaluation of mechanical properties, Mater. Sci. Eng. A. 528 (2011) 3342–3349. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.12.099.
- [70] M. Ma, Z. Wang, X. Zeng, Effect of energy input on microstructural evolution of direct laser fabricated IN718 alloy, Mater. Charact. 106 (2015) 420–427. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.06.027.
- [71] K. Shah, A.J. Pinkerton, A. Salman, L. Li, Effects of melt pool variables and process parameters in laser direct metal deposition of aerospace alloys, Mater. Manuf. Process. 25 (2010) 1372–1380. https://doi.org/10.1080/10426914.2010.480999.
- [72] S.W. Williams, F. Martina, A.C. Addison, J. Ding, G. Pardal, P. Colegrove, Wire + Arc additive manufacturing, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 641–647. https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000073.
- [73] C.R. Cunningham, S. Wikshåland, F. Xu, N. Kemakolam, A. Shokrani, V. Dhokia, S.T. Newman, Cost Modelling and Sensitivity Analysis of Wire and Arc Additive Manufacturing, Procedia Manuf. 11 (2017) 650–657. https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.07.163.
- [74] R. Baker, Method of making decorative articles, US Pat. (1925) 1–3.
- [75] N. Lazaric, Origines et développement de la robotique, Rev. d'économie Ind. 61 (1992) 54–67. https://doi.org/10.3406/rei.1992.1436.
- [76] W. Liu, C. Jia, M. Guo, J. Gao, C. Wu, Compulsively constricted WAAM with arc plasma and droplets ejected from a narrow space, Addit. Manuf. 27 (2019) 109–117. https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.03.003.
- [77] A. Benoit, Développement du soudage MIG CMT pour la réparation de pièces aéronautiques. Application aux pièces en alliage base aluminium 6061, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2012.
- [78] S. Jacono, Quality of gas metal arc welds for rapid prototyping and wear replacement, Thèse de doctorat, University of Wollongong, 1999. https://ro.uow.edu.au/theses/2525.
- [79] P. Kazanas, P. Deherkar, P. Almeida, H. Lockett, S. Williams, Fabrication of geometrical features using wire and arc additive manufacture, Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf. 226 (2012) 1042–1051. https://doi.org/10.1177/0954405412437126.

- [80] M. Köhler, S. Fiebig, J. Hensel, K. Dilger, Wire and arc additive manufacturing of aluminum components, Metals (Basel). 9 (2019) 1–9. https://doi.org/10.3390/met9050608.
- [81] J.R. Hönnige, P.A. Colegrove, B. Ahmad, M.E. Fitzpatrick, S. Ganguly, T.L. Lee, S.W. Williams, Residual stress and texture control in Ti-6Al-4V wire + arc additively manufactured intersections by stress relief and rolling, Mater. Des. 150 (2018) 193–205. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.065.
- [82] F. Martina, M.J. Roy, B.A. Szost, S. Terzi, P.A. Colegrove, S.W. Williams, P.J. Withers, J. Meyer, M. Hofmann, Residual stress of as-deposited and rolled wire+arc additive manufacturing Ti–6Al–4V components, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 1439–1448. https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1142704.
- [83] J.R. Hönnige, P. Colegrove, S. Williams, Improvement of microstructure and mechanical properties in Wire + Arc Additively Manufactured Ti-6Al-4V with Machine Hammer Peening, Procedia Eng. 216 (2017) 8–17. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2018.02.083.
- [84] P.A. Colegrove, F. Martina, M.J. Roy, B.A. Szost, S. Terzi, S.W. Williams, P.J. Withers, D. Jarvis, High pressure interpass rolling of Wire + Arc additively manufactured titanium components, in: Adv. Mater. Res., 2014. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.996.694.
- [85] B.A. Szost, S. Terzi, F. Martina, D. Boisselier, A. Prytuliak, T. Pirling, M. Hofmann, D.J. Jarvis, A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti-6Al-4V components, Mater. Des. 89 (2016) 559–567. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.115.
- [86] K.F. Ayarkwa, S.W. Williams, J. Ding, Assessing the effect of TIG alternating current time cycle on aluminium wire + arc additive manufacture, Addit. Manuf. 18 (2017) 186– 193. https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.10.005.
- [87] A. Benoit, P. Paillard, T. Baudin, V. Klosek, J.B. Mottin, Comparison of four arc welding processes used for aluminium alloy cladding, Sci. Technol. Weld. Join. 20 (2015) 75– 81. https://doi.org/10.1179/1362171814Y.0000000257.
- [88] H. Zhang, J. Xu, G. Wang, Fundamental study on plasma deposition manufacturing, Surf. Coatings Technol. 171 (2003) 112–118. https://doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00250-0.
- [89] F. Martina, J. Mehnen, S.W. Williams, P. Colegrove, F. Wang, Investigation of the benefits of plasma deposition for the additive layer manufacture of Ti-6Al-4V, J. Mater. Process. Technol. 212 (2012) 1377–1386. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.02.002.
- [90] S. Selvi, A. Vishvaksenan, E. Rajasekar, Cold metal transfer (CMT) technology An overview, Def. Technol. 14 (2018) 28–44. https://doi.org/10.1016/j.dt.2017.08.002.
- [91] A.G. Ortega, Prototypage rapide de pièces en alliage d'aluminium : étude du dépôt de matière et d'énergie lors de la fusion à l'arc d'un fil par le procédé MIG-CMT, Thèse de

doctorat, Université de Montpellier, 2018.

- [92] P. Paillard, TIG : soudage à l'arc sous protection gazeuse avec électrode non fusible, Tech. l'ingénieur Assem. Des Matériaux Par Soudage, Réf BM7733 V1. 33 (2017) 0– 19.
- [93] R. Cazes, Soudage à l'arc Soudage au plasma et autres procédés, 33 (2020).
- [94] A. Benoit, Soudage à l'arc semi-automatique (MIG / MAG), Tech. l'ingénieur Assem. des matériaux par soudage. 33 (2015) 14.
- [95] R. Cazes, Soudage à l'arc, Tech. l'ingénieur Assem. Des Matériaux Par Soudage. base docum (1995).
- [96] P. Paillard, A. Benoit, T. Baudin, Réparation de pièces aéronautiques par fabrication additive Arc Fil, (2013) 4–5.
- [97] M. Liberini, A. Astarita, G. Campatelli, A. Scippa, F. Montevecchi, G. Venturini, M. Durante, L. Boccarusso, F.M.C. Minutolo, A. Squillace, Selection of Optimal Process Parameters for Wire Arc Additive Manufacturing, Procedia CIRP. 62 (2017) 470–474. https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.06.124.
- [98] S. Selvi, A. Vishvaksenan, E. Rajasekar, Cold metal transfer (CMT) technology An overview, Def. Technol. 14 (2018) 28–44. https://doi.org/10.1016/j.dt.2017.08.002.
- [99] C.G. Pickin, S.W. Williams, M. Lunt, Characterisation of the cold metal transfer (CMT) process and its application for low dilution cladding, J. Mater. Process. Technol. 211 (2011) 496–502. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.11.005.
- [100] C.G. Pickin, K. Young, Evaluation of cold metal transfer (CMT) process for welding aluminium alloy, Sci. Technol. Weld. Join. 11 (2006) 583–585. https://doi.org/10.1179/174329306x120886.
- [101] M. Schorghuber, Cold-Metal-Transfer welding process and welding installation, 2009.
- [102] C.G. Pickin, K. Young, Evaluation of cold metal transfer (CMT) process for welding aluminium alloy, Sci. Technol. Weld. Join. 11 (2006) 583–585. https://doi.org/10.1179/174329306x120886.
- [103] Z. Liang, L. Jinglong, L. Yi, H. Jingtao, Z. Chengyang, X. Jie, C. Dong, Characteristics of metal droplet transfer in wire-arc additive manufacturing of aluminum alloy, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 99 (2018) 1521–1530. https://doi.org/10.1007/s00170-018-2604-7.
- [104] J. Feng, H. Zhang, P. He, The CMT short-circuiting metal transfer process and its use in thin aluminium sheets welding, Mater. Des. 30 (2009) 1850–1852. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.07.015.
- [105] M. Chen, D. Zhang, C. Wu, Current waveform effects on CMT welding of mild steel, J.<br/>Mater.Process.Technol.243(2017)395–404.

https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.01.004.

- [106] J. Pang, S. Hu, J. Shen, P. Wang, Y. Liang, Arc characteristics and metal transfer behavior of CMT + P welding process, J. Mater. Process. Technol. 238 (2016) 212–217. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.07.033.
- [107] Fronius international, CMT Cold metal transfer: the cold welding process for premium quality, (2020). https://www.fronius.com/en/welding-technology/our-expertise/welding-processes/cmt.
- [108] Z. Pan, D. Ding, B. Wu, D. Cuiuri, H. Li, J. Norrish, Arc Welding Processes for Additive Manufacturing: A Review, I (2018) 85–93. https://doi.org/10.1007/978-981-10-5355-9.
- [109] I. Tabernero, A. Paskual, P. Álvarez, A. Suárez, Study on Arc Welding Processes for High Deposition Rate Additive Manufacturing, Procedia CIRP. 68 (2018) 358–362. https://doi.org/10.1016/j.procir.2017.12.095.
- [110] B. Wu, Z. Pan, D. Ding, D. Cuiuri, H. Li, J. Xu, J. Norrish, A review of the wire arc additive manufacturing of metals: properties, defects and quality improvement, J. Manuf. Process. 35 (2018) 127–139. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.001.
- [111] S. Williams, Large scale metal wire + arc additive manufacturing of structural engineering parts, 69th IIW Annu. Assem. Int. Conf. (2016) 25. https://doi.org/www.waamat.com.
- [112] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li, Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 81 (2015) 465–481. https://doi.org/10.1007/s00170-015-7077-3.
- [113] V. Groizeleau, Naval Group et Centrale Nantes impriment une pale d'hélice creuse, Mer Mar. (2019). https://www.meretmarine.com/fr/content/naval-group-et-centrale-nantesimpriment-une-pale-dhelice-creuse.
- [114] Association Française de l'Aluminium, http://www.aluminium.fr/aluminium/transformation-aluminium, (2014).
- [115] AFNOR, NF EN 515 Aluminium et alliages d'aluminium Produits corroyés, (2008).
- [116] R. Develay, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Tech. l'Ingenieur. 33 (2018).
- [117] ASM, Propriétés et sélection: alliages non ferreux et matériaux à usage spécial, 1990.
- [118] AFNOR, NF EN 573 : Aluminium et alliages d'aluminium Composition chimique et forme des produits corroyés, 2019.
- [119] Y. Birol, Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys, Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 23 (2013) 1875–1881. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(13)62672-2.

- [120] D. Maisonnette, Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2010.
- [121] C. Flament, Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l'alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, Université de Grenoble Alpes, 2016.
- [122] L. Lodgaard, N. Ryum, Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys, Mater. Sci. Eng. A. 283 (2000) 144–152. https://doi.org/10.1016/s0921-5093(00)00734-6.
- [123] T. Saito, S. Muraishi, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, R. Holmestad, The effects of low Cu additions and predeformation on the precipitation in a 6060 Al-Mg-Si alloy, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 44 (2013) 4124–4135. https://doi.org/10.1007/s11661-013-1754-3.
- [124] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, O. Reiso, S. Gulbrandsen-Dahl, T.E. Nicolaisen, I.E. Opheim, J.F. Helgaker, R. Holmestad, Improving thermal stability in Cu-containing Al-Mg-Si alloys by precipitate optimization, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 45 (2014) 2938–2949. https://doi.org/10.1007/s11661-014-2250-0.
- [125] T. Saito, F.J.H. Ehlers, W. Lefebvre, D. Hernandez-Maldonado, R. Bjørge, C.D. Marioara, S.J. Andersen, E.A. Mørtsell, R. Holmestad, Cu atoms suppress misfit dislocations at the β"/Al interface in Al-Mg-Si alloys, Scr. Mater. 110 (2016) 6–9. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.07.033.
- [126] C.D. Marioara, S.J. Andersen, T.N. Stene, H. Hasting, J. Walmsley, A.T.J. Van Helvoort, R. Holmestad, The effect of Cu on precipitation in Al-Mg-Si alloys, Philos. Mag. 87 (2007) 3385–3413. https://doi.org/10.1080/14786430701287377.
- [127] I. Kovaćs, J. Lendvai, E. Nagy, The mechanism of clustering in supersaturated solid solutions of A1-Mg2Si alloys, Acta Metall. 20 (1972) 975–983. https://doi.org/10.1016/0001-6160(72)90092-2.
- [128] I. Dutta, S.M. Allen, A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061, J. Mater. Sci. Lett. 10 (1991) 323–326. https://doi.org/10.1007/BF00719697.
- [129] S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, J. Jansen, C. Træholt, U. Tundal, O. Reiso, The crystal structure of the  $\beta''$  phase in Al-Mg-Si Alloys, Acta Mater. 46 (1998) 3283–3298. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00493-X.
- [130] M. Murayama, K. Hono, Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 47 (1999) 1537–1548. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00033-6.
- [131] H.K. Hasting, W. Lefebvre, C. Marioara, J.C. Walmsley, S. Andersen, R. Holmestad, F. Danoix, Comparative study of the  $\beta$ "-phase in a 6xxx Al alloy by 3DAP and HRTEM, Surf. Interface Anal. 39 (2007) 189–194. https://doi.org/10.1002/sia.2487.
- [132] H.W. Zandbergen, S.J. Andersen, J. Jansen, Structure determination of Mg5Si6:particles 83

in Al by dynamic electron diffraction studies, 1997. https://doi.org/10.1126/science.277.5330.1221.

- [133] C.D. Marioara, S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, R. Holmestad, The influence of alloy composition on precipitates of the Al-Mg-Si system, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 36 (2005) 691–702. https://doi.org/10.1007/s11661-005-1001-7.
- [134] K. Teichmann, C.D. Marioara, S.J. Andersen, K. Marthinsen, TEM study of  $\beta'$  precipitate interaction mechanisms with dislocations and  $\beta'$  interfaces with the aluminium matrix in Al–Mg–Si alloys, Mater. Charact. 75 (2013) 1–7. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.10.003.
- [135] Matsuda, Sakaguchi, Miyata, Uetani, Kamio, Sato, Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0mass% Mg2Si-0.4mass% Si alloy, Comput. Math. Math. Phys. 36 (1996) 847–859. https://doi.org/10.1007/978-0-387-34897-1\_61.
- [136] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen, The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 55 (2007) 3815– 3823. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.032.
- [137] A. Gaber, M.A. Gaffar, M.S. Mostafa, E.F.A. Zeid, Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg2Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg2Si-0.33 Cu alloys, J. Alloys Compd. 429 (2007) 167– 175. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.04.021.
- [138] W.F. Gale, T.C. Totemeier, Smithells Metals Reference Book, 8. ed, Butterworth-Heinemann, Amsterdam, 2003. https://doi.org/10.5860/choice.42-1588.
- [139] S. Kou, Welding Metallurgy, Second edi, John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA, 2002. https://doi.org/10.1002/0471434027.
- [140] C.L. Jenney, A. O'Brien, Welding Handbook, Ninth edit, 1991. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004.
- [141] W.R. Opie, N.J. Grant, Hydrogen solubility in aluminum and some aluminum alloys, Jom. 2 (1950) 1237–1241. https://doi.org/10.1007/bf03399138.
- [142] H. Ransley, C.&Neufeld, The Solubility of Hydrogen in Liquid and Solid Aluminum, J. Inst. Met. 74 (1948) 599–620.
- [143] C. Galy, E. Le Guen, E. Lacoste, C. Arvieu, Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences, Addit. Manuf. 22 (2018) 165– 175. https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.005.
- [144] L. Bouffier, Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600, Thèse de doctorat Université de Grenoble, 2013.
- [145] E. Giraud, M. Suery, M. Coret, Mechanical behavior of AA6061 aluminum in the semisolid state obtained by partial melting and partial solidification, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 41 (2010) 2257–2268. https://doi.org/10.1007/s11661-010-0268-5.

- [146] A. Niel, C. Bordreuil, F. Deschaux-Beaume, G. Fras, Simulation numérique d'un essai de fissuration à chaud en soudage TIG sur un alliage d'aluminium 6061, Mater. Tech. 98 (2010) 297–305. https://doi.org/10.1051/mattech/2010102.
- [147] A. Block-Bolten, T.W. Eagar, Metal vaporization from weld pools, Metall. Trans. B. 15 (1984) 461–469. https://doi.org/10.1007/BF02657376.
- [148] T. Yuan, Z. Yu, S. Chen, M. Xu, X. Jiang, Loss of elemental Mg during wire + arc additive manufacturing of Al-Mg alloy and its effect on mechanical properties, J. Manuf. Process. 49 (2020) 456–462. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.10.033.
- [149] S. Vincent, J. Garnier, C. Toffolon, L. Allais, T. Guilbert, D. Menut, D. Sornin, P. Wident, C. Gasqueres, J.-L. Bechade, Evolutions microstructurales de deux alliages d'aluminium 6061 lors des étapes d'élaboration, 20ème Congrès Français de Mécanique. (2011) 1–6.
- [150] O.M. Barabash, O. V. Sulgenko, T.N. Legkaya, N.P. Korzhova, Experimental analysis and thermodynamic calculation of the structural regularities in the fusion diagram of the system of alloys Al-Mg-Si, J. Phase Equilibria. 22 (2001) 5–11. https://doi.org/10.1007/s11669-001-0049-3.
- [151] O.R. Myhr, Grong, H.G. Fjær, C.D. Marioara, Modelling of the microstructure and strength evolution in al-mg-si alloys during multistage thermal processing, Acta Mater. 52 (2004) 4997–5008. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.07.002.
- [152] A. Benoit, P. Paillard, T. Baudin, J.B. Mottin, Soudage homogène MIG de l'alliage d'aluminium 6061, MATEC Web Conf. 7 (2013). https://doi.org/10.1051/matecconf/20130702009.
- [153] H.T. Serindag, Investigation of the Influence of Weld Defects on the Mechanical Behaviour of Cold Metal Transfer (CMT) and Cold Metal Transfer Pulsed (CMT-Pulsed) Arc Welded AA7075-T6 Al-Alloy Bu ..., (2019).
- [154] A. Elrefaey, Effectiveness of cold metal transfer process for welding 7075 aluminium alloys, Sci. Technol. Weld. Join. 20 (2015) 280–285. https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000017.
- [155] G. Çam, G. İpekoğlu, Recent developments in joining of aluminum alloys, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 91 (2017) 1851–1866. https://doi.org/10.1007/s00170-016-9861-0.
- [156] B. Wu, D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li, J. Han, Z. Fei, Effects of heat accumulation on the arc characteristics and metal transfer behavior in Wire Arc Additive Manufacturing of Ti6Al4V, J. Mater. Process. Technol. 250 (2017) 304–312. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.07.037.
- [157] B. Cong, Z. Qi, B. Qi, H. Sun, G. Zhao, J. Ding, A comparative study of additively manufactured thin wall and block structure with Al-6.3%Cu alloy using cold metal transfer process, Appl. Sci. 7 (2017). https://doi.org/10.3390/APP7030275.
- [158] J. Gu, J. Ding, S.W. Williams, H. Gu, P. Ma, Y. Zhai, The effect of inter-layer cold 85

working and post-deposition heat treatment on porosity in additively manufactured aluminum alloys, J. Mater. Process. Technol. 230 (2016) 26–34. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.11.006.

- [159] C.G. Pickin, S.W. Williams, M. Lunt, Characterisation of the cold metal transfer (CMT) process and its application for low dilution cladding, J. Mater. Process. Technol. 211 (2011) 496–502. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.11.005.
- [160] M. Icardi, Wire + arc additive manufacturing (WAAM) for large scale components: aluminium alloys 2319 and 5554, Politecnico di torino, 2012.
- [161] J.R. Hönnige, P.A. Colegrove, S. Ganguly, E. Eimer, S. Kabra, S. Williams, Control of residual stress and distortion in aluminium wire + arc additive manufacture with rolling, Addit. Manuf. 22 (2018) 775–783. https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.06.015.
- [162] J. Gu, J. Ding, S.W. Williams, H. Gu, J. Bai, Y. Zhai, P. Ma, The strengthening effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al-6.3Cu alloy, Mater. Sci. Eng. A. 651 (2016) 18–26. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.101.
- [163] F. Montevecchi, G. Venturini, N. Grossi, A. Scippa, G. Campatelli, Idle time selection for wire-arc additive manufacturing: A finite element-based technique, Addit. Manuf. 21 (2018) 479–486. https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.01.007.
- [164] A. Gomez Ortega, L. Corona Galvan, F. Deschaux-Beaume, B. Mezrag, S. Rouquette, Effect of process parameters on the quality of aluminium alloy Al5Si deposits in wire and arc additive manufacturing using a cold metal transfer process, Sci. Technol. Weld. Join. 23 (2018) 316–332. https://doi.org/10.1080/13621718.2017.1388995.
- [165] Z. Qi, B. Cong, B. Qi, H. Sun, G. Zhao, J. Ding, Microstructure and mechanical properties of double-wire + arc additively manufactured Al-Cu-Mg alloys, J. Mater. Process. Technol. 255 (2018) 347–353. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.12.019.
- [166] J. Gu, X. Wang, J. Bai, J. Ding, S. Williams, Y. Zhai, K. Liu, Deformation microstructures and strengthening mechanisms for the wire+arc additively manufactured Al-Mg4.5Mn alloy with inter-layer rolling, Mater. Sci. Eng. A. 712 (2018) 292–301. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.113.
- [167] B.F. Gomes, P.J. Morais, V. Ferreira, M. Pinto, L.H. De Almeida, Wire-arc additive manufacturing of Al-Mg alloy using CMT and PMC technologies, MATEC Web Conf. 233 (2018) 1–8. https://doi.org/10.1051/matecconf/201823300031.
- [168] K. Derekar, J. Lawrence, G. Melton, A. Addison, X. Zhang, L. Xu, Influence of Interpass Temperature on Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) of Aluminium Alloy Components, MATEC Web Conf. 269 (2019) 05001. https://doi.org/10.1051/matecconf/201926905001.
- [169] Y. Yehorov, Exploring solutions to mitigate unidirectional grain growth and to set operational envelop for wire +arc additive manufacturing of aluminium alloys, Thèse de

doctorat - Federal university of Uberlandia, 2018. https://doi.org/10.14393/ufu.di.2018.574.

- [170] A. Horgar, H. Fostervoll, B. Nyhus, X. Ren, M. Eriksson, O.M. Akselsen, Additive manufacturing using WAAM with AA5183 wire, J. Mater. Process. Technol. 259 (2018) 68–74. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.04.014.
- [171] V. Manvatkar, A. De, T. DebRoy, Spatial variation of melt pool geometry, peak temperature and solidification parameters during laser assisted additive manufacturing process, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 31 (2015) 924–930. https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000701.
- [172] Z. Wang, T.A. Palmer, A.M. Beese, Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing, Acta Mater. 110 (2016) 226–235. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.019.
- [173] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy, Surf. Coatings Technol. 206 (2012) 2152–2160. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.09.051.
- [174] H.L. Wei, J.W. Elmer, T. Debroy, Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy, Acta Mater. 115 (2016) 123–131. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.057.
- [175] T. Billotte, Caractérisation et modélisation des structures de solidification en soudage TIG d'alliages austénitiques, Thèse de doctorat Université de Lorraine, 2017.
- [176] S. Kou, Welding metallurgy, Second edi, John Wiley & Sons, 2002.
- [177] J. Gu, M. Gao, S. Yang, J. Bai, Y. Zhai, J. Ding, Microstructure, defects, and mechanical properties of wire + arc additively manufactured Al[sbnd]Cu4.3-Mg1.5 alloy, Mater. Des. 186 (2020) 108357. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108357.
- [178] E.A. Brandes, G.B. Brook, Smithells Metals Reference Book: Seventh Edition, Smithells Met. Ref. B. Seventh Ed. (2013) 1–1800. https://doi.org/10.1016/C2009-0-25363-3.
- [179] C. Zhang, Y. Li, M. Gao, X. Zeng, Wire arc additive manufacturing of Al-6Mg alloy using variable polarity cold metal transfer arc as power source, Mater. Sci. Eng. A. 711 (2018) 415–423. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.084.
- [180] H.E. Coules, P. Colegrove, L.D. Cozzolino, S.W. Wen, Experimental measurement of biaxial thermal stress fields caused by arc welding, J. Mater. Process. Technol. 212 (2012) 962–968. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.12.006.
- [181] J.R. Hönnige, S. Williams, M.J. Roy, P. Colegrove, S. Ganguly, Residual Stress Characterization and Control in the Additive Manufacture of Large Scale Metal Structures, Residual Stress. 2016. 2 (2017) 455–460. https://doi.org/10.21741/9781945291173-77.

- [182] P.A. Colegrove, H.E. Coules, J. Fairman, F. Martina, T. Kashoob, H. Mamash, L.D. Cozzolino, Microstructure and residual stress improvement in wire and arc additively manufactured parts through high-pressure rolling, J. Mater. Process. Technol. 213 (2013) 1782–1791. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.04.012.
- [183] P.A. Colegrove, J. Donoghue, F. Martina, J. Gu, P. Prangnell, J. Hönnige, Application of bulk deformation methods for microstructural and material property improvement and residual stress and distortion control in additively manufactured components, Scr. Mater. 135 (2017) 111–118. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.10.031.
- [184] J. Ding, P. Colegrove, J. Mehnen, S. Ganguly, P.M.S. Almeida, F. Wang, S. Williams, Thermo-mechanical analysis of Wire and Arc Additive Layer Manufacturing process on large multi-layer parts, Comput. Mater. Sci. 50 (2011) 3315–3322. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.06.023.
- [185] Wohlers Associates, T. Wohler, R. Huff, J. Hornick, Growth in AM Patent Applications, (2018). http://wohlersassociates.com/blog/2018/02/growth-in-am-patent-applications/.
- [186] T. Caffrey, T. Wohlers, R.I. Campbell, 3D Printing and additive manufacturing state of the industry annual worldwide progress report, Wohlers Assoc. (2016).

# $\begin{array}{l} C \text{Hapitre 2} - \acute{E}\text{tude du procede et} \\ \text{realisation de pieces en alliage} \\ \text{d'aluminium 6061} \end{array}$

L'objectif de ce chapitre est d'étudier les nouvelles possibilités apportées par le procédé MIG dans le mode de transfert CMT et CMT-Pulsé pour le dépôt de l'alliage d'aluminium 6061. Cette étude expérimentale exploratoire aura donc pour but de produire des parois minces et des pièces massives aux géométries contrôlées qui ne présentent pas de défauts critiques (i.e. fissures, porosités).

#### **TABLE DES MATIÈRES DU CHAPITRE 2**

1.	Introd	uction du chapitre	91
2.	Dispo	sitif expérimental	92
2	2.1.	Banc d'essais	92
2	2.2.	Instrumentation du procédé	94
2	2.3.	Métal d'apport	96
3.	Reche	rche des paramètres de dépôt	97
3	8.1.	Paramètres de la littérature	97
3	8.2.	Recherche des fenêtres paramétriques d'utilisation	100
3	8.3.	Caractérisation des synergies	105
4.	Élabo	ration de parois minces	128
4	.1.	Recherche de paramètres permettant la superposition de dépôts	128
4	l.2.	Réalisation de murs avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT	137
4	.3.	Réalisation de murs en synergie utilisant le mode de transfert CMT-P	140
5.	Santé	matière et conformité des dépôts	142
5	5.1.	Contrôle visuel	142
5	5.2.	Géométries des pièces produites	144
5	5.3.	Santé matière	150
6.	Pièces	massives	156

6.1.	Problématique de juxtaposition de dépôts	
7. Conc	lusions du chapitre	
Bibliograp	bhie	

## 1. Introduction du chapitre

L'objectif de ce chapitre est d'étudier les nouvelles possibilités apportées par le procédé MIG utilisant le mode de transfert CMT et CMT-Pulsé pour le dépôt de l'alliage d'aluminium 6061. Nous avons vu préalablement dans le chapitre 1 que cet alliage est considéré comme non soudable sans l'usage d'un métal d'apport de la famille des 4000 ou 5000. C'est la raison pour laquelle il n'existe jusqu'alors aucune étude qui s'intéresse à son utilisation dans la fabrication additive [1]. Suivant certains auteurs, la limitation de l'utilisation du procédé WAAM est son manque de développement pour l'élaboration d'alliages d'aluminium à visée structurale (série 6000 et 7000) [2,3]. Cependant, les évolutions relativement récentes dans le monde du soudage ont permis d'améliorer la soudabilité des alliages d'aluminium et ont ainsi démontré la possibilité de réaliser des assemblages homogènes avec des alliages des séries 6000 et 7000 [4,5].

L'étude expérimentale exploratoire développée dans ce chapitre aura alors pour objectifs de poursuivre ces évolutions et de rechercher des paramètres opératoires permettant de produire des pièces qui ne présentent pas de défauts critiques. Pour ce faire, nous nous sommes basés sur une adaptation des paramètres publiés par d'autres auteurs ainsi que sur les précautions émises dans les manuels de soudage [4–13]. Dans ce chapitre, nous décrirons tout d'abord le dispositif de dépôt ainsi que le protocole expérimental mis au point qui ont permis d'élaborer des parois fines et des pièces massives exemptes de défauts critiques.

Nous détaillerons l'étude paramétrique de deux synergies, l'une utilisant le mode de transfert CMT et l'autre le mode de transfert mixte CMT-Pulsé qui ont conduit à la réalisation de dépôts monocouches dont les géométries permettent des réalisations en fabrication additive [14]. L'élaboration de parois fines (murs) par superposition de dépôts sera également étudiée. La santé matière ainsi que les caractéristiques géométriques des murs produits seront détaillées. Nous aborderons les critères retenus pour la validation des conditions de fabrication. Enfin, bien qu'il ne soit pas dans l'intérêt du WAAM de produire des pièces massives, nous présenterons notre méthode d'élaboration de blocs parallélépipédiques, réalisés dans le but de caractériser les propriétés mécaniques de la matière dans les différentes directions de l'espace relatives aux directions de dépôt (direction de soudage et direction de construction).

Au cours de cette étude visant à produire des pièces saines, de nombreux paramètres ont été testés. Pour pouvoir réaliser une étude complète et approfondie allant du procédé à la caractérisation du comportement mécanique en passant par l'étude fine de la microstructure, nous avons dégagé un jeu de paramètres adéquat, répondant à des critères d'élaboration et de santé matière, en laissant de côté certains autres jeux de paramètres pourtant prometteurs.

# 2. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental, présenté ci-dessous, permet le dépôt et le refroidissement de la matière. Il est piloté par un robot et instrumenté de manière à récupérer des éléments d'analyse (vitesse de dévidage du métal d'apport, tension, intensité et température). Il est composé par différents éléments caractéristiques :

- une source d'énergie MIG-CMT (Fronius) qui assure l'apport du fil, la génération de l'arc nécessaire à sa fusion ainsi que la protection gazeuse du bain fondu ;

- un robot cartésien ;
- un système de refroidissement du substrat ;
- un système de mesure de la température (utilisant des thermocouples) ;
- un oscilloscope numérique et un capteur à effet Hall.
  - 2.1.Banc d'essais
    - 2.1.1. Source d'énergie et apport du fil

Le matériel de soudage MIG-CMT, utilisé dans le cadre de ce travail, est un poste Fronius Transpuls Synergic 3200 CMT manuel (**Figure II-1** (a)). Ce poste de soudage est constitué d'une source d'énergie MIG/MAG contrôlée par microprocesseur, d'une intensité maximale de 320 A qui permet les transferts par courts-circuits ou par pulvérisation axiale ainsi que la formation d'arcs pulsés. Ce poste de soudage particulier permet le contrôle du fil propre aux modes CMT et CMT-Pulsé qui nécessitent un mouvement de rétractation lié aux paramètres électriques (voir chapitre 1). Le dévidage du fil s'effectue directement depuis le dévidoir dans lequel il est poussé, mais également tiré par des galets situés dans la torche comme exposé en **Figure II-1** (b) et (c). Les travaux d'Alexandre Benoit [7,15] ont montré que cette technique améliore l'avance du fil et diminue les frottements qui ont lieu dans la gaine conduisant à un meilleur comportement général du procédé.



**Figure II-1.** (a) poste de soudage Fronius Transpuls Synergic 3200 CMT manuel ; (b) système de dévidage de la bobine et (c) schéma de dévidage d'un fil poussé et poussé-tiré [15].

#### 2.1.2. Robotisation du procédé

La fabrication additive est rendue possible par la robotisation du procédé qui permet de contrôler la vitesse d'exécution, les trajectoires ainsi que la hauteur d'arc. Un chariot équipé d'un support de torche a été développé à l'IMN (Figure II-2 (a)). Il se compose de trois moteurs électriques pas-à-pas, montés sur une structure rigide, qui pilotent les translations du dispositif suivant les trois axes X, Y et Z par l'intermédiaire de vis sans fin (Figure II-2 (b)). Les déplacements suivant les axes X et Y sont réalisés par le déplacement du plateau et les déplacements suivants Z sont assurés par le déplacement du support de la torche de soudage. La structure, quant à elle composée de profilés en aluminium, a comme dimensions 1500  $\times$  1500  $\times$  1500 mm<sup>3</sup>.



Figure II-2. (a) représentation schématique du banc de fabrication additive développé à l'IMN ; (b) photographie du dispositif.

#### 2.1.3. Substrat

Dans la première partie de l'étude, des tôles minces  $(2 \times 30 \times 250 \text{ mm}^3)$  en alliage d'aluminium 1050 (aluminium pur à 99,5 %) ont été utilisées comme substrat en raison de leur disponibilité, de leur coût et de leur facilité de mise en œuvre (malléabilité). Dans cette première approche, des murs fins d'un seul cordon par épaisseur ont été produits et seul le dépôt est étudié (le substrat ne sera pas étudié).

Pour la suite de l'étude, des pièces massives en alliage d'aluminium 6061 ont également été élaborées à l'aide du procédé de fabrication additive par dépôt de fil. Il est en effet important de comprendre les propriétés d'usage de pièces massives produites, et ce, dans différentes directions en fonction des microstructures particulières produites par ce procédé. Par conséquent, nous avons utilisé l'alliage 6061 en tant que substrat pour cette partie de l'étude. L'état métallurgique de l'alliage 6061 le plus courant chez les fournisseurs est celui obtenu après le traitement thermique de revenu conduisant aux propriétés mécaniques maximales (T6). Nous avons donc utilisé l'alliage à l'état T6 sous forme de plaques ( $15 \times 200 \times 250 \text{ mm}^3$ ) comme substrats sur lesquels ont été réalisés des dépôts plus volumineux. Nous avons volontairement utilisé des substrats plus épais pour cette partie de l'étude dans le but d'écarter tout risque d'effondrement du substrat sous l'effet des plus hautes températures maintenues pendant des temps forcément plus longs pour des dépôts avec une grande quantité de métal.

#### 2.1.4. Systèmes de refroidissement et de bridage

Les températures du substrat et du système de bridage sont régulées à l'aide d'un système de refroidissement à eau. Ce système de refroidissement réalisé au sein de l'IMN est décrit en **Figure II-3** (a). La température de l'eau qui circule à l'intérieur de ce boîtier en aluminium est régulée à l'aide d'un thermostat. Pour l'ensemble des expériences, la température de consigne est fixée à 20°C de sorte à éviter l'accumulation de chaleur au cours du procédé et afin de revenir à une température contrôlée entre chaque couche déposée. Des brides longitudinales permettent de maintenir le substrat sur ce dispositif de refroidissement (**Figure II-3** (b)). Ces dernières sont vissées directement dans les trous de fixation présents à la surface du système de refroidissement.



Figure II-3. (a) modèle CAO des canaux de circulation d'eau du système de refroidissement ; (b) système de bridage employé sur le système de refroidissement.

### 2.2.Instrumentation du procédé

#### 2.2.1. Vérification du cycle de transfert

Le bain de fusion ainsi que le fil de métal fondu sont visualisés par caméra rapide afin de suivre le cycle CMT. Pour pouvoir étudier les mécanismes de transfert, cette caméra est équipée d'un filtre qui permet de s'affranchir du rayonnement de l'arc électrique. La fréquence d'acquisition de la caméra est fixée à 2200 images par seconde permettant ainsi une visualisation optimale du cycle de transfert. La caméra est positionnée à 50 cm du plateau de construction et elle est orientée selon un angle d'environ 90° par rapport à l'axe du fil d'apport (et de la torche de soudage).

#### 2.2.2. Mesure de la température

La thermographie infrarouge, généralement privilégiée pour obtenir les températures au cours d'une opération de WAAM, n'a pas été retenue pour cette étude. En effet, le principe de cette technique repose sur la mesure des radiations infrarouges émises par un corps qui sont liées à la température de ce dernier ainsi qu'à son émissivité qui est aussi fonction de la température. Cette technique permet donc d'obtenir la température à la surface du bain en fusion pour chacune des couches car elle ne nécessite pas de contact avec le matériau. Cependant, le calcul de la température passe par la connaissance de l'émissivité du matériau en fonction de son état et de sa température. Dans le cas de la fabrication additive arc-fil, ce paramètre est largement influencé par les changements d'état (fusion) ainsi que par l'illumination de l'arc électrique. De plus, lors de mesures sur des alliages d'aluminium, l'émissivité est fortement influencée par la couche d'oxyde qui se forme naturellement à sa surface au contact de l'air une fois que la protection gazeuse entourant l'arc électrique s'éloigne [16]. Une solution généralement employée est alors de peindre en noir la surface à analyser afin d'approcher l'émissivité de 1 (corps noir). Cependant, dans le cas de la fabrication additive, il est impossible de peindre la surface du métal déposé au cours de l'opération de WAAM. Pour ces raisons, la technique de thermographie infrarouge n'a pas été employée.

Un moyen plus direct d'obtenir la température revient à positionner des thermocouples très proches du bain de fusion. Cependant, le soudage de thermocouples sur de l'aluminium est une tâche délicate et d'autres moyens de fixation tels que le ruban adhésif ou la colle dégradent les conditions de soudage et donnent lieu à des instabilités de l'arc électrique. La mesure de la température au cours du dépôt a donc été effectuée à l'aide de thermocouples positionnés à l'intérieur des substrats (**Figure II-4** (a)), même si cela implique que les points de mesure s'éloignent peu à peu du dépôt au cours de l'opération de WAAM. Trois thermocouples ont été insérés au centre des substrats pour les trois positions début, centre et fin du dépôt (**Figure II-4** (b)). Ils sont placés à environ 1 mm sous la surface du substrat de manière à être au plus proche du bain fondu de la première passe. Ainsi, nous pouvons suivre en temps réel l'évolution de la température sous le métal déposé lors de la première couche puis son évolution lors des dépôts successifs.



Figure II-4. (a) positions des thermocouples insérés dans le substrat ; (b) positions des thermocouples au cours de la fabrication.

#### 2.2.3. Suivi des paramètres électriques

Au cours de la fabrication des pièces, les paramètres électriques (intensité et tension) et la consigne de vitesse de sortie du fil ont été relevés à l'aide du dispositif de mesure Fronius® Xplorer prévu par le constructeur permettant d'avoir un premier aperçu du bon déroulement du dépôt. Les vitesses d'échantillonnage de ce système sont relativement faibles, elles ne permettent donc pas d'analyser et de suivre finement le mode de transfert. C'est la raison pour laquelle les paramètres électriques sont également suivis par l'intermédiaire d'un oscilloscope numérique (pour la mesure de la tension) et d'un capteur à effet Hall (pour la mesure de l'intensité, capteur également relié à l'oscilloscope numérique).

### 2.3. Métal d'apport

En règle générale, les études sur la fabrication additive par dépôt de fil fondu emploient des nuances largement connues dans le monde du soudage. On retrouve donc des nuances variées allant de l'acier jusqu'aux superalliages à base de nickel (SS316, Ti-6Al-4V, IN718, AA2219, AA4043, AA5053) [1,8,10,17]. Il est donc relativement simple d'obtenir du fil dans les matières étudiées. Dans notre cas, le 6061 est considéré comme un alliage non soudable, il n'est donc pas disponible dans le commerce sous forme de fil. Le fil d'apport en 6061 pour cette étude a donc été tréfilé sur demande à partir d'une billette d'aluminium 6061 à l'état recuit O. Des points d'attention particuliers ont été observés au cours de la vérification de la conformité du fil. La présence d'impuretés ou de substances telles que des polluants (i.e. graisses et lubrifiants) à la surface du fil d'apport peut entraîner une usure prématurée du tube contact et surtout la présence d'inclusions ou de porosités dans le dépôt. La composition du fil a également été vérifiée (*cf. partie 2.3.2*). Des exemples montrant la présence de polluant et d'impuretés, ni polluants en surface.

La composition chimique du fil a été caractérisée par spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS). Les résultats de cette analyse sont détaillés dans le **Tableau II-1**. Une teneur en Si plus élevée (0,99 m%) que dans la norme EN 573-1 [18] (0,4-0,8 m%) a été mise en évidence.

Éléments	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ti	Zn	Mn	Cu	Total
Fil en 6061 m%	0,91	97,24	0,99	0,13	0,29	0,01	0,16	0,07	0,20	100
Composition nominale 6061 m% [18]	0,81 - 1,20	bal	0,40 - 0,80	0,04 - 0,35	max 0,70	max 0,15	max 0,25	max 0,15	0,15 - 0,40	100

Tableau II-1. Composition chimique du fil d'apport.

# 3. Recherche des paramètres de dépôt

Le poste de soudage employé dispose de deux modes de réglage : le mode manuel et le mode synergique. En mode manuel, les 80 paramètres du procédé peuvent être réglés individuellement. Cependant, l'obtention d'une stabilité du mode de transfert est extrêmement complexe et nécessite une bonne connaissance du comportement en soudage du matériau [15]. Le mode choisi dans ce travail est le mode synergique qui lie les paramètres entre eux et permet à un utilisateur novice d'utiliser le poste plus facilement en ne réglant que quelques-uns des 80 paramètres : vitesse de dévidage du métal d'apport, vitesse de soudage et débit du gaz de protection. En effet, la modification d'un réglage entraîne l'adaptation des autres paramètres dans le but de conserver le bon fonctionnement du procédé. Le MIG CMT-Pulsé (CMT-P) ne peut être utilisé qu'en mode synergique. Seuls les paramètres concernant le dépôt seront étudiés ici, les paramètres d'amorçage et d'extinction de l'arc électrique ne participant pas directement à la stabilité du procédé et au bon déroulement du dépôt.

3.1. Paramètres de la littérature

#### 3.1.1. Paramètres électriques

Les paramètres de dépôt ont été tout d'abord explorés au travers de la littérature traitant du soudage et du WAAM ainsi qu'à l'aide de la documentation du constructeur. Les paramètres électriques recueillis dans la littérature sur le soudage ne peuvent cependant pas être employés tels quels en WAAM. Ils serviront toutefois de guide pour le choix de paramètres de départ, que l'on cherchera ensuite à optimiser. De nombreux jeux de paramètres électriques préenregistrés ont été développés par le constructeur de poste à souder. La liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium qui étaient disponibles au début de l'étude est fournie en Annexe 3. Ces synergies sont au nombre de 4, elles emploient des fils dont le diamètre est compris entre 0,8 et 2,4 mm et elles sont prévues pour des alliages d'apport en aluminium 5356, 5183, 4043 et 1050. Les synergies délivrées par les constructeurs de postes à souder ont été établies pour des conditions données (matériau, diamètre de fil, gaz de protection) et elles ne sont valables que dans ces conditions, au risque de dégrader le fonctionnement et donc les résultats si l'on s'en écarte. Lorsqu'une synergie est employée, le paramétrage n'est alors effectué que sur la vitesse de dévidage du fil, la vitesse de soudage et le débit du gaz [7]. Kazanas et al. [19] ont constaté qu'en employant les synergies préétablies par le constructeur sur des aciers communément utilisés en soudage (substrat en acier S355 et fil en acier ER70S-6), il était possible d'obtenir des dépôts réguliers en ne modifiant que la vitesse d'apport de matière (vitesse de dévidage du fil) et la vitesse de déplacement de la torche. Comme dans les travaux de Kazanas et al. [19], en MIG-CMT et MIG-CMT Pulsé mode synergique, la vitesse de dévidage du fil, la tension et l'intensité du courant de soudage sont liées. En fixant certains paramètres comme le stick-out ou le débit du gaz de protection, il ne reste qu'à obtenir un couple de paramètres : la vitesse de dévidage du fil et la vitesse de soudage (i.e. la vitesse de déplacement de la torche).

Auteur	Ortega [6]	Benoit [7]	Baoqiang et al. [8]	Gu et al. [10]	Pickin et al. [9]	Elrefaey [4]	Kumar et al. [5]	Pang et al. [11]	Gungor et al. [12]
Matériaux	4043	5356/6061 /4043	2319	2319	2319	5356	6061	4043	5183
Domaine	WAAM	Recharge ment	WAAM	WAAM	Soudage	Soudage	Soudage	Soudage	Soudage
Vd (cm/min)	15-24	70-76.5	50-80	80	30	90	5	45	40
Vf (m/min)	2-2,5-3,5- 3,75	5,56-6,5	6-7,5	6	4,5/7,5	5,5	1,2	6	11
Synergie	AlSi5	AlSi5	-	-	-	-	-	A1-4043	-
Mode de transfert	СМТ	CMT et CMT-P	CMT-P	CMT-P	СМТ	СМТ	CMT-P	CMT-P	CMT-P

Les références des études concernant l'utilisation du MIG-CMT pour le soudage ou le dépôt d'alliages d'aluminium ainsi que les valeurs de vitesse de soudage (Vd) et de vitesse de sortie du fil (Vf) qu'elles mentionnent sont rapportées dans le **Tableau II-2** ci-dessous.

 Tableau II-2. Résumé des valeurs des paramètres utilisés dans les différentes études sur le soudage ou le dépôt d'alliages d'aluminium par MIG-CMT.

Les études menées par Kumar et al. [5] et par Benoit [7] ont été prises comme point de départ en raison de leur proximité avec nos recherches (matériau, procédé). Dans ces deux études, le développement du procédé MIG-CMT est à la base de cordons de soudure en 6061 qui ne présentent que peu de porosités et de fissuration à chaud. D'autres travaux soutiennent que le mode de transfert CMT, dit « à froid », est le procédé de prédilection lorsqu'il s'agit d'alliages sensibles à la fissuration à chaud [4,5]. On notera que la variante CMT-Pulsé est susceptible de déployer des énergies de soudage plus importantes que la synergie CMT elle permet donc d'améliorer la mouillabilité des dépôts. Les deux synergies ont été étudiées. L'optimisation des paramètres de dépôt a été conduite sur la base des travaux d'Arturo Gomez Ortega [6] qui a finement étudié l'influence de chaque paramètre de dépôt sur l'énergie globale apportée lors du soudage ainsi que sur la morphologie des dépôts et sur la stabilité du procédé lors de la réalisation de murs. Son manuscrit de thèse offre donc un guide pour l'optimisation des paramètres et plus particulièrement dans le cas spécifique de dépôts d'alliages d'aluminium.

#### 3.1.2. Gaz de protection

La protection gazeuse est primordiale lors du soudage des alliages d'aluminium. Le débit du gaz conditionne l'établissement de l'arc électrique ainsi que la protection contre l'oxydation au cours du dépôt. En soudage, les valeurs de débit de gaz sont généralement choisies en fonction du diamètre de la buse de soudage [13]. Dans notre cas, le diamètre de la buse de 25 mm conduirait à l'emploi d'un débit de gaz de 25 L.min<sup>-1</sup> [13]. Dans la littérature Gu et al. [10,20], Baoqiang et al. [21] et Pavan Kumar et al. [5] utilisent des débits de gaz de protection également importants (respectivement, 25 L.min<sup>-1</sup>, 25 L.min<sup>-1</sup> et 18 L.min<sup>-1</sup>) pour souder des alliages d'aluminium. Nous avons donc également réglé le débit de protection gazeuse à 25 L.min<sup>-1</sup>.

La nature du gaz de protection influe elle aussi sur le dépôt obtenu. Dans un premier temps, nous avons employé une protection gazeuse composée d'argon pur tel que préconisé dans la documentation du poste à souder pour les synergies sélectionnées. Par la suite, un mélange commercial composé de 80 % d'argon et de 20 % d'hélium a été utilisé comme gaz de protection. L'emploi d'hélium permet d'élever la température du plasma de l'arc électrique conduisant à une diminution de la viscosité du bain de fusion ce qui entraîne à son tour un dégazage de l'hydrogène plus important [21,25]. L'ajout d'hélium dans la composition du gaz de protection permet donc de diminuer la formation de porosités dans le métal déposé en facilitant l'évacuation de l'hydrogène au cours du dépôt.

3.1.3. Stick-out

Le stick-out correspond à la distance entre l'extrémité du fil sorti et la base du tube contact (**Figure II-5**). Conformément aux expériences déjà réalisées dans la littérature [7,10,17], le stick-out a été fixé à 12 mm.



Figure II-5. Schéma du stick-out et de la hauteur de la torche de soudage.

#### 3.1.4. Précautions supplémentaires

Afin de limiter la formation de porosités et de fissures au cours du soudage d'alliages d'aluminium, il convient de respecter certaines recommandations qui concernent la préparation du substrat et les conditions de dépôt [13].

Afin de limiter les contaminations à l'origine des porosités, la couche oxydée à la surface du substrat a été enlevée à l'aide d'un grattoir manuel. Les surfaces des substrats ont été soigneusement nettoyées à l'acétone et à l'éthanol immédiatement après ce décapage mécanique.

L'alliage 6061 est sensible à la fissuration à chaud en raison de sa composition en éléments d'alliage [23]. Ce phénomène dépend de nombreux paramètres, notamment des conditions de solidification ainsi que du type de microstructure formée. La composition de l'alliage n'est pas un facteur que l'on souhaite étudier. Nous nous concentrerons donc sur l'obtention des différentes morphologies de grains pouvant être obtenues lors de la solidification. Ces dernières dépendent des conditions thermiques (gradient thermique et son évolution dans le temps lors du refroidissement). Ces conditions thermiques sont étroitement liées aux paramètres du procédé de fabrication, comme l'ont montré Ocelic et al. [24].

Pour éviter la fissuration à chaud, il est intéressant de produire des grains équiaxes. Ces derniers présentent une surface totale de joints de grains plus importante que des grains colonnaires et permettent donc de supporter plus d'efforts. Dans la littérature, des microstructures équiaxes dans l'alliage 6061 ont été obtenues par Kou [22] en soudage à l'arc avec le procédé Tungsten Inert Gaz (TIG) pour des vitesses de soudage élevées ( $30 - 100 \text{ cm.min}^{-1}$ ). Dans le présent travail, l'utilisation de vitesses de dépôt élevées a donc été favorisée afin de promouvoir la formation de grains équiaxes et ainsi de limiter les phénomènes de fissuration à chaud.

- 3.2. Recherche des fenêtres paramétriques d'utilisation
  - 3.2.1. Critères d'acceptation des dépôts monocouche

Au cours de la recherche des fenêtres de paramètres d'utilisation du procédé, nous cherchons à obtenir des dépôts constitués d'une seule couche qui ne dégradent pas les substrats, continus et réguliers dans leur forme (Figure II-6 (a) et (b)). Nous cherchons également à limiter les projections de métal hors du bain fondu (Figure II-6 (c)). Le métal projeté n'étant pas directement déposé dans les zones souhaitées est considéré comme perdu, l'efficacité du procédé s'en trouvant ainsi affectée. De plus, ces projections demanderaient un parachèvement supplémentaire de la pièce. Les dépôts ne devront pas présenter d'ondulations de surface (vagues de solidification) qui pourraient modifier la hauteur de l'arc électrique et donc perturber la stabilité du dépôt suivant (Figure II-6 (d)).



Figure II-6. (a) dépôt discontinu ; (b) dépôt irrégulier en largeur ; (c) présence de projections ; (d) ondulations de surface.

S'ajoutent à cela des conditions concernant les géométries des dépôts qui furent tout d'abord décrites par Pickin et al. [14] lors de l'utilisation du CMT pour les assemblages à faible taux de dilution. La hauteur du dépôt est mesurée depuis le substrat jusqu'au sommet du dépôt. La largeur du dépôt est relevée en mesurant l'espace qui sépare deux plans parallèles en contact avec les extrémités du dépôt comme décrit en **Figure II-7**. Ainsi, tel que décrit par Pickin et al. [14], il existe deux critères qui doivent être respectés afin que les géométries des dépôts soient conformes pour produire des pièces en fabrication additive.

Le premier critère concerne la relation entre la largeur et la hauteur du dépôt. Le ratio idéal  $\frac{hauteur}{largeur}$  (ou h/l) doit être égal à 1. Les dépôts présentant une hauteur plus importante que leur largeur sont susceptibles de présenter des manques de pénétration et un collage (ou manque de fusion) du dépôt sur le substrat [14]. A l'opposé, une hauteur plus faible que la largeur signifie que le bain fondu a eu le temps de s'écouler et par conséquent que le dépôt a tendance à s'effondrer.



Figure II-7. Conditions géométriques h/l favorables à la fabrication additive décrites par Pickin et al. [14].

La seconde condition géométrique décrite par Pickin et al. [14] concerne l'angle formé entre le substrat et la base du dépôt (**Figure II-8**). Il caractérise la mouillabilité et il est fortement dépendant de la température du substrat avant le dépôt et de l'énergie déployée. Cet angle, aussi nommé angle de contact et noté  $\alpha$ , doit idéalement être égal à 90° afin de garantir les bonnes juxtaposition et superposition des couches. Dans le cas d'un dépôt visant à être recouvert, un angle de contact trop faible entraîne la formation de porosités structurales (espaces vides entre deux dépôts). De l'air peut alors être emprisonné lors du recouvrement des cordons. A l'inverse, un angle de contact trop important conduit à l'effondrement de la construction.



Figure II-8. Angle de contact favorable à la fabrication additive décrit par Pickin et al. [14].

D'autres critères non essentiels peuvent également être pris en compte dans la recherche des fenêtres paramétriques d'utilisation du procédé. Nous indiquons dans la suite de ce document les paramètres qui nous semblent pertinents afin d'optimiser le taux de porosités, la vitesse de dépôt, l'énergie employée, les propriétés mécaniques finales, l'anisotropie due au procédé ou encore les déformations du substrat.

#### 3.2.2. Choix des synergies et fenêtre de recherche des paramètres

Afin d'initier la recherche de paramètres optimisés pour l'impression 3D, une première étape exploratoire consistant à tester les synergies disponibles a été réalisée. L'alliage 6061 n'étant pas employé comme métal d'apport en soudage, il n'existe donc pas de synergie fournie par Fronius adaptée à cette nuance. Nous avons opté pour des synergies mises au point sur des matériaux s'approchant de l'alliage 6061 (4000 et 5000). Ainsi, toutes les synergies disponibles dans les abaques développées par le constructeur du poste de soudage pour des alliages d'aluminium ont été explorées. La **Figure II-9** présente les 3 synergies prévues pour des alliages d'aluminium permettant l'obtention de dépôts couplées aux trois modes de transfert pouvant être utilisés : CMT-Pulsé (CMT-P), pulsé et standard. Au cours de cette étape, pour ne pas nous éloigner davantage des conditions données par le fournisseur (matériau, diamètre de fil, gaz de protection) et ainsi éviter de dégrader le fonctionnement, nous avons employé une protection gazeuse composée uniquement d'argon et un diamètre du fil d'apport de 1,2 mm tel que prévu par le constructeur. Les synergies qui permettent de déposer de la matière de façon continue sans percer la tôle ont été conservées.



Figure II-9. Résultats de l'étape exploratoire des synergies disponibles.

Trois couples de synergies/mode de transfert se sont distingués lors de ces premiers essais : la synergie AlSi 5 dans le mode de transfert CMT-P (SynAlSi 5/CMT-P), la synergie AlMg4.5Mn en mode de transfert CMT (SynAlMg4.5Mn/CMT) et la synergie AlMg 5 en CMT-P (SynAlMg 5/CMT-P). Parmi les deux synergies basées sur le mode de transfert CMT-P, le couple SynAlMg 5/CMT-P permet l'obtention de dépôts ne présentant pas de projection contrairement au couple SynAlSi 5/CMT-P qui projette des gouttelettes de métal hors du dépôt comme en témoigne la Figure II-9. Le couple SynAlMg4.5Mn/CMT produit des dépôts exempts de fissures, alors que de petites fissures ont été observées sur ceux produits avec le couple SynAlMg 5/CMT-P. Nous conservons donc le couple SynAlMg4.5Mn/CMT pour la suite. Dans la littérature, Biaoqiang et al. [8,21] ainsi que Gu et al. [10] montrent que des synergies utilisant le mode de transfert CMT et des synergies utilisant le mode de transfert CMT-Pulsé ne produisent pas les mêmes types de dépôt. Ainsi, bien que la synergie utilisant le mode de transfert CMT produise des dépôt plus réguliers et qu'elle soit avantageuse concernant le taux de porosités [8,21], nous conservons également pour la suite le couple SynAlMg 5/CMT-P qui permet théoriquement d'atteindre des niveaux d'énergie de soudage supérieurs (donc des taux de dépôt importants) tout en conservant la stabilité du procédé au cours du dépôt [8]. Ces énergies supérieures développées par la synergie CMT-P facilitent la fusion du substrat et la jonction entre deux couches juxtaposées et sont utilisées pour la réalisation de pièces massives ainsi que pour la couche de liaison avec le substrat.

Afin d'évaluer grossièrement la fenêtre paramétrique d'utilisation du procédé pour les deux synergies, une première approche dichotomique a été mise en place. Pour rappel, les paramètres accessibles en mode synergique sont la vitesse de dévidage du fil (Vf) et la vitesse de déplacement de la torche de soudage (Vd). Ainsi, la vitesse de dévidage du fil qui pilote les paramètres d'intensité et de tension via la synergie a été placée au maximum prévu dans les synergies soit 13 m.min<sup>-1</sup> puis au minimum, soit 1,5 m.min<sup>-1</sup>. Les valeurs employées ont donc été prises au centre de l'intervalle ainsi défini. Dans cette approche dichotomique, la vitesse de déplacement de la torche a été fixée sur la base des travaux de Cong et al. [8] et de Benoit [7] à 60 cm.min<sup>-1</sup>. L'énergie moyenne déployée au cours du dépôt a été estimée à partir des valeurs moyennes de la tension et de l'intensité données par la console Fronius en fin de dépôt.
Comme détaillé plus tôt, dans le mode synergique, les paramètres électriques (tension et intensité) sont pilotés par la consigne de vitesse de sortie du fil. Ainsi la puissance de soudage est étroitement liée à ce paramètre. Les signaux de tension et d'intensité mesurés en temps réel seront par la suite employés pour le calcul de l'énergie de soudage (HI). Dans les équations II-1 à II-3, U est la tension (V), I l'intensité (A), Vd la vitesse de déplacement de la torche de soudage (mm.s<sup>-1</sup>), P la puissance (W), tf le temps de fin de dépôt (s) et ti le temps de début de dépôt (s). Pour calculer la puissance déployée au cours du dépôt, il faut tenir compte des variations de la tension et de l'intensité en fonction du temps en procédant à une intégration sur tout l'intervalle de temps comme décrit dans l'équation II-1.

$$P = \frac{1}{tf} \int_{ti}^{tf} UI \, dt \tag{II-1}$$

Comme les signaux obtenus sont enregistrés de manière discrète avec une vitesse d'échantillonnage très élevée (10 000 Hz), on peut appliquer la formule II-2 suivante :

$$P = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} U_i I_i$$
(II-2)

On peut ainsi calculer la puissance moyenne de soudage, mais aussi la puissance moyenne associée à chaque phase du cycle CMT. L'énergie linéique de soudage (HI en J/mm), donnée par l'équation II-3 [13,25,26], est employée pour étudier l'écoulement de la chaleur lors des opérations de soudage. Cette valeur est directement liée à la température perçue par le matériau à déposer.

$$HI = \frac{P}{Vd} \tag{II-3}$$





**Figure II-10.** Résultat de l'approche dichotomique permettant de cerner la fenêtre paramétrique d'utilisation de la synergie AlMg5/CMT-P.

Afin de simplifier nous noterons CMT le couple SynAlMg4.5Mn/CMT et CMT-P le couple SynAlMg 5/CMT-P. Les énergies de soudage qui permettent de déposer l'alliage 6061 sans dégrader le matériel (poste soudage et torche) et sans effondrement du substrat sont les suivantes :

- Synergie CMT :  $HI \approx [12 500] J/mm$
- Synergie CMT-P :  $HI \approx [10 1600] J/mm$

Afin de comprendre l'influence des différents paramètres du procédé sur l'alliage 6061 et d'optimiser le procédé, plusieurs pistes ont été explorées. Les fenêtres d'énergie de soudage permettant d'obtenir des dépôts acceptables après contrôle visuel et qui ne dégradent pas le matériel étant établies, nous avons également fait varier la vitesse de déplacement de la torche. Les valeurs de vitesse de déplacement de la torche de soudage ont été sélectionnées en fonction des vitesses de déplacement disponibles sur le dispositif de dépôt (banc cartésien) (comprises entre 0 et 120 cm.min<sup>-1</sup>) et des énergies de soudage définies préalablement. Les vitesses de déplacement retenues pour les deux synergies sont les suivantes :

- Synergie CMT : Vd = [20 100] cm/min ; Vf = [3 5,5] m/min
- Synergie CMT-P : Vd = [10 100] cm/min; Vf = [3, 5 7, 5] m/min

D'après les abaques liés aux synergies, ces fenêtres d'utilisation du procédé balayent théoriquement des énergies de dépôt détaillées dans le **Tableau II-3** ; soit, entre 15 et 438 J.mm<sup>-1</sup> pour le mode de transfert CMT et entre 11 et 1508 J.mm<sup>-1</sup> pour le mode de transfert CMT-P. Les énergies de soudage développées pour chacun des essais sont présentées en **Annexe 4**.

	Vd (cm/min)	Vf (m/min)	U (V)	I (A)	HI (J/mm)
СМТ	100	3	26	10	15,6
	20	5,5	13,3	110	438,9
CMT-P	100	3,5	2,3	83	11,5
	10	7,5	19,8	127	1508,8

 Tableau II-3. Résumé des différentes fenêtres de paramètres de l'étude.

# 3.3. Caractérisation des synergies

3.3.1. Caractérisation de la synergie utilisant le mode de transfert CMT (AlMg4.5Mn)

Une méthode simple permettant de s'affranchir des effets d'amorçage et d'extinction de l'arc présentés au chapitre 1, qui permet ainsi une stabilisation du procédé est de fixer la vitesse de déplacement à la valeur choisie puis de déposer le métal sur de longues distances en faisant varier progressivement la consigne de vitesse de dévidage du fil. La vitesse de déplacement de la torche a été modifiée par pas de 20 cm/min et la vitesse de dévidage du fil par pas de 0,5 m/min. Cette technique a également pour avantage de tester rapidement beaucoup de paramètres. Des méplats d'aluminium 1050 aux dimensions  $4 \times 25 \times 300 \text{ mm}^3$  ont été employés comme substrats. Pour chaque vitesse de déplacement, la vitesse de sortie du fil a été changée tous les 50 mm. Pour la suite de l'étude, un mélange gazeux commercial composé de 80 % d'argon et de 20 % d'hélium a été utilisé comme gaz de protection.

Les valeurs d'énergie exposées en **Figure II-11** ont été calculées à l'aide de l'équation **II-3** depuis les caractéristiques électriques principales (intensité, tension) qui ont été relevées à l'aide de l'oscilloscope au cours du dépôt en fonction de la vitesse de déplacement de la torche de dépôt (Vd) et de la vitesse de dévidage du fil (Vf). Les énergies de soudage déployées en fonction des paramètres sélectionnés sont décrites en **Figure II-11**. On constate qu'une variation linéaire de la vitesse de sortie du fil donne lieu à une variation non linaire de l'énergie de dépôt.



Figure II-11. Énergies de soudage développées en fonction des paramètres Vd et Vf pour la synergie CMT.

### Aspect

Des macrographies de la surface des dépôts ont été prises pour chacune des conditions décrites ci-dessus. Sur les images, présentées en **Figure II-12**, nous pouvons voir, encadrés en rouge, les dépôts non conformes et, en vert, les dépôts qui respectent les critères de continuité, régularité et qui ne présentent pas de projections. La zone dans laquelle les dépôts sont encadrés en vert définit par conséquent la fenêtre d'utilisation du procédé permettant d'obtenir des dépôts conformes après contrôle visuel.



Figure II-12. Macrographies de la surface des dépôts pour chacune des conditions (rouge : dépôts non conformes - vert : dépôts conformes).

Nous avons constaté que des discontinuités sont fréquentes lorsque la vitesse de sortie du fil est faible par rapport à la vitesse de déplacement de la torche de soudage. Ce phénomène s'explique par un manque d'apport de matière par rapport à la distance à couvrir. A l'inverse, des vitesses de sortie du fil trop importantes couplées à des vitesses de déplacement de la torche faibles conduisent à l'apparition de projections. Le fil encore solide plonge dans le bain de fusion de façon brutale et projette une partie du bain fondu. Pour des vitesses de soudage élevées et des vitesses de sortie du fil adaptées, on ne constate ni l'apparition de discontinuité ni la présence de projection. En revanche, des ondulations sont observées à la surface. Ces ondulations, caractéristiques du phénomène nommé « humping » en soudage, apparaissent lorsque les vitesses de soudage sont trop élevées. Les actions combinées de la pression de l'arc électrique et la quantité de mouvement amenée par les gouttelettes en vol libre provenant de l'électrode fusible génèrent une dépression à l'avant du bain de fusion. Ces actions poussent le métal en fusion vers l'arrière du bain au travers de rouleaux de convection qui s'accumulent et grossissent jusqu'à la formation d'un « hump ». Périodiquement, la solidification du premier « hump » conduit à une constriction de la zone de métal en fusion (partie supérieure du « hump »), stoppant son alimentation, entraînant l'apparition d'un nouveau « hump » un peu plus loin [27].

Ces différentes problématiques liées à l'aspect surfacique des dépôts peuvent être suivies à l'aide des paramètres électriques mesurés en temps réel. Effectivement, des instabilités ont été relevées sur la vitesse de sortie du fil, la tension et l'intensité mesurées expérimentalement (**Figure II-13**). La valeur consigne fixée précédemment est une valeur moyenne sur la totalité du dépôt. Le générateur tend à réguler les paramètres de sorte à respecter le cycle CMT. Les valeurs instantanées fluctuent donc autour de la valeur moyenne afin de garantir la stabilité du dépôt. Cependant, lorsque la vitesse de dévidage du fil paramétrée est trop basse, le générateur effectue un ré-ajustage de la tension pour combler la distance restant à parcourir par le fil. Cette élévation de tension entraîne une accélération du dévidage du fil ainsi qu'une élévation de l'intensité afin que le fil supplémentaire apporté soit fondu [6].



Figure II-13. Fluctuation des paramètres électriques lorsque la vitesse d'apport du fil est trop lente.

Lorsque la vitesse de dévidage de la consigne est trop élevée, les conditions de dépôt sont également dégradées (**Figure II-14**). On constate que lors de l'étape de court-circuit du cycle CMT la goutte fondue et le fil encore solide plongent dans le bain liquide, ce qui génère des projections. Ce surplus de fil emmené dans le bain fondu est compensé par l'augmentation des paramètres électriques (tension et intensité), il s'accompagne par une diminution de la vitesse de dévidage du fil afin de rééquilibrer le cycle CMT.



Figure II-14. Évolution des paramètres électriques lorsque la vitesse d'apport du fil est trop rapide.

Ces instabilités sont délicates à détecter visuellement sur la console au cours du dépôt. De plus, le seul moyen de vérifier l'état des dépôts est de réaliser un contrôle visuel a posteriori, ne permettant donc malheureusement pas la régulation des paramètres au cours du dépôt. Une possibilité permettant d'améliorer l'aspect des dépôts est de suivre les variations des principaux paramètres électriques. Les valeurs moyennes ainsi que les écarts-types associés à la tension et à l'intensité mesurées expérimentalement après stabilisation de l'arc électrique permettent de renseigner l'opérateur sur la régularité des dépôts. Effectivement, on observe une augmentation de l'écart-type lorsque des instabilités apparaissent.

La Figure II-15 présente les écarts-types relatifs associés à la tension et à l'intensité en fonction de la vitesse de dévidage du fil. Cet exemple est donné pour la vitesse de déplacement de 20 cm.min<sup>-1</sup>. Dans la zone de stabilité du procédé, l'écart-type relatif est très faible (< 2 % pour la tension et < 1 % pour l'intensité). Si l'on ne s'intéresse qu'à l'intensité, on notera que des instabilités liées à une vitesse de sortie du fil trop forte sont plus évidentes à repérer que celles liées à des vitesses de sortie du fil trop faibles. Ces observations pourraient permettre d'améliorer le suivi du procédé au cours du dépôt afin de pallier, de façon presque instantanée, les instabilités liées à une mauvaise combinaison de vitesses de dévidage du fil et de déplacement de la torche.



**Figure II-15.** (a) écarts-types relatifs associés à la tension en fonction de la vitesse de dévidage du fil ; (b) écarts-types relatifs associés à l'intensité en fonction de la vitesse de dévidage du fil.

#### Caractéristiques géométriques

Des coupes transversales réalisées dans la partie stabilisée des dépôts nous ont permis d'observer trois caractéristiques des dépôts. La partie stabilisée du dépôt correspond à la zone dans laquelle les paramètres de dépôt ne fluctuent plus à cause de l'amorçage ou de l'extinction de l'arc électrique. La Figure II-16 présente des macrographies obtenues sur des vues en coupe pour les différents paramètres utilisés. Les principaux paramètres géométriques relevés que sont la largeur, la hauteur et l'angle de contact ont été étudiés en fonction des paramètres du procédé Vf et Vd.



Figure II-16. Macrographies vues en coupe des dépôts obtenus avec la synergie CMT (AlMg4.5Mn).

Nous observons que les dépôts vus en coupe s'apparentent à des demi-ellipses dont les axes sont la largeur et la hauteur tel que présenté en **Figure II-17**. Cette simplification du problème permet d'estimer la surface déposée. La section de l'ellipse peut être calculée en utilisant les hauteurs et largeurs mesurées sur les coupes. Si l'on trace cette section en fonction de l'énergie de soudage, on constate que la section du dépôt augmente avec l'augmentation de l'énergie de soudage.



Figure II-17. Section estimée du dépôt en fonction de l'énergie de soudage avec la synergie CMT (AlMg4.5Mn).

Bien que l'énergie de dépôt joue un rôle direct sur la section du cordon déposé, il est plus délicat de dissocier l'influence des paramètres de dépôt Vd et Vf sur les paramètres géométriques des dépôts (hauteur, largeur et angle de contact). La Figure II-18 (a) permet d'apprécier l'évolution de la largeur des dépôts en fonction des vitesses Vf et Vd. Les largeurs les plus importantes sont observées pour les vitesses de dévidage du fil importantes et les vitesses de déplacement les plus lentes. Effectivement, pour une vitesse de déplacement donnée, plus la vitesse de dévidage du fil est grande, plus l'énergie de soudage est forte. Cette dernière entraîne une fusion plus importante du substrat ainsi qu'un élargissement à la base du dépôt. Conjointement, une vitesse de dévidage plus importante implique qu'une plus grande quantité de matière est déposée par unité de longueur ce qui explique l'augmentation de la section du dépôt. Plus l'énergie de soudage est grande (Vf grande et/ou Vd petite) plus la fusion du substrat est importante ce qui conduit à un élargissement à la base du cordon et aux cas extrêmes de la Figure II-16 (effondrement du cordon en bas à droite et manque de liaison cordon-substrat en haut à gauche). L'ajustement de ces deux paramètres permet d'obtenir la géométrie idéale. Si l'on s'intéresse directement à l'influence de l'énergie de soudage sur la largeur des dépôts (Figure II-18 (b)), on constate que plus l'énergie est élevée, plus la largeur est importante.



**Figure II-18.** (a) largeur du dépôt en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de la largeur des dépôts en fonction de Vd et Vf.

Les hauteurs de dépôt maximales sont observées lorsque la vitesse de déplacement est faible. La hauteur du dépôt est également conditionnée par la vitesse de dévidage du fil, ainsi un maximum est obtenu pour des vitesses de dévidage du fil intermédiaires (**Figure II-19** (b)). Pour une vitesse de déplacement de la torche constante, la hauteur du dépôt passe par une valeur maximale en raison de la compétition qui oppose deux phénomènes. La vitesse de dévidage du fil est liée à la fois à la quantité de matière déposée qui tend à faire augmenter la hauteur du dépôt mais également à la puissance délivrée, à cause de l'adaptation automatique des paramètres tension et intensité via la synergie, qui fait aussi augmenter la largeur à la base du cordon et qui diminue la hauteur. Ces observations sont visibles sur les vues en coupe présentées plus tôt en **Figure II-16**. La combinaison de ces deux phénomènes conduit au passage par un maximum local. Pour des valeurs de vitesse de dévidage du fil, il existe donc un point qui garantit la régularité des dépôts et qui donne lieu à des dépôts aussi larges que hauts. Si l'on s'intéresse directement à l'influence de l'énergie de soudage, la hauteur semble décrire une courbe en cloche avec un maximum pour une énergie de soudage aux alentours de 250 J.mm<sup>-1</sup> (**Figure II-19** (a)).



**Figure II-19.** (a) hauteur du dépôt en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de la hauteur des dépôts en fonction de Vd et Vf.

Il semblerait que l'angle de contact soit aussi dépendant à la fois de la vitesse de déplacement de la torche et de la vitesse de dévidage du fil, comme on peut le constater sur la **Figure II-20**. On voit ses valeurs en nette augmentation lorsque la vitesse de dévidage du fil croît et, dans la majorité des cas, lorsque la vitesse de déplacement de la torche est faible. L'angle de contact caractérisant la mouillabilité est très sensible à la température vue au cours du dépôt. Ce paramètre est donc largement influencé par l'énergie de soudage déployée. Les angles de contact obtenus dans la synergie utilisant le mode de transfert CMT sont faibles comparés aux attentes (idéal > 90°), seuls quelques paramètres permettent d'atteindre des angles de contact valides pour la réalisation de pièces en fabrication additive.



**Figure II-20.** (a) angle de contact en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de l'angle de contact des dépôts en fonction de Vd et Vf.

Ces premières analyses nous ont permis de comprendre quel était l'impact des principaux paramètres du procédé (vitesse de soudage, vitesse de dévidage du fil et énergie de soudage) sur les géométries des dépôts.

### Validation des dépôts

La Figure II-21 présente les critères de validation définis par Pickin et al. [14]. Une tolérance de 20 % a été appliquée de sorte à faciliter l'obtention de paramètres utilisables. Ainsi les paramètres garantissant un ratio h/l = 1 + -20 % et un angle de contact  $\alpha = 90^{\circ} + -20$  % ont été retenus. Suivant ces critères, on constate que le ratio h/l peut être respecté pour de nombreux jeux de paramètres (Figure II-21). L'angle de contact, en revanche, ne peut être respecté dans les conditions permettant de garantir la stabilité du procédé.

Sur la Figure II-21 on observe les deux paramètres (ratio h/l et angle de contact) ainsi que la fenêtre d'utilisation qui garantit l'aspect surfacique conforme des dépôts qui est tracé en pointillés bleus (voir le premier paragraphe de cette section). Les jeux de paramètres permettant d'obtenir un bon aspect surfacique, ainsi que de vérifier les conditions géométriques à l'exception de l'angle de contact sont au nombre de 4. Nous conserverons ces 4 jeux de paramètres pour la suite des analyses qui visent à superposer des dépôts dans le sens de la hauteur. Les paramètres conservés sont décrits dans le Tableau II-4. Nous avons préféré conserver plusieurs jeux de paramètres afin d'évaluer l'influence de la vitesse de déplacement de la torche ainsi que de l'énergie de soudage sur les microstructures et les propriétés mécaniques.



**Figure II-21.** Fenêtre d'utilisation du procédé superposée aux critères géométriques h/l et angle de contact de Pickin et al. [14] (**vert** : critère conforme ; **rouge** : critère non conforme ; **pointillés bleus** : fenêtre d'utilisation).

Dans un premier temps, nous ne tiendrons pas compte de l'angle de contact car l'accroche de la première passe peut être aisément perfectionnée. Afin d'améliorer la mouillabilité et d'augmenter l'angle de contact du premier dépôt, des modifications thermiques peuvent être envisagées (comme par exemple le préchauffage du substrat). Une passe de pré-dépôt réalisée avec des paramètres différents sera réalisée afin de garantir la bonne accroche de la première passe. Nous conserverons tout de même les paramètres au centre de la fenêtre d'utilisation qui ne dégradent pas la stabilité du procédé et qui permettent de garantir le ratio h/l = 1.

Vd (cm/min)	40	60	80	100
Vf (m/min)	3,8	4,2	4,6	5
I_sc_wait (A)	30	50	78	92
Vd_sc_wait (m/min)	22,4	22,4	32,5	41
I_sc2	40	40	40	40
d_boostup (A/ms)	300	300	300	300
tau_boostup (ms)	0,1	0,1	0,1	0,1
I_boost (A)	150	150	150	145
t_I_boost (ms)	1,2	2	3,9	7
d_boostdown (A/ms)	300	300	300	300
Energie de soudage (I/mm)	109	76	63	53

Les paramètres conservés pour la réalisation de dépôts superposés dans la hauteur, ainsi que les valeurs des paramètres consignes du cycle CMT associés aux points de fonctionnement conservés sont présentés dans le **Tableau II-4**.

 Tableau II-4. Paramètres et valeurs consignes associées aux points de fonctionnement conservés permettant des dépôts dans le mode de transfert CMT.

Stabilité du cycle CMT et vérification des valeurs des paramètres électriques

Après la recherche de paramètres assurant la stabilité optimale du WAAM, une étape de vérification du cycle CMT a été effectuée. Le respect du cycle CMT a été vérifié à l'aide d'une caméra à grande vitesse associée à des mesures instantanées des paramètres électriques. En observant les signaux ainsi que les images relevées par la caméra haute vitesse, il est possible d'observer sur la **Figure II-22** les signaux caractéristiques du CMT décrits dans la littérature [28,29].



**Figure II-22.** (a) images prises par la caméra haute vitesse ; (b) intensité relevée par le capteur à effet Hall ; (c) tension relevée à l'aide de l'oscilloscope numérique.

Les différentes phases caractéristiques du cycle CMT ont bien été retrouvées pour l'ensemble des paramètres sélectionnés. La **Figure II-22** montre ces résultats pour une vitesse de déplacement de la torche de 60 cm/min et une vitesse de dévidage du fil de 4,2 m/min.

Tels que décrits dans la littérature, on retrouve les différents éléments numérotés de 1 à 3 sur la **Figure II-22** (a) [30]. Le premier pic (1) est I\_boost, durant lequel on assiste à une augmentation rapide du courant. La température de l'électrode augmente jusqu'à la fusion et forme une gouttelette. Le deuxième pic (2) est I\_sc\_wait. Cette phase d'attente se caractérise par un courant plus faible et permet de maintenir l'arc et la goutte fondue jusqu'à la phase de court-circuit. Le troisième pic (3) est I\_sc2 qui correspond à la phase de court-circuit. Durant cette phase, le fil arrive dans le bain de fusion et un court-circuit se crée. Le courant de court-circuit caractérisant cette phase est nettement plus faible. Les forces électromagnétiques, bien que présentes, ne sont pas suffisantes pour libérer la goutte en fusion. Par conséquent, lorsque le court-circuit est établi, un signal de retour est donné au dévidoir de fil pour qu'il retire le fil. Le fil se rétracte et rompt le pont liquide entre le fil et la goutte. L'arc est alors ré-établi et le cycle est répété. Ces éléments mettent en évidence le bon déroulement du cycle CMT.

# 3.3.2. Caractérisation de la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P (AlMg5)

La méthode employée précédemment a été reprise afin de caractériser la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P. La force du mode de transfert hybride CMT-Pulsé vient de la possibilité de modifier le nombre de cycles CMT et le nombre de cycles pulsés au cours du dépôt. Plus le nombre de cycles d'impulsion est important plus l'énergie développée sera élevée. Nous avons cherché à définir l'influence des paramètres principaux sur les géométries des dépôts. La vitesse de déplacement de la torche (Vd) et la vitesse de dévidage du fil (Vf) ont pour cela été modifiées dans la fenêtre définie lors de l'approche dichotomique rapportée précédemment. On utilise ici :

Vd = [10 - 100] cm/min; Vf = [3, 5 - 7, 5] m/min.

La Figure II-23 décrit les énergies obtenues en balayant ces fenêtres de paramètres. Tout comme précédemment, des vitesses de dévidage du fil élevées ainsi que des vitesses de déplacement faibles produisent des énergies de soudage plus importantes. Les énergies déployées lors des essais avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P sont globalement supérieures à celles obtenues avec la synergie CMT.



Figure II-23. Énergies de soudage développées en fonction des paramètres Vd et Vf pour la synergie au mode de transfert CMT-P.

### Aspect

La Figure II-24 présente l'aspect surfacique des dépôts réalisés avec la synergie CMT-P. A l'exception d'un seul et unique jeu de paramètres, les critères concernant l'aspect visuel du cordon ne sont pas respectés pour les paramètres employés. Effectivement, on constate pour des vitesses de déplacement (Vd) supérieures à 30 cm/min que tous les dépôts présentent des projections et/ou des largeurs irrégulières. Pour les vitesses inférieures à 60 cm/min, on observe que les dépôts présentent de fortes variations de hauteur (ondulations) ou d'importants élargissements lors de l'utilisation des vitesses de déplacement les plus faibles. Un seul jeu de paramètres se distingue car il produit moins de projections que les autres et semble satisfaire l'ensemble des critères de contrôle visuel. Ce jeu de paramètres - Vd = 30 cm/min – Vf = 5,5 m/min - sera le seul conservé lors de l'étude de cette synergie. On notera plus généralement que la synergie utilisant le mode de transfert CMT produit moins de projections que la synergie utilisant le mode de transfert CMT produit moins de projections que la synergie utilisant le mode de transfert CMT produit moins de projections que la synergie utilisant le mode de transfert CMT produit moins de projections que la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P.



Figure II-24. Photographies de la surface des dépôts pour chacune des conditions (rouge : dépôts non conformes - vert : dépôts conformes – pointillés bleus : fenêtre d'utilisation du procédé).

### Caractéristiques géométriques

Bien qu'un seul jeu de paramètres soit conservé par la suite, nous avons étudié les caractéristiques géométriques de tous les dépôts obtenus lors de cette étude paramétrique. La **Figure II-25** présente une macrographie d'une coupe transverse de chacun des dépôts obtenus avec les différents jeux de paramètres testés.



Figure II-25. Macrographies vues en coupe des dépôts avec la synergie au mode de transfert CMT-P.

Dans le cas de la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P, l'observation des dépôts vus en coupe conduit à la même estimation que précédemment. Les dépôts ont été assimilés à des demi-ellipses dont les axes sont la largeur et la hauteur telles que présentées en **Figure II-17**. Si l'on trace cette section en fonction de l'énergie de soudage, on constate que l'énergie de soudage tend à faire augmenter la section des dépôts. Cependant, le lien entre la section du dépôt et l'énergie de soudage est moins direct que précédemment (**Figure II-27**).



Figure II-26. Section estimée du dépôt en fonction de l'énergie de soudage avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P (AlMg 5).

Comme précédemment, nous avons essayé de dissocier l'effet des paramètres Vd et Vf sur les caractéristiques géométriques des dépôts. La **Figure II-27** expose l'influence de l'énergie de soudage ainsi que de Vd et de Vf sur les largeurs des différents dépôts. Les largeurs de dépôt les plus importantes sont obtenues pour les vitesses de dévidage du fil élevées et les vitesses de déplacement les plus faibles (**Figure II-27** (b)). Cela nous conduit aux mêmes conclusions que celles faites sur la synergie utilisant le mode de transfert CMT. Une plus forte énergie de soudage conduit à une fusion plus importante du substrat et par conséquent à une largeur de dépôt plus importante. Tout comme nous l'avons vu pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT, on observe une proportionnalité entre les largeurs des dépôts et l'énergie de soudage déployée (**Figure II-27** (a)).



**Figure II-27.** (a) largeur du dépôt en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de la largeur des dépôts en fonction de Vd et Vf.

La Figure II-28 expose l'influence de l'énergie de soudage ainsi que de Vd et de Vf sur les hauteurs des différents dépôts. Les hauteurs des dépôts les plus importantes sont obtenues pour les énergies les plus fortes (Figure II-28 (a)). Elles sont maximales lorsque la vitesse de dévidage du fil est de 4,5 m/min et lorsque la vitesse de déplacement est la plus faible, autrement dit, lorsque l'énergie de soudage n'est pas maximale (Figure II-28 (b)). La hauteur des dépôts ne semble pas évoluer en fonction de l'énergie de soudage. Effectivement, des effondrements ont été constatés dans la majeure partie des cas lors de l'utilisation de la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P. Ces affaissements, particulièrement visibles pour les hautes énergies, conduisent à la formation de dépôts plus étalés et moins hauts. Tout comme précédemment, il semblerait que la hauteur soit maximale lorsque l'apport de matière est maximal et que l'énergie déployée vient fondre une surface minimale de substrat. Des énergies de soudage trop fortes conduisent donc à un élargissement de la base du dépôt et donc à une diminution de la hauteur, toutefois la gamme d'énergie conservée pour notre étude ne permet pas de bien décrire ce phénomène dans le cas de la synergie CMT-P.



Figure II-28. (a) hauteur du dépôt en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de la hauteur des dépôts en fonction de Vd et Vf.

La Figure II-29, montre l'influence de l'énergie de soudage ainsi que de Vd et Vf sur les angles de contact des différents dépôts. L'angle de contact semble peu sensible à l'énergie de soudage déployée (Figure II-29 (a)). Il faut cependant préciser qu'aucun temps d'attente n'a été appliqué entre deux dépôts réalisés sur la même tôle. La température initiale du substrat avant soudage n'a donc pas été vérifiée. Or l'angle de contact caractérisant la mouillabilité est très sensible à ce paramètre. Les mesures de l'angle de contact ont donc été biaisées par la température initiale du substrat ce qui peut expliquer le manque de lien avec l'énergie déployée. Sur la Figure II-29 (b), on observe une augmentation de l'angle de contact avec l'augmentation de la vitesse de dévidage mais également de la vitesse de déplacement de la torche.



**Figure II-29.** (a) angle de contact en fonction de l'énergie de soudage ; (b) diagramme de contour de l'angle de contact des dépôts en fonction de Vd et Vf.

### Validation des dépôts

Comme le montre la **Figure II-30**, les ratios h/l obtenus ne peuvent satisfaire les critères qui sont, d'après la littérature [14], adaptés pour la fabrication additive.



Figure II-30. Fenêtre paramétrique d'utilisation du procédé (pointillé bleu) superposée aux critères géométriques h/l et angle de contact de Pickin et al. [14] (vert : critère conforme ; rouge : critère non conforme ; pointillés bleus : fenêtre d'utilisation).

Lors de la superposition, ces dépôts ont de forts risques d'être sujets à des effondrements. Cependant, on constate que, dans le cas de la vitesse de déplacement égale à 30 cm/min et de la vitesse de dévidage égale à 5,5m/min, l'angle de contact est proche de 90° et que l'aspect visuel du dépôt est également valide. Ces paramètres serviront donc par la suite à la réalisation d'une couche d'accroche permettant d'améliorer la mouillabilité et par conséquent la tenue mécanique de la première couche sur le substrat.

Les valeurs des paramètres consignes du cycle CMT-P associées aux points de fonctionnement conservés sont présentées dans le **Tableau II-5**. Une possibilité qui permettrait d'améliorer les caractéristiques géométriques des dépôts serait de modifier finement les paramètres de la synergie et notamment la proportion de cycle CMT et CMT-P dans le **Tableau II-5** CMT\_cycles et Puls\_cycles.

	Vd (cm/min)	30
	Vf (m/min)	5,5
	I_sc_wait (A)	50
	Vd_sc_wait (m/min)	30
СМТ	I_sc2	70
CIVIT	I_boost (A)	120
	t_I_boost (ms)	2
	CMT_cycles	1
	d_pulsup (A/s)	900
	tau_pulsup (ms)	0,08
	I_p1 (A)	476
	vd_pulscycle (m/min)	5
Dulcá	d_pulsdown (A/ms)	800
r uise	tau_pulsdown (ms)	0,2
	I_base (A)	70
	t_base (ms)	16
	t_p1 (ms)	0,63
	Puls_cycles	7
	Energie de soudage (J/mm)	290

 Tableau II-5. Paramètres et valeurs consignes associées aux points de fonctionnement conservés permettant des dépôts dans le mode de transfert CMT-P.

# Stabilité du cycle de transfert et vérification des paramètres électriques

Comme décrit plus tôt, le cycle de transfert CMT-P est caractérisé par l'association des deux modes de transfert : le CMT et le pulsé. On trouve donc les différents paramètres relatifs au mode CMT, que nous avons détaillés au cours de la caractérisation de la synergie AlMg4.5Mn, auxquels s'ajoutent les caractéristiques du mode pulsé. La phase d'impulsion ne produit pas de variation de la vitesse de dévidage du fil. En revanche, chaque impulsion est constituée d'un pic de courant associé à un pic de tension. Le mode de transfert hybride CMT-pulsé est donc également caractérisé par le nombre de cycles CMT et le nombre de cycles pulsés au cours du dépôt. Plus le nombre de cycles d'impulsion est important plus l'énergie développée sera élevée.



**Figure II-31.** (a) images prises par la caméra haute vitesse ; (b) intensité relevée par le capteur à effet Hall ; (c) tension relevée à l'aide de l'oscilloscope numérique.

En Figure II-31 (a), les images numérotées 1 et 2 correspondent respectivement aux phases d'attente et d'impulsion du cycle pulsé. Les images 3, 4 et 5 sont similaires à celles présentées en figure II-25 puisqu'il s'agit des phases caractéristiques du cycle CMT - respectivement la phase d'attente, de court-circuit et de réamorçage de l'arc électrique. Il est bien plus facile de vérifier le bon déroulement de la phase d'impulsion, car elle est composée d'un pic de tension associé à un pic d'intensité. Il est donc aisé de s'assurer de la stabilité du mode de transfert lorsque la hauteur de ces pics, la durée des pics et la fréquence d'apparition sont bien constantes comme présenté en Figure II-31 (b) et (c). De plus, il est possible de vérifier la présence de sept cycles d'impulsion pour un cycle CMT tel que demandé dans les paramètres.

# 4. Élaboration de parois minces

Cette partie est consacrée à l'étude de dépôts constitués de plusieurs couches superposées les unes sur les autres afin de former des « murs ». L'objectif est d'initier un travail concernant la réalisation de raidisseurs ou de formes quelconques dont les épaisseurs sont faibles par rapport aux deux autres dimensions. Le problème, qui se pose généralement, vient de l'accumulation de chaleur dans les murs en construction conduisant alors à des variations des paramètres de dépôt par distorsion du substrat ou dans le cas d'effondrements [17,31]. Nous tenterons donc de réaliser des dépôts réguliers à l'aide des paramètres déterminés lors du chapitre précédent. Par la suite, nous contrôlerons la santé matière par l'intermédiaire de radiographies aux rayons X (RX) et d'essais destructifs (coupes et observations métallographiques). Nous étudierons finalement la géométrie des pièces produites et les distorsions observées sur les substrats qui seront alors mesurées par stéréo-corrélation d'images.

Les murs que nous voulons produire, serviront à prélever des éprouvettes de traction pour les caractérisations mécaniques ainsi qu'à la campagne de caractérisations microstructurales. Ainsi, trois murs jumeaux ont été produits pour chacun des jeux de paramètres retenus. Un mur pour chaque jeu de paramètres sera employé pour le prélèvement d'éprouvettes de traction, un autre servira à produire des échantillons pour les analyses microstructurales et enfin, le dernier mur servira à la réalisation d'essais non destructifs (i.e. des analyses de contraintes résiduelles en diffraction des neutrons et des rayons X ainsi que des analyses de santé matière par radiographie X). Ces différents jeux de murs jumeaux ont permis de vérifier la répétabilité du procédé de fabrication (les mêmes hauteurs de couches ont été observées). Les murs fabriqués font 50 mm de haut et 200 mm de long. L'épaisseur des murs correspondra à la largeur des dépôts, imposée par les paramètres de dépôt.

# 4.1.Recherche de paramètres permettant la superposition de dépôts

# 4.1.1. Superpositions de 4 couches

La première étape de ce travail a été d'employer directement les paramètres retenus pour assurer la stabilité du dépôt pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT. Quatre dépôts ont été successivement superposés les uns sur les autres. Le temps de refroidissement a été adapté à chaque jeu de paramètres de sorte à garantir un retour à la température initiale de 20 °C entre deux dépôts. Ce temps ne dépasse pas 40 s quel que soit le jeu de paramètres utilisé. La hauteur du dépôt a été mesurée entre couches à l'aide d'un pied à coulisse. La hauteur de la torche de soudage a été adaptée en fonction de cette hauteur de couche mesurée de sorte à garantir la même distance entre la pièce et la torche de soudage. La Figure II-32 présente des macrographies de la surface des murs déposés. Sur cette image, on constate que la totalité des dépôts semble respecter les critères d'aspect que nous avons vus plus tôt lors des dépôts mono-couches. Seule la vitesse de déplacement de 100 cm/min, qui satisfaisait le critère concernant la stabilité de la hauteur des dépôts (régularité) lors des dépôts mono-couches, ne le respecte plus ici. Il semblerait que des phénomènes absents lors des dépôts des cordons mono-épaisseur apparaissent lorsque l'on commence à empiler verticalement les dépôts. Il semblerait que le phénomène de « humping » qui n'a pu être observé sur un dépôt mono-couche, étant trop faiblement marqué, se soit amplifié au cours de la superposition (humps en "accord de phase") générant les ondulations caractéristiques observées en Figure II-32. Un début de « humping » est observé pour la vitesse de déplacement de 80cm/min, toutefois les paramètres ont tout de même été conservés.



Figure II-32. Macrographies de la surface des dépôts composés de la superposition de 4 couches.

Des coupes transverses de ces murs formés de 4 couches ont été réalisées et sont présentées en **Figure II-33**. On observe que la vitesse de déplacement de 20 cm/min ne permet pas d'ériger un mur. Effectivement, en raison des effondrements observés, la hauteur de ce mur est restée la même après deux couches. Les autres paramètres ont permis d'élaborer des constructions dont la hauteur augmente après chaque couche. Des observations réalisées après un polissage succinct ont été menées à l'aide d'un microscope optique et elles n'ont pas permis de détecter de porosités dans les dépôts.



Figure II-33. Observations macroscopiques en coupe des dépôts composés de la superposition de 4 couches.

# Températures

Après avoir éliminé les jeux de paramètres qui ne permettent pas d'ériger des parois fines, nous avons étudié les températures atteintes au cours des dépôts. Les températures perçues par le substrat ont été mesurées à l'aide de thermocouples. Ces mesures des températures ont pour objectifs de connaître l'influence du procédé ainsi que des différents jeux de paramètres de fabrication sur le matériau. Les thermocouples insérés à l'intérieur des substrats nous renseignent sur la température atteinte par la matière sous-jacente au dépôt. Les thermogrammes relevés lors des essais pour les conditions retenues sont présentés sur la **Figure II-34**. On constate, du fait de l'accumulation thermique dans le substrat que la température atteinte par le thermocouple numéro trois qui correspond à la fin de dépôt est systématiquement

supérieure aux deux autres. Pour les essais à vitesses de déplacement égales à 20 et 60 cm/min, les fils de chromel et d'alumel du thermocouple numéro deux se sont désolidarisés au cours de l'essai et les valeurs correspondantes ne sont par conséquent pas représentées. Les valeurs relevées sont également sujettes à un biais en ce qui concerne la position exacte du thermocouple par rapport à l'axe de dépôt. Effectivement, des trous de diamètre 1,2 mm ont été percés sous la surface de dépôt. Les fils constituant le thermocouple sont de diamètre très faible par rapport au trou (0,2 mm). Par conséquent, sa position à l'intérieur du trou est approximative. De plus, comme nous l'avons vu précédemment, des paramètres déployant une énergie de soudage importante (vitesse de déplacement lente par exemple) permettent d'améliorer la pénétration du dépôt. La température alors vue par le thermocouple sous-jacent est supérieure car il est alors plus proche de la zone fondue (puisque la pénétration est plus importante). Pour Vd = 60 cm/min, le dédoublement du pic de chaleur associé au thermocouple numéro trois n'est pas expliqué ; il peut provenir d'une perte de signal. Pour Vd = 80 cm/min, les courbes affichent des formes particulières. Il est possible que le signal relevé par le thermocouple ait été perturbé par le passage de l'arc électrique à proximité. De plus, comme pour les mesures issues du dépôt réalisé à la vitesse de 60 cm/min, nous constatons une perte de signal ainsi qu'une valeur fixe à 24°C après environ 47 s. Les températures perçues par le substrat au cours du dépôt ont également été relevées pour le dépôt réalisé avec le cycle de transfert CMT-P. Le thermogramme correspondant peut être consulté en Figure II-34.



Figure II-34. Thermogrammes associés aux différentes conditions de fabrication retenues.

Sur les différents graphiques présentés en Figure II-34, nous avons relevé la température maximale atteinte pour chacun des jeux de paramètres des deux synergies retenues ainsi que le temps nécessaire afin de revenir à la température initiale de 20°C ; ces résultats sont regroupés sur la Figure II-35 sur laquelle les valeurs obtenues pour la synergie utilisant le mode de transfert pulsé sont représentées par des losanges. Les valeurs qui n'ont pu être mesurées à cause des pertes des signaux des thermocouples ont été obtenues par extrapolation sur les graphiques : elles sont représentées par des triangles sur la Figure II-35. On constate que plus l'énergie de

soudage est élevée, plus la température maximale atteinte par le thermocouple est importante. Il en va de même pour la durée de retour à 20°C après le passage de la torche : plus l'énergie déployée est élevée, plus la durée pour revenir à 20°C est importante.



**Figure II-35.** Température maximale atteinte ainsi que le temps nécessaire afin de revenir à la température initiale de 20°C en fonction de l'énergie de soudage déployée.

### 4.1.2. Pré-dépôts

Dans le cas du mode de transfert CMT, les températures atteintes sont plus faibles que dans le cas du mode de transfert CMT-P (Figure II-35). On observe, sur les coupes transverses de ces dépôts (Figure II-36), que l'angle de contact de la première couche avec le substrat est systématiquement un angle aigu traduisant un manque d'accroche de cette première couche avec le substrat (largeur plus faible à l'endroit du contact conduisant à une résistance mécanique également plus faible). Ce manque d'accroche vient d'un apport de chaleur insuffisant et d'une vitesse de refroidissement de la première couche plus rapide que pour le reste de la pièce. Ces éléments entraînent un temps de solidification plus court et conduisent à une augmentation de la hauteur et à une diminution de la largeur et de la pénétration du dépôt. Ces observations sont cohérentes avec la littérature [31]. Cette réduction de l'adhérence entre la première couche et le substrat, combinée à de fortes contraintes résiduelles s'accumulant au fur et à mesure des couches déposées, peut entraîner une décohésion entre le dépôt et le substrat. Ce phénomène a été observé comme le montre la Figure II-36 (a) lors de la fabrication de certains murs. Il faut donc éviter la formation d'un étranglement en ajustant la vitesse de dépôt des premières couches [38,40]. Une première couche d'adhésion a donc été déposée avec la synergie AlMg5 utilisant le mode de transfert CMT-P qui a démontré, lors des essais présentés précédemment, sa capacité à produire des dépôts dont l'angle de contact est proche de 90°. Cette dernière a permis d'empêcher le rétrécissement au contact substrat/mur et ainsi la décohésion du substrat et du dépôt. Cette couche d'accroche est présentée en Figure II-36 (b).



Figure II-36. (a) mur sans l'emploi d'une couche d'adhésion : présence de décohésion ; (b) mur élaboré avec une couche d'adhésion en CMT-P.

D'autres essais ont été mis en place afin d'améliorer la mouillabilité du premier dépôt sans changer de synergie de dépôt (préchauffage du substrat au travers de différentes sources de chaleurs). On notera que les essais de préchauffage à l'aide d'un second arc électrique produit par un procédé TIG précédant la torche MIG pourraient conduire à d'excellents résultats. Les essais n'ont cependant pas été poussés plus avant, ne faisant pas partie des objectifs principaux de cette étude.

# 4.1.3. Stratégie de fabrication

Dans le cas du procédé WAAM, le choix de la stratégie de construction d'une pièce en vue de son élaboration est particulièrement important car il conditionne, notamment, les propriétés microstructurales ainsi que les caractéristiques géométriques des ébauches produites. Cette étape consiste à définir la séquence de superposition des couches qui va conduire à l'obtention de la pièce en 3D. Dans notre cas, la stratégie de fabrication est programmée manuellement, nous n'aurons donc pas accès à des stratégies de fabrication trop complexes. Pour s'affranchir des problématiques d'amorçage et d'extinction de l'arc électrique qui conduisent à des instabilités sur les dépôts, on retrouve dans la littérature des études dans lesquelles un dépôt circulaire est réalisé [33,34]. Cette géométrie n'est pas idéale pour la réalisation d'éprouvettes de traction et nous avons donc opté pour la réalisation de parois minces de forme parallélépipédique.

Pour fabriquer des murs par la superposition de cordons, deux stratégies simples sont possibles :

- Stratégie alternée : cette stratégie consiste à alterner la direction de dépôt à chaque couche, ce qui donne la possibilité de déposer de la matière en continu au travers des différentes couches sans stopper la construction tel que schématisé en Figure II-37 (a).
- Stratégie unidirectionnelle : la stratégie unidirectionnelle, décrite en Figure II-37 (b), est définie par l'utilisation d'une même direction de dépôt tout au long de la construction. Ceci oblige donc à ramener la torche de dépôt en position initiale entre chaque couche. Ce temps supplémentaire employé pour ramener la torche au point initial peut être vu comme une perte de temps mais il peut également permettre le refroidissement de la matière déposée.



Figure II-37. Représentation schématique des stratégies de fabrication (a) unidirectionnelle ; (b) alternée.

Bien que nous ne nous soyons pas intéressés aux extrémités des dépôts, des phénomènes particuliers se produisent lors de l'amorçage et de l'extinction de l'arc qui participent à la géométrie générale de l'ébauche finale. Lors de la planification des trajectoires de dépôt, il est également possible de prévoir des épargnes (ou martyres) qui serviront à amorcer et à éteindre l'arc électrique. Cependant, il est intéressant de comprendre la cause de ces phénomènes et d'expliquer les morphologies spécifiques que l'on peut attendre venant des ébauches issues de ces deux stratégies. Différents travaux de la littérature [17,35] montrent que l'amorçage de l'arc électrique correspondant au début du dépôt présente un surplus de matière, tandis que l'extinction de l'arc, qui vient avec la fin du dépôt, est associé à un manque de matière. La **Figure II-38** (a) montre par exemple un surplus de matière en début de dépôt et la **Figure II-38** (b) un manque de matière en fin de dépôt observés lors du dépôt d'un alliage d'aluminium de la série 4000 en WAAM par Ortega et al. [17]. La **Figure II-38** (c) expose un dépôt réalisé dans le cadre de notre étude qui présente les mêmes spécificités géométriques.



**Figure II-38.** (a) surplus de matière en début de dépôt [17] ; (b) manque de matière en fin de dépôt [17] ; (c) dépôt réalisé dans le cadre de notre étude présentant des caractéristiques similaires en début et fin de dépôt.

Le premier défaut se caractérise par une accumulation irrégulière de matière au début du cordon, reliée au reste du cordon par un étranglement (Figure II-38 (a)). Ortega [17] a montré que le surplus de matière initial, qui s'apparente à une goutte, présente un mauvais mouillage sur le substrat. Il explique que la température appliquée au substrat ne permet pas à la goutte de s'étaler. Celle-ci se solidifie donc instantanément lors de son contact avec le substrat. Le manque de matière en fin de dépôt (Figure II-38 (b)) est dû à un manque d'apport de matière au niveau de la position de la torche. Effectivement, en fin de dépôt, la goutte qui va se déposer à l'état liquide vient se joindre au bain de fusion qui se situe derrière la position finale de la torche. La Figure II-39 (a) montre un mur élaboré par Zhang et al. [35] à l'aide de la stratégie unidirectionnelle et expose l'accumulation des manques de matière en fin de dépôt et surplus de matière en début de dépôt dans le cas de la stratégie unidirectionnelle. Lors de la superposition de dépôts et afin de compenser ces irrégularités, Zhang et al. [35] proposent d'effectuer des allers et retours entre les dépôts successifs (stratégie de dépôt alternée). Ainsi, le manque de matière du dépôt précédent est comblé par le surplus de matière du dépôt suivant comme indiqué en Figure II-39 (b).



Figure II-39. Mur élaboré par Zhang et al. [35] : (a) stratégie unidirectionnelle ; (b) stratégie alternée.

C'est la raison pour laquelle la stratégie alternée est très largement étudiée alors que la stratégie unidirectionnelle est plus souvent laissée de côté [10,21,32,36-40]. Il existe des paramètres supplémentaires propres au poste de soudage qui permettent d'ajuster l'amorçage et l'extinction de l'arc afin d'améliorer les géométries produites en début et en fin de dépôt. Le mode "deux temps spécial" qui consiste à adapter l'énergie de soudage en début et en fin de dépôt a notamment été étudié. Cependant, même l'emploi de ces paramètres spécifiques ne permet pas de totalement compenser ces phénomènes. On considérera donc qu'une partie de la matière déposée lors de l'amorçage ainsi que de l'extinction de l'arc sera perdue car inutilisable. Bien que la production de murs avec ces deux stratégies entraîne des défauts d'aspect, ces deux stratégies de dépôt (alternée et unidirectionnelle) ont été étudiées afin de comprendre comment elles influencent les caractéristiques microstructurales dans une pièce. Dinda et al. [41] ont par exemple montré à l'aide d'un procédé laser présenté en Figure II-40 (a), que les stratégies unidirectionnelle et alternée (Figure II-40 (b)) ne donnent pas la même microstructure globale. En effet, le changement de direction de solidification dans le cas de la stratégie alternée produit deux directions de croissance pour les grains. Plus récemment, Yehorov et al. [42] ont également étudié ce phénomène en WAAM. Les résultats concernant les microstructures obtenues sont décrits en Figure II-40 (c) pour la stratégie unidirectionnelle et Figure II-40 (d) pour la stratégie alternée. Des observations similaires ont été faites dans le cadre de ce travail et elles seront présentées dans le chapitre 3.



**Figure II-40.** Analyses EBSD des microstructures issues de DED-L par Dinda et al. [41] (a) stratégie unidirectionnelle ; (b) stratégie alternée. Microstructures issues de WAAM observées par Yehorov et al. [42] (c) stratégie unidirectionnelle ; (d) stratégie alternée.

### 4.1.4. Évolution de la hauteur de couche au cours du dépôt

Le second paramètre à programmer dans la stratégie de construction est la hauteur de translation suivant l'axe Z qui définit la hauteur de torche après chaque couche afin de conserver une hauteur d'arc et un stick-out constants au cours de la construction. Cette translation de la torche doit en effet correspondre à la hauteur du cordon déposé, sinon la distance entre le tube contact et la surface varie. De faibles modifications de cette distance entre le tube contact et la surface de travail conduisent à la variation des paramètres énergétiques et la géométrie des dépôts s'en trouve changée. Ils deviennent plus larges et moins hauts si cette distance tube contact/surface augmente [17]. La hauteur des murs a donc été mesurée couche après couche au centre du dépôt avec un pied à coulisse numérique Mitutoyo 500 pour chacun des jeux de paramètres retenus. Les valeurs de hauteur mesurées ont été appliquées sous forme de translation suivant l'axe Z couche après couche pour suivre exactement la hauteur déposée. Le premier mur a été déposé avec la vitesse de déplacement de la torche de dépôt la plus faible, soit 40 cm/min. Pour ce premier essai, la stratégie alternée a été employée.

La Figure II-41 (a) montre la hauteur de chacune des couches et le déplacement suivant l'axe Z correspondant paramétré dans le programme de fabrication. On constate en Figure II-41 (b) que la hauteur du dépôt croît de façon linéaire avec le nombre de couches. L'ordonnée à l'origine de cette fonction correspond à la hauteur de la couche de pré-dépôt et le coefficient directeur correspond à la hauteur moyenne de couche. Il est donc possible d'utiliser les paramètres de cette fonction afin de programmer la fabrication. Par la suite, la hauteur de pré-dépôt ainsi que la hauteur moyenne ont donc été insérées dans le programme de dépôt, la durée de refroidissement permettant de revenir à 20°C a également été paramétrée.



Figure II-41. (a) valeurs de translation et hauteur réelle de couche ; (b) évolution de la hauteur du mur en fonction du nombre de couches.

La Figure II-42 montre les résultats obtenus après la programmation des hauteurs de pré-dépôt et de la hauteur moyenne dans la stratégie de fabrication pour la réalisation de parois minces. La différence entre ces deux valeurs correspond donc à l'écart entre le tube contact et la surface sur laquelle le matériau doit être déposé. On observe que, malgré des écarts entre la valeur programmée et la valeur réellement déposée mesurée au pied à coulisse, la hauteur du mur varie toujours de façon linéaire (Figure II-42 (b)). Ces fluctuations ne semblent donc pas impacter le procédé ou semblent être compensées par la variation de la hauteur d'arc.



**Figure II-42.** (a) valeurs de translation et hauteur réelle de couche ; (b) évolution de la hauteur du mur en fonction du nombre de couches après la programmation des hauteurs de pré-dépôt et de la hauteur moyenne dans la stratégie de fabrication.

Une autre façon de s'assurer de la stabilité du procédé au cours du dépôt est de suivre les paramètres électriques principaux relevés sur toute la durée du dépôt. Dans ce cas, une intégration est réalisée de sorte à passer des valeurs des paramètres électriques prises en temps réel au cours de chaque dépôt aux valeurs moyennes calculées sur l'intégralité d'un seul dépôt. Ces résultats sont présentés en Figure II-43.



Figure II-43. (a) intensité en fonction du nombre de couches ; (b) tension en fonction du nombre de couches ; (c) représentation schématique du mur en coupe.

La Figure II-43 (c) est une représentation schématique du mur vue en coupe transversale. Les Figure II-43 (a) et (b) montrent respectivement les valeurs moyennes d'intensité et de tension en fonction du nombre de couches. Ces valeurs sont constantes ainsi que leurs maxima et minima dans toute la hauteur du mur ; ce qui témoigne de la bonne stabilité du procédé.

# 4.2. Réalisation de murs avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT

Pour chaque stratégie, trois murs, iso-paramètres, ont été produits afin de mettre en évidence la répétabilité du procédé. La **Figure II-44** montre la variation de la hauteur des dépôts en fonction du nombre de couches programmées à l'aide des paramètres de la fonction linéaire établie plus tôt pour les trois échantillons jumeaux produits avec les paramètres : Vd = 40 cm/min, HI = 109 J/mm pour la stratégie alternée. Comme précédemment, la variation de la hauteur du dépôt en fonction du nombre de couches est linéaire.



Figure II-44. Évolution de la hauteur des murs en fonction du nombre de couches – stratégie alternée – Vd = 40 cm/min - HI = 109 J/mm.

Pour chacun des murs réalisés de manière automatisée à l'aide des paramètres vus précédemment, la hauteur du mur a été mesurée couche après couche (**Figure II-44**). Cette figure montre qu'une relation linéaire peut être trouvée entre la hauteur de la couche et le nombre de couches, ce qui témoigne de la stabilité du procédé tel que décrit dans la littérature [17]. La hauteur moyenne de dépôt permet donc effectivement d'automatiser la fabrication additive. On constate également en **Figure II-44** qu'au cours de l'élaboration des 3 murs, la variation de hauteur de couche en fonction du nombre de couches est très proche d'un mur à l'autre. Cela démontre la bonne répétabilité du procédé. L'évolution de la hauteur du mur en fonction du nombre de couches a été évaluée expérimentalement pour l'ensemble des 3 jeux de paramètres retenus (un jeu de paramètres pour chacune des vitesses de déplacement de la torche de 40 cm/min, 60 cm/min et 80 cm/min) ainsi que pour les deux stratégies de fabrication (unidirectionnelle et alternée). Les résultats sont présentés en **Figure II-45**.



Figure II-45. Évolution de la hauteur du mur en fonction du nombre de couches pour les différents paramètres retenus en CMT et les deux stratégies de fabrication.

Sur la **Figure II-45**, on remarque que pour l'ensemble des paramètres déterminés plus tôt, l'évolution de la hauteur avec le nombre de couches empilées est toujours linéaire. La stratégie unidirectionnelle produit également des dépôts dont la variation de hauteur au centre est linéaire. Il est cependant intéressant de rappeler que la hauteur a été mesurée au centre ; ces murs donnant lieu à des surplus de matière en début de dépôt ainsi qu'à des manques de matière en fin de dépôt tels que l'on peut le constater en **Figure II-46** (b).


Figure II-46. Morphologie générale des dépôts (a) stratégie alternée ; (b) stratégie unidirectionnelle.

L'évolution de la hauteur de couche semble être la même quelle que soit la stratégie de fabrication (alternée ou unidirectionnelle). En revanche, plus l'énergie déployée est élevée au cours du dépôt, plus la hauteur de couche est importante. Les valeurs moyennes de hauteur de couches issues des équations de droite données en **Figure II-45** pour chacune des configurations sont rapportées dans le **Tableau II-6**. Les jeux de paramètres pour lesquels l'énergie déployée est élevée est élevée permettent de déposer des couches plus hautes. D'après ce tableau, il paraît donc avantageux d'employer des énergies de soudage « élevées » afin de produire plus rapidement des ébauches.

Stratégie	Vd (cm/min)	Vf (m/min)	Energie (J/mm)	Hauteur moyenne de couche (mm)
	40	3,8	109	2,29
Alternée	60	4,2	76	1,79
	80	4,6	63	1,57
	40	3,8	109	2.24
Unidirectionnelle	60	4,2	76	1,94
	80	4,6	63	1,55

 Tableau II-6. Hauteur moyenne de couche en fonction des paramètres et des stratégies de fabrication pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT.

## 4.3. Réalisation de murs en synergie utilisant le mode de transfert CMT-P

Bien que nous ayons montré précédemment que la synergie AlMg5 utilisant le mode de transfert CMT-P générait des effondrements, nous avons tout de même tenté de produire des murs avec celle-ci. Le but étant de caractériser également le matériau déposé de sorte à comprendre l'impact d'une énergie de dépôt plus élevée sur les microstructures et sur le comportement mécanique.



Figure II-47. Évolution de la hauteur du mur en fonction du nombre de couches pour les paramètres retenus avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P et pour les deux stratégies de fabrication.

Ainsi, tout comme pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT, nous avons mesuré à chaque couche la hauteur déposée. Malgré l'emploi d'un temps de refroidissement adaptatif qui a permis au substrat de revenir à la température ambiante entre chaque cordon déposé, on constate sur la **Figure II-47** que la hauteur de couche n'est pas la même à chaque dépôt. L'effondrement de la hauteur de couche se manifeste sur la courbe décrivant l'évolution de la hauteur en fonction du nombre de couches (**Figure II-47**) par l'apparition d'une rupture de pente. Passée une certaine hauteur (i.e. en s'éloignant de l'échangeur thermique sur lequel est bridé le substrat), la chaleur accumulée ne peut être évacuée suffisamment vite causant l'effondrement des dépôts ultérieurs (élargissement et diminution de la hauteur). Ce phénomène conduit à une augmentation de la largeur des couches ainsi que du nombre de couches nécessaire pour atteindre la hauteur souhaitée. Des murs ont cependant pu être produits. Les valeurs moyennes de hauteur de couches prises sur la totalité du mur sont rapportées dans le **Tableau II-7**.

Stratégie	Vd (cm/min)	Vf (m/min)	Énergie (J/mm)	Hauteur moyenne de couche (mm)
Alternée	30	5,5	290	2,44
Unidirectionnelle	30	5,5	290	2,39

 Tableau II-7. Hauteur moyenne de couche en fonction des paramètres de fabrication et des stratégies de fabrication pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P.

# 5. Santé matière et conformité des dépôts

Afin de valider l'étape de fabrication, des contrôles systématiques ont été menés sur nos échantillons. L'objectif de cette partie est de déterminer les géométries réellement produites par rapport aux attentes ainsi que de déterminer la présence ou non de défauts visibles à l'échelle macroscopique.

## 5.1.Contrôle visuel

Après le contrôle visuel, illustré sur la **Figure II-48**, réalisé sur l'ensemble des murs produits, nous avons constaté que seule la stratégie unidirectionnelle avec Vd = 80 cm/min produit des fissures débouchantes alignées dans la direction de croissance des grains (**Figure II-49**). Ces fissures se sont formées à partir, approximativement, de la 15<sup>ième</sup> couche déposée et elles ont été observées après le refroidissement.



Figure II-48. Macrographies des murs au cours du contrôle visuel.



**Figure II-49.** Fissures débouchantes observées sur le mur réalisé avec le mode de transfert CMT – Vd = 80 cm/min – Stratégie unidirectionnelle.

Quelques résultats de l'examen menés au MEB sont présentés en **Figure II-50**. Nous avons décelé la présence de structures de solidification (dendrites) à l'intérieur des fissures. Il semblerait donc que ces conditions de fabrication conduisent à l'apparition de fissuration à chaud. Les conditions thermiques, ainsi que la direction de croissance des grains identique entre chaque couche a favorisé le phénomène de fissuration à chaud. Par la suite, cette condition de fabrication n'a donc pas été retenue.



Figure II-50. Images réalisées en microscopie électronique à balayage de l'un des faciès de rupture du mur CMT - Vd = 80 cm/min - Stratégie unidirectionnelle.

## 5.2. Géométries des pièces produites

## 5.2.1. Géométries des dépôts

Pour l'ensemble des conditions sélectionnées, nous avons constaté que les deux stratégies produisent des défauts de forme dans les zones d'amorçage et d'extinction de l'arc électrique. Ces zones aux géométries irrégulières sont donc inutilisables pour la réalisation de pièces. La **Figure II-51** (a) présente des photographies des murs produits ainsi qu'un schéma qui décrit la géométrie utile des murs produits (en blanc) ainsi que les zones inutilisables qui doivent être enlevées (en hachuré) pour la stratégie alternée et (b) pour la stratégie unidirectionnelle.



Figure II-51. Schémas des dimensions effectives principales des murs pour (a) la stratégie alternée ; (b) la stratégie unidirectionnelle.

Sur les schémas en Figure II-51, nous avons repéré les dimensions principales des murs se référant uniquement aux zones utilisables, à savoir : la longueur effective notée *Le* et la hauteur effective, *He*. Ces valeurs ont été mesurées sur les trois murs fabriqués avec chacun des jeux de paramètres retenus. Le nombre de couches déposées a été ajusté de sorte à ce que la hauteur effective des murs dépasse 50 mm. Les résultats sont reportés dans le Tableau II-8.

Stratégie	Mode de transfert	Vd (cm/min)	Énergie de soudage (J/mm)	Longueur effective (mm)	Épaisseur (mm)	Hauteur effective (mm)	Nombre moyen de couches
	-	40	109	166,7	6,2	50,1	23,7
Altornáo	CMT	60	76	162,3	5,4	50,1	28,7
Alternee		80	63	164,0	4,9	50,5	31,0
	CMT-P	30	290	138,0	9,7	51,3	20,3
Unidirectionnelle	-	40	109	164,3	6,2	50,4	23,0
	CMT	60	76	135,3	5,4	50,2	26,3
		80	63	133,0	5,0	50,3	31,3
	CMT-P	30	290	174,0	9,8	51,6	20,7

 Tableau II-8. Dimensions principales des murs se référant uniquement aux zones utilisables en fonction des paramètres de fabrication et des stratégies de fabrication.

Il est intéressant de noter que la stratégie alternée permet d'obtenir les longueurs effectives les plus importantes, toujours un peu supérieures à 160 mm - sur les 180 mm visés initialement - alors que la stratégie unidirectionnelle permet rarement de dépasser 130 mm utilisables. On notera aussi que pour les énergies de soudage plus importantes, l'épaisseur des murs est systématiquement supérieure. De la même façon, le nombre de couches permettant d'obtenir la hauteur souhaitée de 50 mm est plus faible ce qui signifie que la hauteur moyenne des couches est plus importante.

L'épaisseur apparente mesurée à l'extérieur des murs ne suffit cependant pas à déterminer l'épaisseur de la pièce finale. Effectivement, la surface des murs présente des ondulations provenant de la forme des cordons superposés. La notion d'épaisseur effective, introduite par Kazanas et al. [19], décrit l'épaisseur constante maximale qui peut être observée lorsque l'on retire ces ondulations de matière. Cette épaisseur, qui peut donc être obtenue après usinage, peut être observée sur des vues en coupe transversale des murs telles que celle présentée en **Figure II-52**.



Figure II-52. Ondulations de surface et épaisseur effective (Ee).

L'ensemble des vues en coupe sur lesquelles sont représentées les épaisseurs effectives mesurées sont disponibles en **Annexe 4**. Les épaisseurs effectives mesurées sont reportées dans le **Tableau II-9**.

Stratégie	Mode de transfert	Vd (cm/min)	Énergie de soudage (J/mm)	Épaisseur (mm)	Épaisseur effective (mm)	Amplitude des ondulations de surface (mm)
	CMT	40	109	6,2	5	1,2
Altornáo		60	76	5,4	2,3	3,1
Allemee		80	63	4,9	2,9	2,0
	CMT-P	30	290	9,7	7,8	1,9
	CMT	40	109	6,2	4,7	1,5
Unidirectionnelle		60	76	5,4	4,3	1,1
		80	63	5,0	2,8	2,2
	CMT-P	30	290	9.8	8	1.8

**Tableau II-9.** Épaisseur effective *Ee* et amplitude maximale des ondulations de surface pour les différents paramètres et pour les deux stratégies de fabrication.

D'un point de vue géométrique, il est préférable d'employer des vitesses de dépôt faibles afin de limiter l'amplitude des ondulations et ainsi réduire la perte de matière nécessaire à l'obtention d'une surface lisse en usinage. Si l'on souhaite obtenir des épaisseurs plus importantes, on préférera alors les paramètres dont l'énergie est supérieure car les épaisseurs effectives obtenues sont plus importantes. Concernant les stratégies de construction, la stratégie alternée permet d'atteindre des longueurs efficaces supérieures et elle permet aussi la conservation d'une plus grande quantité de matière utilisable. On préférera également un mode de transfert pulsé qui produit des ondulations de surface de plus faible amplitude. En revanche, le choix de la stratégie de fabrication ne semble pas avoir d'influence significative sur l'épaisseur effective *Ee* et l'amplitude des ondulations.

## 5.2.2. Distorsions des substrats

L'analyse des distorsions produites au cours du procédé de dépôt par WAAM est une des préoccupations principales dans le cadre d'applications industrielles. Tout comme cela se fait dans le domaine du soudage, l'étude des distorsions est souvent réalisée sur des prototypes à plus petite échelle ou sur des maquettes numériques, demandant souvent des vérifications expérimentales pour être représentatives [27]. Dans notre cas, nous ne modéliserons pas le lien entre contraintes et déformations. Cependant, les données recueillies, concernant les distorsions observées pour les différents jeux de paramètres de dépôt retenus, sont disponibles dans la section suivante.

Les distorsions sont généralement le résultat d'un ensemble de mécanismes physiques tels que les effets induits par l'histoire thermique de la pièce en corrélation avec le comportement structural de l'assemblage [43] et les propriétés des matériaux. Comme dans le cas du soudage, lors de la fabrication additive arc-fil, les différentes distorsions observées sont associées à des incompatibilités de déformations au cours du refroidissement entre le dépôt et le reste de la structure. Le substrat bridé ne subit pas la même histoire thermique, les mêmes changements de phase et les mêmes efforts mécaniques que le dépôt. Des distorsions apparaissent alors dans les différentes directions de l'espace tel que schématisé en **Figure II-53**.



**Figure II-53.** Schéma du phénomène de distorsion dans le cadre d'un dépôt (a) lors de l'opération de dépôt ; (b) lors du refroidissement entraînant le retrait du dépôt ; (c) et lors du débridage.

Le principe d'établissement des contraintes et des distorsions après une opération de fabrication additive est très complexe et met en jeu de nombreux phénomènes physiques. Une liste non exhaustive des interactions entre les évolutions thermiques, métallurgiques et mécaniques du matériau lors du soudage issue des travaux de Brahim [44] est donnée ci-dessous :

- Le champ de température provoque des transformations de phases et des modifications microstructurales.
- L'absorption et le dégagement des chaleurs latentes fait varier le champ de température. En outre, les propriétés thermiques changent en fonction de l'état métallurgique local (ZF, ZAT...).
- Les propriétés élastiques et plastiques du matériau, varient avec les modifications des compositions chimiques et de la métallurgie. De plus, aux déformations thermiques s'ajoutent les déformations liées aux transformations de phases.
- Les états de contraintes font varier les cinétiques des évolutions microstructurales et les températures auxquelles elles interviennent.
- Le champ de température provoque des déformations thermiques liées à la dilatation de la matière. D'autre part, les propriétés mécaniques sont fonction de la température.
- Les déformations mécaniques, qui s'accompagnent par un dégagement de chaleur (dissipation intrinsèque), font varier les conditions thermiques (gain et perte de chaleur).

Lors de la réalisation de parois minces, le cumul de couches amplifie ces phénomènes jusqu'à observer des distorsions de plusieurs millimètres. Le comportement du dépôt face aux distorsions dépend de la configuration au cours de la fabrication et plus particulièrement du chargement et des conditions de bridage au cours du refroidissement [45]. Les paramètres employés, et notamment l'énergie de soudage, jouent également un rôle sur ces distorsions [46]. La **Figure II-54** est une représentation schématique des distorsions hors plan observées après débridage des supports de murs. Les distorsions principalement observées sont des distorsions en flexion hors plan et sont nommées D sur la **Figure II-54**.



Figure II-54. Schéma des distorsions hors plan observées lors de la réalisation de parois minces (a) avant débridage (pas de distorsion) et (b) après débridage.

Les techniques optiques de quantification des champs de déplacements ou de déformations sont largement utilisées en mécanique expérimentale. En raison de sa simplicité et de sa polyvalence, la méthode par corrélation d'images numériques DIC est la plus couramment utilisée [47]. Cette méthode est utilisée avec une seule caméra (DIC standard) pour mesurer des champs de déplacements / déformations plan sur des objets plans ou avec deux caméras (3-D Digital Image Correlation) pour mesurer des champs de déplacement hors plans (3D). Pour plus de détails sur cette technique, le lecteur peut se référer à l'ouvrage de Cloud [47]. C'est cette dernière méthode qui a été employée afin de mesurer les déformations D. Le schéma de principe de la mesure est exposé en **Figure II-55**.



Figure II-55. Schéma de principe des mesures de distorsions hors plan par 3-D DIC.

Les mesures des distorsions ont été réalisées sous le substrat correspondant au plan (X-Y) et permet de relever les déformations hors plans (suivant la direction Z). Pour ce faire, les échantillons ont été placés sur un support et un mouchetis a été appliqué sur la surface inférieure du substrat. Les images relevées par deux caméras (Figure II-55) permettent de retracer la courbure du substrat. Des champs de déformation homogènes ont été relevés le long de la direction Y. Par la suite, un traitement des données a donc été mis en place afin de conserver uniquement la distorsion mesurée sur la ligne centrale de l'échantillon, représentée en pointillés rouges sur la Figure II-55. Les courbures mesurées ainsi que les valeurs maximales de distorsion D aux extrémités des substrats sont disponibles en Figure II-56.



Figure II-56. Courbures des substrats mesurées par corrélation d'image pour les différentes conditions de dépôt étudiées.

Les valeurs de D mesurées en fonction des paramètres de fabrication sont rapportées dans le **Tableau II-10**. Dans la gamme d'énergie de soudage étudiée, on constate que les distorsions du substrat sont très proches d'un échantillon à l'autre. De la même façon, aucune différence significative n'est observée entre les deux stratégies de fabrication.

Stratégie	Vd (cm/min)	Synergie	Énergie de soudage (J/mm)	Distorsions (mm)
	40		109	0,60
Altomás	60	CMT	76	0,66
Alternee	80		63	0,59
	30	CMT-P	290	0,64
	40		109	0,61
Unidiractionnalla	60	CMT	76	0,62
Undirectionnelle	80		63	0,57
	30	CMT-P	290	0,65

Tableau II-10. Distorsions observées pour les différents jeux de paramètres et stratégies de fabrication étudiés.

- 5.3.Santé matière
  - 5.3.1. Porosités

A l'échelle macroscopique, une première vérification a été effectuée de sorte à s'assurer de l'absence de porosités après le dépôt. Ces premières observations à la loupe binoculaire au grossissement  $\times 10$  n'ont pas permis de déceler de macroporosités (de quelques millimètres de diamètre) et ne permettent donc pas d'identifier de conditions de fabrication inadéquates parmi celles utilisées.



Figure II-57. Macrographies des murs déposés vus en coupe transversale.

Des examens à l'échelle microscopique ont également été menés sur les coupes des murs afin d'évaluer la quantité de porosités allant jusqu'à des tailles de quelques micromètres ainsi que la taille maximale de ces porosités. Les micrographies associées à une vitesse de dépôt de 40 cm/min sont présentées en **Figure II-58**. Les micrographies pour les autres conditions de fabrication sont disponibles en **Annexe 5**. Sur la **Figure II-58**, au grossissement ×25, les éléments circulaires noirs sont des porosités. Les points noirs observés au grossissement ×1000 sont des artefacts liés au polissage de l'échantillon. Nous n'avons pas trouvé de porosités au grossissement intermédiaire (×100) ni de microporosités au grossissement le plus fort (×1000) en dehors de celles observées à faible grossissement.



**Figure II-58.** Micrographies des murs vus en coupe transversale à différents grossissements pour les deux stratégies de fabrication et les jeux de paramètres correspondants à Vd = 40 cm/min.

Les analyses d'images effectuées à l'aide du module Trainable Weka Segmentation du logiciel Figy® ont permis de mesurer les diamètres des porosités observées ainsi que le taux surfacique de porosités. Ces données ont été mesurées sur 5 images, prises à différentes hauteurs dans l'échantillon puis moyennées. L'histogramme en **Figure II-59**, fait apparaître les diamètres de porosités mesurées ainsi que l'écart type caractérisant la distribution de ces diamètres. On constate que plus l'énergie de soudage est élevée plus le diamètre maximal de porosités est élevé. Les diamètres maximaux des porosités sont systématiquement compris dans l'intervalle [50 ; 175µm]. La norme ISO-5817 définit les niveaux de qualité des joints soudés. Si l'on se réfère à cette norme, on constate que les diamètres maximaux de porosités relevés permettent de satisfaire aisément le niveau B (diamètre  $\leq 0,2$  épaisseur du cordon de soudage, ce qui dans notre cas conduirait à un diamètre maximal d'environs 1000 µm).



Figure II-59. Diamètre maximal des pores et diamètre moyen pour les différents paramètres et stratégies de fabrication.

Toutes les porosités observées ont des diamètres compris dans l'intervalle  $[3 \mu m; 170 \mu m]$ . Le **Tableau II-11**, présente le taux surfacique de porosités mesuré pour les différents jeux de paramètres employés ainsi que pour les deux stratégies de fabrication.

Stratégie	Vd (cm/min)	Synergie	Énergie de soudage (J/mm)	Taux de porosités surfacique moyen (%)
-	40		109	0,4
A 1.	60	CMT	76	1,2
Alternee	80		63	0,2
	30	CMT-P	290	3,2
	40		109	0,7
Unidiractionnalla	60	CMT	76	0,2
	80		63	0,2
	30	CMT-P	290	3,3

 Tableau II-11. Taux de porosités surfacique moyen mesuré pour les différentes conditions de fabrication étudiées.

Aucune porosité supplémentaire pour un grossissement supérieur (i.e.  $\times 1000$ ) n'a été décelée. Des analyses à la seule loupe binoculaire permettent donc rapidement de vérifier l'absence ou la présence de porosités. La norme ISO-5817 permet également de déterminer le niveau de qualité d'un assemblage réalisé par soudage multi-passes (cas le plus proche de notre étude). Elle indique que le taux surfacique de porosités doit être inférieur ou égal à 2 % pour atteindre le niveau de qualité B. Un taux inférieur ou égal à 3 % permet d'atteindre le niveau de qualité C et un taux inférieur ou égal à 5 % permet d'atteindre le niveau de qualité D. Dans le cas des pièces produites avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT, le niveau de qualité C est atteint. Cependant, pour les pièces produites avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P le niveau de qualité D est atteint.

#### 5.3.2. Radiographies

Les radiographies X, présentées en **Figure II-60**, ont confirmé la présence de fissures dans l'échantillon produit avec les conditions correspondant à Vd = 80 cm/min – stratégie unidirectionnelle. Des porosités ont également été décelées dans le mur issu des conditions correspondant à Vd = 40 cm/min - stratégie alternée, comme nous l'avons déjà montré par macro- et micrographies. Nous supposons que cette présence accrue de porosités proches du substrat provient d'une mauvaise préparation de la surface, car l'intégralité des porosités se trouvent uniquement dans le premier dépôt. Il se peut que le décapage ou que le nettoyage ait été mal réalisé. De plus, après la découpe des 2 autres échantillons produits avec des paramètres identiques, nous n'avons pas décelé la présence accrue de porosités proche du substrat. Ils ne présentent en effet pas de porosités de taille supérieure à celles observées précédemment et ils présentent des taux de porosités équivalent à ceux relevés précédemment (**Figure II-59**).



Figure II-60. Radiographies X des différents murs pour les différentes conditions de fabrication étudiées

#### 5.3.3. Composition chimique

La composition globale du dépôt a été vérifiée à l'aide de l'EDS. Les résultats présentés dans le **Tableau II-12** montrent que le matériau déposé a presque toujours la même composition que le fil d'apport.

Eléments (m%)	Mg	Si	Cr	Fe	Ti	Zn	Mn	Cu	Al	Total
Composition nominale du substrat 1050 [48]	0,05	0,25	-	0,40	0,05	0,07	0,05	0,05	bal.	100
Composition nominale du 6061 [48]	0,81 - 1,20	0,40 - 0,80	0,04 - 0,35	max 0,70	max 0,15	max 0,25	max 0,15	0,15 - 0,40	bal.	100
Fil d'apport	0,91	0,99	0,13	0,29	0,01	0,16	0,07	0,20	97,24	100
Dépôt CMT (109 J/mm)	0,87	1,05	0,09	0,29	0,01	0,10	0,05	0,13	97,41	100
Dépôt CMT-P (290 J/mm)	0,73	1,6	0,12	0,28	0,01	0,01	0,07	0,15	97,03	100

**Tableau II-12.** Compositions chimiques mesurées par EDS dans les murs réalisés avec les conditions correspondant à Vd = 40 cm/min – stratégie alternée pour les deux modes de transfert CMT et CMT-P comparées à la composition chimique mesurée par EDS dans le fil d'apport et à la composition chimique nominale de référence [48].

En raison de l'apport de chaleur important dans le bain de fusion, certains éléments présentant une pression de vapeur saturante élevée tels que le Zn, le Mn et le Mg peuvent s'évaporer lors de la fusion du métal [49,50]. Même si plusieurs éléments ont pu être vaporisés, la composition des échantillons produits par WAAM reste dans la plage de composition nominale donnée par la norme pour l'alliage 6061, à l'exception des teneurs en Si (excès) et en Cu (appauvrissement) [48]. Cependant, la teneur en Si est déjà en dehors de la plage donnée par la référence dans le matériau d'apport. La teneur en Cu, même si elle n'est pas hors des valeurs de référence dans le matériau d'apport, se situe tout de même dans la plage inférieure de la référence (0,2 %). Sa légère variation, due à une possible évaporation, amène à une valeur légèrement inférieure par rapport à cette référence (0,13 % au lieu de 0,15 %). Ces faibles variations peuvent également venir d'une incertitude autour de la mesure par EDS. Des tendances similaires sont observées pour les deux modes de transfert utilisés.

# 6. Pièces massives

Bien que l'objectif premier du WAAM soit la réalisation rapide d'ébauches pouvant être fortement ajourées, il peut être intéressant de produire des pièces massives. Par exemple, dans le cas d'un prototypage ou afin de remplacer un appareil défectueux sur une chaîne de production. De plus, la réalisation de pièces massives va nous permettre de caractériser les propriétés mécaniques de la matière déposée dans toutes les directions de l'espace. C'est la raison pour laquelle nous avons cherché à produire des blocs de matière massifs en juxtaposant et superposant des séries de dépôts. Cette partie peut être vue comme une étude préliminaire concernant l'élaboration d'échantillons massifs pour la caractérisation mécanique de pièces issues du procédé WAAM.

## 6.1. Problématique de juxtaposition de dépôts

#### 6.1.1. Synergie utilisant le mode de transfert CMT

Nous avons vu lors de la partie 2 de ce chapitre que la superposition de dépôts était possible dans certaines fenêtres de paramètres. Afin d'élaborer des blocs par fabrication additive arc-fil, il est également nécessaire d'étudier la juxtaposition horizontale de dépôts. A l'origine, la synergie utilisant le mode de transfert CMT, a été employée car elle est la plus prometteuse et la mieux maîtrisée au cours de l'élaboration de murs. Dans la littérature, Ding et al. [51] ont étudié d'un point de vue théorique la géométrie des dépôts arc-fil réalisés avec un acier en mode pulsé-spray, plus énergétique que notre procédé. Ils proposent de modéliser la forme d'un dépôt par un arc de cercle. En modélisant les dépôts juxtaposés, ils parviennent à définir l'espacement idéal permettant d'atteindre des géométries en 3D les plus proches des géométries finales en juxtaposant et en superposant des dépôts. Cet espacement qui sépare les centres de deux cordons juxtaposés, nommé  $d^*$  et schématisé en **Figure II-61** (a), peut être calculé par l'équation (II-4) dans laquelle w est la largeur du dépôt [51] :

$$d^* = 0,738.w$$
 (II-4)

Lorsque cet espacement idéal a été employé, nous avons observé au cours du dépôt une déviation de l'arc qui entraîne une courbure du fil d'apport vers le premier dépôt tel que schématisé en Figure II-61 (b). Le second cordon se dépose alors en grande partie au-dessus du premier. Il s'agit ici d'une "attirance" électro-magnétique de l'arc et du fil vers le cordon précédent.



**Figure II-61.** Espace de chevauchement  $d^*$  (a) et problématique rencontrée lorsque  $d^*$  est utilisé en CMT et CMT-P (b).

La détermination de l'espacement idéal proposé par Ding et al. [51] a été obtenue expérimentalement en utilisant un mode de transfert dans lequel les gouttelettes de métal liquide sont projetées à travers la colonne d'arc (mode spray arc), le fil d'apport ne s'approche donc jamais du cordon précédent. Pour les modes de transfert CMT et CMT-P, au cours du dépôt, le fil vient au contact du substrat. L'arc électrique s'établit entre le fil et le métal relié à la masse le plus proche. Si ce métal fait partie du cordon précédent plutôt que du substrat où l'on comptait déposer le métal, c'est là que l'arc prendra naissance ce qui par des effets magnétiques va amener à courber le fil pour l'aligner avec l'arc. Le déplacement du fil constaté a rendu le procédé plus instable en donnant une courbure au fil ainsi qu'en modifiant la protection gazeuse de façon plus défavorable (i.e. plus loin du fil). Par la suite, nous avons essayé de déterminer expérimentalement la valeur idéale de l'espacement entre cordons voisins à utiliser afin d'obtenir un bon chevauchement des cordons juxtaposés tout en évitant ce phénomène de déviation de l'arc et de courbure du fil d'apport. Pour cela, nous avons fait varier progressivement l'écart entre deux cordons. Le point de départ de ces expériences est donc l'espacement déterminé par Ding et al. [56] donnant une valeur  $d^* = 1.8$  mm pour les conditions : CMT - Vd = 40 cm/min - Vf = 4,2 m/min. Une longueur de dépôt arbitraire de 200 mm a été choisie. Le robot cartésien ne pouvant pas se déplacer suivant l'axe Y de moins d'un millimètre, nous avons fait des essais avec un pas de 1 mm jusqu'à obtenir deux cordons dissociés Figure II-62.



Figure II-62. Essais d'espacements permettant la juxtaposition de dépôts.

Comme on peut le constater sur la **Figure II-62**, avec 3 mm d'espacement, les cordons sont superposés et avec 4 mm d'espacement, bien que le premier cordon soit masqué par les suies produites par les seconds dépôts, ils sont espacés d'environ 2 millimètres. Comme la juxtaposition parfaite de deux cordons n'a pas été obtenue, une stratégie de remplissage a été mise en place. Les deux premiers cordons ont été juxtaposés (dépôts 1 et 2, **Figure II-63** (a)), un cordon de remplissage peut par la suite être déposé sur la couche supérieure (dépôt 3, **Figure II-63** (a)) afin de combler l'espacement entre ces deux cordons. La présence d'un cordon de part et d'autre du nouveau dépôt aurait alors pour objectif de permettre au fil de ne pas se courber vers l'un ou l'autre des cordons précédents. Nous nommerons « stratégie de remplissage » cette méthode de dépôt dans laquelle deux dépôts latéraux sont déposés avant le dépôt central qui vise ainsi à remplir l'espace laissé.



Figure II-63. (a) schéma de la notation des écartements ; (b) tests de différentes stratégies de remplissage.

Nous avons déterminé l'écartement optimal entre les dépôts 1 et 2 (noté -a, Figure II-63 (a)) ainsi que l'écartement de ces dépôts avec le cordon de remplissage (noté +b), cette combinaison d'écartements est notée -a/+b. Après plusieurs essais (Figure II-63), les écartements (-6 mm/+3 mm) ont été retenus car ils présentent, en partie, le résultat attendu. Des porosités dites structurales sont cependant observées à la base du dépôt de remplissage. Par opposition aux porosités que l'on peut rencontrer à l'intérieur des cordons de soudure et qui sont liées aux paramètres et protocole de dépôt, les porosités structurales se situent à la jonction entre deux cordons. Elles sont dues au manque de mouillabilité de ces derniers et ne sont pas rencontrées systématiquement. Une modification de l'énergie de soudage a donc par la suite été envisagée tout en s'assurant de bien rester dans la fenêtre de paramètres opératoires établie dans la première partie. En effet, plus l'énergie de soudage est élevée plus la mouillabilité du cordon augmente, le cordon de remplissage s'étale alors, venant plus efficacement combler l'écartement entre les deux premiers cordons. En augmentant l'énergie de soudage au travers de l'augmentation de la vitesse de sortie du fil (Vf = 4.8 m/min), le résultat attendu a été obtenu. La stratégie de remplissage mise en place visant à déposer deux cordons écartés l'un de l'autre puis à remplir cet écartement fonctionne dans des conditions optimales de stabilité du procédé donnant lieu à des dépôts juxtaposés dépourvus de défauts macroscopiques (porosités structurales, porosités dans les dépôts, fissures) tel qu'exposé en Figure II-64.



Figure II-64. Résultats des écartements (+6, -3) en vues longitudinale et transversales de l'échantillon obtenu.

Par la suite, des essais de juxtaposition et de superposition combinés ont alors été réalisés. Des dépôts composés d'une juxtaposition de sept cordons dans la largeur et de quatre cordons dans la hauteur ont été réalisés - soit 28 dépôts - (Figure II-65). Ces derniers permettent d'une part de vérifier la répétabilité de la juxtaposition, mais également de s'assurer du bon déroulement de la superposition malgré l'effet de l'accumulation thermique lorsqu'un nombre plus important de couches est déposé.



Figure II-65. Porosités structurales présentes lors de la réalisation des premiers blocs.

Les paramètres de ces premiers tests n'ont pas permis d'obtenir des résultats concluants (Figure II-65). Bien que le cordon de remplissage se situe à la position idéale (i.e. le centre des deux cordons précédents), la mouillabilité est insuffisante et ne permet pas de combler totalement l'espace entre les deux cordons précédents. Ce problème de juxtaposition des cordons et de mauvaise mouillabilité donne lieu à des porosités structurales (Figure II-65). Ce manque de reproductibilité et de contrôle des porosités structurales dans les pièces massives n'est pas tolérable. Une autre synergie plus énergétique, afin d'augmenter la mouillabilité, est donc nécessaire pour élaborer des blocs en fabrication additive arc-fil.

## 6.1.2. Synergie utilisant le mode de transfert CMT-P

L'autre synergie retenue pour l'élaboration de blocs est la synergie utilisant le mode de transfert CMT-pulsé. Cette dernière est plus énergétique et entraîne donc une mouillabilité plus importante des cordons. Cependant, après plusieurs essais non probants d'espacement des dépôts, il est apparu que la seule utilisation d'une synergie plus énergétique ne permettait pas de résoudre le problème, car des porosités structurales étaient toujours présentes malgré la plus grande mouillabilité. Nous avons alors modifié un autre paramètre de dépôt : l'inclinaison de la torche de soudage **Figure II-66**.



**Figure II-66.** (a) dépôt du premier cordon avec un angle de soudage égal à 90° ; (b) dépôt du second cordon avec un angle de soudage égal à 45° autour de l'axe X ; (c) préchauffage du substrat avec un angle de soudage égal à 45° autour de l'axe Y.

L'influence de ce paramètre est connue dans la communauté du soudage [13]. En procédant ainsi, on vient déposer les cordons côte à côte en faisant en sorte de venir mettre en contact le fil directement dans le rayon de raccordement du cordon précédent, supprimant ainsi le problème de plus grande proximité du fil avec le cordon précédent qu'avec le substrat conduisant à la déviation de l'arc (Figure II-66 (b)). L'angle de soudage permet également de préchauffer le substrat en avant du bain liquide avec le plasma de l'arc électrique (Figure II-66 (c)). Le schéma présenté en Figure II-66 explicite cette adaptation des conditions de dépôt avec les angles de 45° autour des axes X et Y mis en place. La Figure II-67 montre les résultats des premiers essais utilisant ces nouveaux paramètres comprenant la juxtaposition et la superposition de 28 dépôts.



**Figure II-67.** Premier bloc de matière réalisé avec l'angle de soudage à 45° et la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P.

Un bloc a donc été élaboré en utilisant la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P ainsi que l'inclinaison de la torche de soudage décrite plus tôt. Cependant, le résultat n'a pas été celui escompté, comme le montre la **Figure II-68** de nombreuses porosités structurales sont encore présentes à l'intérieur du bloc obtenu. Il semblerait que sur les deux à trois premières couches de cette pièce massive les conditions aient été respectées. Cependant, en raison de la non

régularité des dépôts, l'inclinaison et la position de la torche aurait dû être ajustée à chaque dépôt du bloc de sorte à bien se trouver selon la bissectrice de l'angle formé entre le dépôt et la couche précédente. Or, le dispositif de soudage dispose d'un système de réglage manuel de l'inclinaison peu précis. De plus, l'angle formé entre le dépôt et la couche inférieure est difficile à mesurer. Une possibilité afin de supprimer ces problèmes de positionnement et d'inclinaison de la torche de soudage serait l'emploi d'un robot 5 axes qui permettrait de suivre précisément la jonction entre le cordon précédent et la couche inférieure.



**Figure II-68.** Vue de profil et d'une coupe transversale d'un bloc fabriqué en utilisant le mode de transfert CMT-P et l'inclinaison de la torche de soudage à 45°.

#### 6.1.3. Stratégie de dépôt

Une stratégie largement employée lors d'opérations de rechargement et de soudage consiste à préchauffer le substrat, à adopter des angles de soudage de 45° ainsi que des techniques de balayage [13,52]. Un préchauffage jusqu'à 180 °C a été réalisé à l'aide d'une plaque chauffante pour favoriser la mouillabilité du premier dépôt dès l'amorçage de l'arc. Quant aux balayages, un bras articulé ou un chariot permet de faire osciller la torche de soudage autour de la ligne que l'on souhaite suivre. L'arc électrique est conservé plus longtemps au contact du dépôt et permet d'élever localement la température. Cet apport de chaleur supplémentaire compense le manque de mouillabilité qui conduit à la formation de porosités structurales. La stratégie employée est décrite en **Figure II-69**. La longueur totale du bloc fabriqué, nommée L<sub>d</sub>, est égale à 250 mm, sa largeur totale, notée l<sub>d</sub>, est égale à 100 mm et r<sub>d</sub>, le rayon décrit avant un changement de direction de dépôt, a lui été choisi égal à la moitié de la largeur du dépôt précédent afin que le fil atteigne exactement la jonction entre le cordon précédent et le substrat.



Figure II-69. Stratégie de dépôt employée afin de pallier le problème de porosités structurales.

Cette stratégie n'a pas permis de réaliser des pièces massives à l'aide des synergies utilisant le mode de transfert CMT. Après quelques essais, des substrats d'épaisseurs plus importantes ont été employés pour la réalisation des pièces massives afin de limiter au maximum la déformation de ce dernier. Même dans la configuration la plus énergétique, des porosités structurales ont été observées dans les dépôts. En revanche, la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P associée à la stratégie de fabrication avec des oscillations ont permis de déposer des blocs de matière massifs exempts de porosités. Ainsi, la superposition de 26 couches a permis d'ériger un bloc d'une hauteur supérieure à 80 millimètres. Pour vérifier la présence de porosités, des coupes ont été réalisées aux extrémités des blocs.



Figure II-70. Bloc de matière déposé avec succès ne présentant pas de porosités structurales.

Le bloc de matière présenté en **Figure II-70** a été déposé en 3 h et 5 min, il pèse 5,5 kg après retrait du substrat. Le taux de dépôt calculé est donc de 1,79 kg/h. Il se situe dans la fenêtre haute des possibilités de la fabrication additive arc-fil avec le procédé MIG-CMT [53].

# 7. Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, les moyens expérimentaux permettant l'étape d'élaboration par WAAM ainsi que le suivi du procédé ont été présentés. Les résultats présentés ont permis de sélectionner des jeux de paramètres permettant de déposer de manière satisfaisante l'alliage d'aluminium 6061. Nous avons ainsi montré qu'il est possible de construire des pièces simples (parois minces et pièces massives) constituées de matière saine en alliage d'aluminium 6061(sans fissure et avec un taux de porosités acceptable).

Deux synergies employant des modes de transfert différents ont démontré leur capacité à déposer de la matière en conservant la stabilité des paramètres électriques sans projection ni discontinuité au cours du dépôt. La première, utilisant le mode de transfert CMT, permet de déposer de la matière en satisfaisant le critère géométrique (h/l) mais ne garantit pas un angle de contact conforme. La seconde synergie, utilisant le mode de transfert CMT-P, déploie plus d'énergie que la première et elle permet donc d'obtenir des angles de contact conformes. Cependant, cette synergie ne permet pas de vérifier le critère (h/l) des dépôts et conduit à des effondrements lors de la construction des parois minces. Nous avons également constaté qu'une élévation de l'énergie de soudage conduisait à une augmentation de la section des dépôts. D'un point de vue morphologique, cette augmentation de section liée à l'augmentation de l'énergie de soudage se traduit par un élargissement systématique des dépôts. La hauteur quant à elle, atteint un maximum avant de diminuer suite à des effondrements.

Par la suite, des parois minces ont été réalisées avec succès à l'aide des paramètres conservés pour les synergies utilisant les modes transfert CMT et CMT-P ainsi que pour les deux stratégies de fabrication (alternée et unidirectionnelle). L'évolution constante de la hauteur de couche ainsi que la stabilité des paramètres électriques mesurés ont permis de montrer que le procédé est stable. De plus, trois échantillons réalisés dans les mêmes conditions ont été produits pour chacun des jeux de paramètres retenus précédemment et pour chacune des deux stratégies de fabrication. Ces trois échantillons présentent des hauteurs de couches très similaires témoignant de la bonne répétabilité du procédé.

Après vérification de la santé matière au travers d'un contrôle visuel, de coupes macrographiques et micrographiques, d'analyses par radiographies de RX, nous pouvons confirmer que les pièces produites sont saines. Elles ne présentent pas de fissure et les porosités observées sont acceptables d'après les normes encadrant le soudage (ISO 5817). Des taux de porosités très faibles ont en effet été mesurés (entre 0,2 et 1,2 % en CMT et environ 3 % en CMT-P). Nous avons également vérifié la composition de la matière déposée par EDS. Cette dernière a légèrement évolué par rapport à la composition du fil d'apport mais elle reste suffisamment proche de la composition de référence.

Enfin, la dernière étape de cette partie de l'étude a été de produire des pièces massives en WAAM. Pour y parvenir, nous avons testé différentes stratégies et méthodes de fabrication. Finalement, seule la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P a permis de produire des pièces saines. De plus, nous avons déterminé qu'il est nécessaire pour arriver à un résultat satisfaisant de préchauffer le substrat, d'incliner la torche de soudage et d'employer une stratégie de dépôt présentant des oscillations grâce auxquelles la torche de soudage et l'arc électrique restent très proches du dépôt précédent encore chaud.

# Bibliographie

- [1] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties, Prog. Mater. Sci. 92 (2018) 112–224. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [2] B. Wu, Z. Pan, D. Ding, D. Cuiuri, H. Li, J. Xu, J. Norrish, A review of the wire arc additive manufacturing of metals: properties, defects and quality improvement, J. Manuf. Process. 35 (2018) 127–139. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.001.
- [3] K.S. Derekar, A review of wire arc additive manufacturing and advances in wire arc additive manufacturing of aluminium, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 34 (2018) 895–916. https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1455012.
- [4] A. Elrefaey, Effectiveness of cold metal transfer process for welding 7075 aluminium alloys, Sci. Technol. Weld. Join. 20 (2015) 280–285. https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000017.
- [5] N.P. Kumar, S. Arungalai Vendan, N. Siva Shanmugam, Investigations on the parametric effects of cold metal transfer process on the microstructural aspects in AA6061, J. Alloys Compd. 658 (2016) 255–264. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.10.166.
- [6] A. Gomez Ortega, L. Corona Galvan, F. Deschaux-Beaume, B. Mezrag, S. Rouquette, Effect of process parameters on the quality of aluminium alloy Al5Si deposits in wire and arc additive manufacturing using a cold metal transfer process, Sci. Technol. Weld. Join. 23 (2018) 316–332. https://doi.org/10.1080/13621718.2017.1388995.
- [7] A. Benoit, Développement du soudage MIG CMT pour la réparation de pièces aéronautiques. Application aux pièces en alliage base aluminium 6061, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2012.
- [8] B. Cong, Z. Qi, B. Qi, H. Sun, G. Zhao, J. Ding, A comparative study of additively manufactured thin wall and block structure with Al-6.3%Cu alloy using cold metal transfer process, Appl. Sci. 7 (2017). https://doi.org/10.3390/APP7030275.
- [9] C.G. Pickin, K. Young, Evaluation of cold metal transfer (CMT) process for welding aluminium alloy, Sci. Technol. Weld. Join. 11 (2006) 583–585. https://doi.org/10.1179/174329306x120886.
- [10] J. Gu, B. Cong, J. Ding, S.W. Williams, Y. Zhai, Wire+Arc Additive Manufacturing of Aluminium, in: SFF Symp. Austin Texas, 2014: pp. 451–458.
- [11] J. Pang, S. Hu, J. Shen, P. Wang, Y. Liang, Arc characteristics and metal transfer behavior of CMT + P welding process, J. Mater. Process. Technol. 238 (2016) 212–217. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.07.033.
- [12] B. Gungor, E. Kaluc, E. Taban, A. SIK Ş.Ş, Mechanical and microstructural properties of robotic Cold Metal Transfer (CMT) welded 5083-H111 and 6082-T651 aluminum alloys, Mater. Des. 54 (2014) 207–211. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.018.

- [13] C.L. Jenney, A. O'Brien, Welding Handbook, Ninth edit, 1991. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004.
- [14] C.G. Pickin, S.W. Williams, M. Lunt, Characterisation of the cold metal transfer (CMT) process and its application for low dilution cladding, J. Mater. Process. Technol. 211 (2011) 496–502. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.11.005.
- [15] A. Benoit, Soudage à l'arc semi-automatique (MIG / MAG), Tech. l'ingénieur Assem. des matériaux par soudage. 33 (2015) 14.
- [16] D. Shi, W. Xing, J. Sun, Z. Zhu, Emissivity Model of Aluminum 7075 During the Growth of Oxide Layer Over the Temperature Range from 800 to 910 K at a Wavelength of 1.5 μm, Trans. Indian Inst. Met. 71 (2018) 1049–1060. https://doi.org/10.1007/s12666-017-1239-y.
- [17] A.G. Ortega, Prototypage rapide de pièces en alliage d'aluminium : étude du dépôt de matière et d'énergie lors de la fusion à l'arc d'un fil par le procédé MIG-CMT, Thèse de doctorat, Université de Montpellier, 2018.
- [18] Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Bar, Rod, and Wire, (2004) 1–10.
- [19] P. Kazanas, P. Deherkar, P. Almeida, H. Lockett, S. Williams, Fabrication of geometrical features using wire and arc additive manufacture, Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf. 226 (2012) 1042–1051. https://doi.org/10.1177/0954405412437126.
- [20] J. Gu, X. Wang, J. Bai, J. Ding, S. Williams, Y. Zhai, K. Liu, Deformation microstructures and strengthening mechanisms for the wire+arc additively manufactured Al-Mg4.5Mn alloy with inter-layer rolling, Mater. Sci. Eng. A. 712 (2018) 292–301. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.113.
- [21] B. Cong, R. Ouyang, B. Qi, J. Ding, Influence of cold metal transfer process and its heat input on weld bead geometry and porosity of aluminum-copper alloy welds, Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng/Rare Met. Mater. Eng. 45 (2016) 606–611. https://doi.org/10.1016/s1875-5372(16)30080-7.
- [22] S. Kou, Welding Metallurgy, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 2003. https://doi.org/10.1016/S0016-7878(62)80017-0.
- [23] S. Kou, Welding Metallurgy Solidification Cracking, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 2003. http://doi.wiley.com/10.1002/0471434027.
- [24] V. Ocelík, I. Furár, J.T.M. De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, Acta Mater. 58 (2010) 6763–6772. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.09.002.
- [25] ASME Standards & Certification, ASME Standards , Certification and Regulations, Am. Soc. Mech. Eng. (2015) 12976–12977. http://www.asme.org/about-asme.
- [26] American Welding Society, Structural Welding Code, 1981.
- [27] J. Chapuis, Une approche pour l'optimisation des opérations de soudage à l'arc, Thèse

de doctorat - Université de Montpellier 2, 2011. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00600292.

- [28] M. Schorghuber, Cold-Metal-Transfer welding process and welding installation, 2009.
- [29] C.G. Pickin, K. Young, Evaluation of cold metal transfer (CMT) process for welding aluminium alloy, Sci. Technol. Weld. Join. 11 (2006) 583–585. https://doi.org/10.1179/174329306X120886.
- [30] J. Feng, H. Zhang, P. He, The CMT short-circuiting metal transfer process and its use in thin aluminium sheets welding, Mater. Des. 30 (2009) 1850–1852. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.07.015.
- [31] B.A. Szost, S. Terzi, F. Martina, D. Boisselier, A. Prytuliak, T. Pirling, M. Hofmann, D.J. Jarvis, A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti-6Al-4V components, Mater. Des. 89 (2016) 559–567. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.115.
- [32] S.W. Williams, F. Martina, A.C. Addison, J. Ding, G. Pardal, P. Colegrove, Wire + Arc additive manufacturing, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 641–647. https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000073.
- [33] J. Xiong, R. Li, Y. Lei, H. Chen, Heat propagation of circular thin-walled parts fabricated in additive manufacturing using gas metal arc welding, J. Mater. Process. Technol. 251 (2018) 12–19. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.08.007.
- [34] R. Li, J. Xiong, Y. Lei, Investigation on thermal stress evolution induced by wire and arc additive manufacturing for circular thin-walled parts, J. Manuf. Process. 40 (2019) 59– 67. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.03.006.
- [35] Y.M. Zhang, Y. Chen, P. Li, A.T. Male, Weld deposition-based rapid prototyping: A preliminary study, J. Mater. Process. Technol. 135 (2003) 347–357. https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00867-1.
- [36] F. Li, S. Chen, J. Shi, Y. Zhao, H. Tian, Thermoelectric cooling-aided bead geometry regulation in wire and arc-based additive manufacturing of thin-walled structures, Appl. Sci. 8 (2018). https://doi.org/10.3390/app8020207.
- [37] F. Li, S. Chen, J. Shi, H. Tian, Investigation on Surface Quality in a Hybrid Manufacturing System Combining Wire and Arc Additive Manufacturing and Machining, in: S. Chen, Y. Zhang, Z. Feng (Eds.), Trans. Intell. Weld. Manuf., Springer Singapore, Singapore, 2018: pp. 127–137. https://doi.org/10.1007/978-981-10-7043-3\_9.
- [38] J. Ge, J. Lin, H. Fu, Y. Lei, R. Xiao, A spatial periodicity of microstructural evolution and anti-indentation properties of wire-arc additive manufacturing 2Cr13 thin-wall part, Mater. Des. 160 (2018) 218–228. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.09.021.
- [39] M. Liberini, A. Astarita, G. Campatelli, A. Scippa, F. Montevecchi, G. Venturini, M. Durante, L. Boccarusso, F.M.C. Minutolo, A. Squillace, Selection of Optimal Process Parameters for Wire Arc Additive Manufacturing, Procedia CIRP. 62 (2017) 470–474. https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.06.124.

- [40] F. Martina, M.J. Roy, B.A. Szost, S. Terzi, P.A. Colegrove, S.W. Williams, P.J. Withers, J. Meyer, M. Hofmann, Residual stress of as-deposited and rolled wire+arc additive manufacturing Ti–6Al–4V components, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 1439–1448. https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1142704.
- [41] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy, Surf. Coatings Technol. 206 (2012) 2152–2160. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.09.051.
- [42] Y. Yehorov, Exploring solutions to mitigate unidirectional grain growth and to set operational envelop for wire +arc additive manufacturing of aluminium alloys, Thèse de doctorat - Federal university of Uberlandia, 2018. https://doi.org/10.14393/ufu.di.2018.574.
- [43] C.L. Tsai, M.S. Han, G.H. Jung, Investigating the bifurcation phenomenon in plate welding, Weld. J. (Miami, Fla). 85 (2006).
- [44] I.A. Brahim, Effet d'hysteresis de la dilatation thermique sur les contraintes résiduelles dues au soudage, (2008).
- [45] J. Chapuis, C. Bordreuil, F. Soulié, G. Fras, Y. El Kaïm, J. Chapuis, C. Bordreuil, F. Soulié, G. Fras, Y. El, K. Analyse, Analyse expérimentale de distorsions induites en soudage, (2013).
- [46] W. Liang, D. Deng, Influences of heat input, welding sequence and external restraint on twisting distortion in an asymmetrical curved stiffened panel, Adv. Eng. Softw. 115 (2018) 439–451. https://doi.org/10.1016/j.advengsoft.2017.11.002.
- [47] G. Cloud, Optical Methods of Engineering Analysis, Cambridge, 1998. https://doi.org/https://doi.org/10.1017/CBO9780511575013.
- [48] E.A. Brandes, G.B. Brook, Smithells Metals Reference Book: Seventh Edition, Smithells Met. Ref. B. Seventh Ed. (2013) 1–1800. https://doi.org/10.1016/C2009-0-25363-3.
- [49] T. Yuan, Z. Yu, S. Chen, M. Xu, X. Jiang, Loss of elemental Mg during wire + arc additive manufacturing of Al-Mg alloy and its effect on mechanical properties, J. Manuf. Process. 49 (2020) 456–462. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.10.033.
- [50] A. Block-Bolten, T.W. Eagar, Metal vaporization from weld pools, Metall. Trans. B. 15 (1984) 461–469. https://doi.org/10.1007/BF02657376.
- [51] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li, A multi-bead overlapping model for robotic wire and arc additive manufacturing (WAAM), Robot. Comput. Integr. Manuf. 31 (2015) 101– 110. https://doi.org/10.1016/j.rcim.2014.08.008.
- [52] P. Paillard, A. Benoit, T. Baudin, Réparation de pièces aéronautiques par fabrication additive Arc Fil, (2013) 4–5.
- [53] Z. Pan, D. Ding, B. Wu, D. Cuiuri, H. Li, J. Norrish, Arc Welding Processes for Additive Manufacturing: A Review, I (2018) 85–93. https://doi.org/10.1007/978-981-10-5355-9.

# $CHAPITRE\,3-CARACTERISATION\\ MICROSTRUCTURALE DE PIECES EN ALLIAGE\\ D'ALUMINIUM\,6061\,ELABOREES PAR WAAM$

L'alliage 6061 est un alliage à durcissement structural, il tire donc ses bonnes propriétés mécaniques de la présence de précipités nanométriques de phases intermétalliques dans sa microstructure. Dans ce chapitre, nous nous emploierons à caractériser les microstructures obtenues dans les pièces fabriquées par WAAM en alliage 6061. Les phases intermétalliques présentes à l'échelle nanométrique dans ces microstructures sont responsables du durcissement de l'alliage et leurs caractéristiques permettent de comprendre et d'appréhender les phénomènes de durcissement et donc le comportement mécanique de la matière.

## **TABLE DES MATIÈRES DU CHAPITRE 3**

1.	Introd	luction du chapitre	.171
2.	Matér	riaux et méthodes de caractérisation	.171
	2.1.	Définition des échantillons étudiés	.171
	2.2.	Traitements thermiques	. 172
	2.3.	Techniques employées et informations recherchées	. 173
3.	Techn	niques de caractérisation des microstructures	. 174
	3.1.	Microscopie optique	. 174
	3.2.	Microscopie électronique à balayage	.174
	3.3.	Analyses chimiques par dispersion d'énergie des photons X	. 174
	3.4.	Analyse EBSD	.174
	3.5.	Microscopie électronique en transmission	. 176
	3.6.	EELS	. 177
	3.7.	Diffusion des neutrons aux petits angles	. 177
	3.8.	Sonde atomique tomographique	. 181
4.	Carac	térisation des microstructures	. 183
	4.1.	Morphologies et taille des grains	. 183
	4.2.	Phases micrométriques	. 201
			169

5.	Caract	érisation des précipités à l'échelle nanométrique	205			
5	.1.	Étude par microscopie électronique en transmission	205			
5	.2.	Caractérisation par SANS	211			
5	.3.	Campagne de caractérisation par SAT	212			
6.	5. Conclusion du chapitre					
Bib	Bibliographie					

# 1. Introduction du chapitre

Les opérations de soudage affectent profondément la microstructure des alliages métalliques [1,2]. Il en va de même lors d'opérations de fabrication additive. Plus encore, le cumul de couches et le cyclage thermique que cela entraîne impactent l'état métallurgique de la matière déposée [3]. La nuance 6061 possède une microstructure complexe composée de nombreuses phases qui apparaissent ou non en fonction de son histoire thermomécanique [2]. Une autre difficulté s'esquisse alors quant à l'utilisation d'un alliage à durcissement structural dans ce type de procédé qui implique une histoire thermique complexe de la pièce fabriquée : le contrôle de l'état de précipitation. Les caractérisations des phases à l'échelle nanométrique des alliages Al-Mg-Si-Cu sont délicates. Elles impliquent l'utilisation de techniques sophistiquées qui doivent être associées afin de consolider les résultats d'analyses obtenus. C'est la raison pour laquelle plusieurs techniques de caractérisation de pointe ont été employées lors de cette étude.

Dans ce chapitre, nous étudierons les microstructures produites à l'aide des différents paramètres et stratégies retenus et détaillés dans le chapitre 2. L'objectif ici est de comprendre l'influence du procédé d'élaboration – la fabrication additive arc-fil – sur les microstructures produites. Pour ce faire, nous avons réalisé des coupes micrographiques accompagnées d'attaques chimiques permettant de révéler les éléments de la microstructure d'échelle micrométrique. Par la suite, des investigations plus fines ont été menées, permettant la caractérisation des éléments de microstructure présents aux échelles plus basses. Des analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction), nous ont permis de définir la morphologie des grains ainsi que la texture cristallographique présente dans les pièces. Les phases constitutives intermétalliques riches en fer (IM-fer) et les précipités grossiers de phase  $\beta$  ont également fait l'objet d'une étude au MEB (Microscopie Électronique à Balayage). Enfin, les précipités de taille nanométrique responsables des bonnes propriétés mécaniques de l'alliage ont été caractérisés au travers de plusieurs méthodes complémentaires : MET (Microscopie Électronique en Transmission), SAT (Sonde Atomique Tomographique) et SANS (Small-Angle Neutron Scattering).

# 2. Matériaux et méthodes de caractérisation

Dans cette partie, nous étudions la microstructure des échantillons produits par WAAM (*cf. chapitre 2*), ainsi que les traitements thermiques qui leur ont été appliqués ou non. Nous présenterons brièvement les techniques de caractérisation employées qui sont relativement courantes en science des matériaux. Enfin, les techniques moins répandues dans le domaine ainsi que les types de caractéristiques microstructurales auxquelles elles permettent d'accéder seront abordées de manière plus détaillée.

## 2.1. Définition des échantillons étudiés

Au cours des analyses de l'influence des paramètres expérimentaux, menées pendant la fabrication et synthétisées dans le chapitre 2, nous sommes parvenus à produire des pièces dans les fenêtres opératoires du procédé WAAM. Les principaux paramètres du procédé, donnant lieu à des pièces dont la santé matière est conforme aux exigences, sont résumés dans le **Tableau III-1**. Malgré la présence de défauts et la non-conformité des pièces produites avec les paramètres correspondant à Vd = 80 cm/min – HI 62,9 J/mm, nous avons fait le choix d'observer tout de même ces échantillons. Ainsi, l'analyse des microstructures a été réalisée afin de comprendre l'influence d'une énergie de soudage plus faible, plus particulièrement en raison de l'emploi d'une vitesse de soudage plus élevée.

Stratégie	Vd (cm/min)	Synergie	Énergie de soudage (J/mm)
	40		109
Altomáa	60	CMT	76
Alternee	80		63
	30	CMT-P	290
	40		109
Unidiractionnalla	60	CMT	76
Unidirectioninene	80		63
	30	CMT-P	290

 Tableau III-1. Principaux paramètres de fabrication retenus pour l'étude de la microstructure des échantillons produits.

#### 2.2. Traitements thermiques

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX sont durcis par précipitation. Ce durcissement structural provient principalement de la présence d'une phase précipitée à l'échelle nanométrique appelée  $\beta$ ", riche en Mg et Si (Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>) [4,5]. Cette phase est métastable et se forme lors d'un traitement thermique consistant en une mise en solution suivie d'une hypertrempe et d'une étape finale de vieillissement artificiel. La température et la durée du vieillissement permettant un durcissement optimal sont d'environ 170°C et 8 heures. Ce traitement thermique des alliages d'aluminium à durcissement structural le plus utilisé pour les applications industrielles, car cela correspond aux résistances mécaniques maximales d'emploi. Il est donc primordial d'étudier cet état métallurgique de la matière déposée par WAAM. Cependant, au cours du processus de fabrication additive, la microstructure de la pièce produite est inconnue du fait de l'histoire thermomécanique complexe de la pièce produite et peut de surcroît présenter des hétérogénéités marquées. L'état brut de dépôt doit donc également être étudié en détail.

Deux états métallurgiques de la matière déposée par WAAM ont donc été caractérisés :

- Brut de dépôt (noté B) : le matériau a été conservé à -80 °C après fabrication WAAM pour éviter le vieillissement à température ambiante,
- Vieillissement au pic de durcissement (T6) : le matériau a été mis en solution à 530 °C pendant 1 h et hypertrempé à l'eau, puis vieilli à 175 °C pendant 8 h.

## 2.3. Techniques employées et informations recherchées

La liste des techniques de caractérisation employées au cours de cette étude ainsi que des informations auxquelles nous souhaitons accéder par l'utilisation de ces techniques sont données dans le **Tableau III-2**.

Technique deÉléments decaractérisationmicrostructure étudiés		Analyse locale / globale	Types d'information recherchée
Microscopie optique (MO)	Grains (µm) Phases micrométriques (µm)	Globale	<ul> <li>Taille de grains</li> <li>Morphologie des grains</li> <li>Taille et morphologie des phases micrométriques</li> </ul>
Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	Grains (µm)	Globale	- Taille de grains - Morphologie des grains - Texture cristallographique
Microscopie électronique à balayage (MEB)	IM-fer (μm) Précipités grossiers de phase β (μm)	Globale	<ul> <li>Taille des phases constitutives</li> <li>Morphologie des phases constitutives</li> <li>Composition chimique des phases constitutives (EDS)</li> <li>Composition chimique globale de l'échantillon (EDS)</li> </ul>
Microscopie électronique en transmission (MET)	Dispersoïdes Phases nanométriques (β'', β',L, U, Q)	Locale	- Taille des précipités - Morphologie des précipités - Structure cristallographique (Nanodiffraction)
Diffusion des neutrons aux petits angles (SANS)	Dispersoïdes Phases nanométriques (β", β',L, U, Q)	Globale	<ul> <li>Taille des objets</li> <li>Fraction volumique des objets</li> </ul>
Sonde atomique tomographique (APT)	Dispersoïdes Phases nanométriques (β'', β',L, U, Q)	Locale	<ul> <li>Taille des précipités</li> <li>Morphologie des précipités</li> <li>Composition chimique des précipités</li> </ul>

Tableau III-2. Liste des techniques de caractérisation employées et informations recherchées.

La technique de spectroscopie de perte d'énergie des électrons (EELS) permet d'accéder à de nombreuses informations. Elle n'a cependant servi qu'à réaliser une estimation de l'épaisseur de la lame mince observée en microscopie électronique en transmission afin d'accéder à la fraction volumique de précipités. Cette technique et plus particulièrement la méthode employée pour l'estimation de l'épaisseur des lames minces sera tout de même détaillée dans la partie 3.6 de ce chapitre.

# 3. Techniques de caractérisation des microstructures

Au cours de cette partie nous exposerons les généralités et les principes de mesure des différentes techniques expérimentales employées afin de caractériser la matière. Nous donnerons également le détail du matériel utilisé ainsi que des méthodes d'analyse des données.

## 3.1. Microscopie optique

Les micrographies réalisées sur les coupes des dépôts sont réalisées à l'aide d'un microscope ZEISS Axio Imager M2. Sa platine motorisée suivant 3 axes permet de réaliser des mosaïques de manière automatisée. De plus, il possède un système polariseur/analyseur afin de rendre possibles les observations en lumière polarisée. Les échantillons destinés aux observations métallographiques ont été préparés par polissages successifs sur papiers abrasifs (SiC) 220, 500, 800, 1200 et 2000 suivis d'un polissage avec une solution de diamants en suspension de 3  $\mu$ m puis de 1  $\mu$ m. Enfin, ils ont été polis à l'aide d'une suspension de silice colloïdale neutre (0,04  $\mu$ m) pour obtenir un fini miroir. Les échantillons ont par la suite subi une attaque électrolytique avec le réactif de Barker (5 ml de HBF4, 200 ml de H<sub>2</sub>O) pendant 2 minutes sous 30 V.

## 3.2. Microscopie électronique à balayage

Un MEB ZEISS Merlin, équipé d'un canon à électrons à émission de champ (FEG), a également été utilisé dans ce travail. Le MEB est une technique d'imagerie très utilisée en science des matériaux. En plus des observations, elle permet d'étudier la structure cristalline et la composition chimique des échantillons grâce aux techniques de caractérisation complémentaires installées sur l'appareil (caméra EBDS et détecteur EDS).

# 3.3. Analyses chimiques par dispersion d'énergie des photons X

L'analyse chimique par dispersion d'énergie des photons X (Energy Dispersive X-ray Spectrometry - EDS) permet de déterminer et quantifier les éléments chimiques présents dans un échantillon à l'aide des photons X émis par la matière sous l'effet de l'excitation par un faisceau électronique. Pour générer un spectre d'analyse chimique, le détecteur collecte les photons X émis puis, un convertisseur photons/électrons associé à un compteur se charge de classer les photons en fonction de leur énergie. L'analyse par dispersion des photons X est souvent couplée aux techniques de microscopie électronique (MEB et MET). L'analyse EDS a été réalisée à l'aide d'une sonde EDS X-Max d'Oxford Instruments installée sur le MEB ZEISS Merlin. Les résultats ont été extraits et mis en forme grâce au logiciel dédié INCA.

## 3.4. Analyse EBSD

L'analyse EBSD est une technique permettant la caractérisation de la microstructure et de la texture cristallographique locale de matériaux polycristallins. Elle est basée sur l'acquisition et l'analyse des clichés de diffraction de Kikuchi relevés sur la caméra EBSD à partir de la diffraction des électrons rétrodiffusés par la matière à la surface d'un échantillon cristallin.

L'indexation automatisée des clichés, pris en chaque point du balayage par le faisceau électronique, permet alors d'obtenir une cartographie des caractéristiques cristallographiques de la matière balayée par le faisceau. Parmi ces caractéristiques, il est possible de relever l'orientation des grains qui constituent le matériau. L'estimation des limites de chacun des grains peut également nous renseigner sur la taille et la morphologie moyennes des grains dans

l'échantillon. Cette technique d'analyse emploie les électrons rétrodiffusés qui se trouvent en incidence de Bragg avec les plans cristallins du matériau lorsqu'ils répondent à la relation (III-1) :

$$2d(hkl). \sin\theta(hkl) = n\lambda$$
 (III-1)

Dans laquelle, n est l'ordre de réflexion,  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons, d(hkl), la distance interréticulaire des plans diffractants et  $\theta(hkl)$ , l'angle d'incidence des électrons sur ces plans. Ces électrons rétrodiffusés sont alors diffractés selon deux cônes de diffraction appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes de Kossel avec un dispositif de détection (caméra CCD) forme un diagramme de Kikuchi. La Figure III-1 présente un schéma des principaux composants d'un système d'acquisition EBSD.



Figure III-1. Schéma des principaux composants d'un système d'acquisition EBSD [7].

Les analyses EBSD sont largement employées dans le domaine de la métallurgie. Dans leur étude, Dinda et al. [8] mettent en œuvre des analyses EBSD sur un alliage Al-Si produit par projection de poudre sous laser. Ils constatent ainsi que les morphologies granulaires produites sont fortement dépendantes de la puissance du laser et de la vitesse d'évacuation de la chaleur. De plus, ils constatent systématiquement une transition depuis une structure dendritique vers des structures cellulaires sur les premières couches déposées (proches du substrat). La **Figure III-2** (a) issue de cette étude représente une cartographie EBSD qui révèle les morphologies des grains ainsi que leurs orientations cristallographiques. Ce phénomène serait directement lié à l'énergie du laser au cours du dépôt.



Figure III-2. (a) cartographie EBSD révélant les morphologies des grains ainsi que leurs orientations cristallographiques ; (b) figure de pôles associée [8].
L'analyse EBSD est tout particulièrement intéressante, car elle permet de révéler la texture cristallographique des matériaux. Un matériau est dit texturé lorsque ses grains présentent une distribution non aléatoire des orientations cristallines. La matière produite par Dinda et al. [8] est texturée avec des grains principalement orientés le long des directions <100>. La Figure III-2 (b) est la figure de pôles {100} associée à la cartographie EBSD de la Figure III-2 (a). Les figures de pôles sont des projections stéréographiques des pôles considérés. Elles permettent de représenter l'orientation cristallographique des grains constitutifs d'un polycristal en analysant les familles de plans cristallographiques {hkl} suivant une direction donnée. Cette représentation permet de visualiser la texture et la distribution des orientations des grains du matériau.

Les analyses EBSD ont été effectuées à l'aide du MEB ZEISS Merlin et d'une caméra EBSD Nordlys 2 HKL (Oxford Instruments). Une tension d'accélération de 20 kV et un courant de faisceau de 1 nA ont été utilisés pour les acquisitions. Les résultats ont été recueillis et traités avec le logiciel Channel 5. Les échantillons EBSD ont subi la même gamme de polissage sur papiers abrasifs que les échantillons destinés à la microscopie optique. Un polissage supplémentaire par vibration avec une suspension de silice colloïdale neutre (0,04  $\mu$ m) pendant 8 heures a été ajouté pour obtenir un fini miroir sans écrouissage de la surface, susceptible de dégrader la qualité d'indexation des clichés EBSD.

## 3.5. Microscopie électronique en transmission

L'observation par l'intermédiaire d'un MET est la technique idoine pour déterminer la morphologie et la densité surfacique de précipités de taille nanométrique. Cette technique consiste à faire passer un faisceau électronique au travers d'un échantillon de faible épaisseur. Elle se distingue des autres techniques de microscopie de par sa grande résolution permettant l'observation de microstructures particulièrement fines. La microscopie électronique en transmission est cependant limitée en raison de la faible représentativité du volume analysé qui rend difficile tout traitement statistique. De nombreuses études s'intéressent à la caractérisation des précipités présents dans les alliages Al-Mg-Si-Cu et la plupart d'entre elles emploient cette méthode, ou une de ses déclinaisons (HR-TEM, STEM, HAADF...), associées à d'autres techniques d'analyse (EDX, EELS, nano-diffraction...) [9–24]. Dans sa thèse, Camille Flament [10] utilise cette technique afin de compter les précipités  $\beta$ '' de l'alliage 6061 et mesurer leur longueur et leur diamètre équivalent. Ces derniers se mesurent sur le contour des objets projetés au travers de l'échantillon et donc ramenés à une surface. Cette surface est ensuite ramenée à celle d'un disque de diamètre équivalent.

A l'aide de la quantité de précipités, de l'épaisseur de la lame à l'endroit de la mesure et de la surface totale de la zone observée, on peut déduire la densité numérique de précipités [10] (III-2) :

$$N = \frac{n_{précipités}}{A_{zone \ observée} \cdot e}$$
(III-2)

Dans laquelle, *e* correspond à l'épaisseur de la lame dans la zone observée ;  $A_{zone \ observée}$  à la surface de la zone observée et  $n_{précipités}$  au nombre de précipités dénombrés dans cette zone.

Un MET Thermo Fisher Scientific S/TEM Themis Z G3 équipé d'un monochromateur, d'un correcteur de sonde, d'un filtre énergétique et d'une caméra à détection directe permettant des études métallurgiques fines a été utilisé pour étudier les précipités à l'échelle nanométrique. Des échantillons ont alors été polis jusqu'à obtenir des feuilles de 75 µm d'épaisseur. Ensuite, des disques de 3 mm de diamètre ont été découpés dans ces feuilles et préparés pour les observations MET par polissage électrolytique double jet. Le polissage électrolytique a été réalisé à l'aide d'un TENUPOL-5 à une température de -25 °C, sous 15 V et le réactif d'attaque employé est composé de 33 % d'acide nitrique fumant et de 66 % de méthanol en volume. Ce dispositif de préparation est prévu pour s'arrêter lorsque le passage d'un faisceau lumineux est détecté à travers l'échantillon, témoignant de la présence d'un trou dans la lame. Dans notre cas, en raison de la présence de porosités (même si elles sont de faibles tailles) ce seuil automatique était atteint trop rapidement. Une gamme de préparation spécifique a par conséquent été mise en place de sorte à obtenir des lames minces observables en MET. Une seconde étape de préparation via un système de polissage ionique de précision (Precision Ion Polishing System : PIPS) a également été ajouté. Les détails de la gamme de préparation des lames minces présentant des porosités sont disponibles en Annexe 6. Malgré le développement de cette gamme de préparation, les échantillons issus de la synergie CMT-P présentant un taux de micro-porosités plus important (cf. chapitre 2) n'ont pas permis d'obtenir de lames minces observables.

#### 3.6.EELS

Pour obtenir l'épaisseur de la lame mince dans la zone examinée, nécessaire au calcul de la densité de précipités, il est possible d'employer la spectroscopie de perte d'énergie des électrons (EELS). L'ionisation des atomes ciblés par des électrons incidents conduit à une perte d'énergie de ces derniers. L'analyse par spectre EELS consiste à mesurer cette valeur de perte d'énergie et permet d'identifier chimiquement les constituants de l'échantillon. L'EELS permet également d'estimer l'épaisseur de la zone observée en microscopie électronique en transmission [25]. Pour ce faire, on relève pour chaque pixel de l'image la valeur de l'aire totale sous le spectre I<sub>t</sub> et de l'aire sous le pic d'électrons n'ayant pas perdu d'énergie I<sub>0</sub> (zéro loss). Zhang et al. proposent alors l'équation (III-3).

$$\frac{t}{\lambda} = \ln \left(\frac{I_t}{I_0}\right) \tag{III-3}$$

Dans cette équation, t est l'épaisseur moyenne de la zone observée,  $\lambda$  est le libre parcours inélastique moyen des électrons. Cette valeur dépend de la configuration de l'expérience et plus précisément du matériau sondé, de l'angle de collection et de la tension d'accélération des électrons incidents.

#### 3.7. Diffusion des neutrons aux petits angles

D'autres techniques de caractérisation permettent d'obtenir des informations à propos de la taille et de la fraction volumique de précipités présents dans la matrice. Il s'agit des analyses par diffusion aux petits angles découvertes par Guinier tout d'abord avec les expériences SAXS puis SANS en 1960 [26]. Contrairement à la Diffusion de rayons X aux Petits Angles (DXPA ou SAXS en anglais) qui se base sur les interactions entre les rayons X et le nuage électronique des atomes [27], la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA ou SANS en anglais) peut s'appuyer sur deux types de contraste. Le premier est un contraste nucléaire, le faisceau de

neutrons interagit avec les noyaux atomiques, il est donc relié aux facteurs de diffusion nucléaire qui n'évoluent pas de manière monotone avec le numéro atomique comme c'est le cas du facteur de diffusion des rayons X. Le second est un contraste magnétique, il tire son origine du moment magnétique du neutron interagissant avec celui de l'atome. Ce second contraste nécessite donc une différence entre l'identité magnétique de la matrice et celles des précipités que l'on souhaite caractériser [9,10,28,29].

Dans le cas de l'alliage 6061, le contraste de diffusion électronique entre les éléments de la matrice et les précipités est très faible. En effet, ces derniers sont composés d'aluminium, de silicium et de magnésium. Ces trois éléments ont des facteurs de diffusion électronique très proches. C'est pour cette raison que l'utilisation de SAXS n'est pas adaptée à notre matériau et que l'on privilégiera la technique de SANS. Le SANS permet des observations fines, les objets étudiés pouvant aller d'une fraction de nanomètre à quelques dizaines de nanomètres. Cette méthode est donc pertinente car elle permet de sonder des éléments de microstructure dont la taille est similaire avec la taille des précipités assurant le durcissement du 6061 comme nous l'avons vu dans le chapitre 1.

Pour réaliser ce type d'analyse, on place l'échantillon à caractériser sur le chemin d'un faisceau de neutrons monochromatique. Celui-ci passe au travers d'un sélecteur de vitesse, qui confère à tous les neutrons la longueur d'onde désirée, puis il traverse un collimateur qui permet de concentrer les neutrons en un faisceau fin. Ce faisceau traverse ensuite l'échantillon et les neutrons interagissent avec l'échantillon provoquant leur diffusion. Le faisceau diffusé est ensuite observé grâce à un détecteur de neutrons 2D. Le schéma de principe du dispositif est présenté en **Figure III-3**. Le détecteur est composé de plusieurs cellules qui comptent le nombre de neutrons qui les ont heurtées. Elles permettent de mesurer l'intensité de diffusion (nombre de neutrons qui ont touché la cellule) en fonction de la position sur le détecteur [9,10,26,30].



Figure III-3. Schéma de principe du dispositif de diffusion des neutrons aux petits angles.

La diffusion aux petits angles est régie par la théorie générale et les équations de la diffraction. Les neutrons sont diffusés par les noyaux des atomes contenus dans l'échantillon (matrice et précipités). Les ondes sphériques diffusées sont cohérentes et interfèrent. Ces différences de phase des ondes interférentes donnent naissance à l'angle de diffusion  $2\theta$  qui est décrit en **Figure III-3** comme l'angle formé entre le faisceau incident et le faisceau diffusé. Il est alors possible de définir le vecteur de diffusion  $\vec{q}$  (différence entre le vecteur d'onde incidente et le vecteur d'onde diffusée) [31]. La relation entre la norme du vecteur de diffusion  $\vec{q}$  et l'angle de diffusion  $\theta$  est décrite cidessous (III-4) :

$$\|\vec{q}\| = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta \tag{III-4}$$

On comprend ainsi que les spectres I(q) vont pouvoir informer l'utilisateur à la fois sur la dimension et la fraction volumique des espèces diffusantes car ils fournissent une information quantitative (l'intensité) pour une multitude d'angles  $\theta$  de diffusion (qui représentent plusieurs tailles d'inhomogénéités) [32].

Les mesures présentées ici ont été effectuées sur la ligne D22 de l'ILL (Institut Laue-Langevin) à Grenoble, avec l'aide de L. Porcar et de R. Schweins dont quelques images sont présentées en **Figure III-4** (a) et (b). La **Figure III-4** (c) présente le positionnement de l'échantillon dans le dispositif de mesure. Les données de diffusion ont été traitées avec l'outil GRASP développé sous MATLAB ® par les équipes de l'ILL suivant un protocole similaire à celui présenté dans les travaux de thèse de D. Maisonnette [9].



Figure III-4. Ligne D22 sur laquelle ont été réalisées les expériences de SANS.

La **Figure III-5** est une cartographie de l'intensité de diffusion en fonction de la position sur le détecteur obtenue pour l'échantillon en 6061 produit avec la synergie CMT et la vitesse Vd = 40 cm/min après traitement thermique T6 (donc en présence de précipités). Le centre du spectre correspond à un angle nul (faisceau transmis). L'intensité recueillie par le détecteur est représentée par les différents niveaux de couleurs. Le carré bleu - correspondant donc à une intensité reçue nulle - au centre du spectre provient d'un dispositif (beam-stop) placé devant le détecteur qui permet de bloquer le faisceau transmis. Ce faisceau, non diffusé, est trop intense et pourrait détériorer le détecteur. La taille des particules que l'on souhaite étudier conditionne la gamme d'angles de diffusion à balayer (de l'ordre de 1/q). Pour couvrir une gamme de vecteurs de diffusion suffisamment importante, le détecteur est mobile et permet de faire des mesures avec plusieurs distances échantillon-détecteur. Dans notre cas, 3 distances ont été sélectionnées : 2 m, 8 m et 18 m, couvrant une gamme de q allant de 0,0045 Å<sup>-1</sup> jusqu'à 0,19 Å<sup>-1</sup> (**Figure III-5**).

Les traitements des données passent d'abord par l'élimination des points indésirables présents à proximité du beam-stop ainsi qu'aux extrémités du détecteur (effets de bords). Par la suite, l'influence de l'environnement de mesure (porte-échantillon, bruit de fond) est retirée. Une mesure de diffusion du porte-échantillon vide (sans échantillon) permet de retirer l'intensité diffusée par l'environnement de la manipulation. Les cartographies de diffusion obtenues avec les trois distances de détection doivent ensuite être normalisées. En effet, pour un q donné, les courbes de diffusion ne se superposent pas à cause des durées de mesure et des différences de la distance échantillon-détecteur. Le flux de neutrons n'est alors pas le même pour les trois configurations. Tout d'abord, la durée de la mesure est prise en compte grâce à un facteur de normalisation. Une correction d'angle solide et une correction de flux incident sont également nécessaires. Ces corrections sont de nouveau des calculs de normalisation des résultats. Enfin à toutes ces calculs, s'ajoute la prise en compte d'un facteur de calibration lié à l'épaisseur de l'échantillon et à la carte d'efficacité du détecteur qui sont programmées sur GRASP en fonction de l'instrument utilisé.



Figure III-5. Représentations de l'intensité diffusée mesurée par le détecteur 2D pour un échantillon pour les trois distances échantillon-détecteur (a) 18 m ; (b) 8 m ; (c) 2 m.

Par la suite, une série de traitements sur les données recueillies est nécessaire afin d'en exploiter les informations. Pour plus d'informations sur le traitement des données, le lecteur pourra se référer aux travaux de De Geuser et Deschamps [31]. En pratique, la valeur de l'intensité de diffusion en fonction de l'angle de diffusion est obtenue en faisant l'hypothèse que le signal mesuré est isotrope (hétérogénéités elles-mêmes au moins statistiquement isotropes). L'intensité en fonction de la norme du vecteur de diffusion peut alors être obtenue en réalisant la moyenne azimutale sur tout le détecteur autour du faisceau transmis [31]. Les diagrammes de Guinier log(I) =  $f(q^2)$  et de Kratky Iq<sup>2</sup> = f(q) peuvent alors être tracés. L'exploitation de ces diagrammes permet d'obtenir des informations à propos de la taille moyenne et de la fraction volumique de précipités présents dans la matrice. L'aire sous la courbe Iq<sup>2</sup> = f(q), aussi appelée intensité intégrée et notée Q<sub>0</sub> est en effet liée à la fraction volumique des précipités via un terme de contraste ( $\Delta \rho$ )<sup>2</sup> [31,33]. La détermination de la fraction volumique à partir de l'intensité intégrée implique une hypothèse sur les compositions des objets qui diffusent ainsi que celle de la matrice. Elle peut être calculée de la façon suivante (III-5) :

$$Q_0 = \int_0^\infty I(q) q^2 dq = 2\pi^2 (\Delta \rho)^2 f_v (1 - f_v)$$
(III-5)

Pour interpréter le signal mesuré, nous avons fait l'hypothèse que les précipités nanométriques que l'on cherche à caractériser sont des sphères dont la taille suit une distribution log-normale (III-6).

$$f(R) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma R}} exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln\binom{R_0}{R}}{\sigma}\right)^2\right)$$
(III-6)

Le signal obtenu contient un ensemble de contributions et doit donc être décomposé de sorte à isoler les informations issues des précipités. Les contributions du comportement de Porod à très petits angles (pente asymptotique correspondant à la contribution des précipités de grande taille) ainsi que de la diffusion incohérente (dite de Lauë, constante dans le cas des petits angles) sont alors soustraites du signal total. La contribution des précipités que l'on cherche à caractériser sur la courbe de diffusion est modélisée par la distribution log-normale de sphères. Un exemple de courbe modélisée faisant apparaître les différentes contributions au signal (Lauë, Porod et distribution log-normale de sphères) est présenté en **Figure III-6**.



Figure III-6. Courbe de diffusion I = f(q) expérimentale des trois distances regroupées (points noirs) et modélisée (trait continu rouge) ainsi que les différentes contributions de la modélisation (distribution lognormale de sphères, Laue et Porod).

#### 3.8. Sonde atomique tomographique

La Sonde Atomique Tomographique (SAT) repose sur l'ionisation et l'évaporation par effet de champ des atomes situés à la surface d'un matériau taillé en pointe présentant un très faible rayon de courbure [34]. Cette technique permet à la fois de mesurer la composition des phases à l'échelle nanométrique avec une très bonne résolution chimique et d'imager la distribution spatiale (3D) des atomes. Sa résolution spatiale est extrêmement fine, proche de la résolution atomique. Le principe des analyses à l'aide d'une SAT consiste à appliquer un fort potentiel électrique (~10 kV) à des échantillons sous forme de fines pointes (rayon de courbure <100 nm) à température cryogénique (quelques dizaines de K). Une impulsion électrique ou laser permet d'ioniser les atomes en bord de terrasses atomiques (là où l'effet de champ est le plus intense) et de les évaporer un à un. Les ions obtenus sont alors accélérés en direction du détecteur 2D lui faisant face dans le champ électrique établi. Le temps de vol, décompté entre l'impulsion provoquant l'ionisation d'un atome et son arrivée sur le détecteur, ainsi que sa position sur le détecteur peuvent alors être mesurés avec une grande précision. Ainsi, le temps de vol renseigne sur le rapport masse/charge par spectrométrie de masse à temps de vol donnant accès à la nature des atomes évaporés [34]. La position de l'impact ainsi que sa place dans la séquence d'arrivée de tous les ions détectés informent quant à elles sur la position qu'occupait l'atome dans la pointe. Cette méthode de tomographie permet une reconstruction 3D des objets. Un schéma de principe, présenté sur la **Figure III-7** (a) et la **Figure III-7** (b), montre une cartographie des éléments Al, Mg, Si, Cu et Cr révélée par une reconstitution 3D d'une pointe SAT en alliage d'aluminium 6061 à l'état T6 [10].



**Figure III-7.** (a) schéma de principe de la SAT ; (b) cartographies des éléments Al, Mg, Si, Cu et Cr révélés par une reconstitution 3D d'une pointe SAT en alliage d'aluminium 6061 à l'état T6 [10].

# 4. Caractérisation des microstructures

## 4.1.Morphologies et taille des grains

Dans cette partie, nous tenterons d'expliquer le lien entre les microstructures observées et les paramètres du procédé. La première étape est de comprendre la formation des microstructures de solidification ainsi que leur lien avec l'apport de chaleur issu du procédé. Nous étudierons la morphologie et la taille des grains ainsi que la texture cristallographique produites pour les différents jeux de paramètres du procédé retenus. Dans un second temps, nous tenterons de comprendre l'effet du procédé ainsi que celui du traitement thermique T6 sur les phases micrométriques.

## 4.1.1. Microstructures des grains suite au dépôt

De précieuses informations concernant la microstructure des grains ainsi que les phénomènes physiques qui régissent une opération de rechargement ont été trouvées dans la thèse de Thomas Billotte [35]. Nous nous appuierons sur son travail afin d'expliquer les microstructures observées. Les analyses qui vont suivre ont mis en lumière deux types de microstructures. D'une part, les grains colonnaires qui doivent leur morphologie élancée à une croissance contrainte durant laquelle le solide croît sous des conditions imposées par le gradient thermique. D'autre part, les grains équiaxes qui proviennent de la croissance libre au cours de laquelle on considère l'évolution d'une particule de solide isolée dans un liquide en surfusion.

## Grains colonnaires

Le procédé de soudage MIG-CMT mis en place dans cette étude sur la fabrication additive impose un gradient thermique lors de l'établissement des structures. Il est donc fortement susceptible de produire des grains colonnaires. Les morphologies de croissance sont pilotées par le rapport G/V avec G le gradient thermique et V la vitesse de progression de l'interface solide/liquide tel que décrit en Figure III-8.



Figure III-8. Microstructures produites en fonction du gradient thermique et de la vitesse de progression de l'interface liquide/solide (nommée R) [36].

#### • Germination

Les lois de la thermodynamique indiquent que, sous la température de liquidus d'un alliage, la forme solide est plus stable que le liquide à l'équilibre. Cependant, la solidification n'est pas immédiate. L'aspect cinétique doit alors être pris en compte. La cinétique fait appel à la fois au processus de germination et de croissance. Dans le cas du soudage, il n'y a pas d'étape de germination avant de débuter la croissance car les « germes » sont déjà présents. Ces « germes » sont les grains du métal de base situés à l'interface solide/liquide [35]. On peut donc supposer que le même phénomène se produit dans le cas de la fabrication additive dans laquelle les germes initiaux sont les grains du substrat pour la première couche puis des couches précédentes pour les passes suivantes.

Croissance

La croissance des dendrites suit des directions cristallographiques préférentielles dépendant de la structure cristallographique du métal se solidifiant. Pour les matériaux de structure cubique à faces centrées (CFC) comme les alliages d'aluminium, les directions cristallographiques <100> sont les directions privilégiées pour la croissance. Dans le cas d'une croissance colonnaire, la vitesse de croissance  $\|\vec{V_n}\|$  est reliée à la vitesse de soudage  $\|\vec{V_d}\|$  (vitesse de déplacement de la source de chaleur) par (III-7) qui fait intervenir l'angle  $\theta$  entre la normale au front de solidification  $\vec{n}$  et la vitesse de soudage, défini par (III-8).

$$\|\overrightarrow{V_n}\| = \|\overrightarrow{V_d}\|.\cos\theta \tag{III-7}$$

$$\theta = \overrightarrow{n} \cdot \frac{\overrightarrow{V_d}}{\|\overrightarrow{V_d}\|}$$
(III-8)

La Figure III-9 décrit le phénomène de solidification colonnaire dendritique. Elle présente le lien décrit dans l'équation (III-7) entre la vitesse de croissance  $\|\overrightarrow{V_n}\|$ , la normale  $\overrightarrow{n}$  à l'interface solide/liquide, et la vitesse de soudage  $\|\overrightarrow{V_d}\|$ .



Figure III-9. Schéma du phénomène de solidification colonnaire dendritique.

Dans le cas d'une croissance colonnaire dendritique, l'équation (III-7) doit être modifiée pour tenir compte des directions de croissance préférentielles, ce qui conduit à l'expression (III-9) de Rappaz et al. [37] :

$$\|\overrightarrow{V_{hkl}}\| = \|\overrightarrow{V_d}\| \cdot \frac{\cos\theta}{\cos\left(\Psi_{hkl}\right)}$$
(III-9)

Avec  $\Psi_{hkl}$  l'angle entre la normale  $\vec{n}$  et la direction <hkl>, décrit en Figure III-10. Parmi les six directions possibles <100> (matériau CFC), celle qui sera favorisée est celle dont l'orientation satisfait au plus près la colinéarité par rapport au gradient thermique à un endroit donné de l'interface solide/liquide. Dans le cas des CFC, un angle  $\Psi_{hkl}$  minimum détermine quelle direction <100> sera adoptée localement à l'interface avec le bain de fusion. C'est donc l'orientation du cristal par rapport au gradient thermique qui détermine la vitesse de croissance du grain dans la zone fondue, conditionnant ainsi la sélection des grains.



Figure III-10. Schéma du phénomène de solidification colonnaire dendritique en fonction de l'orientation cristallographique.

Dans le cadre du WAAM, au passage de la source de chaleur, tous les grains présents à l'interface croissent dans la direction cristalline <100> la plus proche du gradient. La sélection de grains exposée en Figure III-11 s'opère, c'est-à-dire que les grains les moins bien orientés par rapport au gradient représenté par le groupe B sont bloqués par les grains les mieux orientés représentés par les groupes A et C (Figure III-11). Cette sélection est due à la différence de vitesse de croissance des grains suivant leur orientation.



Figure III-11. Représentation du phénomène de croissance compétitive [38].

Pour expliquer ce phénomène, il faut donc comprendre comment s'établit la vitesse de croissance. La vitesse de croissance peut être calculée en considérant deux dendrites qui croissent dans un liquide en surfusion aux vitesses V<sub>1</sub> et V<sub>2</sub> comme schématisé en Figure III-12. Pour l'exemple, nous choisirons un angle  $\theta$  égal à 0. La dendrite D<sub>2</sub> croît à la vitesse V<sub>2</sub> et est désorientée d'un angle  $\Psi_{hkl}$  par rapport au gradient thermique. La dendrite D<sub>1</sub> croît à la vitesse V<sub>1</sub> et est colinéaire au gradient, elle croît donc à la vitesse  $\|\vec{V_d}\|$  imposée par le procédé [35].



Figure III-12. Représentation de la vitesse de croissance de deux dendrites [35].

Le calcul de la vitesse de croissance s'effectue grâce à l'équation (III-10). On obtient alors :

$$\overrightarrow{V_1} = \overrightarrow{V_d} \tag{III-10}$$

$$\overrightarrow{V_2} = \overrightarrow{V_d} \cdot \frac{1}{\cos(\Psi_{hkl})}$$
(III-11)

Dans ce cas, la vitesse V<sub>2</sub> est supérieure à V<sub>1</sub>. La dendrite D<sub>2</sub> est donc légèrement en retrait par rapport à la dendrite D<sub>1</sub> : le niveau de surfusion est donc plus important. La vitesse de croissance des dendrites désorientées par rapport au gradient est donc plus rapide et rencontre rapidement des obstacles. Ainsi la grande majorité des grains détiennent leur orientation crist alline <100> alignée avec le gradient thermique. Dans le cas du WAAM ce gradient suit le déplacement de la source de chaleur. La texture cristallographique est donc fortement liée aux paramètres du procédé.

#### Grains équiaxes

Dans beaucoup de procédés d'élaboration et de mise en forme par fusion-solidification (comme le soudage, la fonderie...), la morphologie de croissance n'est pas uniquement colonnaire. Des grains équiaxes peuvent germer et grandir dans le liquide. Une grande quantité de grains équiaxes peut alors bloquer la progression du front de solidification colonnaire par sédimentation, on parle alors de transition colonnaire-équiaxe [39–42]. Ce phénomène survient dans la zone pâteuse, cette dernière correspond à la zone dans laquelle le métal se solidifie et détient une importante fraction de solide. La **Figure III-13** est un schéma des mécanismes de croissance observés dans la zone pâteuse.



Figure III-13. Schéma d'une transition colonnaire-équiaxe dans la zone pâteuse.

Dans le cas de la croissance libre, la chaleur s'évacue par le liquide environnant. La vitesse de croissance n'est pas imposée par le gradient thermique mais uniquement par la surfusion du liquide au voisinage du grain équiaxe. Comme les structures colonnaires, ces grains peuvent adopter deux morphologies : soit des grains globulaires de forme compacte, approximativement sphériques, soit des grains dendritiques [35,39]. Les mécanismes à l'origine de la formation de grains équiaxes sont au nombre de trois et sont détaillés ci-après :

- La germination homogène repose sur le fait que la zone de surfusion située devant le front de solidification colonnaire est propice à la germination de grains équiaxes à condition que la surfusion soit suffisamment importante pour déclencher la croissance du germe [43]. Cependant, ce phénomène survient uniquement lorsque la surfusion est très élevée [41].
- La préexistence de cristaux solides (« Big Bang ») mécanisme proposé par Chalmers [42], est spécifique au procédé de coulée. Il met en jeu la préexistence de cristaux solides de l'alliage, d'origine inconnue, avant que toute solidification significative n'intervienne.
- La fragmentation est le phénomène le plus souvent envisagé concernant la formation de structures équiaxes. Il repose sur la fragmentation des bras de dendrites en cours de croissance, alors qu'elles sont encore entourées d'une part significative de métal liquide. Le schéma de principe est illustré en Figure III-14. Une fois que les extrémités des bras de dendrite secondaires se sont éloignées du bras primaire, ils se développent de manière plus libre et s'élargissent, principalement en raison de la plus grande quantité de solutés environnante. Cette variation de largeur du bras de dendrite secondaire se comporte comme une zone de faiblesse mécanique mais également comme un site préférentiel de refusion (surfusion associée à la courbure locale). Des bras de dendrites secondaires peuvent donc se détacher par refusion de leur base à cause de fluctuations de la vitesse de croissance du bras primaire, associée au flux de liquide qui applique des efforts sur ce rétrécissement à la base du bras secondaire. Pour que les fragments ainsi formés provoquent la transition colonnaire équiaxe, il est nécessaire qu'ils ne soient pas refondus (« survivent ») dans le liquide de la zone pâteuse (qu'ils aient donc une taille surcritique) et qu'ils soient transportés par les mouvements du liquide (convection, poussée d'Archimède, effet Marangoni...) dans une zone non déplétée en solutés. Ces parties déjà solides servent alors de germes et peuvent poursuivre leur croissance. Ils peuvent être une source conséquente de grains équiaxes [41].

Zone pâteuse | Liquide en surfusion



Figure III-14. Schéma décrivant le mécanisme de fragmentation donnant lieu à la formation de grains équiaxes en avant du front de solidification colonnaire.

#### 4.1.2. Microstructures à l'échelle des grains

Une première méthode simple à mettre en place et qui permet d'avoir une vision globale des grains présents dans l'échantillon est d'effectuer une attaque métallographique couplée à des observations au microscope optique. Des coupes dans l'épaisseur des murs produits précédemment sont observées. Les observations en microscopie optique à lumière polarisée après anodisation de Barker des coupes transversales (plan X-Z) révèlent la macrostructure (empilement des différentes couches) et la microstructure de nos échantillons. Les résultats de ces observations sont présentés en Figure III-15.



Figure III-15. Observations en microscopie optique à lumière polarisée après anodisation de Barker de coupes transversales (plan X-Z) de murs fabriqués en utilisant différents paramètres et stratégies de dépôt.

Pour observer la macrostructure sur des échantillons de grande dimension un mapping a dû être réalisé à l'aide du microscope optique. Ce mapping explique la présence de variations de luminosité qui peuvent être observées sur certaines images. Comme illustré en **Figure III-15**, deux types de microstructures sont révélés : l'une constituée de grains colonnaires dendritiques et l'autre de grains équiaxes dendritiques provenant des deux modes de croissance détaillés plus haut. On constate que la stratégie de fabrication joue un rôle majeur sur la morphologie et l'arrangement des grains. En revanche, l'énergie de soudage ne semble pas modifier la morphologie des grains dans le cas de la synergie utilisant le mode de transfert CMT. Ainsi, les échantillons réalisés avec les différentes vitesses de dépôt semblent présenter des grains de taille supérieure, quelle que soit la direction. On notera que la stratégie CMT-P ne semble pas laisser place à de la croissance libre dans le liquide en surfusion et ne produit donc pas de grains équiaxes.

#### Influence de la stratégie de fabrication

Dans les analyses qui vont suivre, les stratégies de fabrication jouent un rôle de premier ordre sur l'établissement des microstructures. Effectivement, ces dernières pilotent la direction du gradient thermique ainsi que les vitesses de solidification. Afin de faciliter la compréhension et de clarifier les différentes microstructures observées ainsi que leur arrangement au sein des échantillons, nous comparerons tout d'abord deux échantillons produits avec les deux stratégies de fabrication (alternée et unidirectionnelle). Les résultats qui illustreront les propos sont ceux obtenus avec les paramètres correspondant à Vd = 40 cm/min – HI = 109 J/mm, mais des résultats identiques sont observés pour les autres jeux de paramètres. Dans un second temps, nous nous pencherons sur l'effet des différentes énergies de dépôt utilisées.

A l'exception de la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P, les stratégies unidirectionnelle et alternée induisent la même structure d'empilements de couches. Cette structure est composée de successions de zones de grains équiaxes et colonnaires. Chaque couche déposée est constituée de grains colonnaires qui grandissent à partir des grains déjà solidifiés présents à la surface de la couche précédente ou du substrat. On retrouve au sommet de chaque couche une zone plus fine de grains équiaxes, comme le schématise la **Figure III-16** (a). Chaque nouvelle couche construite fait fondre partiellement la précédente. La profondeur caractéristique de la couche refondue a été mesurée autour de 200  $\mu$ m. En raison du faible apport de chaleur produit par la technologie CMT, seule une zone très étroite est affectée thermiquement (ZAT), environ 10  $\mu$ m de profondeur, dans laquelle on observe un très léger grossissement des grains et ce, quels que soient la stratégie ou les paramètres de fabrication.



Figure III-16. (a) Microstructure de l'échantillon produit avec la synergie CMT et représentation schématique de la microstructure vue en coupe transverse (Y-Z) ; (b) et (c) macrographies de la section longitudinale (X-Z) et zooms dans les zones d'intérêt pour (b) la stratégie alternée et (c) la stratégie unidirectionnelle

Les mêmes observations ont été effectuées sur des coupes longitudinales (plan X-Z). L'échantillon construit avec la stratégie alternée est présenté dans la **Figure III-16** (b), et l'échantillon produit avec la stratégie unidirectionnelle, dans la **Figure III-16** (c). Bien que les deux stratégies donnent des microstructures similaires en coupe transversale (plan Y-Z), elles influencent la direction de la croissance du grain colonnaire dans le plan longitudinal (plan X-Z). En effet, la direction de croissance des grains colonnaires est liée à la direction de dépôt (via le gradient de chaleur qui se développe pendant le dépôt). Ainsi, la stratégie alternée (**Figure III-16** (b)) – qui présente deux directions de dépôt opposées – produit des grains colonnaires qui croissent selon deux directions de solidification symétriques par rapport au plan transversal (Y-Z) alors que la stratégie unidirectionnelle (**Figure III-16** (c)) conserve la même direction de solidification couche après couche.

#### Taille de grains

Pour les deux stratégies, la distribution de tailles des grains équiaxes semble être équivalente. Ces observations microstructurales dans les directions X, Y et Z permettent d'évaluer la morphologie des grains. La taille des grains est mesurée selon la méthode des intercepts présentée dans la norme ASTM E112 [44]. L'utilisation de cette méthode est la plus appropriée pour évaluer la taille des grains colonnaires ainsi que leur rapport d'aspect. Comme demandé dans cette norme, les trois principales directions de mesure ont été identifiées.

La longueur moyenne d'interception linéaire I, pour les grains colonnaires, est obtenue à partir de l'équation (III-12).

$$\bar{\mathbf{I}} = \sqrt[3]{\mathbf{I}_{\overline{\mathbf{L}}} \cdot \mathbf{I}_{\overline{\mathbf{T}}} \cdot \mathbf{I}_{\overline{\mathbf{P}}}}$$
(III-12)

Où  $\Gamma_L$  est la longueur moyenne d'interception linéaire sur la surface orientée longitudinalement (X-Z),  $\Gamma_T$  est la longueur moyenne d'interception linéaire sur la surface orientée transversalement (X-Y) et  $\Gamma_P$  la longueur moyenne d'interception linéaire sur la surface orientée suivant le plan normal (Y-Z). Pour les structures granulaires équiaxes, la taille des grains est obtenue plus directement par la longueur moyenne d'interception linéaire. Les mesures obtenues à l'aide de la méthode des intercepts suivant les 3 plans (X-Z : Longitudinal, Y-Z : Transverse et X-Y : Plan) sont indiquées en Figure III-17.



Figure III-17. (a) intercept moyen mesuré (Longitudinal, Transversal et Plan, de gauche à droite) pour les grains colonnaires ; (b) intercept moyen mesuré pour les grains équiaxes.

On constate que les grains colonnaires mesurés dans les échantillons produits avec la stratégie unidirectionnelle sont systématiquement plus longs (environ 100  $\mu$ m de plus) dans la direction longitudinale que ceux produits avec une synergie alternée (Figure III-17 (a)). On constate également qu'une diminution de l'énergie de soudage (augmentation de la vitesse de déplacement de la torche de soudage) produit des grains plus longs à l'exception de la synergie CMT-P. Cette dernière produit des grains de très grande dimension (surtout dans la direction longitudinale) notamment en raison de l'absence de grains équiaxes qui pourraient permettre de bloquer la progression des grains colonnaires par sédimentation. Dans les directions transverse et plan, les grains possèdent les mêmes longueurs. En ce qui concerne les zones équiaxes, quelles que soient la stratégie ou l'énergie de soudage utilisées, la taille des grains reste relativement constante, autour de 100  $\mu$ m (Figure III-17 (b)).

Les caractéristiques morphologiques définies par l'ASTM E112 que sont le diamètre équivalent des grains (Figure III-18 (a)) et le rapport d'élancement (Figure III-18 (b)), mesurés pour les différentes conditions, sont détaillées en Figure III-18.



Figure III-18. (a) diamètre équivalent et (b) rapport d'élancement pour les différents paramètres et stratégies de fabrication.

Les trois jeux de paramètres de la synergie CMT donnent des valeurs très similaires de diamètre équivalent des grains. Cependant, on observe des rapports d'élancement plus importants avec la diminution de l'énergie de dépôt. La synergie CMT-P produit des grains plus gros mais dont les rapports d'élancement sont faibles.

#### 4.1.3. Analyses EBSD

Afin d'approfondir les analyses sur les grains, nous avons étudié la texture cristallographique ainsi que la taille des grains à l'aide d'analyses EBSD. La distribution de la taille et de la forme des grains ainsi que la texture ont été évaluées par EBSD et comparées aux mesures faites en microscopie optique. La Figure III-19 présente les cartographies EBSD obtenues pour les échantillons construits avec chaque jeu de paramètres de fabrication et pour les deux stratégies employées. Elles corroborent les analyses précédentes concernant la taille des grains et donnent accès à la texture cristallographique du matériau.

Morphologie et taille des grains

Les cartographies EBSD associées aux différents jeux de paramètres et stratégies de fabrication sont disponibles sur la Figure III-19.



Figure III-19. Cartographies EBSD pour les différents jeux de paramètres et synergies retenus

Les morphologies des grains observées à l'aide de l'EBSD sont en cohérence avec les résultats obtenus en microscopie optique. Comme observé précédemment, la matière déposée est composée de deux types de microstructures : des grains dendritiques équiaxes d'une part et colonnaires d'autre part. Ils ont une morphologie extrêmement marquée. On peut noter que les grains colonnaires sont allongés dans le sens de la solidification et présentent un rapport d'aspect important. Ces grains se développent en épitaxie sur la couche précédente. Ce phénomène se produit parce que chaque couche a la même composition et la même structure cristallographique que les cristaux qui se forment à partir du liquide. La croissance peut alors se produire spontanément sans nécessiter un surplus d'énergie d'activation dès que la température descend en dessous du liquidus [45,46]. Comme il a été expliqué antérieurement dans la section 4.1.1, le phénomène de croissance compétitive explique la direction préférentielle de la croissance des grains qui conduit à la forme colonnaire des grains. La direction de croissance préférentielle dépend de la structure cristalline, cette direction pour les matériaux CFC comme les alliages à base d'aluminium est <100> [8,45]. Comme l'observent Dinda et al. [8] et Liang et al. [47], les dépôts disposent d'une morphologie granulaire extrêmement marquée qui dépend de la stratégie de dépôt adoptée ainsi que des paramètres de fabrication [6-7].

Dans le cas des grains colonnaires, une légère courbure suivant la direction longitudinale peut être observée. Dans le cadre du WAAM, les grains croissent dans des conditions imposées par le gradient thermique (norme et direction). Or, ce dernier varie au cours du dépôt, ainsi les angles  $\theta$  et  $\Psi_{hkl}$  changent en cours de solidification. Ces variations peuvent entraîner un changement de la direction de croissance.

Bien que la méthode des intercepts soit rapide et efficace pour déterminer une taille de grain moyenne, elle ne tient pas compte de cette courbure. Contrairement au cas de grains dont la direction de croissance serait totalement rectiligne, l'intercept mesuré est plus court car il rencontre un joint de grain de manière anticipée en raison de cette courbure. Par conséquent, cette méthode tend à minimiser la taille de grains. Afin de confronter les résultats obtenus en microscopie optique, des analyses de la taille de grains ont également été menées par analyse des cartographies EBSD ; les résultats sont présentés en Figure III-20.



Figure III-20. Distributions des tailles de grains mesurées via les analyses EBSD.

On peut voir que la stratégie alternée produit une proportion plus élevée de grains fins comparée à la stratégie unidirectionnelle. Les distributions de la taille des grains déterminées pour les différents paramètres de dépôt, sont présentées à la **Figure III-20**. Un examen approfondi des grains d'un diamètre équivalent supérieur à 50  $\mu$ m (**Figure III-21**) montre que la stratégie unidirectionnelle produit plus de gros grains.



**Figure III-21.** Distributions de taille des grains dont le diamètre est supérieur à 50 µm mesurées via les analyses EBSD.

Bien que cohérentes, les tailles moyennes des grains observées par la technique EBSD sont beaucoup plus petites que celles observées en microscopie optique. Cela peut s'expliquer par le fait que les très petits grains, d'une taille inférieure à 2  $\mu$ m, qui ne sont pas mesurables au microscope optique, ont été pris en compte pour la détermination des distributions de taille en EBSD. En outre, les résultats d'EBSD peuvent également être affectés par des artefacts de préparation et des erreurs d'indexation [49,50].

#### Analyse de la texture cristallographique

Les figures de pôles associées aux cartographies EBSD (Figure III-19) sont présentées en Figure III-22, elles montrent les textures cristallographiques pour les différents jeux de paramètres et stratégies de fabrication.



Figure III-22. Figures de pôles associées aux cartographies EBSD pour les différents jeux de paramètres et stratégies de fabrication.

Comme décrit précédemment, la direction préférentielle de croissance des grains dépend du gradient thermique. Dans le cas de l'alliage 6061 de structure CFC, les dendrites, dont la direction <100> de la structure cristalline est orientée de façon colinéaire au gradient, continuent leur croissance alors que les autres sont stoppées par le phénomène de croissance compétitive. Le résultat de cette croissance compétitive est la texture cristallographique marquée que l'on peut observer sur la figure de pôles issue de la projection stéréographique des directions <100>. Des maxima d'intensité plus importants sont observés pour la stratégie unidirectionnelle indiquant une texture cristallographique plus marquée pour les pièces issues de cette stratégie. En d'autres termes, les grains dont les orientations cristallographiques sont alignées suivant la direction X+65°, sont plus nombreux pour la stratégie unidirectionnelle. Ces résultats sont cohérents avec la littérature et montrent que la modification des paramètres de fabrication additive change la texture des pièces obtenues [8,48,51].

#### Influence de la stratégie de fabrication

De la même façon que lors des observations en microscopie optique, nous allons nous pencher sur les résultats obtenus avec les paramètres correspondant à Vd = 40 cm/min – HI = 109 J/mm pour illustrer les phénomènes associés à la variation de texture cristallographique en fonction des deux stratégies de fabrication alternée et unidirectionnelle. La Figure III-23(a) présente la cartographie ESBD en figures de pôles inverses suivant Y ainsi que les figures de pôles associées pour la stratégie unidirectionnelle, et la Figure III-23 (b) pour la stratégie alternée.



Figure III-23. Morphologie et texture cristallographique des grains (a) pour la stratégie unidirectionnelle et (b) pour la stratégie alternée.

La stratégie unidirectionnelle donne une direction de croissance unique, ce qui entraîne une texture cristallographique <100> nette dans la direction  $X + 65^{\circ}$ , comme l'illustrent les figures de pôles de la Figure III-23 (a). La stratégie alternée donne une texture qui semble globalement plus homogène avec deux directions préférentielles de solidification (Figure III-23 (b)). Comme le montre la Figure III-24 (a), le dépôt dans sa globalité n'affiche pas une texture très marquée dans la direction <100> X + 65^{\circ}. En revanche, si on dissocie les différentes couches, on observe que la couche n dispose d'une texture <100> suivant la direction X +65^{\circ}, alors que la couche n+1 présente une texture <100> dans la direction X -65^{\circ}. Par conséquent, si la texture globale

obtenue avec la stratégie alternée semble plus homogène, on peut observer que chaque couche a une texture <100> marquée.



**Figure III-24.** Évolution de la texture cristallographique (a) de la couche n et (b) de la couche n+1 pour la stratégie alternée

# 4.2. Phases micrométriques

Au cours des analyses qui vont suivre, nous n'avons pas observé de variation des phases micrométriques que ce soit en faisant varier la stratégie de fabrication ou l'énergie de dépôt. En revanche, le mode de transfert semble jouer un rôle sur les phases micrométriques. D'autre part, le traitement thermique appliqué au matériau déposé a également un rôle évident sur ces phases micrométriques. Nous présenterons donc dans cette section uniquement les comparaisons entre les deux synergies et les différents traitements thermiques évoqués plus tôt.

## 4.2.1. Définition des phases

Les phases constitutives micrométriques ont été observées et analysées par MEB. Deux phases principales sont communément rencontrées à l'échelle micrométrique dans l'alliage 6061 [52–56] :

Les précipités grossiers β-Mg<sub>2</sub>Si se forment lors du refroidissement à la coulée de l'alliage et se dissolvent lors de l'étape hautes températures des traitements thermiques d'homogénéisation/mise en solution. Cependant, une trempe trop lente après la mise en solution entraîne une re-précipitation hétérogène de cette phase aux joints de grains. En raison de leur grande taille et de leur faible densité numérique, ces précipités grossiers ne participent pas au durcissement de l'alliage. Cette précipitation de particules grossières de phase β contribue même à limiter le durcissement des alliages Al-Si-Mg puisqu'elle diminue la quantité de Mg et de Si disponible en solution solide sursaturée pour la précipitation à l'échelle nanométrique de la phase β" responsable du durcissement

Les phases intermétalliques (IM) sont caractérisées par la présence de fer. Ces phases αc-Al<sub>12</sub>(Fe<sub>x</sub>Mn<sub>1-x</sub>)<sub>3</sub>Si sont formées lors du traitement thermique d'homogénéisation. De la même manière que les précipités β, les IM-Fer sont grossiers et ne participent pas directement aux mécanismes de durcissement de l'alliage [10].

## 4.2.2. Analyses des phases micrométriques

Pour cette étude les phases micrométriques ont été caractérisées par MEB en contraste des électrons rétrodiffusés (BSE). Ce contraste BSE étant fortement lié au numéro atomique moyen de la zone irradiée, il permet de mettre en évidence la présence de variations de composition chimique à une échelle allant jusqu'à quelques centaines de nanomètres. Ces variations de composition dans les alliages métalliques sont généralement dues à la présence de secondes phases réparties dans la matrice du matériau. Comme nous pouvons le voir sur la **Figure III-25** (a), deux phases constituantes sont présentes dans le fil d'apport de fabrication additive en 6061, une phase globulaire en gris foncé et une phase en gris clair au contour plus accidenté. Nous avons mesuré la composition de chacune de ces particules à l'aide d'analyses EDS locales (**Figure III-25** (a)), dont les résultats sont présentés sur le diagramme de la **Figure III-25** (b). Leur composition permet d'identifier les deux types de phases observées : la phase en gris foncé et globulaire est la phase  $\beta$  (Mg<sub>2</sub>Si) et la phase en gris clair et plus fragmentée, riche en Fe et Si est une phase intermétallique au Fer (IM-Fer).



Figure III-25. (a) image MEB en contraste BSE du métal d'apport ; (b) analyse EDS de la phase  $\beta$  (gris sombre) et d'un IM-Fer (gris clair).

Les images MEB en contraste BSE de la **Figure III-26**, montrent l'alliage 6061 à différents états métallurgiques (a) dans le fil d'apport, (b) tel que déposé par WAAM avec la synergie CMT et (c) déposé par WAAM avec la synergie CMT après un traitement thermique T6.



Figure III-26. Alliage 6061 dans différents états : (a) fil d'apport ; (b) brut de fabrication WAAM (CMT) ; (c) WAAM (CMT) à l'étatT6

La Figure III-27 présente les mêmes analyses pour la matière produite avec la synergie CMT-P.



Figure III-27. Alliage 6061 dans différents états : (a) fil d'apport ; (b) brut de fabrication WAAM (CMT-P) ; (c) WAAM (CMT-P) à l'état T6

Dans le fil d'apport, la microstructure est similaire à celle que l'on trouve pour l'alliage 6061 corroyé. On y trouve donc de la phase  $\beta$  et des IM-Fer. Les deux phases constitutives sont réparties de façon homogène dans la matrice.

Dans la matière déposée avec la synergie CMT qui n'a pas subi de traitement thermique, un réseau de particules de phase riche en silicium est observé (taches claires). Ce réseau se forme dans les espaces interdendritiques et a déjà été décrit en détails dans le domaine de la fonderie [57]. La phase  $\beta$  est également observée en proportion et en taille équivalentes à celles observées dans le fil. Le matériau déposé avec la synergie CMT après traitement thermique T6 ne présente plus ce réseau de phase riche en Si observé précédemment. De plus, tous les intermétalliques et les précipités grossiers de phase  $\beta$  sont moins nombreux et plus petits que ceux que l'on trouve dans le fil et dans le matériau brut de dépôt.

Les particules d'IM-Fer et les précipités grossiers de  $\beta$  ont probablement été dissociés dans l'arc électrique pendant le dépôt et, en raison des vitesses de refroidissement extrêmement élevées et aussi de la solidification rapide induite et de la très faible solubilité du fer dans l'aluminium, des particules de grandes tailles se sont formées dans les espaces interdendritiques. Après le traitement thermique T6 (notamment du fait de la mise en solution) les IM-Fe sont redistribués de manière plus homogène dans le matériau. Les précipités de la phase  $\beta$  ont été dissous dans la matrice d'aluminium. Une matrice ainsi enrichie en éléments d'alliage pourrait modifier considérablement la cinétique de précipitation, ce qui entraînerait un état de précipitation différent après le traitement thermique T6 [2].

Le métal brut de dépôt produit par la synergie CMT-P contient également des réseaux de particules d'une phase riche en silicium dans les espaces interdendritiques. Les particules sont beaucoup plus grandes en raison de la taille des grains qui, elle aussi, est plus importante. On constate plus particulièrement une zone à la jonction entre deux dépôts dans laquelle le réseau de silicium présente une taille plus importante que dans le reste du dépôt (**Figure III-27** (b)). La morphologie et la distribution de la phase  $\beta$  en présence s'apparentent à celles observées dans le fil. Après traitement thermique T6 du matériau déposé avec la synergie CMT-P, on remarque la présence de reliquats du réseau riche en Si. Les particules de ces reliquats sont plus grandes que celles observées dans le fil ou dans la matière produite avec la synergie CMT à l'état T6. La phase  $\beta$ , quant à elle, ne présente pas de différence comparée à celle observée dans la matière produite avec la synergie CMT.

# 5. Caractérisation des précipités à l'échelle nanométrique

# 5.1.Étude par microscopie électronique en transmission

Les phases à l'échelle nanométrique ont été étudiées à l'aide du MET. Pour rappel, malgré le développement d'une gamme de préparation spécialement conçue pour nos échantillons, les pièces issues de la synergie CMT-P présentant un taux de porosités plus important (cf. chapitre 2) n'ont pas permis d'obtenir de lames minces observables. Ils seront donc étudiés par la suite seulement à l'aide des techniques de SANS et de SAT. Le 6061 est un alliage d'aluminium durci par traitement thermique, ses propriétés mécaniques élevées proviennent donc de son état de précipitation. Par conséquent, la nature, la répartition spatiale et la taille des phases nanométriques jouent un rôle important sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Ces phases apparaissent lors d'un traitement thermique contrôlé (qui pilote ces trois facteurs) et sont largement influencées par la composition de l'alliage et son histoire thermomécanique [58,59]. Cependant, les pièces fabriquées par WAAM subissent une histoire thermomécanique complexe et assez souvent fortement hors-équilibre qui peut altérer la composition locale de l'alliage (vaporisation d'éléments d'alliage, ségrégation chimique locale) et provoquer des changements des séquences de précipitation des phases nanométriques et de leurs cinétiques de transformation (nature des phases, composition, vitesse de formation, solubilité, stabilité...). Il est donc important d'étudier la nature, la localisation et la taille de ces phases nanométriques en présence dans le matériau élaboré par WAAM ainsi que leur évolution au cours des traitements thermiques ultérieurs.

Les observations ont été réalisées à l'échelle nanométrique pour tous les jeux de paramètres sélectionnés pour la synergie CMT (correspondants à Vd = 40, 60 et 80 cm/min), ainsi que pour chacune des deux stratégies de fabrication. Cependant, ces observations n'ont permis de mettre en évidence aucune différence significative. Il semblerait donc que les précipités présents à cette échelle ne soient pas sensibles aux fluctuations d'énergie de soudage comprises dans la gamme étudiée pour la synergie CMT. Nous rapportons donc seulement les résultats obtenus à partir des échantillons construits avec la stratégie alternée pour les paramètres Vd = 40 cm/min avec la synergie CMT et la stratégie alternée pour la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P. Comme base de comparaison, une tôle de 6061 laminée à l'état T6 a également été étudiée qui sera donc notre référence. Même si la description des précipités à l'échelle nanométrique présents dans l'alliage 6061 corrové a déjà fait l'objet de nombreux travaux [4,9,10,19–21,60–62], nous utiliserons nos propres observations de cet échantillon, ce dernier ayant été préparé et analysé dans les mêmes conditions que nos autres échantillons, comme base de comparaison pour établir les modifications affectant la microstructure à cette échelle induites par les différentes opérations mises en œuvre (préparation d'échantillon, traitements thermiques).

Deux types de précipités ont été observés : les dispersoïdes et les phases nanométriques ( $\beta$ ", Q', L...). Cependant, la nature très locale des observations MET rend difficile l'établissement d'une description statistique de la taille et de la fraction volumique de ces précipités par cette seule technique.

## 5.1.1. Dispersoïdes

Les dispersoïdes présentent une interface incohérente avec la matrice. Ils ont une taille caractéristique comprise entre 10 et 500 nm et une morphologie sphérique ou parallélépipédique. La Figure III-28 montre des images MET en champ clair de dispersoïdes

pouvant être observés dans (a) le matériau corroyé à l'état T6 (référence), (b) dans le matériau WAAM tel que déposé et (c) dans le matériau WAAM à l'état T6.



**Figure III-28.** Images MET en champ clair des dispersoïdes observés dans (a) le matériau corroyé à l'état T6 pris pour référence, (b) dans le matériau brut de dépôt et (c) dans le matériau déposé après un traitement thermique menant à l'état T6.

L'observation du matériau corroyé à l'état T6, présentée dans la **Figure III-28** (a), met en évidence la présence de dispersoïdes de tailles et de formes diverses. Ces dispersoïdes sont grossiers (60 à 600 nm) et dispersés de manière homogène dans les grains.

La Figure III-28 (b) montre une image MET du matériau brut de dépôt. On retrouve les réseaux de particules riches en Si le long des joints de grains (présentés dans la partie 4.2). On peut noter la présence de dispersoïdes de grande taille et d'une densité numérique assez faible - bien inférieure à celle observée dans le matériau de référence. Les dispersoïdes sont généralement formés lors du traitement thermique d'homogénéisation, leur taille varie en fonction de la durée et de la température du traitement [63]. En effet, des températures plus élevées et des temps de maintien plus longs favorisent l'augmentation de leur taille et la diminution de leur densité numérique par coalescence [64]. Même si l'effet premier des dispersoïdes est d'améliorer la ténacité en limitant la croissance des grains, ce type de précipités a un effet direct assez limité sur le durcissement de l'alliage [64,65]. Ils peuvent néanmoins avoir un effet indirect sur sur ce dernier en agissant comme sites de nucléation pour les particules de ß' (Mg2Si) après homogénéisation. Avant l'étape d'homogénéisation du traitement thermique T6, une distribution uniforme de petits dispersoïdes à haute densité numérique est préférable, ce qui peut entraîner la précipitation d'une fraction volumique plus importante de particules durcissantes après l'étape de vieillissement du T6 [66]. En WAAM, des températures élevées (jusqu'à 400 °C) sont appliquées de manière répétée (dépôts des couches successives), ce qui pourrait expliquer la présence de ces dispersoïdes de grande taille.

Dans la **Figure III-28** (c), les dispersoïdes observés dans le matériau élaboré par WAAM à l'état T6 sont plus petits par rapport à la référence. Ils sont en plus petite quantité et leur taille est également plus faible. D'autres phases sont observées : la phase  $\beta$ ' ainsi que la phase Q' qui sont des phases grossières (500 à 800 nm). Les dispersoïdes observés sont de tailles, natures, formes et structures très différentes et le travail nécessaire pour caractériser l'ensemble de ces phases nécessiterait un investissement en temps important. Les taille, fraction et homogénéité de répartition des dispersoïdes sont des éléments importants qui conditionnent l'état de

précipitation de la matière. Cependant, les dispersoïdes ne participant pas directement au durcissement de cette matière, nous avons préféré nous concentrer sur les précipités  $\beta$ '' qui impactent de façon plus directe le comportement mécanique de l'alliage.

#### 5.1.2. Phases nanométriques

La phase nanométrique  $\beta$ " est la phase durcissante principale de l'alliage. Ces précipités, également parfois appelés dans la littérature "GPII" [19], se transforment à partir des zones GPI [67]. Ils se présentent sous la forme d'aiguilles d'environ 4 nm de diamètre et ils peuvent présenter une longueur allant jusqu'à 10 nm [19]. Les aiguilles de β" sont allongées dans la direction <001> de la matrice d'aluminium, et leur densité numérique, dans le 6061 à l'état T6, est d'environ  $10^{22}/\text{m}^3$  selon Flament [10]. La stœchiométrie des précipités de  $\beta$ ", selon Zandbergen et al. [21], est Mg5Si6. Plus récemment des analyses de SAT couplées à de la nanodiffraction quantitative et des calculs ab initio ont conduit à l'établissement de la stœchiométrie Mg5Al2Si4 [60]. Cette phase est cohérente avec la matrice et, de plus, elle est finement dispersée et de petite taille. La phase  $\beta$ " est donc généralement associée au pic de résistance mécanique des aluminiums de la série 6000 [68]. La température et la durée du traitement thermique de vieillissement permettant d'obtenir ces phases sont d'environ 175 °C pendant 8 h. Le vieillissement excessif du matériau entraîne une transformation de la phase métastable  $\beta$ " vers la phase moins métastable  $\beta$ '; cette transformation est bien documentée dans la littérature [4]. La formation de la phase  $\beta$ ' débute dès le début de la dissolution de la phase  $\beta$ ". Ces deux phases coexistent jusqu'à la dissolution totale de la phase  $\beta$ ".

Les précipités de  $\beta'$  ont une forme de bâtonnets et présentent une longueur pouvant atteindre environ 100 nm. Contrairement aux précipités de  $\beta''$ , ils ne sont que semi-cohérents avec la matrice. Vissers et al. [19] ont déterminé que leur structure est hexagonale et que leur stœchiométrie est Mg<sub>9</sub>Si<sub>5</sub>. Si le vieillissement se poursuit, la phase  $\beta'$  évolue à son tour pour former la phase stable  $\beta$  qui est CFC et de stœchiométrie Mg<sub>2</sub>Si. Les précipités qui en résultent sont des plaquettes micrométriques incohérentes avec la matrice dont la densité numérique est plus faible que celle de la phase  $\beta'$ . La formation de la phase  $\beta$  conduit donc à un adoucissement très important de l'alliage.

Dans l'échantillon de référence (tôle laminée T6), dont une image MET est présentée en Figure III-29 (a). On observe principalement la présence de la phase  $\beta$ ". Le diamètre moyen des précipités est d'environ 4 nm et leur longueur est d'environ 50 nm, ce qui est la taille conventionnelle selon Vissers et al. [19]. Les précipités de la phase  $\beta$ ' sont plus rarement observés. Ils se distinguent de  $\beta$ " par leur taille : leur diamètre est supérieur à 10 nm et leur longueur se situe entre 100 et 500 nm [2]. On peut également trouver de grands dispersoïdes dans la matrice, mais aucune autre phase n'est observée.



**Figure III-29.** Images MET en champ clair des phases β'', β' et de dispersoïdes fins observés dans (a) le matériau corroyé à l'état T6 pris pour référence, (b) dans le matériau brut de dépôt et (c) dans le matériau déposé et traité thermiquement jusqu'à l'état T6.

La Figure III-29 (b) montre, cette fois-ci, l'image MET de la matière après dépôt WAAM. Les précipités  $\beta$ " et  $\beta$ ' se trouvent à proximité de grands dispersoïdes uniquement. À une distance de 1 µm de ces grands dispersoïdes, les précipités ne sont plus observés.

Les précipités de  $\beta$ " ont également été observés dans le matériau élaboré par WAAM puis traité thermiquement pour atteindre l'état T6, comme le montre la **Figure III-29** (c). Les précipités isolés ont été mesurés sur des images prises en haute résolution (comme l'image présentée en bas à droite de la figure). Les précipités de la phase  $\beta$ " obtenus ont une longueur de 5 à 200 nm et un diamètre de 2 à 10 nm. La présence simultanée de grands précipités  $\beta$ " et de précipités  $\beta$ ' est le signe d'un léger sur-vieillissement subi par le matériau [69–71]. Même si le matériau est homogénéisé au cours de la première étape du traitement thermique T6, la phase  $\beta$ " n'a pas les dimensions habituellement observées (environ 50 nm) [19]. De plus, la phase  $\beta$ " n'est pas la seule phase présente à l'échelle nanométrique. D'autres phases métastables peuvent être trouvées dans les alliages Al-Mg-Si-Cu, ces phases sont formées pour des conditions de composition particulières à l'état T6 et peuvent coexister avec la phase  $\beta$ " [72,73]. Les phases L et Q' sont observées dans le matériau déposé par WAAM, comme l'illustre la **Figure III-30**. Ces phases sont beaucoup moins représentées dans le matériau corroyé auquel a été appliqué le même traitement thermique.



**Figure III-30.** Images MET en champ clair des phases nanométriques observées dans le matériau déposé et ayant subi un traitement thermique menant à l'état T6 illustrant la présence de phases  $\beta$ '',  $\beta$ ', Q' et L.

Les précipités de type  $\beta$  ( $\beta$ ,  $\beta'$  et  $\beta''$ ) ont été étudiés, montrant la coexistence des phases  $\beta''$  et  $\beta'$ . Ce signe d'un léger sur-vieillissement peut provenir de fluctuations de composition (enrichissement de la matrice en éléments d'alliage, modifiant la cinétique de précipitation) ainsi que des cycles thermiques complexes subis pendant l'opération de fabrication additive. En outre, les dispersoïdes observés dans la section précédente sont très différents de ceux qui peuvent être observés dans l'échantillon de référence. Leur taille et leur fraction volumique influencent les cinétiques de précipitation. Ces observations nous amènent à la conclusion que le traitement T6 conventionnel appliqué au matériau WAAM entraîne un léger survieillissement.

Une large gamme de phases métastables peut également être trouvée dans les alliages Al-Mg-Si-Cu, ces phases sont formées pour des conditions de composition particulières à l'état T6 et peuvent coexister avec la phase  $\beta''$  [72,73]. Tel qu'illustré sur la **Figure III-30**, nous avons décelé la présence des phases L et Q'. La phase L est considérée comme une phase durcissante et la phase Q' comme un précipité adoucissant. Il est donc possible que la coexistence de ces différentes phases (GPI,  $\beta''$ ,  $\beta'$ , L, Q', dispersoïdes, etc.) complexifie les interactions avec les dislocations et puisse conduire à une modification significative des propriétés du matériau. Il est cependant difficile d'expliquer clairement le mécanisme de formation ainsi que le rôle de chacune de ces phases prises indépendamment sur le comportement mécanique.

#### 5.1.3. Analyse de la densité numérique et de la taille des particules

La taille des différents objets observés plus haut a été mesurée sur une dizaine d'images (une centaine d'objets a été analysée) à différents grandissements pour l'échantillon de référence et l'échantillon produit avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT suivi d'un traitement thermique T6. La **Figure III-31** présente le diagramme de probabilité d'une loi normale des valeurs de diamètre équivalent mesurées dans chacun des deux échantillons, dans le cas de l'échantillon de référence (alliage corroyé à l'état T6) la valeur de p des échantillons est inférieure à 0,05 témoignant d'une forte probabilité que les valeurs de diamètre équivalent des particules  $\beta$ '' mesurées suivent une loi normale. Dans le cas des mesures réalisées sur l'échantillon issu de WAAM, on observe 3 populations, chacune d'entre elles suivant également une loi normale (valeur de p<0,05).



Figure III-31. Diagramme de probabilité du diamètre équivalent mesuré par HR-MET (loi normale).

Après analyse de ces trois populations, nous avons identifié que la première est composée de précipités de phase  $\beta$ '' grossiers et la seconde de précipités de phase  $\beta$ '. Après retrait des valeurs associées à la phase  $\beta$ ', les valeurs moyennes des diamètres équivalents pour la phase  $\beta$ '' ont été relevées et sont résumées dans le **Tableau III-3**. La densité numérique de précipités a également été calculée à l'aide de la surface de la zone observée, du nombre de précipités comptés sur la surface ainsi que l'épaisseur de la lame mince dans la zone considérée mesurée en EELS, ces valeurs sont cohérentes avec celles de la littérature [9,10,32].

Échantillon	Diamètre équivalent moyen (nm)	Écart type (nm)	Épaisseur de la zone (nm)	Densité numérique de précipités .10 <sup>22</sup> /m <sup>3</sup>
Référence	36	26	140	2,6
WAAM	150	150	200	3,3

Tableau III-3. Diamètre équivalent et densité numérique de précipités obtenus.

#### 5.2. Caractérisation par SANS

L'objectif de l'expérience de diffusion des neutrons à petits angles (SANS) est de suivre les caractéristiques des précipités nanométriques en fonction des différents paramètres du procédé de fabrication et des traitements thermiques. Les mesures ont été réalisées sur les murs élaborés par WAAM (détaillés au chapitre 2). Des analyses à l'état brut de fabrication et au pic de durcissement (traitement thermique T6) ont été effectuées. Les trois distances échantillondétecteur utilisées ont permis de couvrir une gamme de norme de vecteur de diffusion s'étalant de 0,0045 Å<sup>-1</sup> jusqu'à 0,19 Å<sup>-1</sup> ce qui permet de couvrir la taille de particules désirée (5 à 200 nm) [10,74]. Initialement un diaphragme de  $2 \times 2$  mm<sup>2</sup> a été employé et plusieurs points, localisés à différentes positions sur l'échantillon, ont été sondés de sorte à vérifier l'homogénéité de l'état de précipitation. Après plusieurs essais, ayant validé l'homogénéité de l'état de précipitation dans la hauteur et le long des échantillons, nous avons opté pour un diaphragme de 8 x 8 mm<sup>2</sup> afin de bénéficier d'une mesure sur un volume plus important de matière (signal mesuré plus important et meilleure représentativité de la mesure).

La Figure III-32 (a) présente les rayons moyens des précipités qui ont été mesurés dans chaque condition et la Figure III-32 (b) détaille les valeurs de  $Q_0$  (l'intensité intégrée) qui est directement liée à la fraction volumique de précipités via un facteur de contraste dépendant de la différence de composition entre la matrice et les précipités. La composition précise des précipités ainsi que de la matrice pour les différents échantillons sont nécessaires afin de pouvoir déterminer les facteurs de contraste et ainsi de pouvoir interpréter les évolutions des valeurs de  $Q_0$ . Les valeurs exposées sont à prendre avec précaution car les facteurs de contraste n'ont pas été calculés. On constate que pour l'ensemble des échantillons, le rayon moyen des objets relevé à l'état brut de fabrication est très faible (entre 2 et 4 nm). A l'état T6, la matière produite avec les deux synergies CMT-P et CMT dispose de précipités dont la taille est comparable (9 et 12 nm respectivement). L'échantillon prélevé dans le bloc massif présente, lui, des précipités de plus grande taille avec un rayon moyen d'environ 17 nm.



**Figure III-32.** (a) rayon moyen des précipités ; (b) Q<sub>0</sub> intensité intégrée proportionnelle à la fraction volumique de précipités issus des mesures par SANS.

Concernant les valeurs de  $Q_0$  liées aux fractions volumiques de précipités, on observe que les synergies CMT et CMT-P à l'état T6 produisent une quantité de précipités équivalente. A l'état brut de fabrication dans le cas de ces deux synergies, la densité de précipités est plus faible. Dans le bloc massif, on constate, qu'à l'état brut de fabrication, une densité de précipités importante est mesurée. Comme illustré en Figure III-32 (a), ils sont de petite taille. Ces
observations conduisent à penser que les échantillons prélevés dans le bloc de matière massif ont déjà engagé le processus de vieillissement en raison de l'apport de chaleur déployé au cours du dépôt. A l'état T6, dans le bloc, la quantité de précipités est plus importante que dans le bloc brut de fabrication mais bien moins importante que dans les murs construits avec les deux synergies. De plus, ces précipités sont de plus grande taille. Nous pouvons donc supposer que le bloc massif, pour le même traitement thermique que les murs, présente un léger survieillissement.

### 5.3. Campagne de caractérisation par SAT

Les analyses de SAT ont été réalisées par l'équipe de la plateforme IRMA du GPM (Rouen) sur la sonde atomique LEAP 4000 HR par l'intermédiaire du réseau METSA. La préparation finale des pointes échantillons a été réalisée à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé (FIB) par les équipes du GPM. Les analyses ont également été menées par W. Lefebvre et l'équipe de la plateforme IRMA du GPM. Les résultats des analyses par sonde atomique tomographique présentés en Figure III-33 sont cohérents avec les observations au MET et les analyses par SANS. Dans les échantillons bruts de fabrication, quelques enrichissements locaux en Mg et Si sont observés, ces amas contenant du Mg et du Si peuvent être des co-clusters ou des zones de GPI (Figure III-33 (a)). Dans les échantillons qui ont subi le traitement thermique T6, on observe une grande densité de précipités  $\beta$ " (Figure III-33 (b)). L'alliage analysé, bien qu'issu de fabrication additive, présente une densité de précipités qui ne diffère pas de celle observée dans un alliage corroyé [10,75]. Dans le cas de l'échantillon élaboré à l'aide de la synergie CMT-P, présenté en Figure III-33 (d), il semblerait que l'état de précipitation soit plus avancé que dans l'échantillon issu de la synergie CMT. Le traitement thermique ayant été réalisé exactement dans les mêmes conditions, une piste pouvant expliquer cette différence d'avancement de l'état de précipitation est la composition de la matrice qui est légèrement différente d'un échantillon à l'autre.



Figure III-33. Résultats des analyses par sonde atomique tomographique (a) échantillon CMT brut de fabrication ; (b) échantillon CMT après traitement T6 ; (c) échantillon CMT-P brut de fabrication ; (d) échantillon CMT-P après traitement T

# 6. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié la matière déposée par WAAM avec les différents paramètres de dépôt et stratégies de fabrication. L'étude à l'échelle micrométrique a mis en lumière la présence de grains à la morphologie particulière. Au cours de la solidification, des structures colonnaires se sont régulièrement formées, ces structures ont été retrouvées dans l'ensemble des échantillons. Des grains équiaxes ont également été observés dans les échantillons produits avec la synergie CMT. La synergie CMT-P produit des grains de grande taille. Les analyses EBSD ont mis en évidence que la stratégie alternée produit des grains plus fins et une texture cristallographique globalement plus homogène que la stratégie unidirectionnelle.

Les phases constituantes (précipités grossiers de phase  $\beta$  et IM-fer) ont été remises en solution et elles se retrouvent sous forme de réseaux de particules particulièrement riches en Si dans les zones interdendritiques. Dans le cas de la synergie CMT-P, des résidus de ces particules sont retrouvés après le traitement thermique T6 alors que, dans le cas de la synergie CMT, les phases constituantes sont bien dispersées dans la matière.

A l'échelle nanométrique, nous avons observé que les dispersoïdes formés dans la matière issue de WAAM sont d'une taille très importante par rapport à la référence. Les précipités  $\beta$ " et  $\beta$ ' ont été étudiés au travers de trois techniques (MET, SANS, SAT) et présentent une fraction volumique et un rayon moyen équivalents à ceux que l'on trouve dans la littérature pour les alliages corroyés. La synergie CMT-P semble produire un état de précipitation plus avancé que la synergie CMT. De nombreuses phases ont été observées au MET, les phases L et Q' sont présentes en nombre dans les échantillons issus de WAAM après T6 et peuvent jouer un rôle sur les propriétés de l'alliage.

# Bibliographie

- [1] A. Benoit, Soudage à l'arc semi-automatique (MIG / MAG), Tech. l'ingénieur Assem. des matériaux par soudage. 33 (2015) 14.
- [2] O.R. Myhr, Grong, H.G. Fjær, C.D. Marioara, Modelling of the microstructure and strength evolution in al-mg-si alloys during multistage thermal processing, Acta Mater. 52 (2004) 4997–5008. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.07.002.
- [3] J. Ge, J. Lin, H. Fu, Y. Lei, R. Xiao, A spatial periodicity of microstructural evolution and anti-indentation properties of wire-arc additive manufacturing 2Cr13 thin-wall part, Mater. Des. 160 (2018) 218–228. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.09.021.
- [4] C.D. Marioara, S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, R. Holmestad, The influence of alloy composition on precipitates of the Al-Mg-Si system, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 36 (2005) 691–702. https://doi.org/10.1007/s11661-005-1001-7.
- [5] S.J. Andersen, Quantification of the Mg2Si  $\beta''$  and  $\beta'$  phases in AlMgSi alloys by transmission electron microscopy, Metall. Mater. Trans. A. 26 (1995) 1931–1937. https://doi.org/10.1007/BF02670664.
- [6] AFNOR, NF EN 515 Aluminium et alliages d'aluminium Produits corroyés, (2008).
- [7] D. Barbier, Analyse de Microstructures par la technique EBSD, in: Mecamat, 2010.
- [8] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy, Surf. Coatings Technol. 206 (2012) 2152–2160. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.09.051.
- [9] D. Maisonnette, Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2010.
- [10] C. Flament, Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l'alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, Université de Grenoble Alpes, 2016.
- [11] C.M. Gómora, R.R. Ambriz, F.F. Curiel, D. Jaramillo, Heat distribution in welds of a 6061-T6 aluminum alloy obtained by modified indirect electric arc, J. Mater. Process. Technol. 243 (2017) 433–441. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.01.003.
- [12] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, Y. Uetani, Metastable phases in an Al-Mg-Si alloy containing copper, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 32 (2001) 1293– 1299. https://doi.org/10.1007/s11661-001-0219-2.
- [13] T. Saito, F.J.H. Ehlers, W. Lefebvre, D. Hernandez-Maldonado, R. Bjørge, C.D. Marioara, S.J. Andersen, E.A. Mørtsell, R. Holmestad, Cu atoms suppress misfit dislocations at the  $\beta''$ /Al interface in Al-Mg-Si alloys, Scr. Mater. 110 (2016) 6–9. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.07.033.
- [14] T. Saito, F.J.H. Ehlers, W. Lefebvre, D. Hernandez-Maldonado, R. Bjørge, C.D. Marioara, S.J. Andersen, R. Holmestad, HAADF-STEM and DFT investigations of the Zn-containing  $\beta$ " phase in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 78 (2014) 245–253. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.06.055.

- [15] X. Sauvage, A. Dédé, A.C. Muñoz, B. Huneau, Precipitate stability and recrystallisation in the weld nuggets of friction stir welded Al-Mg-Si and Al-Mg-Sc alloys, Mater. Sci. Eng. A. 491 (2008) 364–371. https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.02.006.
- [16] T. Dorin, P. Donnadieu, J.M. Chaix, W. Lefebvre, F. De Geuser, A. Deschamps, Size distribution and volume fraction of T1 phase precipitates from TEM images: Direct measurements and related correction, Micron. 78 (2015) 19–27. https://doi.org/10.1016/j.micron.2015.06.002.
- C.D. Marioara, S.J. Andersen, T.N. Stene, H. Hasting, J. Walmsley, A.T.J. Van Helvoort, R. Holmestad, The effect of Cu on precipitation in Al-Mg-Si alloys, Philos. Mag. 87 (2007) 3385–3413. https://doi.org/10.1080/14786430701287377.
- [18] T. Saito, S. Wenner, E. Osmundsen, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, W. Lefebvre, R. Holmestad, The effect of Zn on precipitation in Al-Mg-Si alloys, Philos. Mag. 94 (2014) 2410–2425. https://doi.org/10.1080/14786435.2014.913819.
- [19] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen, The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 55 (2007) 3815–3823. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.032.
- [20] H.K. Hasting, W. Lefebvre, C. Marioara, J.C. Walmsley, S. Andersen, R. Holmestad, F. Danoix, Comparative study of the  $\beta$ "-phase in a 6xxx Al alloy by 3DAP and HRTEM, Surf. Interface Anal. 39 (2007) 189–194. https://doi.org/10.1002/sia.2487.
- [21] H.W. Zandbergen, S.J. Andersen, J. Jansen, Structure determination of Mg5Si6:particles in Al by dynamic electron diffraction studies, 1997. https://doi.org/10.1126/science.277.5330.1221.
- [22] A. Gaber, M.A. Gaffar, M.S. Mostafa, E.F.A. Zeid, Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg2Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg2Si-0.33 Cu alloys, J. Alloys Compd. 429 (2007) 167– 175. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.04.021.
- [23] D.J. Chakrabarti, D.E. Laughlin, Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions, in: Prog. Mater. Sci., 2004: pp. 389–410. https://doi.org/10.1016/S0079-6425(03)00031-8.
- [24] D.J. Chakrabarti, Y. Peng, D.E. Laughlin, Precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions and the role of the Q' and related phases, Mater. Sci. Forum. 396–402 (2002) 857–862. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.396-402.857.
- [25] H.R. Zhang, R.F. Egerton, M. Malac, Local thickness measurement through scattering contrast and electron energy-loss spectroscopy, Micron. 43 (2012) 8–15. https://doi.org/10.1016/j.micron.2011.07.003.
- [26] B. Hammouda, Insight into the SANS Technique, Natl. Inst. Stand. Technol. (2008) 1– 717.
- [27] P. Parnière, Métallographie par diffraction des rayons X , des électrons et des neutrons, Tech. l'ingénieur. 33 (1983) 24.
- [28] A. Deschamps, Précipitation durcissante dans les matériaux de structure, Mémoire

d'habilitation à diriger des recherches - Institut National Polytechnique de Grenoble, 2009.

- [29] J.-P. Cotton, Diffraction et spectrométrie des neutrons, Tech. l'ingénieur. 33 (2013) 1–
   2.
- [30] I. Grillo, Soft Matter Characterization, Soft Matter Charact. (2008). https://doi.org/10.1007/978-1-4020-4465-6.
- [31] F. De Geuser, A. Deschamps, Precipitate characterisation in metallic systems by smallangle X-ray or neutron scattering, Comptes Rendus Phys. 13 (2012) 246–256.
- [32] D.Bardel, Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement cycliques aprés un transitoire thermique, Thèse de doctorat INSA Lyon, 2014.
- [33] A. Deschamps, F. De Geuser, On the validity of simple precipitate size measurements by small-angle scattering in metallic systems, J. Appl. Crystallogr. 44 (2011) 343–352. https://doi.org/10.1107/S0021889811003049.
- [34] D. Blavette, F. Vurpillot, B. Deconihout, F. Vurpillot, Sonde atomique tomographique SAT, Tech. l'ingénieur. base docum (2013) 1–14. http://www.techniquesingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/analyses-de-surface-et-demateriaux-42383210/sonde-atomique-tomographique-sat-p900/.
- [35] T. Billotte, Caractérisation et modélisation des structures de solidification en soudage TIG d'alliages austénitiques, Thèse de doctorat Université de Lorraine, 2017.
- [36] M. Akbari, R. Kovacevic, Closed loop control of melt pool width in robotized laser powder-directed energy deposition process, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 104 (2019) 2887–2898. https://doi.org/10.1007/s00170-019-04195-y.
- [37] M. Rappaz, S.A. David, J.M. Vitek, L.A. Boatner, Development of microstructures in Fe-15Ni-15Cr single crystal electron beam welds, Metall. Trans. A. 20 (1989) 1125– 1138. https://doi.org/10.1007/BF02650147.
- [38] Y.Z. Zhou, A. Volek, N.R. Green, Mechanism of competitive grain growth in directional solidification of a nickel-base superalloy, Acta Mater. 56 (2008) 2631–2637. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.022.
- [39] N. Leriche, Étude de la Transition Colonnaire-Equiaxe dans les lingots et en coulée continue d'acier et influence du mouvement des grains, Thèse de doctorat Université de Lorraine, 2018.
- [40] J.D. Hunt, Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic, Mater. Sci. Eng. 65 (1984) 75–83. https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90201-5.
- [41] J.A. Spittle, Columnar to equiaxed grain transition in as solidified alloys, Int. Mater. Rev. 51 (2006) 247–269. https://doi.org/10.1179/174328006X102493.
- [42] B. Chalmers, The Structure of Ingots, J. Aust. 8 (1963) 255–263.

- [43] T.E. Quested, A.L. Greer, Grain refinement of Al alloys: Mechanisms determining ascast grain size in directional solidification, Acta Mater. 53 (2005) 4643–4653. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.06.018.
- [44] ASTM, ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size, (2013). https://doi.org/10.1520/E0112-13.1.4.
- [45] S. Kou, Welding Metallurgy, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 2003. https://doi.org/10.1016/S0016-7878(62)80017-0.
- [46] A. Basak, S. Das, Epitaxy and Microstructure Evolution in Metal Additive Manufacturing, Annu. Rev. Mater. Res. 46 (2016) 125–149. https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070115-031728.
- [47] Y. Liang, S. Hu, J. Shen, H. Zhang, P. Wang, Geometrical and microstructural characteristics of the TIG-CMT hybrid welding in 6061 aluminum alloy cladding, J. Mater. Process. Technol. 239 (2017) 18–30. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.08.005.
- [48] V. Ocelík, I. Furár, J.T.M. De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, Acta Mater. 58 (2010) 6763–6772. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.09.002.
- [49] T. Baudin, Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations, Tech. L'Ingénieur. 33 (2010).
- [50] T. Baudin, Analyse EBSD Déformation et recristallisation des matériaux métalliques, Tech. l'Ingénieur. 33 (2011) M4 139.
- [51] H.L. Wei, J. Mazumder, T. DebRoy, Evolution of solidification texture during additive manufacturing, Sci. Rep. 5 (2015) 1–7. https://doi.org/10.1038/srep16446.
- [52] Y. Birol, Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys, Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 23 (2013) 1875–1881. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(13)62672-2.
- [53] Y. Shen, Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6: approche micromécanique, (2013).
- [54] N.C.W. Kuijpers, F.J. Vermolen, K. Vuik, S. Van Der Zwaag, A model of the β-AlFeSi to α-Al(FeMn)Si transformation in Al-Mg-Si alloys, Mater. Trans. 44 (2003) 1448–1456. https://doi.org/10.2320/matertrans.44.1448.
- [55] N. Kuijpers, Kinetics of the  $\beta$ -AlFeSi to  $\alpha$ -Al (FeMn ) Si transformation in Al-Mg-Si alloys, 2004.
- [56] N.C.W. Kuijpers, W.H. Kool, P.T.G. Koenis, K.E. Nilsen, I. Todd, S. Van der Zwaag, Assessment of different techniques for quantification of α-Al(FeMn)Si and β-AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys, Mater. Charact. 49 (2002) 409–420. https://doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00036-6.
- [57] S.N. Samaras, G.N. Haidemenopoulos, Modelling of microsegregation and

homogenization of 6061 extrudable Al-alloy, J. Mater. Process. Technol. 194 (2007) 63–73. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.03.126.

- [58] A. Block-Bolten, T.W. Eagar, Metal vaporization from weld pools, Metall. Trans. B. 15 (1984) 461–469. https://doi.org/10.1007/BF02657376.
- [59] T. Yuan, Z. Yu, S. Chen, M. Xu, X. Jiang, Loss of elemental Mg during wire + arc additive manufacturing of Al-Mg alloy and its effect on mechanical properties, J. Manuf. Process. 49 (2020) 456–462. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.10.033.
- [60] H.S. Hasting, A.G. Frøseth, S.J. Andersen, R. Vissers, J.C. Walmsley, C.D. Marioara, F. Danoix, W. Lefebvre, R. Holmestad, Composition of  $\beta''$  precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations, J. Appl. Phys. 106 (2009) 123527. https://doi.org/10.1063/1.3269714.
- [61] C.D. Marioara, J. Nakamura, K. Matsuda, S.J. Andersen, R. Holmestad, T. Sato, T. Kawabata, S. Ikeno, HAADF-STEM study of β-type precipitates in an over-aged Al-Mg-Si-Ag alloy, Philos. Mag. 92 (2012) 1149–1158. https://doi.org/10.1080/14786435.2011.642319.
- [62] M.W. Zandbergen, Q. Xu, A. Cerezo, G.D.W. Smith, Study of precipitation in Al-Mg-Si alloys by Atom Probe Tomography I. Microstructural changes as a function of ageing temperature, Acta Mater. 101 (2015) 136–148. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.08.017.
- [63] M. Kenyon, J. Robson, J. Fellowes, Z. Liang, Effect of Dispersoids on the Microstructure Evolution in Al–Mg–Si Alloys, Adv. Eng. Mater. 21 (2019) 1–7. https://doi.org/10.1002/adem.201800494.
- [64] K. Strobel, E. Sweet, M. Easton, J.F. Nie, M. Couper, Dispersoid phases in 6xxx series aluminium alloys, Mater. Sci. Forum. 654–656 (2010) 926–929. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.926.
- [65] L. Lodgaard, N. Ryum, Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys, Mater. Sci. Eng. A. 283 (2000) 144–152. https://doi.org/10.1016/s0921-5093(00)00734-6.
- [66] M. Remøe, I. Westermann, K. Marthinsen, A methodology to assess the spatial distribution of dispersoids in Al-Mg-Si alloys, 10. (2018).
- [67] M. Murayama, K. Hono, Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 47 (1999) 1537–1548. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00033-6.
- [68] M. Stucky, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, Tech. l'Ingenieur. (2011) 54.
- [69] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 46 (1998) 3893–3904. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00059-7.
- [70] Matsuda, Sakaguchi, Miyata, Uetani, Kamio, Sato, Precipitation sequence of various

kinds of metastable phases in Al-1.0mass% Mg2Si-0.4mass% Si alloy, Comput. Math. Math. Phys. 36 (1996) 847–859. https://doi.org/10.1007/978-0-387-34897-1\_61.

- [71] K. Teichmann, C.D. Marioara, S.J. Andersen, K. Marthinsen, TEM study of  $\beta'$  precipitate interaction mechanisms with dislocations and  $\beta'$  interfaces with the aluminium matrix in Al–Mg–Si alloys, Mater. Charact. 75 (2013) 1–7. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.10.003.
- [72] T. Saito, S. Muraishi, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, R. Holmestad, The effects of low Cu additions and predeformation on the precipitation in a 6060 Al-Mg-Si alloy, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 44 (2013) 4124–4135. https://doi.org/10.1007/s11661-013-1754-3.
- [73] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Røyset, O. Reiso, S. Gulbrandsen-Dahl, T.E. Nicolaisen, I.E. Opheim, J.F. Helgaker, R. Holmestad, Improving thermal stability in Cu-containing Al-Mg-Si alloys by precipitate optimization, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 45 (2014) 2938–2949. https://doi.org/10.1007/s11661-014-2250-0.
- [74] C.S.T. Chang, F. De Geuser, J. Banhart, In situ characterization of  $\beta''$  precipitation in an Al-Mg-Si alloy by anisotropic small-angle neutron scattering on a single crystal, J. Appl. Crystallogr. 48 (2015) 455–463. https://doi.org/10.1107/S1600576715002770.
- [75] F. De Geuser, W. Lefebvre, D. Blavette, 3D atom probe study of solute atoms clustering during natural ageing and pre-ageing of an Al-Mg-Si alloy, Philos. Mag. Lett. 86 (2006) 227–234. https://doi.org/10.1080/09500830600643270.

# CHAPITRE 4 – CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES PIÈCES EN ALLIAGE D'ALUMINIUM 6061 ÉLABORÉES PAR WAAM

Dans ce chapitre, nous présenterons les propriétés mécaniques des pièces élaborées par le procédé WAAM. Ces propriétés seront déterminées au cours d'une campagne d'essais de traction et de mesure de la dureté. Par la suite, les contraintes résiduelles seront caractérisées en surface et à cœur à l'aide de la diffraction des RX et des neutrons. Enfin, nous tenterons de mieux appréhender le lien entre les propriétés mécaniques, les paramètres du procédé et les caractéristiques microstructurales. Pour ce faire, un couplage entre une approche à champs moyens et des essais mécaniques *in situ* en diffraction sera effectué.

### TABLE DES MATIÈRES DU CHAPITRE 4

1.	Introd	luction du chapitre	223
2.	Techn	iques de caractérisation mécanique	224
	2.1.	Essais de microdureté	224
	2.2.	Contraintes résiduelles	224
	2.3.	Essais de traction	230
	2.4.	Essais de traction sous faisceau de RX	231
3.	Propri	iété en microdureté	233
	3.1.	Profils de microdureté en fonction de l'état de précipitation	235
	3.2.	Lien avec les propriétés en traction	237
4.	Comp	oortement mécanique du matériau	241
	4.1.	Propriétés mécaniques de l'alliage 6061	241
	4.2.	Prélèvement d'échantillons	242
	4.3.	Propriétés mécaniques pour différentes conditions de dépôt	243
	4.4.	Propriétés mécaniques des pièces issues de la synergie CMT	248
	4.5.	Propriétés mécaniques des pièces massives	250
5.	Analy	ses des contraintes résiduelles	252
	5.1.	Constantes d'élasticité radiocristallographiques	252
			221

	5.2.	Analyse des contraintes résiduelles surfaciques					
	5.3.	Analyse des contraintes résiduelles en profondeur					
6.	Modé	lisation du comportement mécanique269					
	6.1.	Modélisation du comportement élastique					
	6.2.	Modélisation du comportement plastique					
	6.3.	Simulation des déformations dans le volume diffractant					
	6.4.	Paramètres d'entrée du modèle					
	6.5.	Prise en compte des textures cristallographique et morphologique					
	6.6. diffracta	Détermination expérimentale des propriétés mécaniques à l'échelle du volume nt					
	6.7.	Confrontations simulations-expériences					
	6.8.	Résultats de simulation et vérification expérimentale avec la simulation combinée					
7.	Concl	usions du chapitre					
Bi	Bibliographie						

# 1. Introduction du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons cherché à mieux comprendre l'influence du procédé de fabrication par WAAM et des paramètres du procédé sur les propriétés mécaniques. Au cours du chapitre 3, nous avons vu que les paramètres de ce procédé et les cycles thermiques qu'il impose ont une action sur la microstructure des pièces produites en ce qui concerne les textures cristallographique et morphologique, notamment. Il est donc intéressant de quantifier plus précisément l'influence de ces paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique et de caractériser les propriétés mécaniques de pièces obtenues au travers d'une campagne de caractérisation complète.

Cette caractérisation mécanique s'est centrée sur trois méthodes expérimentales. Afin d'évaluer les propriétés mécaniques, nous nous sommes intéressés à la microdureté pour différents états métallurgiques et avec différentes conditions de fabrication. Des essais de traction nous ont permis d'accéder aux principales informations concernant le comportement élastoplastique du matériau et de déterminer les grandeurs mécaniques principales (Re, Rm, E et A%). Enfin, l'état mécanique de nos pièces a été caractérisé en surface et à cœur grâce aux techniques de diffraction des RX et des neutrons. En effet, comme le montre la littérature, l'état de contraintes dans les pièces issues de WAAM est complexe. Les contraintes analysées peuvent être importantes et avoir une influence majeure sur la tenue en service de la pièce. La caractérisation de ces contraintes résiduelles est donc une nécessité afin de comprendre le comportement mécanique des pièces produites et d'optimiser éventuellement le jeu de paramètres du procédé et/ou le traitement thermique post fabrication.

Nous nous sommes également intéressés à la modélisation du comportement élastoplastique du matériau. La modélisation utilisée dans ce travail repose sur une méthode de transition d'échelles (approche à champs moyens) qui se base sur les caractéristiques microstructurales et les phénomènes physiques principaux régissant le comportement du matériau. L'objectif est de mettre au point un outil permettant de mieux comprendre les propriétés mécaniques en fonction des microstructures produites par la fabrication additive (tailles et morphologies des grains, texture cristallographique...). Cette modélisation a été couplée à une étude expérimentale d'essais de traction in situ sous un faisceau de rayons X. L'objectif est d'employer la diffraction des rayons X (DRX) pour suivre l'évolution des champs de déformation élastique de différents groupes de grains au cours de l'essai mécanique. Finalement, il s'agit ici de mieux appréhender les différents mécanismes responsables des incompatibilités de déformations à l'origine de ces déformations élastiques. La diffraction renseigne sur les sollicitions subies par le matériau et sur le comportement de ce dernier au travers d'informations à l'échelle du volume diffractant, échelle intermédiaire entre les niveaux macroscopique et mésoscopique. Elle donne alors des éléments pour alimenter et valider les modèles à transition d'échelles comme l'approche autocohérente utilisée dans ce travail. Ce chapitre donne des éléments de réponse d'un point de vue mécanique dans le but d'optimiser les paramètres du procédé afin d'obtenir un matériau dont les propriétés mécaniques sont, d'une part optimisées, mais également comprises à l'aide d'un modèle fondé sur une démarche micromécanique.

# 2. Techniques de caractérisation mécanique

Dans cette section, nous exposerons les généralités et les principes de mesures des différentes techniques expérimentales employées afin de caractériser les propriétés mécaniques du matériau. Nous donnerons également le détail des méthodes d'analyse des données mises en place. Les essais de microdureté et de traction seront rapidement exposés. Nous présenterons plus en détail le principe d'analyse des contraintes internes par diffraction.

### 2.1.Essais de microdureté

La microdureté Vickers repose sur la mesure d'empreintes réalisées à l'aide d'un diamant de forme pyramidale à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° [1]. Parmi les différents types d'essais de dureté, la dureté Vickers nécessite un état de surface de l'échantillon soigné. Les empreintes étant petites, les irrégularités de la surface prennent une importance significative. Cette méthode d'essai est largement utilisée pour des mesures demandant une grande précision. Le matériel utilisé dans ce travail est un microduromètre automatique Durascan de la marque Struers. Un logiciel dédié prend en charge le positionnement des points de mesure et la mesure des empreintes se déroule de façon automatisée. Il est donc possible de réaliser des filiations et des cartographies de façon automatique. La dureté Vickers a été déterminée à l'aide d'une charge de 0,1 kg.F avec un temps de maintien de 10 s en conformité avec la norme EN ISO 6507 [2].

### 2.2.Contraintes résiduelles

Les matériaux ne sont pas parfaitement homogènes et le risque est particulièrement important s'ils sont élaborés par fabrication additive [3,4]. Ils peuvent présenter des hétérogénéités comme des joints de grains, des précipités, des dislocations, des porosités ou des inclusions. Les contraintes résiduelles sont les contraintes statiques existantes dans un matériau isolé en l'absence de tout chargement extérieur qui se trouve en équilibre mécanique. Elles sont dues aux incompatibilités des déformations libres (non élastiques) du matériau ou liées à un procédé d'élaboration, de mise en forme ou d'un traitement thermique [5]. Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut mettre en évidence des contraintes résiduelles dues à l'écoulement plastique, la dilatation thermique, les transformations de phase ou liées à des déformations assurant la continuité du matériau autour des défauts ponctuels, des dislocations, des joints de grains, des joints d'interphase au niveau des grains, des phases et enfin, de la pièce elle-même [6]. En dehors des contraintes résiduelles liées à la mise en forme, des contraintes résiduelles peuvent préexister dans le matériau. Les contraintes apparaissant lors de l'élaboration peuvent également être modifiées au cours de sollicitations extérieures (mécaniques, thermiques). En fabrication additive et plus particulièrement dans le cas du WAAM, il existe de forts niveaux de contraintes résiduelles ainsi que des gradients de contraintes complexes à caractériser [7–16]. Tel que décrit dans le chapitre 1, ces contraintes sont conditionnées par le matériau, la géométrie que l'on souhaite avoir ainsi que par les conditions de bridage. Comme l'expliquent Szost et al. [7], lorsque le métal en fusion se solidifie sur un substrat, le retrait lors de la solidification et du refroidissement génère des contraintes de traction dans la couche déposée et des contraintes de compression dans le substrat. L'application de la couche suivante et plus particulièrement la refusion partielle et l'apport de chaleur ont pour effet de relaxer au moins partiellement les contraintes générées. Les structures fabriquées par WAAM subissent donc des phénomènes thermomécaniques complexes à l'origine des contraintes résiduelles.

Dans leur étude, Matina et al. [13] montrent que lors de l'élaboration de parois minces un niveau de contraintes supérieur en traction est généré dans le sens longitudinal par rapport aux autres directions de mesures **Figure IV-1** (b). De plus, ils observent que le maximum de contraintes se situe dans la région du dépôt qui est la plus proche du substrat **Figure IV-1** (a). Ces résultats montrent qu'une zone de concentration de contraintes peut être observée à la jonction entre le dépôt et le substrat et doit être prise en compte au cours du dimensionnement des structures afin d'empêcher la rupture prématurée de la pièce.



**Figure IV-1.** (a) cartographie des contraintes résiduelles obtenue par la méthode du contour dans une paroi mince après WAAM d'un alliage de titane (Ti–6Al–4V) [13] ; (b) contraintes résiduelles mesurées en diffraction neutronique dans trois directions (longitudinale  $\sigma_{xx}$ , transverse  $\sigma_{yy}$ , et normale  $\sigma_{zz}$ ) [13].

Dans les matériaux métalliques, il est classique de considérer trois ordres de contraintes résiduelles [17].

- Les contraintes résiduelles d'ordre 1 ( $\sigma^{I}$ ), encore appelées contraintes résiduelles macroscopiques, sont homogènes dans des domaines relativement importants s'étendant sur plusieurs grains.
- Les contraintes résiduelles d'ordre 2 ( $\sigma^{II}$ ) ou contraintes résiduelles mésoscopiques, sont homogènes dans des domaines correspondant à un grain. Elles correspondent aux déviations des contraintes dans les grains par rapport aux contraintes de premier ordre.
- Les contraintes résiduelles d'ordre 3 ( $\sigma^{III}$ ) ou contraintes résiduelles microscopiques hétérogènes, sont inhomogènes même dans des zones s'étendant sur quelques distances interatomiques. Elles sont dues à la présence, par exemple, des cellules de dislocations, aux interactions dislocations-précipitations.

La superposition de ces trois ordres de contraintes est considérée comme le champ de contraintes résiduelles  $\sigma^R$  (IV-I) [5] :

$$\sigma^{R} = \sigma^{I} + \sigma^{II} + \sigma^{III} \tag{IV-1}$$

La diffraction des rayons X (notée DRX) et des neutrons (notée DN) sont des techniques non destructives qui peuvent être appliquées aux matériaux cristallins. Ces techniques permettent de caractériser la distribution des contraintes internes. Elles permettent également d'obtenir des informations riches et complexes sur les sollicitations subies par le matériau au niveau du volume diffractant, échelle intermédiaire entre les échelles macroscopique et microscopique [5,17–20].

### 2.2.1. Principe de diffraction

L'analyse des contraintes résiduelles mise en place dans cette étude repose sur le phénomène de diffraction. La technique de diffraction consiste à envoyer un faisceau de RX ou de neutrons sur un échantillon cristallin. La partie de l'échantillon qui reçoit le faisceau est nommée « **volume irradié** ». Certains grains à l'intérieur de ce volume sont orientés favorablement pour respecter les conditions de Lauë (1 à 5 % du volume irradié) [21]. Le résultat de la diffusion cohérente du rayonnement de longueur d'onde  $\lambda$  au travers du réseau cristallin se traduit par une interférence constructive dont la position angulaire  $\theta_{hkl}$  dépend de la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  suivant la loi de Bragg (IV-2) :

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta_{hkl}) \tag{IV-2}$$

La technique de diffraction permet l'analyse des domaines périodiques du matériau. Or, la présence de discontinuités à l'intérieur du grain altère la périodicité du cristal. Il existe donc un ensemble de volumes élémentaires sans défauts appelés domaines cohérents de diffraction (ou cristallites). L'ensemble de ces domaines cohérents de diffraction forment le **volume diffractant** qui est analysé (**Figure IV-2**). Ce volume est non connexe et varie avec la direction de mesure.



Figure IV-2. Définition du volume diffractant.

### 2.2.2. Détermination des déformations

D'un point de vue expérimental, il est possible d'utiliser le réseau cristallin comme jauge de déformation. On mesure alors le déplacement du pic de diffraction associé à une famille de plans diffractants {hkl}. Ce déplacement est directement lié à l'évolution des distances interréticulaires  $d_{hkl}$  par la loi de Bragg (IV-2) tel que décrit en Figure IV-3.



**Figure IV-3.** Variation de la distance interréticulaire  $(d_{hkl})$  et de l'angle de diffraction en raison de la déformation élastique du réseau cristallin.

Le déplacement du pic de diffraction mesuré par DRX (ou par DN) permet donc de remonter à la déformation moyenne mesurée sur le volume diffractant. La déformation élastique dans le matériau est mesurée dans la direction normale  $\vec{n}$  aux plans diffractants (bissectrice de l'angle formé par le faisceau incident et le faisceau diffracté) (Figure IV-4 (a) et Figure IV-4 (b). Ainsi on distinguera les contraintes (et déformations élastiques) relevées suivant les notations habituelles tel que décrit en Figure IV-4 (c).



**Figure IV-4.** (a) schéma de diffraction en vue de dessus ; (b) définition des angles d'azimut  $\varphi$  et de déclinaison  $\psi$ ; (c) système de notation des contraintes suivant le repère de l'échantillon.

La normale  $\vec{n}$  est définie par un couple d'angles  $(\varphi, \psi)$ , l'angle azimutal  $\varphi$  et l'angle de déclinaison  $\psi$ . La déformation vraie (rationnelle) moyenne du volume diffractant V<sub>d</sub> [22] peut être calculée à partir du décalage de l'angle de Bragg  $\theta_{hkl}$  tel que détaillé dans l'équation (IV-3). Elle est notée  $\langle \varepsilon^{II}(\varphi, \psi, hkl) \rangle_{Vd}$  ou  $\varepsilon_{\varphi\psi}$ .  $\langle \rangle_{Vd}$  correspond à une opération de moyenne sur le volume diffractant V<sub>d</sub>.

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \left\langle \varepsilon^{II}(\varphi, \psi, hkl) \right\rangle_{Vd} = ln\left(\frac{\left\langle d^{hkl} \right\rangle_{Vd}}{d_0^{hkl}}\right) = ln\left(\frac{sin\theta_0(\varphi, \psi, hkl)}{sin\theta(\varphi, \psi, hkl)}\right)$$
(IV-3)

L'utilisation de la déformation rationnelle par rapport à un autre type de déformation (conventionnelle ou linéarisée) ne change que très peu la valeur mesurée. Dans cette équation, la valeur  $\theta_0(\varphi, \psi, hkl)$  correspond à l'angle de Bragg pour le matériau libre de contrainte. A partir de la mesure de la déformation élastique, on peut alors remonter au tenseur de contraintes à partir des relations de la mécanique des milieux continus et en faisant des hypothèses plus ou moins fortes sur l'anisotropie élastique et plastique, les textures cristallographique et morphologique par exemple [5,6].

#### 2.2.3. Détermination des contraintes en diffraction des rayons X

Plusieurs méthodes permettent de déterminer l'état de contraintes par diffraction. La méthode la plus utilisée en DRX pour déterminer la contrainte moyenne au niveau du volume diffractant est appelée « méthode des  $\sin^2\psi$ » [5]. Dans le cas d'un polycristal monophasé homogène, macroscopiquement isotrope, en négligeant les incompatibilités de déformation plastique et pour un état triaxial de contrainte la relation qui lie la déformation moyenne  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  aux contraintes sur le volume diffractant dans la direction de mesure définie par les angles ( $\varphi$ ,  $\psi$ ) pour une famille de plans {hkl} est [5,6] :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} &= \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \left( \sigma_{\varphi}^{I} - \sigma_{33}^{I} \right) sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \left( \sigma_{33}^{I} \right) + S_1(hkl) \cdot Tr(\sigma^{I}) \\ &+ \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \left( \tau_{\varphi}^{I} \right) sin^2 \psi \end{aligned} \tag{IV-4}$$

Dans cette expression (IV-4),  $\sigma_{\phi}^{I}$  et  $\tau_{\phi}^{I}$  sont respectivement la contrainte normale et la contrainte de cisaillement suivant la direction  $\varphi$  (cf. équations IV-6 et IV-7). ½ S<sub>2</sub>(hkl) et S<sub>1</sub>(hkl) sont les constantes élastiques radiocristallographiques (CER) qui dépendent de la famille de plans {hkl} [5]. Elles permettent de tenir compte de l'anisotropie élastique du monocristal. A partir de cette approche, il est possible de calculer l'état de contrainte. Étant donné la faible pénétration des RX, l'hypothèse  $\sigma_{33}^{I} = 0$  MPa est souvent choisie. On a alors :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2(hkl) \sigma_{\varphi}^{l} \sin^2 \psi + S_1(hkl) (\sigma_{11}^{l} + \sigma_{22}^{l}) + \frac{1}{2} S_2(hkl) \tau_{\varphi}^{l} \sin 2\psi \qquad (IV-5)$$

$$\sigma_{\varphi}^{I} = \sigma_{11} \cos^{2} \varphi + \sigma_{12}^{I} \sin^{2} \varphi + \sigma_{22}^{I} \sin^{2} \varphi \qquad (\text{IV-6})$$

et

avec

$$\tau_{\varphi}^{l} = \sigma_{13}^{l} \cos\varphi + \sigma_{23}^{l} \sin\varphi \qquad (\text{IV-7})$$

Qui peut également s'écrire :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = A\sin^2\psi + B\sin^2\psi + C \tag{IV-8}$$

Cette équation (IV-8) correspond à celle d'une ellipse tel que décrite en Figure IV-5 dont une branche correspond aux valeurs positives de  $\psi$  et l'autre aux valeurs négatives.



Figure IV-5. Représentation des déformations mesurées en DRX en fonction de sin<sup>2</sup> y.

La pente de cette ellipse est proportionnelle à  $\sigma_{\varphi}^{I}$  et son ouverture est proportionnelle à  $\tau_{\varphi}^{I}$ . Par une méthode des moindres carrés linéaire, on peut alors déterminer A, B et C et en déduire l'état de contrainte dans une direction  $\varphi$  donnée. Dans le cas d'un état triaxial de contraintes, l'évolution des déformations moyennes du volume diffractant en fonction de  $sin^{2}\psi$  donne une ellipse à cause de la contrainte de cisaillement  $\tau_{\varphi}^{I}$ .

### 2.2.4. Détermination des contraintes en diffraction des neutrons

Dans le cas des déterminations de contraintes en diffraction des neutrons sur grands instruments, pour limiter les temps d'analyses, il est courant de se restreindre à trois directions de mesures orthogonales afin d'accéder aux composantes normales du tenseur des contraintes  $\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$ . La relation entre les contraintes résiduelles normales  $\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$  et les trois déformations orthogonales mesurées suivant les axes du repère macroscopique est donnée par l'équation (IV-9) à partir de la relation (IV-4) :

$$\sigma_{ii} = \frac{\left(2S_{1}(hk.l) + \frac{1}{2}S_{2}(hk.l)\right)}{\frac{1}{2}S_{2}(hk.l)\left(3S_{1}(hk.l) + \frac{1}{2}S_{2}(hk.l)\right)}\varepsilon_{ii}} (IV-9) - \frac{S_{1}(hk.l)}{\frac{1}{2}S_{2}(hk.l)\left(3S_{1}(hk.l) + \frac{1}{2}S_{2}(hk.l)\right)}\sum_{j} \varepsilon_{jj}$$

$$i = 1, 2, 3 \ j \neq i$$

Les valeurs de CER peuvent être déterminées expérimentalement (*cf. section 2.4.1*) ou par des approches micromécaniques à condition de prendre en compte l'anisotropie élastique des cristallites. Ces valeurs peuvent être obtenues, par exemple, par le modèle autocohérent de Kröner-Eschelby [23].

### 2.3.Essais de traction

Des essais de traction uniaxiale seront utilisés afin d'obtenir les caractéristiques mécaniques (module d'élasticité, limite d'élasticité, contrainte maximale à rupture) et la loi de comportement des pièces produites en fabrication additive arc-fil. La technique de prédilection pour l'acquisition de la déformation est l'extensométrie. Dans notre cas, un extensomètre vidéo a été employé. Il permet de relever la déformation sans les problématiques liées au contact (glissement notamment). Cependant, d'autres techniques existent afin de relever cette information (mesure en stéréo-corrélation d'image par exemple). La force est enregistrée en fonction du temps, généralement et on effectue l'essai mécanique avec une vitesse de déplacement constante. Il est par conséquent possible de déterminer la contrainte à l'aide des dimensions de l'éprouvette et de tracer la courbe caractéristique de la contrainte macroscopique en fonction de la déformation.

La déformation est déterminée en fonction de l'allongement :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \tag{IV-10}$$

Dans laquelle,  $\Delta l$  représente l'allongement en millimètre et  $l_0$  la longueur initiale de l'échantillon en millimètre. La déformation vraie (rationnelle) est déterminée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\nu} = \ln \left( 1 + \varepsilon \right)$$
 (IV-11)

La contrainte nominale (en MPa) est donnée par la relation :

$$\sigma = \frac{F}{S} \tag{IV-12}$$

Avec F la force relevée par la cellule de force en Newton et S la surface en mm<sup>2</sup>. On peut alors obtenir la contrainte vraie (rationnelle) en MPa :

$$\sigma_{\nu} = \frac{F}{S}.(1+\varepsilon) \tag{IV-13}$$

# 2.4.Essais de traction sous faisceau de RX2.4.1. Détermination des CER

Les CER nécessaires à la détermination des contraintes résiduelles peuvent être calculées ou mesurées expérimentalement en DRX. La détermination expérimentale permet toutefois d'être indépendante d'un modèle et de s'affranchir alors des constantes d'élasticité du monocristal qui ne sont pas forcément connues pour tous les alliages industriels.

Comme nous l'avons vu lors de la détermination des contraintes par DRX, l'absence de contrainte de cisaillement entraîne une ouverture nulle de l'ellipse formée sur le graphique  $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$ . Cette évolution linéaire de la déformation moyenne du volume diffractant dans le cas d'un état uniaxial de contraintes permet de déterminer expérimentalement les CER avec précision. Pour cela, il suffit d'imposer une contrainte connue à un échantillon et de mesurer les variations de la déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  en fonction de la contrainte appliquée (IV-14).

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{11} \cos^2 \varphi \sin^2 \psi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi \sin^2 \psi + \sigma_{33} \cos^2 \psi] + \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{12} \sin^2 \varphi \sin^2 \psi + \sigma_{13} \cos^2 \varphi \sin^2 \psi + \sigma_{23} \sin \varphi \sin^2 \psi] + S_1(hkl) [\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}]$$
(IV-14)

Lors de l'expérience l'angle d'azimut est fixé à  $\varphi = 0^\circ$ , l'équation (IV-15) se simplifie alors :

$$\varepsilon_{\varphi=0,\psi} = \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{33}] + \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{11} - \sigma_{33}] sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{13}] sin^2 \psi + S_1(hkl) [\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}]$$
(IV-15)

Si on applique une contrainte uniaxiale de traction, on a alors l'équation (IV-16).

$$\varepsilon_{\varphi=0,\psi} = \frac{1}{2} S_2(hkl) [\sigma_{11}] sin^2 \psi + S_1(hkl) [\sigma_{11}]$$
(IV-16)

La contrainte appliquée et l'angle  $\varphi$  étant fixés, on mesure la déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  pour différentes valeurs de  $\psi$ . Dans le cas d'un matériau isotrope, la courbe  $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(sin^2\psi)$  est alors une droite de pente :

$$\frac{1}{2}S_2(hkl).\sigma_{11}$$
 (IV-17)

En reportant ces valeurs de la pente en fonction de la contrainte appliquée, on obtient une droite de pente  $\frac{1}{2}S_2(hkl)$ . De la même façon, en reportant les ordonnées à l'origine en fonction de la contrainte appliquée, on obtient une seconde droite dont la pente est  $S_1(hkl)$ .

### 2.4.2. Compréhension des mécanismes de déformation

La diffraction peut être couplée à des essais de traction *in situ*. L'intérêt de ce couplage repose sur la possibilité d'accéder à des informations sur les champs de contraintes et de déformations non seulement à l'échelle macroscopique mais également à l'échelle du volume diffractant et notamment au niveau de différents groupes de grains d'orientations spécifiques suivant la famille de plans {hk.l} analysée. On peut alors sonder des familles de grains ayant un historique mécanique différent. Ces champs mécaniques peuvent être perçus comme la signature de l'histoire thermomécanique du matériau. En couplant ces analyses avec un modèle de transition d'échelles adapté, on peut alors obtenir des éléments d'informations pour appréhender les principaux mécanismes de déformation qui opèrent au sein du matériau sollicité au cours de l'essai [18,24,25]. La **Figure IV-6** illustre les résultats d'une simulation d'un essai de traction uniaxiale dans le cas d'un alliage de titane en tenant compte du maclage dans les mécanismes de déformation en plasticité issu des travaux de thèse d'Agbovi [18].



**Figure IV-6.** Résultat d'essais de traction *in situ* (simulation et expérience) (a) états mécaniques ( $\sigma_{11}$ ,  $\varepsilon_{11}$ )des grains et comportement macroscopique résultant ; (b) différents jeux de paramètres matériau (scission critique matrice d'écrouissage...) pour reproduire l'évolution des déformation pour la famille de plans {20.1}[18].

Le nuage de points bleus représente les états mécaniques (i.e.  $\sigma_{11}$ ,  $\varepsilon_{11}$ ) des grains. Le trait continu représente la courbe de chargement macroscopique. Sur la **Figure IV-6**, on constate qu'une hiérarchie de mécanismes de déformation proposée est très proche des valeurs expérimentales mesurées par DN pour la réflexion {20.1}. Le modèle permet de reproduire le comportement macroscopique quelle que soit la hiérarchie de mode de déformations proposée. La force du modèle que l'on souhaite employer est de décrire également le comportement mécanique à l'échelle du volume diffractant. Ceci permet de déterminer le bon jeu de paramètres (i.e. le choix des systèmes) en se basant non seulement sur le comportement mécanique macroscopique mais également sur celui au niveau du volume diffractant qui constitue un test plus sélectif afin de valider la pertinence du modèle.

# 3. Propriété en microdureté

Les mesures de microdureté Vickers sont largement utilisées pour caractériser la résistance des matériaux métalliques. Les propriétés en microdureté dépendent fortement de l'état de précipitation. Effectivement, il est bien établi que la fraction volumique et la taille des précipités sont les paramètres dominants qui déterminent le durcissement des alliages Al-Mg-Si [26].

Dans un premier temps, nous avons comparé les valeurs de microdureté relevées sur les pièces produites avec les différentes stratégies et paramètres de fabrication à l'état T6. Les mesures de la microdureté ont été réalisées sur les faces des murs produits. Ces dernières ont été usinées puis polies de sorte à obtenir des surfaces planes permettant l'automatisation des mesures. Des essais avec et sans usinage ont montré que ce dernier n'affecte pas la microdureté de la matière. La **Figure IV-7** présente des cartographies de la microdureté dans les échantillons produits avec les différentes stratégies et paramètres de fabrication après un traitement thermique T6.

On constate sur cette figure que les niveaux de microdureté sont relativement homogènes. Les différents gradients de température, la vitesse de solidification ainsi que les effets thermiques complexes qui ont eu lieu au cours du procédé de dépôt n'ont pas provoqué d'hétérogénéité sur les valeurs de microdureté relevées après avoir subi le traitement thermique T6. Il semblerait que l'étape d'homogénéisation (530°C/1h) réalisée au cours du traitement thermique T6 conduise effectivement à homogénéiser l'état métallurgique. Les solutés ont donc été distribués de façon homogène et l'étape de précipitation a par la suite été également homogène donnant lieu à une microdureté équivalente dans toute la pièce. De plus, l'apport d'énergie différent d'un jeu de paramètres à l'autre qui a conduit à un état métallurgique différent (taille et forme des grains, précipités différents) ne semble pas impacter la microdureté.



Figure IV-7. Cartographies de la microdureté suivant la coupe longitudinale (plan XZ) pour les différents échantillons à l'état T6.

La Figure IV-8 présente les moyennes des valeurs relevées pour chacun des échantillons. Les étoiles représentent les valeurs minimales et maximales relevées et les pointillés la valeur de référence de 107 HV donnée par la norme ASM [27] pour les matériaux forgés en 6061 à l'état T6. Le graphique présente également l'écart-type lié aux mesures.



Figure IV-8. Histogrammes des valeurs moyennes de la microdureté par échantillon. Les étoiles correspondent aux extremums et les pointillés aux valeurs définies par la norme ASM [27].

Ce graphique en **Figure IV-8** indique que les valeurs de microdureté mesurées pour les différents paramètres et stratégies sont sensiblement équivalentes. Elles se situent proches de la valeur de référence mais sont en moyenne supérieures. Ces résultats sont cohérents avec la littérature [28]. La valeur moyenne de microdureté pour l'ensemble des échantillons est de  $118 \pm 6 \text{ HV}_{0,1}$  ce qui semble confirmer que la matière produite est très similaire à la matière forgée de référence.

### 3.1. Profils de microdureté en fonction de l'état de précipitation

Afin de vérifier l'état de précipitation dans le matériau issu de la fabrication additive et pour accéder à différents états de précipitation, nous avons mis en place des traitements thermiques. Ces analyses ont été menées sur des profils de microdureté suivant le plan de coupe (YZ : cf. **Figure IV-9**) de sorte à vérifier l'homogénéité de la microdureté au travers des couches. Les états de précipitation classiques, c'est à dire, T6, maturation naturelle et brut de fabrication ont alors été étudiés. Les résultats qui illustreront les propos sont ceux pris pour le mur construit avec les paramètres Vd = 40 cm/min – HI = 109 J/mm et une stratégie alternée. Des résultats identiques sont observés pour les autres paramètres. La mesure de la microdureté après une maturation forcée permet de vérifier si l'état de précipitation après dépôt par WAAM est stable. Toute modification de la microdureté s'expliquerait alors par une modification de l'état métallurgique et donc d'une instabilité de la matière produite. Différents états métallurgiques ont donc été caractérisés :

- Brut de dépôt (noté B) : le matériau a été conservé à -80 °C après dépôt par WAAM pour éviter le vieillissement à température ambiante.
- Durcissement maximum (T6) : le matériau a été mis en solution à 530 °C pendant 1 h et trempé à l'eau, puis revenu à 175 °C pendant 8 h.
- Vieillissement naturel (NA) : le matériau a été conservé à température ambiante pendant au moins deux semaines après le dépôt (sans mise en solution préalable).
- Maturation forcée (M) : le matériau a subi une maturation à 90 °C pendant 2 h pour évaluer la stabilité des microstructures formées.

La microdureté semble être relativement constante sur toute l'épaisseur (i.e. suivant la direction Y) des échantillons, quelle que soit la stratégie de construction utilisée (**Figure IV-9**). Le long de l'axe Z (direction de construction), la distribution des valeurs de microdureté peut être expliquée par l'empilement successif de couches présentant des morphologies de grains différentes (**Figure III-15** du chapitre 3). L'effet du procédé, qui met en jeu différents gradients de température ainsi que des cycles thermiques complexes, ne semble pas avoir d'influence sur les valeurs de microdureté relevées. En raison de la haute conductivité thermique du matériau, il est possible que la dernière couche conduise à homogénéiser l'état métallurgique donnant lieu à une microdureté équivalente dans toute la pièce.

On constate également, que la pièce à l'état brut de fabrication n'est pas dans un état métallurgique stable. L'état de la matière produite s'approche donc de l'état obtenu après une homogénéisation et une trempe (durcissement par solution solide). Après le murissement forcé, la microdureté obtenue est équivalente à celle observée après un murissement naturel.



Figure IV-9. Cartographie de la microdureté suivant la coupe transverse (plan YZ) pour les différents états métallurgiques.

Une analyse statistique des valeurs de microdureté mesurées pour les deux stratégies de fabrication employées est donnée dans le **Tableau IV-1**. Il résume également les résultats de microdureté pour les différents traitements thermiques choisis.

Etat métallurgique	Brut	de dépôt	Vieil N (2 s am	lissement [aturel sem. /T° abiante)	Muris (2	sement forcé 2h/90°C)	(530°C/11	T6 h + 175°C/8h)
Stratégie	Alt.	Unid.	Alt.	Unid.	Alt.	Unid.	Alt.	Unid.
Microdureté maximum (HV <sub>0,1</sub> )	75	73	100	89	88	100	137	140
Microdureté moyenne (HV <sub>0,1</sub> )	64	64	80	75	78	76	124	118
Microdureté minimum (HV <sub>0,1</sub> )	48	48	49	53	62	49	112	100
Ecart Type (HV <sub>0.1</sub> )	5	6	10	6	5	9	6	6

 Tableau IV-1. Analyse statistique des propriétés en microdureté en fonction de l'état métallurgique et de la stratégie de fabrication.

Comme nous l'avons vu précédemment, les deux stratégies donnent les mêmes propriétés de microdureté pour tous les états métallurgiques. Le matériau brut de dépôt a une microdureté moyenne de 64 HV<sub>0.1</sub>, ce qui se rapproche de la microdureté déterminée à l'état métallurgique trempé. Il est probablement trempé en raison des vitesses de refroidissement élevées. En effet, il passe de l'état liquide à l'état solide en quelques secondes. Les autres couches déposées successivement appliquent brièvement (quelques secondes) une température élevée (environs 300 °C). La température n'a donc pas le temps d'activer les phénomènes de diffusion permettant le mouvement des éléments d'alliage qui provoque la précipitation des phases durcissantes. On considérera donc que le matériau brut de dépôt est à l'état recuit. C'est la raison pour laquelle la microdureté est faible car le seul mécanisme de durcissement présent dans ce cas est le renforcement par solution solide. Le matériau vieilli naturellement, obtenu après deux semaines à température ambiante, a une microdureté moyenne de 75 HV<sub>0,1</sub> correspondant à celle de l'état T4. Un traitement thermique de maturation forcée de 2 heures à 90 °C n'a pas permis de modifier la microdureté, soulignant que la stabilité métallurgique est atteinte dans le matériau après le vieillissement naturel. Ici encore, le traitement thermique T6 effectué sur les parois minces donne de meilleures propriétés (124 HV<sub>0,1</sub> pour la stratégie alternée et 118 HV<sub>0,1</sub> pour la stratégie unidirectionnelle) que celles obtenues sur le matériau forgé (égal à 107  $HV_{0,1}$  selon la norme ASM [27]).

### 3.2. Lien avec les propriétés en traction

Des mesures de microdureté ont été mises en parallèle avec des essais de traction de sorte à vérifier le lien que l'on retrouve généralement de façon empirique entre la microdureté et la limite d'élasticité. Ainsi, des éprouvettes issues de tôles laminées en 6061 ont subi une hypertrempe suivie de différents traitements thermiques de vieillissement. Les durées ainsi que les températures de vieillissement employées sont disponibles dans le **Tableau IV-2**.

Température (°C)					Duré	es (h)				
150	0,6	1,25	2,5	5	10	20	40	80	160	320
175	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128
200	0,05	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32

Tableau IV-2. Récapitulatif des températures et durées de vieillissement employées.

Au cours des essais de traction, les valeurs de modules d'Young, de limites d'élasticité et résistances maximales ont été relevées. Les figures **Figure IV-10** ci-dessous exposent ces résultats en fonction des différents traitements de vieillissement subis.



**Figure IV-10.** Valeurs de microdureté HV<sub>0,1</sub>, limite d'élasticité et résistance maximale en fonction du temps et de la température de vieillissement mesurées expérimentalement.

On constate que la microdureté comme les valeurs de résistance maximale et de limite d'élasticité atteignent un maximum en fonction du temps de vieillissement. Ce pic de propriétés mécaniques qui correspond au traitement thermique T6 (8h – 175°C) est associé à l'état de précipitation du matériau. En effet, les interactions entre les dislocations et les précipités sont nombreuses et complexes [3,29]. Cependant les phénomènes principaux à l'origine du durcissement sont décrits par Shercliff et Ashby [30] et exposés en **Figure IV-11**. Les phénomènes de contournement et de cisaillement ont été liés expérimentalement à la taille et à la fraction volumique de précipités par Shercliff et Ashby [30] tel que décrit dans les équations (IV-18) et (IV-19).

$$\tau_{Cisaillement} = C_{Cisaillement} f_{v}^{m} R^{n}$$
 (IV-18)

$$\tau_{Contournement} = C_{Contournement} \frac{\sqrt{f_v}}{R}$$
 (IV-19)

Dans ces équations (IV-18) et (IV-19),  $f_v$  est la fraction volumique et R, le rayon moyen des précipités. C<sub>Cisaillement</sub>, C<sub>Contournement</sub>, m et n sont des constantes phénoménologiques à identifier. Au pic de durcissement on assiste à la maximisation de ces deux phénomènes. Les précipités ont alors la fraction volumique et la taille idéale permettant un durcissement optimal de la matière.



**Figure IV-11.** Schéma du principe de durcissement par précipitation en raison de la contribution des phénomènes de cisaillement et de contournement en fonction du temps de vieillissement [30].

Il est également possible de tracer les valeurs de Re et Rm en fonction de HV, on observe une relation linéaire sur ces courbes présentées dans la **Figure IV-12**.



Figure IV-12. Limite d'élasticité et résistance mécanique en fonction de la microdureté HV<sub>0,1</sub>.

Ces résultats sont proches de ceux rapportés dans la littérature [31,32] et nous permettent d'estimer les principales caractéristiques mécaniques de l'alliage 6061 depuis les valeurs de microdureté mesurées. A l'aide de ces relations empiriques, il est possible d'estimer la limite d'élasticité du matériau issu de la fabrication par WAAM. Un ajustement linéaire entre Re (en MPa), Rm (en MPa) et la microdureté Vickers *HV* a donné les équations (IV-18) et (IV-19) suivantes :

$$Re = 3,3. HV - 92$$
 (IV-20)

$$Rm = 1,9.HV + 133$$
 (IV-21)

Ainsi à l'état T6, si on considère la microdureté moyenne relevée sur les faces des murs après usinage de 118  $HV_{0,1}$  obtenue précédemment, on obtient une limite d'élasticité à 297 MPa et une résistance maximale de 357 MPa. Ces résultats sont supérieurs aux valeurs de références données par la norme EN-755-2 [33]. En l'absence de porosités dans les éprouvettes, on peut obtenir de très bonnes propriétés mécaniques dans les pièces issues de fabrication additive.

### 4. Comportement mécanique du matériau

Dans cette partie, nous nous focaliserons sur la caractérisation des propriétés mécaniques de l'alliage 6061 produit par WAAM au travers d'une campagne d'essais de traction. Les pièces produites dont les microstructures ont été caractérisées dans le chapitre 3 ont servi naturellement à prélever des éprouvettes de traction. Les propriétés mécaniques pour les différentes conditions de fabrication ont été mesurées et elles ont été analysées en fonction des microstructures analysées dans le chapitre III.

### 4.1. Propriétés mécaniques de l'alliage 6061

### 4.1.1. Propriétés de référence

Les valeurs de références données par la norme EN-755-2 et par l'ASM Handbook [27] sont données dans le **Tableau IV-3** ci-dessous.

	Module d'élasticité (GPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Norme EN-755-2 [33]	69,5	240	260	8
ASM Handbook [27]	69,0	255	290	10

Tableau IV-3. Caractéristiques mécaniques de référence de l'alliage 6061 forgé à l'état T6.

Afin d'obtenir une courbe de traction de référence nous avons effectué des essais sur trois éprouvettes en alliage 6061 issues de tôle à l'état T6. La courbe de traction rationnelle de référence obtenue à l'issue de nos essais est présentée dans la Figure IV-13. Elle donne des valeurs caractéristiques moyennes (Re = 257 MPa, Rm = 351 MPa, E = 69,5 GPa et A% = 7,2%) supérieures à la norme et équivalentes à la littérature [27]. Nous nous servirons donc de cette courbe afin d'interpréter les données de traction obtenues avec le matériau issu de WAAM.



Figure IV-13. Courbe de traction rationnelle moyenne mesurée pour un alliage 6061 laminé à l'état T6.

### 4.1.2. Propriétés mécaniques des pièces issues de fabrication additive

Dans les études menées sur le procédé WAAM d'alliage d'aluminium [34-38] concernant les propriétés des alliages de la série 2000, les auteurs ne semblent pas s'accorder sur le caractère anisotrope des propriétés mécaniques en traction. Fang et al. [34] montrent que quel que soit le mode de transfert utilisé (CMT ou CMT-P), les propriétés mécaniques sont équivalentes et isotropes. Cette observation est confirmée par Qi et al. [36] et Zhang et al. [38]. En revanche, Gu et al. [37] ont observé des différences significatives des propriétés en traction en fonction de la direction de sollicitation en traction ( $\approx 4$  % de la limite d'élasticité en moins suivant la direction de construction). Dans l'ensemble de ces cas, les propriétés des pièces issues de fabrication additive sont supérieures ou égales au minimum requis dans l'ASM Handbook [4]. A l'heure actuelle, il n'existe pas, à notre connaissance, de données de caractérisation concernant les propriétés mécaniques de l'alliage 6061 issu du procédé WAAM. Des essais de caractérisation ont été menés par Fulcher et al. [39] sur l'alliage 6061 déposé par frittage direct de métal par laser (DED-L) après compactage isostatique à chaud et traitement thermique T6. Cependant, ils ont trouvé de grandes fissures intergranulaires formées au cours du dépôt liées au retrait de solidification. Ils précisent avoir observé des grains très allongés alignés avec les fissures. Le comportement mécanique qu'ils ont observé est anisotrope dans la mesure où la résistance maximale en traction est nettement inférieure dans la direction longitudinale (direction de dépôt) de 42 MPa par rapport à celle dans la direction transversale (direction de construction) de 230 MPa.

### 4.2. Prélèvement d'échantillons

Les travaux de Fulcher et al. [39], nous conduisent à considérer l'anisotropie des propriétés mécaniques. Dans notre étude, le matériau est en effet fortement texturé et la morphologie granulaire est marquée. Des éprouvettes ont donc été prélevées dans différentes directions afin d'évaluer l'anisotropie des propriétés mécaniques et de comprendre l'influence des différents paramètres de fabrication et des traitement thermiques sur ces dernières.

Les éprouvettes de caractérisation mécanique ont été prélevées dans trois directions différentes tel qu'illustré en **Figure IV-14** afin d'étudier l'influence de la direction de sollicitation. Ainsi nous noterons :

- BD : la direction de sollicitation en traction est colinéaire au sens de construction de l'éprouvette (« building direction »). L'axe long des grains forme un angle de 25° avec l'axe de sollicitation,
- GD : la direction de sollicitation en traction est colinéaire avec l'axe long des grains (« grains direction » - 65° par rapport à la direction de dépôt). Cette configuration est théoriquement la plus favorable car elle présente moins de joint de grains dans la zone sollicitée.
- WD : la direction de sollicitation en traction est colinéaire au sens de dépôt des différentes couches qui constituent l'éprouvette (« welding direction »). L'axe long des grains forme donc un angle de 65° avec la direction de sollicitation.

Le nombre maximal d'éprouvettes de caractérisation a été prélevé dans chacun des murs étudiés dans le chapitre 2. Comme nous l'avons vu, les murs présentent des géométries ainsi que des zones inopérables différentes. Nous avons étudié les possibilités de prélèvement des échantillons au cas par cas. Les schémas de prélèvement de chacune des éprouvettes de caractérisation sont disponibles en Annexe 7.



WD : direction de soudage BD : direction de construction GD : direction des grains

Figure IV-14. Schéma de prélèvement des éprouvettes de traction dans une paroi mince.

Les faibles dimensions des murs ne permettent pas l'extraction d'éprouvettes normalisées. Des éprouvettes non normalisées de plus faible dimension ont donc été prélevées. Ces dernières permettent de réaliser les analyses à l'aide d'une micromachine de traction DEBEN qui peut de plus être placée dans différents instruments (MEB, goniomètre de diffraction...). Dans notre cas, cette machine nous a permis de suivre les déformations intergranulaires par DRX *in situ* durant un essai de traction.



**Figure IV-15.** Géométrie des éprouvettes employées pour la micromachine de traction DEBEN permettant les essais *in-situ* en DRX.

### 4.3. Propriétés mécaniques pour différentes conditions de dépôt

Les résultats des essais de traction sont complexes à interpréter. Un premier traitement « brut » des données a mis en évidence les différents paramètres ayant un rôle sur les propriétés mécaniques. Cependant, dans notre volonté de prélever un maximum d'éprouvettes afin d'avoir une quantité d'échantillons suffisante pour établir une statistique sur les résultats, nous avons prélevé des éprouvettes dans des zones non conformes (extrémités des parois minces). Ces zones, dans lesquelles le procédé est non stabilisé, présentent systématiquement des porosités pouvant être de grande taille. Des éprouvettes ont également été prélevées dans des zones proches des substrats dans lesquelles résident également de fines porosités. Ces porosités ont été retrouvées sur les faciès de ruptures de certains échantillons qui présentaient des propriétés mécaniques extrêmement basses en raison de leurs effets sur la diminution de la section efficace de l'éprouvette (**Figure IV-16** (a) et (b)).



Figure IV-16. Exemples de porosités observées sur les faciès de rupture (a) de nombreuses porosités fines sont observées dans les éprouvettes prélevées trop proche des substrats ; (b) des porosités de grande taille (quelques millimètres) sont observées dans les éprouvettes prélevées dans les zones non stabilisées.

Ces essais ont donc été éliminés au cours du traitement qui va suivre. De fines porosités ont été observées dans certaines éprouvettes prélevées au centre des murs et n'ont pas été retirées au cours des analyses car elles ont été considérées comme inhérentes au procédé. Le **Tableau IV-4** résume le nombre d'essais conformes en fonction de l'énergie de soudage après retrait des échantillons présentant des porosités.

Énergie de soudage (J/mm)	Nombre d'essais conformes
63	5
76	7
109	10
290	13

Tableau IV-4. Nombre d'essais pris en compte en fonction de l'énergie de soudage.

Un premier traitement exposé en **Figure IV-17** regroupe l'ensemble des échantillons réalisés avec les différentes énergies de soudage. Les valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale y sont exposées. Comme ceci a été vu précédemment sur les propriétés en microdureté ainsi qu'au cours de l'étude des microstructures, les différentes énergies déployées n'impactent pas les propriétés mécaniques. Les différentes énergies déployées dans la synergie CMT ont donc été regroupées dans les analyses qui vont suivre. Les lignes tracées en pointillés représentent la valeur moyenne pour l'ensemble des échantillons et la ligne noire en trait plein représente le minimum exigé par la norme.



Figure IV-17. Boîtes à moustaches de la résistance maximale et de la limite d'élasticité en fonction de l'énergie de soudage déployée (tous échantillons confondus).

Par la suite, un traitement plus fin a été mené en dissociant la synergie, la stratégie et la direction de prélèvement des échantillons. Pour chacun de ces états, le nombre d'éprouvettes n'est pas identique et il est parfois faible (une seule éprouvette sur certaines conditions, *cf. Tableau IV-5*)

Synergie	Stratégie	Direction de prélèvement	Nombre d'essais conformes	
		BD	1	
	Alternée	GD	5	
СМТ		WD	5	
CMT		BD	1	
	Unidirectionnelle	GD	4	
		WD	6	
		BD	1	
	Alternée	GD	4	
CMT D		WD	1	
CMI-P		BD	5	
	Unidirectionnelle	GD	1	
		WD	1	

 Tableau IV-5. Nombre d'essais pris en compte en fonction de la synergie, de la stratégie et de la direction de prélèvement.

Les valeurs caractéristiques des différents états sont relevées sur les **Figure IV-18**, **Figure IV-19**et **Figure IV-20**, ci-dessous.



### Boîte à moustaches de Rm

Figure IV-18. Analyse statistique de la résistance maximale en fonction des différents paramètres (stratégie de fabrication, synergie, sens de prélèvement).



Figure IV-19. Analyse statistique de la limite d'élasticité en fonction des différents paramètres (stratégie de fabrication, synergie, sens de prélèvement).



Boîte à moustaches de A %

Figure IV-20. Analyse statistique de l'allongement à rupture en fonction des différents paramètres (stratégie de fabrication, synergie, sens de prélèvement).

A cette échelle, il semblerait que les différents paramètres employés produisent le même niveau de propriétés mécaniques. Nous noterons qu'en moyenne les résistances maximales relevées dépassent aisément les exigences de la norme avec une moyenne de 344 MPa. Cette moyenne est proche de l'estimation réalisée à partir des mesures de traction (357 MPa). En revanche, en ce qui concerne la limite d'élasticité, elle se trouve en dessous des exigences de la norme avec une moyenne 189 MPa mais également bien en dessous des estimations faites dans la section 3.2 à l'aide des propriétés en traction (297 MPa). Les valeurs d'allongement à rupture moyennes (7,7 %) sont également légèrement inférieures à la norme (8 %).

Les fractographies réalisées sur les éprouvettes présentent toutes des faciès de ruptures ductile (cupules). Il est intéressant de noter que l'ensemble des ruptures sont intergranulaires et s'allongent le long des grains colonnaires tel qu'exposé en Figure IV-21. Sur ce faciès obtenu avec une éprouvette réalisée avec une stratégie alterné en synergie CMT, les couches peuvent être observées.



Figure IV-21. Faciès de rupture d'une éprouvette produite avec une stratégie alternée. Les pointillés représentent les limites des couches.

Si l'on ne s'intéresse qu'à l'effet du sens de prélèvement et que l'on prend en compte tous les échantillons, il est impossible d'observer de différence notable entre les différentes directions de prélèvement des échantillons tel que décrit en **Figure IV-22**. La présence de grains équiaxes a sûrement permis de limiter l'effet des grains colonnaires. L'éprouvette prélevée dans la direction GD semble donner des propriétés mécaniques légèrement inférieures, cependant en tenant compte des écarts-types et de la faible quantité d'échantillons, cet écart semble négligeable.





Figure IV-22. Influence de la direction de prélèvement sur les propriétés en traction.
Les deux stratégies de fabrication (alternée et unidirectionnelle) avec la synergie CMT donnent des propriétés mécaniques équivalentes certainement grâce à la présence de grains équiaxes (**Figure IV-23** (a)). L'analyse des grains dans ces échantillons, menée dans la section 4.1 du Chapitre 3, a montré qu'ils sont de tailles équivalentes et de morphologie similaire. La texture cristallographique de la stratégie alternée qui est plus homogène à l'échelle de la pièce en raison des deux directions de croissance ne semble pas avoir joué un rôle sur les propriétés mécaniques. Par ailleurs, il semblerait que la synergie CMT produise de meilleures propriétés mécaniques que la synergie CMT-P (**Figure IV-23** (b)). Cependant, les mêmes niveaux de propriétés sont globalement obtenus quel que soit l'échantillon. Ces faibles différences entre les synergies proviennent sûrement du sur-vieillissement observé dans la section 5 du chapitre 3 ainsi que de l'absence de grains équiaxes observée (dans la section 4 du chapitre 3) dans les échantillons issus de la synergie CMT-P.



Figure IV-23. (a) influence de la stratégie de fabrication sur les propriétés en traction ; (b) influence de la synergie sur les propriétés en traction.

# 4.4.Propriétés mécaniques des pièces issues de la synergie utilisant le mode de transfert CMT

Afin de vérifier les résultats obtenus lors des essais précédents et de déterminer l'effet des porosités sur les propriétés mécaniques, nous avons produit un mur en respectant scrupuleusement le processus de nettoyage et de décapage décrit dans le chapitre 2. L'échantillon a été construit avec la stratégie alternée pour les paramètres Vd = 40 cm/min avec la synergie CMT car comme nous l'avons vu, cette stratégie est à même de produire de faibles taux de porosités (0,4 % en moyenne) et des murs suffisamment épais pour prélever deux éprouvettes dans l'épaisseur (épaisseur effective de 5 mm). Afin de nous assurer de l'absence de porosités dans l'ensemble des échantillons employés pour les caractérisations mécaniques, la santé matière a été vérifiée par radiographie X. Ces éprouvettes ont été précisément prélevées au centre des murs par électro-érosion et ne présentent pas de porosités. Ces échantillons ont été utilisés au cours des essais de traction in situ en DRX présentés dans la section 6.6. Les résultats obtenus à l'échelle macroscopique pour ces essais in situ nous ont permis d'avoir les courbes de traction. Nous noterons que la déformation maximale imposée est de 7 % en raison d'un arrêt inopiné systématique de la micro machine de traction après un nombre très important de mesures relevées lors des essais en DRX. Les résultats des essais de traction dans ces échantillons pour les 3 directions de prélèvement ont été comparés à la courbe de référence issue d'une tôle laminée et sont présentés en Figure IV-24.



**Figure IV-24.** Courbes de traction des éprouvettes prélevées dans les trois directions (BD, WD et GD) à l'état T6 et courbe de référence de l'alliage 6061 issu de tôles laminées à l'état T6.

Sur ces éprouvettes dont la santé matière a été vérifiée, les propriétés en traction sont similaires ou légèrement supérieures à celles obtenues dans l'échantillon de référence issu d'une tôle laminée en 6061 à l'état T6. Elles sont récapitulées dans le **Tableau IV-6**. Les propriétés de l'éprouvette dont la direction de sollicitation est colinéaire à la direction de croissance des grains (prélevée dans la direction des grains) présente des propriétés légèrement inférieures aux autres (la limite d'élasticité notamment). Par ailleurs, les valeurs de limite d'élasticité et de résistance maximale relevées (Re et Rm) sont très proches des estimations faites à l'aide de la valeur de microdureté quelle que soit l'éprouvette. On notera également que la résistance maximale relevée à 7 % de déformation est systématiquement supérieure à l'éprouvette de référence.

Ces résultats montrent que de meilleures propriétés sont obtenues sur les éprouvettes dont la santé matière est vérifiée (environ 10 % en moyenne sur la valeur de Rm et 20 % sur la valeur de Re par rapport aux échantillons dont la santé matière n'est pas vérifiée). Il semblerait finalement que les propriétés mécaniques dans les pièces produites soient conditionnées par la santé matière et donc par les précautions mises en œuvre lors du dépôt (décapage et nettoyage). Les autres paramètres de fabrication, tels que l'énergie déployée, la stratégie de fabrication ou la synergie, semblent être de second ordre sur les propriétés mécaniques. Ces résultats montrent également que ces éprouvettes détiennent des valeurs de limite d'élasticité très proches de la référence et des valeurs de résistance maximales légèrement supérieures (environ 10 %).

	Re (MPa)	Rm (MPa) (à 7 % de déformation)
Référence	257	351
WD	248	393
BD	261	397
GD	232	378

 Tableau IV-6. Propriétés mécaniques dans les éprouvettes exemptes de porosités en fonction de la direction de prélèvement.

# 4.5. Propriétés mécaniques des pièces massives

Le faible volume de matière sollicité ainsi que la taille de grains importante peut poser un problème de représentativité des essais. Afin de tester de plus grands volumes de matière et de vérifier la représentativité des essais de traction, nous avons donc réalisé des essais de traction sur des éprouvettes aux dimensions normalisées suivant le standard EN 10002-1 [40]. Le détail des dimensions des éprouvettes est donné en **Figure IV-25**.



Figure IV-25. Géométrie des éprouvettes de traction normalisée suivant la norme EN-10002-1.

Ces dernières ont alors été prélevées dans le bloc de matière massif produit avec la synergie CMT-P. Les dimensions de ce dernier permettent d'extraire aisément les éprouvettes aux dimensions requises par la norme EN 10002-1[40]. De plus, l'utilisation de la pièce massive pour le prélèvement d'éprouvettes permet de caractériser les propriétés mécaniques de la matière dans les trois directions du repère de la pièce. Deux éprouvettes normalisées ont donc été prélevées pour chacune des trois directions du repère de la pièce tel que représenté en **Figure IV-26**. Les six éprouvettes ont subi un traitement thermique T6.



Figure IV-26. Schéma de prélèvement des éprouvettes de traction normalisée dans la pièce massive.

Les éprouvettes schématisées en bleu permettent d'accéder aux propriétés mécaniques dans le sens transversal. La stratégie de dépôt employée (*cf. Chapitre 2*) implique que la direction du chargement en traction des éprouvettes soit colinéaire avec la direction de soudage. Cette condition s'apparente à la configuration nommée WD précédemment. Les éprouvettes représentées en rouge permettent de déterminer les propriétés mécaniques dans le sens normal. La direction du chargement en traction est alors colinéaire au sens de construction (en hauteur). Dans ce cas, l'éprouvette s'apparente à la configuration nommée BD précédemment. Enfin, les éprouvettes représentées en gris sur la **Figure IV-26** permettent de caractériser les propriétés dans la direction longitudinale. Dans le cas du bloc massif, la direction longitudinale correspond à la

seconde direction d'addition. Le chargement lors de l'essai de traction est perpendiculaire à la direction de juxtaposition des couches. Cette configuration n'a jusqu'à présent pas été étudiée. Les résultats des essais de traction sont présentés en **Figure IV-27**.



■ Sens Normal (Z) ■ Sens Transverse (Y) ■ Sens Longitudinal (X)

Figure IV-27. (a) courbes de traction rationnelle en fonction de la direction de prélèvement ; (b) propriétés en traction moyennes en fonction de la direction de prélèvement.

Sur la Figure IV-27 (a), nous observons que l'une des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal (sens de juxtaposition des couches) détient un allongement très faible par rapport aux autres échantillons. Une quantité importante de porosités a été observée sur le faciès de rupture. Cependant, nous ne connaissons pas la cause de cette quantité accrue de porosités (proximité avec le substrat, modification des paramètres électriques non monitorée, effet de la juxtaposition...). Cette éprouvette n'a pas été retirée des analyses car des taux de porosités supérieurs ont été observés lors de l'utilisation de la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P. Il se peut donc que cette quantité de porosités soit inhérente au procédé et doit donc être prise en compte dans les analyses. Les résultats sont à prendre avec précaution, ils nécessiteraient des essais additionnels notamment l'évaluation de la quantité de porosités dans chacune des éprouvettes dans des études ultérieures.

Les propriétés en traction mesurées sont très dispersées et n'ont été mesurées que sur deux éprouvettes pour chaque direction, cette dispersion peut venir des porosités. La dispersion des résultats est équivalente quelle que soit la direction de prélèvement ( $\approx$  +/-150 MPa pour Rm et  $\approx$  +/-100 MPa pour Re). Les valeurs relevées dans les directions normale (Z) et transverse (Y) dans le bloc de matière sont très proches de celles mesurées dans les murs produits avec la synergie CMT-P (Rm  $\approx$  350 MPa et Re  $\approx$  300 MPa). Les éprouvettes prélevées dans le sens de juxtaposition des couches détiennent des propriétés en moyenne plus basses d'environ 30 % pour la valeur de résistance maximale et environ 15 % pour la valeur de limite d'élasticité. Cet abattement des propriétés dans la direction longitudinale est lié à la présence accrue de porosités.

251

# 5. Analyses des contraintes résiduelles

Dans cette étude, deux techniques ont été retenues afin d'accéder à l'état de contraintes dans les pièces issues de fabrication additive. La diffraction des rayons X (DRX) et la diffraction des neutrons (DN). Ces techniques permettent d'obtenir des informations complémentaires sur l'état mécanique du matériau. La DRX permet d'évaluer de façon non destructive l'état de contraintes dans un volume très proche de la surface. Le cœur de l'échantillon peut quant à lui être sondé jusqu'à plusieurs centimètres grâce à la forte pénétration des neutrons. Au cours de cette étude de l'état mécanique des pièces produites, nous prendrons soin de mesurer expérimentalement les CER utilisées lors du calcul des contraintes. De plus, une attention particulière sera portée au choix de la distance interréticulaire libre de contrainte d<sub>0</sub> permettant de calculer les déformations en diffraction.

# 5.1. Constantes d'élasticité radiocristallographiques

Les CER permettent de calculer les contraintes résiduelles pour la famille de plans cristallographiques {hkl} sondée en tenant compte de l'anisotropie élastique du monocristal. En l'absence de données issues de la littérature concernant l'alliage 6061, nous avons fait le choix de déterminer expérimentalement ces CER plutôt que de les calculer avec une approche à transition d'échelle comme le modèle autocohérent élastique en se basant sur les constantes d'élasticité d'un monocristal d'aluminium pur. De plus, il existe une certaine fluctuation des valeurs disponibles dans la littérature (**Tableau IV-10**).

Auteurs	Date	c <sub>11</sub>	c <sub>12</sub>	C44
Goens [41]	1940	108,2	62,2	28,4
Garr [42]	1948	107,3	60,5	28,2
Lazarus [43]	1949	105,6	63,9	28,5
Long et Smith [42]	1953	108,2	61,4	28,48
Schmunk and Smith [44]	1959	107,32	60,94	28,32
Kamm et Alers [45]	1964	106,86	60,75	28,24
Thomas [46]	1968	106,75	60,41	28,34
Wang et Simmons [47]	1971	107	61	28
Hauk [5]	1997	108,2	60	28,5
Li and Wang [48]	1998	104,4	59,6	28,1
Brandes and Brook [49]	1998	108	62	28,3
Wang and al. [50]	2014	101,91	56,5	32,3

 Tableau IV-7. Valeurs de constantes d'élasticité d'un monocristal d'aluminium pur en GPa suivant différents auteurs.

Se baser sur les CER expérimentales de la bibliographie de l'aluminium pur issu de fabrication classique (forgeage) utilisées habituellement, induit également des erreurs car la composition chimique peut être différente impliquant des propriétés élastiques associées non identiques. En effet, les valeurs de CER pour les alliages d'aluminium varient suivant le type d'alliage considéré et la quantité d'éléments d'alliage [51,52]. Il paraît donc raisonnable de déterminer directement de manière expérimentale les CER sur notre matériau pour tenir compte de la composition, de l'état de précipitation et des paramètres microstructuraux inhérents aux pièces de notre étude.

## 5.1.1. Détermination expérimentale des CER

Trois éprouvettes jumelles de celles employées précédemment ont été extraites dans l'épaisseur des parois minces (prélevées au même endroit dans la même paroi mince). Elles ont été utilisées pour réaliser des essais de traction *in situ* en DRX. Ces essais de traction *in situ* sous faisceau de RX dans le domaine élastique permettent de déterminer les CER tel que décrit dans la section 2.4.1. Les mesures des CER ont été réalisées avec des cycles de chargement/déchargement dans le domaine élastique. Ces calculs ont été réalisées sur des éprouvettes de traction prélevées dans le mur produit avec les conditions Vd = 40 cm/min – HI = 109 J/mm et une stratégie alternée. L'instrument utilisé au laboratoire est un goniomètre SEIFERT XRD 3003 PTS, constitué d'un diffractomètre 4 cercles, d'une source de RX et d'un détecteur linéaire de type PSD (Position Sensitive Detector). La micromachine de traction DEBEN couplée à la DRX dans cette étude est munie d'une cellule de force calibrée jusqu'à 5 kN (**Figure IV-28**).



Figure IV-28. Principe du dispositif d'essais de traction in situ sous DRX.

La source employée est une anticathode en cobalt ( $\lambda = 0,17888$  nm). L'analyse a été réalisée sur la famille de plans cristallins {331} qui diffracte à  $2\theta = 149^{\circ}$ . Les mesures sont effectuées suivant 8 angles de déclinaison  $\psi : 0^{\circ}$ , 6°, 12°, 18°, 24°, 30°, 36°, 42° et 48°. Pour chacun de ces angles de déclinaison nous avons relevé l'angle de Bragg 2 $\theta$  pour différents chargements en traction dans le domaine élastique. Des oscillations ont été réalisées en  $\psi$  (+/-5°) autour de la position de mesure via la rotation  $\omega$  pour analyser un volume de matière plus important. L'erreur commise ne dépasse pas 2 % dans l'analyse de contraintes pour l'amplitude choisie [56]. Les valeurs de la contrainte macroscopique appliquée de façon uniaxiale par la machine de traction sont : 0, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180 MPa. Ces charges appliquées permettent de décrire de façon fidèle la pente de la partie élastique de la courbe de traction tout en restant suffisamment loin de la limite d'élasticité (environ 65 % de la valeur de Re est appliquée au maximum) pour éviter tout phénomène de micro-plasticité. La valeur de la déformation a été mesurée tel que décrit dans la partie 2.2.2 pour l'ensemble de ces cas de chargement. Le résultat des valeurs de déformation en fonction de la contrainte appliquée et de l'angle de déclinaison pour l'éprouvette BD est présenté en **Figure IV-29**.



Figure IV-29. Évolution de la déformation en fonction de l'angle de déclinaison pour différentes valeurs de chargement.

Depuis ce graphique, il est alors possible d'extraire les valeurs des pentes et des ordonnées à l'origine de chaque régression linéaire pour chaque chargement tel que présenté sur la figure **Figure IV-30** ci-dessous. Les coefficients de corrélation  $R^2$  sont très proches de 1 et permettent de justifier a posteriori l'hypothèse d'un comportement mécanique macroscopique isotrope du matériau. Si l'on reporte les valeurs de pentes en fonction de la contrainte appliquée, on obtient une droite de pente  $\frac{1}{2}$  S2 (hkl). De la même façon, le tracé des valeurs des ordonnées à l'origine obtenues pour chaque régression linéaire en fonction de la contrainte appliquée donne une droite de pente égale à S1 (hkl).



**Figure IV-30.** Pente et ordonnée à l'origine de la courbe  $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$  permettant de déterminer les CER.

différences significatives dans les différentes directions de prélèvement.					
Direction de prélèvement	$\frac{1}{2}S_2(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )	$S_1(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )			

-5,6

-6.2

-5,6

-5.8 +/ -0.4

20,378

22,366

21,292

21,3 +/ -1,0

Ces valeurs ont été relevées pour les 3 éprouvettes prélevées dans les trois directions GD, BD et WD. Les résultats sont présentés dans le **Tableau IV-8** ci-dessous. Ils ne montrent pas de différences significatives dans les différentes directions de prélèvement.

Tableau IV-8. CER mesurées expérimentalement dans les 3 directions de prélèvement.

5.1.2. Comparaison avec d'autres valeurs de CER

BD

GD

WD

Moyenne

Les constantes élastiques radiocristallographiques (CER), ½ S<sub>2</sub>{hkl} et S<sub>1</sub>{hkl} peuvent également être calculées en modélisant le comportement de l'agrégat polycristallin [53]. Les CER ont donc également été calculées à l'aide d'un modèle autocohérent en élasticité [53] avec les constantes d'élasticité du mono-cristal d'aluminium pur (c<sub>11</sub> = 108,2 GPa, c<sub>12</sub>= 60 GPa et c<sub>44</sub> = 28,5 GPa [5], couramment utilisées dans la littérature). Les CER obtenues,  $\frac{1}{2}S_2(hkl)$  et  $S_1(hkl)$ , sont alors :

$$\frac{1}{2}S_2(331) = 19,187 \ 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}, \ S_1(331) = -4,945 \ 10^{-6} \text{ MPa}^{-1},$$

Ces valeurs peuvent également être comparées à celles obtenues dans la littérature pour d'autres alliages d'aluminium (Tableau IV-9).

Direction de prélèvement	$\frac{1}{2}S_2(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )	$S_1(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )
BD	20,378	-5,6
GD	22,366	-6,2
WD	21,292	-5,6
Calcul autocohérent	19,187	-4,9
Al pur [5]	18,93	-4,9
Al-2014-T6 [54]	16,84	-
Al-2024-T351 [54]	18.58	-
Al-7075 T6 [54]	17,51	_

 Tableau IV-9. Comparaison des CER mesurées expérimentalement avec les CER obtenues dans la littérature ou par calcul autocohérent.

On remarque que les valeurs déterminées expérimentalement sont relativement éloignées (10 % environ) de celles issues de la modélisation ou de la littérature pour l'aluminium pur. Les éléments d'alliages en présence dans notre matériau ainsi que la distorsion de la matrice autour des précipités peuvent modifier les valeurs de CER. Cette différence entre les alliages et l'aluminium pur semble confirmée par les valeurs expérimentales disponibles pour d'autres types d'alliages d'aluminium (Tableau IV-9). Elles peuvent provenir de différences sources comme la présence d'éléments d'addition ou de précipités [52]. Au vu des faibles différences observées dans les trois directions de mesure ainsi que de l'écart non négligeable entre les valeurs expérimentales et les valeur disponibles (calcul et littérature) pour l'aluminium pur,

nous avons donc fait le choix d'utiliser les valeurs moyennes obtenues expérimentalement pour la détermination des contraintes. Les valeurs retenues sont données dans le **Tableau IV-10**.

$\frac{1}{2}S_2(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )	$S_1(hkl)$ (.10 <sup>-6</sup> MPa <sup>-1</sup> )	
21,3	-5,8	

Tableau IV-10. Valeurs de CER retenues pour la détermination des contraintes résiduelles.

# 5.2. Analyse des contraintes résiduelles surfaciques 5.2.1. Protocole expérimental

Les contraintes résiduelles ont été analysées à la surface des murs par DRX. L'instrument utilisé au laboratoire est le goniomètre SEIFERT XRD 3003 PTS, (Figure IV-31). Le faisceau incident est concentré à l'aide d'un collimateur de 1 mm de diamètre. Sur chaque paroi mince étudiée, 10 points de mesures distribués sur la hauteur ont été réalisés tel que décrit en Figure IV-31 (c).



Figure IV-31. (a) dispositif expérimental employé pour les analyses de contraintes en DRX ; (b) positionnement d'un échantillon au sein du dispositif ; (c) répartition des points de mesure.

La source employée est une anticathode de cobalt, l'analyse des raies de diffraction pour la famille de plans cristallins {331} qui diffracte à  $2\theta = 149^{\circ}$  a été choisie car un grand angle de Bragg permet une meilleure sensibilité aux contraintes grâce à la méthode des  $\sin^2\psi$  [5]. Le temps de mesure a été fixé de sorte à garantir un ratio signal sur bruit supérieur ou égal à mille coups. Les mesures sont effectuées suivant 16 angles de déclinaison  $\psi$  : -48°, -42°, -36°, -30°, -24°, -18°, -12°, -6°, 0°, 9°, 15°, 21°, 27°, 33°, 39°, 45° afin d'avoir un minimum de 11 mesures satisfaisantes permettant d'obtenir une bonne statistique sur les mesures. La géométrie particulière des parois minces nous a conduit à utiliser deux configurations lors des expériences afin d'obtenir l'état de contrainte dans les directions longitudinale (X) et normale (Z) de l'échantillon (cf. Figure IV-31 (b)). Un montage  $\omega$  a été choisi pour les mesures dans la direction longitudinale tandis qu'un montage  $\chi$  a été utilisé pour les mesures dans la direction normale (Z) [5]. L'intervalle de mesure angulaire sondé sur 2 $\theta$  est compris entre 146° et 152° avec un pas angulaire d'acquisition de 0,05°.

Au vu des tailles de grains étudiées dans le chapitre 3, le risque d'avoir peu de grains en position de diffraction est important pour être statistiquement représentatif de l'état mécanique global. Peu de grains en position de diffraction réduit le signal ou donne des pics de diffraction localement très aigus. Des oscillations de  $+/-5^{\circ}$  ont donc été réalisées autour de la position de mesure via la rotation  $\omega$  ou  $\chi$  pour analyser un volume de matière plus important. L'erreur commise ne dépasse pas 2 % dans l'analyse de contraintes pour l'amplitude choisie [55]. Afin de sonder une seule couche à la fois, un masquage au plomb a été réalisé pour chacune des mesures. Un programme a été utilisé sous le logiciel Mathematica® pour traiter les données brutes issues de nos mesures. Tout d'abord, une correction des facteurs de Lorentz et de polarisation a été effectuée. Une fonction de correction du bruit de fond est ensuite obtenue par un ajustement polynomial de faible ordre (1 ou 2) des intensités du bruit de fond à gauche et à droite de la ligne d'interférence. Nous avons ensuite déterminé la position des pics en les ajustant par une fonction pseudo-Voigt [56] qui est la fonction analytique la plus utilisée pour rendre compte de la forme des pics en DRX. Elle est une combinaison linéaire d'une fonction gaussienne G et d'une fonction lorentzienne L avec un facteur de mélange n (ou proportion de gaussienne) compris entre 0 et 1. Pour un pic de diffraction, la fonction pseudo-Voigt pV est définie par :

$$pV(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B, \eta) = \eta. G(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B) + (1 - \eta). L(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B)$$
(IV-22)

$$G(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B) = I_0 \exp\left[-\pi \left(\frac{2\theta - 2\theta_{hkl}}{B}\right)^2\right]$$
(IV-23)

$$L(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B) = I_0 \left[ 1 + \pi^2 \left( \frac{2\theta - 2\theta_{hkl}}{B} \right)^2 \right]^{-1}$$
(IV-24)

 $I_0$  représente la hauteur nette du pic,  $2\theta_{hkl}$  la position de Bragg de la famille de plans {hkl} étudiée et B sa largeur intégrale (surface nette divisée par la hauteur nette). 2 $\theta$  est la variable de ces fonctions.

Le système optique du goniomètre utilisé comporte un filtre  $\beta$  au fer positionné devant le détecteur et permettant d'isoler la raie K $\alpha$ . Le diffractogramme observé est donc une superposition de deux pics correspondant aux raies K $\alpha_1$  et K $\alpha_2$ . Pour traiter les doublets K $\alpha_1$ -K $\alpha_2$ , on utilise les hypothèses de Rachinger [57] : les profils des raies dues à  $\lambda K \alpha_1$  et à  $\lambda K \alpha_2$  ont la même largeur et la même forme (même facteur  $\eta$ ) et la hauteur du pic K $\alpha_2$  est moitié de celle du pic K $\alpha_1$ . Les deux pics sont décalés de  $\delta$  qui correspond à la distance angulaire entre les pics de K $\alpha_1$  et K $\alpha_2$ . En différentiant la relation de Bragg (avec d<sub>hkl</sub> constante) et en assimilant ( $\lambda K \alpha_2 - \lambda K \alpha_1$ ) à un élément différentiel, on démontre que :

$$\delta = \Delta(2\theta) = 2 \frac{\lambda_{K\alpha_2} - \lambda_{K\alpha_1}}{\lambda_{K\alpha_1}} \tan \theta_{hkl}$$
(IV-25)

La fonction pseudo-Voigt pV2 permettant de représenter le profil du doublet  $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$  est définie, selon les hypothèses de Rachinger, par :

$$pV2(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B, \eta) = pV(2\theta, 2\theta_{hkl}, I_0, B, \eta) + pV(2\theta, 2\theta_{hkl} + \delta, I_0/2, B, \eta)$$
(IV-26)

Il est ensuite possible de déterminer la contrainte dans la direction de mesure en calculant les déformations depuis la position des pics de diffraction. Les déformations relevées forment alors une ellipse tel que décrit dans la section 2.2.3. Pour calculer les contraintes résiduelles, l'hypothèse  $\sigma_{33} = 0$  a été choisie étant donné la faible pénétration des RX (ne dépassant pas 20 µm pour un angle 20 de 149° et une anticathode en cobalt). Ceci permet de plus de s'affranchir de la détermination de l'état de référence  $2\theta_0$ . En ajustant les déformations mesurées par la courbe elliptique de la forme A  $\sin^2 \psi + B \sin 2\psi + C$ , nous pouvons alors déterminer la contrainte normales  $\sigma_{xx}$  et la contrainte de cisaillement  $\tau_{xy}$  à phi = 0°. La mesure à phi = 90° donne accès à  $\sigma_{zz}$  et  $\tau_{zy}$  (équations IV-5 à IV-7) en utilisant les CER mesurées expérimentalement pour la famille de plans {331}. Ceci se justifie par la quasi-isotropie élastique du matériau.

#### 5.2.2. Résultats expérimentaux : contraintes en surface

Les profils de contraintes déterminés en surface pour chacun des points répartis sur la hauteur Z des murs sont exposés en Figure IV-32. La position Z = 0 mm correspond à la surface supérieure du substrat. On constate des niveaux de contraintes résiduelles très faibles et similaires quel que soit l'échantillon. Il semblerait que le procédé de fabrication relaxe complètement les contraintes ou que des effets de bords soient responsables de l'absence de contraintes résiduelles en surface. Les analyses sont menées sur des surfaces directement en contact avec l'atmosphère environnante. Le niveau de contraintes est globalement équivalent dans toute la hauteur des différents murs. Nous avons donc étudié les valeurs moyennes des contraintes pour chaque échantillon.



Figure IV-32. Contraintes résiduelles analysées suivant les directions longitudinale et normale des échantillons analysées par DRX

Les valeurs moyennes des contraintes résiduelles obtenues pour chacun des murs sont données dans le **Tableau IV-11**. Nous avons également indiqué dans ce tableau les contraintes de cisaillement  $\tau_{xy}$  et  $\tau_{zy}$  qui sont proches de zéro dans tous les échantillons. On remarque que les contraintes résiduelles dans les éprouvettes sont relativement faibles dans tous les échantillons et presque nulles dans le cas de la stratégie alternée après traitement thermique T6.

Synergie	Stratégie	Énergie	État métallurgique	$\sigma_{xx}$	$\Delta \sigma_{xx}$	$\tau_{xy}$	$\sigma_{zz}$	$\Delta\sigma_{zz}$	$\tau_{zy}$
CMT	Altomás	109	Dout de dénêt	-11	7	-2	-19	4	1
CMT-P	Alternee	290	Brut de depoi	-17	4	-2	-16	3	0
CMT	Unid	109	(+IIIuIIssellieli t noturol)	-23	7	-1	-17	4	1
CMT-P	Unid.	290	t flatulel)	-16	4	-1	-16	2	4
CMT	Altornáo	109		-3	4	0	0	4	0
CMT-P	Allemee	290	ТС	-3	3	-1	0	3	2
CMT	Unid	109	10	-18	9	0	-13	2	1
CMT-P	Uilla.	290		-13	2	-1	-16	2	4

Tableau IV-11. Analyses des valeurs moyennes de contraintes pour chacun des échantillons.

# 5.3.Analyse des contraintes résiduelles en profondeur 5.3.1. Protocole expérimental

Afin de déterminer l'état de contraintes au cœur des murs élaborés, des expériences de diffraction des neutrons (DN) ont été menées sur la ligne SALSA (Strain Analyser for Large and Small scale engineering Applications) à l'Institut Laue Langevin (ILL). De plus amples détails sur cet instrument sont disponibles dans les travaux de Pirling et al. [58]. Le volume sondé dans l'échantillon mis en place à l'aide des collimateurs est de  $2\times2\times2$  mm<sup>3</sup>. La longueur d'onde utilisée est de 1,62 Å. La détermination des contraintes a été réalisée en suivant le pic de diffraction de la famille de plans {311} ( $2\theta = 88,5^{\circ}$  avec une longueur d'onde de 1,62 Å). Un robot de précision (HEXAPOD) a permis le positionnement précis des points de mesure sous le faisceau de neutrons. Une photographie du montage lors de l'expérience est présentée en **Figure IV-33**.



Figure IV-33. Dispositif expérimental employé lors des mesures de contraintes par DN.

De manière à s'approcher des analyses surfaciques effectuées en DRX de laboratoire, une colonne au milieu de l'échantillon a été étudiée. Les points de mesure ont été espacés de sorte à assurer une détermination fiable du gradient de contraintes par rapport à la microstructure. Les points de mesures ont été répartis de façon irrégulière sur la hauteur de la paroi mince sondée pour décrire les forts gradients de contraintes présents dans le substrat décrits dans la littérature [7,8]. Ainsi, les points proches du substrat ont été espacés d'une faible distance alors que les points plus éloignés (i.e. proche du sommet du mur) ont été espacés d'une distance plus importante tel que décrit en **Figure IV-34**. Des points de mesure supplémentaires ont également été pris dans le substrat pour mieux comprendre son rôle dans l'équilibre des contraintes résiduelles dans l'ensemble de la pièce.



Figure IV-34. Schéma de la position des points de mesure dans les échantillons.

Pour chacun des points de mesure, les déformations élastiques ont été mesurées suivant trois directions orthogonales dans le repère de l'échantillon afin de fournir une évaluation des trois composantes normales de la déformation  $\varepsilon_{xx} \varepsilon_{yy}$ , et  $\varepsilon_{zz}$ . Le dispositif expérimental pour les trois directions de mesure est décrit dans la **Figure IV-35** (a) pour la direction transverse -  $\varepsilon_{yy}$ ; (b) pour la direction normale -  $\varepsilon_{zz}$  et (c) pour la direction longitudinale -  $\varepsilon_{xx}$ .



Figure IV-35. Schéma de la position de l'échantillon lors des mesures en neutrons (a) pour la direction transverse ; (b) pour la direction normale ; (c) pour la direction longitudinale.

L'utilisation d'un détecteur 2D a permis de réduire le temps des expériences car l'ensemble de la plage de détection angulaire  $2\theta$  est relevée simultanément tel que décrit en **Figure IV-36** (a). Ainsi l'ensemble des points de mesure récoltés a été traité à l'aide du logiciel LAMP [59]. Une fonction pseudo-Voigt a été utilisée après le retrait du bruit de fond afin de modéliser le pic de diffraction et d'obtenir sa position (**Figure IV-36**).



**Figure IV-36.** (a) exemple de signal relevé par le détecteur 2D pour les points de mesures distribués sur toute la hauteur du mur ; (b) ajustement d'un pic à l'aide d'une fonction pseudo-Voigt avec le logiciel LAMP.

Les contraintes résiduelles normales dans le repère de l'échantillon  $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$ ,  $\sigma_{zz}$  ont été calculées depuis les 3 déformations orthogonales investiguées tel que décrit dans la section 2.2.4. Les CER utilisées dans ce calcul ont été mesurées expérimentalement et sont les mêmes que celles utilisées en DRX du fait de la quasi-isotropie élastique du matériau.

#### 5.3.2. Distances interréticulaires libres de contraintes en DN

Dans le cas d'un état triaxial de contraintes, la connaissance du paramètre libre de contrainte devient nécessaire pour une détermination juste des composantes du tenseur de contraintes. La courbe en  $2\theta_0$  en fonction de sin<sup>2</sup> $\psi$  devient une ellipse dont l'ouverture est proportionnelle  $\tau_{\alpha}$ et la pente est proportionnelle à  $\sigma_{\varphi} - \sigma_{33}$ . Le terme  $\sigma_{\varphi}$  est donc inaccessible à la mesure. La valeur du paramètre  $2\theta_0$  est nécessaire et va avoir une influence directe sur les valeurs de contraintes calculées. Il existe plusieurs méthodes pour relever le paramètre  $2\theta_0$  qui nécessitent des hypothèses additionnelles. Ce paramètre peut être obtenu via l'hypothèse que la somme des contraintes résiduelles est nulle si la pièce en équilibre mécanique. On emploie alors la valeur moyenne des 2 $\theta$  mesurés comme étant la valeur de 2 $\theta_0$ . Cette hypothèse, qui suppose que la contrainte moyenne sur l'ensemble de la pièce est égale à zéro, ne tient pas compte d'une éventuelle évolution de la microstructure. Les méthodes préconisées par certains auteurs consistent à déterminer le paramètre de maille libre de contrainte avec un échantillon de poudre ou un échantillon identique dépourvu de contrainte [60,61]. Il est néanmoins compliqué d'avoir un état métallurgique identique pour une poudre même avec une abrasion douce ou d'obtenir un échantillon sans contrainte. Il est également possible d'utiliser des cubes de petites dimensions prélevés depuis un échantillon jumeau. Cette méthode repose sur l'hypothèse que le champ de contrainte d'ordre I dans le volume prélevé est totalement relaxé par la procédure de découpage. Pour s'affranchir des contraintes d'ordre II, on procède généralement à des mesures moyennées sur un grand nombre de directions.

Dans le cadre de la fabrication additive, nous avons montré que les microstructures observées dans les pièces dépendent de la localisation. Le volume sondé de  $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$  est systématiquement inférieur à la dimension d'une couche. Certains points de mesure ne vont donc contenir que des grains équiaxes alors que d'autres ne contiendront que des grains colonnaires.

C'est la raison pour laquelle nous avons choisi de prélever des mini-cubes de matière dans des parois minces jumelles à celles qui ont été analysées. Ainsi, tous les murs ont été produits en double et les pièces jumelles (qui ont été produites avec les mêmes paramètres et conditions de fabrication ainsi que les mêmes traitements thermiques) ont été découpées en mini-cubes de 4 mm de côté tel que décrit en **Figure IV-37** (a) et (b).



Figure IV-37. (a) photographie des mini-cubes de matière et du mur jumeau ; (b) photographie des mini-cubes de matière pour l'ensemble des échantillons ; (c) parois minces mises en place dans le dispositif de mesure par DN.

Si l'on suppose que les découpes dans toutes les directions autour du cube ont permis de relaxer l'intégralité des contraintes macroscopiques, alors il suffit de relever l'angle de Bragg au sein du mini-cube de matière qui a été prélevé précisément au même endroit que la mesure pour tenir compte de l'effet des microstructures. De plus, pour être sûr que des contraintes d'ordre II éventuellement encore présentes dans ces mini-cubes ne perturbent par la mesure, les analyses ont été faites pour un grand nombre de directions différentes et moyennées. Pour ce faire, une rotation autour du centre des mini-cubes a été mise en place lors des mesures. Les **Figure IV-37** (a) et (b) montrent les mini-cubes de matière prélevés précisément aux mêmes positions que les points de mesure de l'échantillon jumeau et la **Figure IV-37** (c) la disposition des murs lors de l'analyse par DN pour les directions transversale et normale. Dans le cas où des modifications métallurgiques ou de composition chimique peuvent apparaître (comme dans le domaine soudage), il est nécessaire que la position d'extraction des cubes soit précisément identique à la position de la mesure réalisée sur l'échantillon principal. Il est alors nécessaire d'obtenir un cube de référence pour chaque point de mesure.



Figure IV-38. Exemple de valeurs de l'angle de diffraction  $(2\theta_0)$  dans les mini-cubes de matière.

On constate que la valeur locale de  $2\theta_0$  oscille autour de la valeur moyenne globale relevée dans l'échantillon. Cette variation de  $2\theta_0$  semble provenir de la variation des microstructures car on remarque un motif périodique qui se répète environ tous les 5 mm (environ une hauteur de couche). Ces résultats montrent que pour estimer de façon précise l'état de contraintes résiduelles locales dans la matière, une mesure expérimentale des valeurs de l'angle de diffraction issu d'un réseau libre de contraintes résiduelles est nécessaire. Par la suite, la valeur de  $2\theta_0$  mesurée dans les mini-cubes pour chaque position de mesure a été employée dans le calcul des contraintes résiduelles.

#### 5.3.3. Résultats expérimentaux : contraintes en profondeur

Les résultats des analyses de contraintes résiduelles sont disponibles en Figure IV-39. Comme précédemment, la position Z = 0 mm représente la surface supérieure du substrat.



Figure IV-39. Résultats des analyses de contraintes normales résiduelles par DN.

Une observation cruciale est mise en lumière ici : bien qu'en surface les niveaux de contraintes résiduelles soient faibles (avec un maximum de 23 MPa pour les valeurs moyennes et 40 MPa pour la valeur maximale), il n'en est pas de même en profondeur. Ainsi, les expériences de DN apportent des éléments de réponse supplémentaires menant à la compréhension de l'état mécanique des pièces produites par WAAM. Des niveaux maximums de contraintes résiduelles importants, dépassant les +/- 100 MPa, sont observés dans les trois directions de mesures. Les maximums relevés dans chacune des directions de mesures sont les suivants :

 $\sigma_{xx} = +/-119$  MPa,  $\sigma_{yy} = +/-105$  MPa,  $\sigma_{zz} = +/-110$  MPa. Des niveaux de contraintes résiduelles légèrement supérieurs ont été observés dans la direction longitudinale (i.e. direction de dépôt), ces résultats sont cohérents avec la littérature pour d'autres alliages [7,13,16]. Les valeurs mesurées dans les deux autres directions de mesures sont toutefois assez proches contrairement aux valeurs observées dans la littérature.

Des oscillations de contraintes liées à la microstructure sont observées. On constate des évolutions périodiques qui se répètent environ tous les 5 mm (environ une hauteur de couche) liées à l'évolution des  $d_0$  mesurés.

Les stratégies de dépôt alternées ou unidirectionnelles donnent des niveaux de contraintes similaires et le même type de variations dans les trois directions. Il en va de même pour le traitement thermique T6 et plus particulièrement la mise en solution à 530 °C qui ne semblent pas impacter l'état de contraintes global mais modifie le profil de contraintes.

On notera deux tendances principales issues des échantillons produits avec les deux synergies différentes :

• Dans le cas de la synergie CMT-P, on retrouve les tendances observées par de nombreux auteurs [7,13,16] pour d'autres alliages. Lorsque la pièce vient d'être déposée par WAAM et qu'elle est encore bridée au support de dépôt, les contraintes sont en traction dans la paroi mince et en compression dans le substrat. Lors du débridage, une plus grande liberté est apportée au système avec une réorganisation des champs mécaniques. La pièce a alors tendance à se contracter au sommet et à se dilater proche de la base tel que décrit en Figure IV-40 et expliqué dans la section 5.2.2 du chapitre deux. C'est la raison pour laquelle des distorsions sont observées. Ces distorsions s'accompagnent d'une redistribution des contraintes internes. La contrainte diminue alors avec la hauteur de la paroi mince et peut même atteindre de la compression au sommet. Dans le substrat, la contrainte évolue dans le sens inverse jusqu'à passer en traction dans la partie inférieure. La zone de transition entre le substrat et les premières couches déposées devient alors la région la plus critique où la contrainte de traction reste maximale.



Figure IV-40. Schéma du phénomène de distorsion dans le cadre d'un dépôt (a) dépôt de matière ; (b) refroidissement et retrait ; (c) débridage.

• Comme le montre la Figure IV-39, dans le cas de la synergie CMT, les tendances observées sont différentes. Les contraintes résiduelles sont négatives (compression à Z = -4 mm) dans le substrat. Le profil de contrainte évolue rapidement dès le passage dans les premières couches vers des valeurs de contraintes en traction. Un maximum est atteint dans les premières couches du dépôt (proche du substrat). Un deuxième

maximum en traction est observé dans les dernières couches (Z = 40 mm) et les contraintes restent relativement faibles entre les deux. Dans le cas de la synergie CMT, l'échantillon présente un profil de contrainte similaire à celui d'un échantillon bridé tel que décrit dans la littérature (contraintes de compression dans le substrat et de traction dans le dépôt) [7,13,16]. Il est alors possible que les conditions de bridage ou la configuration du dépôt aient laissé plus de liberté de déformation au substrat au cours du dépôt menant à une distribution différente des contraintes.

Globalement, les éléments révélés ci-dessus, montrent l'impact du procédé de fabrication sur les champs de contraintes résiduelles mis en place dans les pièces issues de WAAM. Les propriétés mécaniques de l'échantillon à température ambiante ont été caractérisées lors d'essais de traction monotones : Re = 257 MPa (limite d'élasticité) et Rm = 351 MPa (résistance ultime à la traction). Dans notre étude, l'amplitude de la contrainte est inférieure à la limite d'élasticité tant dans les dépôts que dans les substrats. Cependant, les contraintes maximales atteintes autour de  $\sigma = +/-100$  MPa proches du substrat atteignent environ 40 % de la limite d'élasticité.

#### Retrait du substrat

Dans le but de diminuer les niveaux de contraintes dans les pièces produites, il existe plusieurs solutions [8,9,35,62]. La plupart d'entre elles consistent à utiliser un procédé permettant d'écrouir localement la matière (galetage, martelage ou grenaillage) afin d'appliquer des contraintes de compression entre chacune des couches. Ces contraintes s'équilibrent avec les contraintes de traction générées lors du dépôt. Une autre possibilité mise en avant dans la littérature consiste à retirer le substrat [7]. Cependant, cette possibilité n'est pas systématiquement envisageable et dépend de la conception de pièce ou de la structure et de l'objectif final souhaité. Néanmoins, cette solution est plus simple à mettre en œuvre. Ainsi, un échantillon a été soustrait à son substrat pour comprendre l'impact de ce dernier sur l'équilibre des contraintes résiduelles. La **Figure IV-41** montre une comparaison des niveaux de contraintes dans un échantillon avec (**Figure IV-41** (a)) et sans le substrat (**Figure IV-41** (b)).



Figure IV-41. Contraintes résiduelles dans les trois directions d'analyse avant et après retrait du substrat.

Après le retrait du substrat, une redistribution des contraintes est naturellement observée. Le maximum de contrainte en traction se déplace et on note une réduction de l'amplitude totale des contraintes. La contrainte résiduelle est maximale en compression à la base de la pièce ( $\approx 87$  MPa à Z = 0 mm), elle augmente et atteint un maximum en traction dans la quatrième

couche ( $\approx$  +45 MPa à Z = 8 mm). Un second maximum plus élevé en traction est observé dans les dernières couches ( $\approx$  +57 MPa à Z = 36 mm).

La conséquence du retrait du substrat est une réduction moyenne de la contrainte d'environ 30 % sur l'ensemble de l'échantillon et notamment des extremums. Dans le cas où la conception rend possible cette option, il est donc préférable de soustraire le substrat à la pièce produite de sorte à diminuer les contraintes internes présentes dans la pièce.

# 6. Modélisation du comportement mécanique

De nombreux travaux de recherche sont menés afin de modéliser et de prédire le comportement des polycristaux à l'aide d'outils numériques. Cependant, la compréhension des mécanismes de déformations à l'échelle microscopique et le lien qu'ils ont avec le comportement macroscopique est toujours une question prégnante. Dans ce travail, un modèle autocohérent élastoplastique a été utilisé pour la simulation du comportement du matériau issu du WAAM et a été couplé à une campagne d'essais *in situ* en DRX pour analyser l'évolution des champs mécaniques aux échelles macroscopique et du volume diffractant. L'objectif de ce travail est d'utiliser ce modèle micro-macro afin de décrire finement le comportement mécanique. Il est souhaité d'apporter des éléments de réponse afin d'optimiser les propriétés mécaniques macroscopiques en lien avec les caractéristiques microstructurales. Nous rappellerons succinctement les principes du modèle employé. Pour plus de détails, le lecteur pourra se référer à la thèse de V. Hounkpati [6], par exemple.

Dans ce travail, les paramètres microstructuraux nécessaires au modèle sont issus de la campagne des caractérisations microstructurales réalisées au chapitre 3. Les descriptions des microstructures qui serviront d'entrées au modèle sont détaillées dans la partie 6.4. Dans cette partie, nous modéliserons le comportement mécanique des éprouvettes de traction prélevées dans les trois directions (BD, WD et GD) du mur produit avec les conditions Vd = 40 cm/min – HI = 109 J/mm et une stratégie alternée. Cette stratégie est à même de produire de faibles taux de porosités (0,4 % en moyenne) et des murs suffisamment épais pour prélever deux éprouvettes dans l'épaisseur (épaisseur effective de 5 mm). La santé matière des éprouvettes a été vérifiée par radiographie X.

# 6.1. Modélisation du comportement élastique

Nous avons utilisé pour décrire le comportement du matériau une approche à champs moyens : le modèle autocohérent. L'objectif est de remplacer le matériau hétérogène réel par un matériau homogène équivalent de même comportement à l'échelle macroscopique en utilisant une procédure d'homogénéisation. Pour plus d'informations sur la procédure d'homogénéisation, le lecteur pourra se référer à la nombreuse bibliographie relative à ce sujet comme [63,64]. Les méthodes de modélisation du comportement des matériaux polycristallins hétérogènes distinguent trois étapes principales : la représentation, la localisation et l'homogénéisation.

## Représentation

La représentation consiste à déterminer les paramètres permettant de décrire les grains, puis caractériser le comportement mécanique de ces derniers. A l'échelle mésoscopique (i.e. à l'échelle du grain), la loi de Hooke permet de relier la contrainte et la déformation d'une cristallite suivant la relation :

$$\sigma^{II}(\Omega) = c(\Omega): \varepsilon^{II}(\Omega) \tag{IV-27}$$

 $\Omega$  représente l'orientation cristalline définie par rapport au repère de la pièce et pour chaque cristallite, par trois angles d'Euler { $\varphi_1$ ,  $\varphi$ ,  $\varphi_2$  }. A l'échelle macroscopique, la relation entre la déformation et la contrainte est donnée par l'équation :

$$\sigma^{I} = C \colon \varepsilon^{I} \tag{IV-28}$$

où C représente le tenseur d'élasticité macroscopique effectif que l'on cherche à déterminer. Le signe ":" représente le produit doublement contracté.

#### Étape de la localisation

Il s'agit de relier les grandeurs mécaniques mésoscopiques et macroscopiques. Les équations de localisation (IV-29) et de concentration (IV-30) permettent d'assurer un couplage entre les sollicitations mésoscopiques et macroscopiques grâce au tenseur de localisation  $A(\Omega)$  des déformations et au tenseur de concentration des contraintes  $B(\Omega)$ . En élasticité linéaire, ces relations s'écrivent de la manière suivante :

$$\varepsilon^{II}(\Omega) = A(\Omega): \varepsilon^{I} \tag{IV-29}$$

$$\sigma^{II}(\Omega) = B(\Omega): \sigma^{I} \tag{IV-30}$$

#### Étape d'homogénéisation

Cette étape consiste à déterminer le comportement effectif du matériau hétérogène. Ce comportement effectif est souvent formulé à partir des deux relations de Hill [65] sur les moyennes des états mécaniques locaux :

$$\sigma^{I} = \langle \sigma^{II}(\Omega) \rangle \tag{IV-31}$$

$$\varepsilon^{I} = \langle \varepsilon^{II}(\Omega) \rangle \tag{IV-32}$$

Les crochets ( ) indiquent une opération de moyenne volumique sur le polycristal. La prise en compte des équations (IV-27) et (IV-29) dans l'expression (IV-31) permet d'établir la relation suivante :

$$\sigma^{I} = \langle \sigma^{II}(\Omega) \rangle = \langle c(\Omega) : \varepsilon^{II} \rangle = \langle c(\Omega) : A(\Omega) \rangle : \varepsilon^{I}$$
(IV-33)

Par identification à l'équation de localisation (IV-29), on peut alors déduire le tenseur effectif des constantes élastiques du polycristal :

$$C = \langle c(\Omega) : A(\Omega) \rangle \tag{IV-34}$$

Le problème d'homogénéisation se résume alors à la détermination des tenseurs de localisation. Le modèle qui a été employé dans ce travail se nomme modèle autocohérent d'Eshelby-Kröner. [66,67]. Dans l'approximation autocohérente à 1 site [68–73], le tenseur de localisation des déformations  $A(\Omega)$  s'écrit :

$$A(\Omega) = \{E: [c(\Omega) - C] + I\}^{-1}$$
(IV-35)

Le tenseur E, appelé tenseur de Morris, tient compte des interactions locales au niveau des cristallites et a pour expression dans le cas d'inclusions ellipsoïdales [68,74] :

$$E_{ijkl} = \frac{1}{4\pi} \int_0^{\pi} \sin\theta d\theta \int_0^{2\pi} \gamma_{ikjl} d\varphi = \left(S^{Esh}: C^{-1}\right)_{ijkl}$$
(IV-36)

Avec

$$\gamma_{ikil} = K_{ik}^{-1}(\xi)\xi_i\xi_l$$
 (IV-37)

$$K_{jp}(\xi) = C_{ijpl}\xi_i\xi_l \tag{IV-38}$$

$$\xi_1 = \frac{\sin\theta\cos\varphi}{a_1}, \, \xi_2 = \frac{\sin\theta\sin\varphi}{a_2}, \, \xi_3 = \frac{\cos\theta}{a_3}$$
(IV-39)

a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, a<sub>3</sub> sont les longueurs des demi-axes principaux de l'ellipsoïde. Leurs rapports participent à la description de la texture morphologique du matériau considéré.  $S^{Esh}$ est le tenseur adimensionnel d'ordre 4 appelé tenseur d'Eshelby [66]. En remplaçant l'expression (IV-35) du tenseur de localisation dans (IV-34), le tenseur effectif des constantes élastiques du polycristal monophasé pour le modèle autocohérent s'écrit alors :

$$C = \langle c(\Omega): A(\Omega) \rangle = \langle c(\Omega): \{E: [c(\Omega) - C] + I\}^{-1} \rangle$$
 (IV-40)

Le tenseur des constantes élastiques effectif recherché est présent dans chaque membre de l'équation et est aussi contenu dans l'expression du tenseur de Morris : il s'agit donc d'une équation implicite nécessitant une résolution itérative.

Dans ce modèle, les cristallites sont supposées noyées dans un Milieu Homogène Equivalent (MHE), ayant les propriétés effectives que l'on cherche à déterminer. Ce modèle tient compte de la nature, de l'orientation cristallographique et de la morphologie des grains. Les grains ne sont pas considérés individuellement. Ils sont remplacés par la notion de phase cristalline qui regroupe l'ensemble des grains de même orientation cristallographique  $\Omega$ . Si on se place dans le cas de l'approche autocohérente à 1 site [68–73], les interactions entre les grains du polycristal sont calculées par une approche à champ moyen. Celle-ci consiste à considérer, compte tenu du grand nombre de grains dans le VER, que les effets de voisinage sur un grain unique peuvent être vus en moyenne comme équivalents aux interactions mécaniques que subirait la même phase cristalline correspondante si elle se trouvait plongée dans un milieu homogène dont le comportement est celui du MHE.

# 6.2. Modélisation du comportement plastique

L'approche autocohérente est le modèle de transition d'échelles utilisé dans nos travaux. Nous avons utilisé sa formulation élastoplastique proposée initialement par Hill [75] dans le cadre de l'étude de la réponse en plasticité. Cette réponse doit tenir compte des interactions plastiques entre l'inclusion et la matrice. L'élastoplasticité est un problème d'homogénéisation non linéaire. La formulation élastoplastique employée consiste à résoudre le problème de façon incrémentale en linéarisant le comportement élastoplastique [75].

#### Comportement élastoplastique du monocristal

Dans un matériau métallique, la déformation plastique est provoquée par le déplacement de dislocations dans la maille cristalline. Dans le cas des métaux CFC, le seul mode de déformation est le glissement plastique. Il est décrit par la famille de systèmes de glissement {111}<110>, soit 4 plans avec 3 directions de glissement chacun. Cela correspond à 24 systèmes si on considère les 2 sens de glissement possibles.

Lorsqu'un chargement macroscopique est appliqué au matériau, l'ensemble des cristallites subit une déformation qui dépend de l'orientation du système de glissement g. Dans un monocristal, on considère donc que la charge appliquée est la projection de la force F sur la direction de glissement d'un système de glissement g tel que décrit en **Figure IV-42**. Ce chargement est appelé scission résolue  $\tau^g$ . C'est ce paramètre qui sera pris en compte comme variable déclenchant le glissement plastique. Cette scission résolue  $\tau^g$  d'un système g donné est définie, dans son plan de glissement, par la relation :

$$\tau^g = \frac{F}{S_0} \cos\theta \cos\chi \tag{IV-41}$$

Dans la relation (IV-41),

- F est la force appliquée,
- S<sub>0</sub>, la section du cristal perpendiculaire à l'axe de traction,
- $\theta$ , l'angle entre la direction de la contrainte appliquée et la direction de glissement,
- $\chi$ , l'angle entre la direction de la force appliquée et la normale au plan de glissement,
- le produit  $\cos \theta \cos \chi$ , aussi appelé facteur de Schmid est compris entre 0 et 0,5.



Figure IV-42. Représentation schématique du glissement [76].

#### Gestion de l'activité des systèmes

Le système de glissement préférentiel qui va s'activer est celui pour lequel le facteur de Schmid est maximum. Plus sa valeur sera élevée (c'est-à-dire, proche de 0,5), plus le système de glissement sera favorablement orienté pour s'activer. Le tenseur R<sup>g</sup> représente la déformation causée par un glissement unitaire sur le système g. D'après la loi de Schmid, l'activation d'un système se fera si sa scission réduite atteint une valeur critique que l'on notera  $\tau_c^g$ , soit :

$$\dot{\tau}^g = R^g : \dot{\sigma}^{II}(\Omega) = \dot{\tau}^g_c \tag{IV-42}$$

 $\dot{\tau}^g$  et  $\dot{\tau}^g_c$  ont respectivement les taux de scission résolue et de scission critique.

Les critères de Schmid définissent la vitesse de glissement des n systèmes de glissement actifs et des (N-n) systèmes inactifs (N étant le nombre de systèmes possibles pour la structure cristalline considérée). La formulation de l'activité d'un système de glissement est définie par :

si 
$$\tau^g < \tau_c^g$$
 alors  $\dot{\gamma}^g = 0$  (IV-43)

si 
$$\tau^g = \tau_c^g$$
 et  $\dot{\tau}^g < \dot{\tau}_c^g$  alors  $\dot{\gamma}^g = 0$  (IV-44)

si 
$$\tau^g = \tau_c^g$$
 et  $\dot{\tau}^g = \dot{\tau}_c^g$  (IV-45)

Un système de glissement est actif quand sa scission réduite atteindra une valeur critique et lorsque le taux de scission réduite atteindra le taux de scission critique. Pour réduire le temps de calcul lié à la chercher parmi l'ensemble des combinaisons possibles, une loi pseudo-viscoplastique, développée par Ben Zineb et al. [77–79], est employée. La vitesse de glissement est alors reliée à la scission résolue par une fonction  $K^g$ :

$$\dot{\gamma}^g = K^g(\tau^g, \tau^g_c) \ \dot{\tau}^g \tag{IV-46}$$

K<sup>g</sup> est une fonction fortement non linéaire reliant la vitesse de glissement d'un système de glissement g à sa scission résolue. Cette fonction, dite « de régulation » assure la gestion de l'activation des systèmes de glissement. La formulation adoptée dans ce travail est de type, tangente hyperbolique [79].

$$K^{g} = \frac{1}{H^{gg}} \left( \frac{1}{2} (1 + tanh(\tau^{g})) \right) \left( \frac{1}{2} \left( 1 + tanh\left( k \left( \frac{\tau^{g}}{\tau_{c}^{g}} - 1 \right) \right) \right) \right) \left( \frac{1}{2} (1 + tanh(\dot{\tau}^{g})) \right) \dot{\tau}^{g}$$
(IV-47)

 $H^{gg}$  représente l'auto-écrouissage et k est un paramètre purement numérique qui sera ajusté avec la courbe de chargement macroscopique et par comparaison avec le modèle classique en terme de taux d'activité et de réorientation. En plus de ces paramètres, la fonction  $K^g$  dépend également des scissions réduite et critique et du taux de scission réduite.

#### Prise en compte de l'écrouissage

L'écrouissage est un phénomène de durcissement observé dans les polycristaux. Il est dû à l'accroissement du nombre de dislocations lors de la déformation plastique et de l'interaction entre celles-ci, ce qui réduit leur mobilité : l'effort nécessaire pour produire une nouvelle déformation plastique (et faire glisser des dislocations enchevêtrées) augmente. L'écrouissage peut être pris en compte par l'intermédiaire d'une matrice d'écrouissage H reliant le taux de scission critique d'un système g à la vitesse de glissement d'un système h [80] avec n le nombre de systèmes actifs :

$$\dot{\tau}_c^g = \sum_{h=1}^n H^{gh} \dot{\gamma}^h \tag{IV-48}$$

Les termes  $H^{gh}$  décrivent les interactions entre les dislocations au cours du glissement plastique sur les systèmes de glissement.

Une matrice d'écrouissage simplifiée a été employée qui tient compte de l'auto-écrouissage (durcissement du système considéré) par l'intermédiaire des termes diagonaux et l'écrouissage latent (effet d'un système sur l'autre) par les termes non diagonaux [80–82]. D'autres matrices d'écrouissage sont disponibles dans les travaux suivants [80–84] :

$$H^{gh} = H \ a^{gh} \tag{IV-49}$$

*H* est le module d'écrouissage ;  $a^{gh}$  est la matrice décrivant les interactions entre les systèmes. Du fait de la méconnaissance des interactions entre systèmes de glissement, la forme suivante est choisie pour  $a^{gh}$ :

$$a^{gh} = \begin{cases} 1 & \text{si } g \text{ et } h \text{ sont coplanaires} \\ q \text{ dans les autres cas} \end{cases}$$
(IV-50)

274

q est un facteur d'anisotropie. Il est normalement différent pour chaque couple de systèmes considérés. Nous avons considéré une valeur unique de q pour décrire l'interaction entre deux systèmes non coplanaires. Ce choix de matrice est raisonnable dans le cadre des petites déformations (< 10 %). De plus, cette valeur est choisie constante et elle ne varie pas en fonction de la déformation.

#### Détermination du tenseur des modules tangents élastoplastiques mésoscopiques

En appliquant l'hypothèse de la linéarisation de Hill [75] à l'échelle mésoscopique, la loi de comportement mésoscopique s'écrit, en utilisant une extension de la loi de Hooke, sous la forme :

$$\dot{\sigma}^{II}(\Omega) = l(\Omega): \dot{\varepsilon}^{II}(\Omega) \tag{IV-51}$$

 $l(\Omega)$  représente le tenseur des modules tangents élastoplastiques mésoscopiques.

En utilisant les définitions du taux de glissement d'un système actif, de la vitesse de déformation élastique et la vitesse de glissement, il est possible d'obtenir l'expression du tenseur des modules tangents élastoplastiques mésoscopiques que nous utiliserons dans nos simulations (IV-52).

$$l(\Omega) = \left(c^{-1}(\Omega) + \sum_{g} R^{g} K^{g} R^{g}\right)^{-1} \tag{IV-52}$$

#### Homogénéisation

La gestion des systèmes activés et le choix de la matrice d'écrouissage étant effectués, il faut passer à l'étape d'homogénéisation afin de prédire le comportement effectif du polycristal. En appliquant l'hypothèse de la linéarisation de Hill [75] à l'échelle macroscopique, la loi de comportement macroscopique s'écrit, en utilisant une extension de la loi de Hooke, sous la forme :

$$\dot{\sigma}^I = L: \dot{\varepsilon}^I \tag{IV-53}$$

L est appelé tenseur des modules tangents élastoplastiques effectifs du polycristal. Ce tenseur sera calculé à chaque incrément de déformation (ou de contrainte) en utilisant le modèle autocohérent d'Eshelby-Kröner. A chaque incrément de déformation, on peut utiliser la solution d'Eshelby du problème de l'inclusion ellipsoïdale (de module  $l(\Omega)$ ) plongée dans une matrice de module L. Le taux de déformation  $\dot{\epsilon}^{II}(\Omega)$  dans l'inclusion est ainsi relié au taux de déformation macroscopique  $\dot{\epsilon}^{I}$  par la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon}^{II}(\Omega) = A(\Omega): \dot{\varepsilon}^{I} = \{E: [l(\Omega) - L] + I\}^{-1}: \dot{\varepsilon}^{I}$$
(IV-54)

où  $E = S^{Esh}$ : L<sup>-1</sup> est le tenseur de Morris défini dans le chapitre I, exprimé cette fois-ci en fonction de L et non plus C.

De même, pour le tenseur des taux de contrainte, on a :

$$\dot{\sigma}^{II}(\Omega) = l(\Omega): \dot{\varepsilon}^{II}(\Omega) = l(\Omega): A(\Omega): \dot{\varepsilon}^{I} = l(\Omega): A(\Omega): L^{-1}: \dot{\sigma}^{I}$$
(IV-55)

Les variables macroscopiques du polycristal sont obtenues par une opération de moyenne volumique sur l'ensemble des cristallites :

$$\dot{\varepsilon}^{I} = \langle \dot{\varepsilon}^{II}(\Omega) \rangle \tag{IV-56}$$

$$\dot{\sigma}^{I} = \langle \dot{\sigma}^{II}(\Omega) \rangle = \langle l(\Omega); A(\Omega) \rangle; \dot{\varepsilon}^{I}$$
(IV-57)

Par identification de cette dernière équation avec l'équation (IV-53), on peut déduire que :

$$L = \langle l(\Omega): A(\Omega) \rangle = \langle l(\Omega): \{E: [l(\Omega) - L] + I\}^{-1} \rangle$$
 (IV-58)

C'est une équation implicite en L qui sera résolue de manière itérative, à chaque incrément de contrainte.

#### 6.3. Simulation des déformations dans le volume diffractant

La déformation mesurée par diffraction est la moyenne des déformations élastiques des plans diffractants des cristallites du volume diffractant projetée sur la direction de mesure  $n(\sin\psi\cos\varphi, \sin\psi\sin\varphi, \cos\psi)$ :

$$\left\langle \varepsilon^{II}(\varphi,\psi,hkl)\right\rangle_{V_d} = n_{\varphi\psi} \cdot \left\langle \varepsilon^{IIe}(\Omega)\right\rangle_{V_d} \cdot n_{\varphi\psi}^t \tag{IV-59}$$

En utilisant le formalisme d'Eshelby-Kröner (équation IV-35) et l'équation de localisation IV-29, cette dernière équation est réécrite de la manière suivante :

$$\left\langle \varepsilon^{II}(\varphi,\psi,hkl) \right\rangle_{V_d} = n_{\varphi\psi} \cdot \left\langle \{E: [c(\Omega) - C] + I\}^{-1} \right\rangle_{V_d} : \varepsilon^{I} \cdot n_{\varphi\psi}^t$$
(IV-60)

Cette dernière équation nous permet de simuler la déformation du volume diffractant. Notre critère de sélection des cristallites en position de diffraction est basé sur la détermination de l'angle A entre la normale au plan diffractant et la direction de mesure n. Nous savons qu'une cristallite est en position de diffraction quand la normale au plan (hkl) étudié est colinéaire à la direction  $Z_0$  (*cf.2.2.2*). Si la normale se trouve dans un cône défini par la direction de mesure et par l'angle A<sub>max</sub> fixé, alors la cristallite diffracte. Dans le cas de la DRX, nous nous sommes fixés pour nos calculs un angle A<sub>max</sub> = 5° qui peut être interprété physiquement comme la divergence du faisceau de rayons X [72].

#### 6.4. Paramètres d'entrée du modèle

#### 6.4.1. Constantes d'élasticité du monocristal

On trouve dans la littérature, plusieurs jeux de constantes élastiques du monocristal d'aluminium pur tel que décrit dans la section 5.3 (Tableau IV-7). En l'absence de données pour

l'alliage d'aluminium 6061, les constantes élastiques mésoscopiques employées pour modéliser les monocristaux d'aluminium sont assumées être celles de l'aluminium pur et sont données dans le **Tableau IV-12**. Dans cette approche, nous considérons le monocristal comme homogène. L'influence des précipités n'est pas prise en compte.

Composante du tenseur	C11	C <sub>12</sub>	<b>C</b> 44
Valeur (MPa)	108,2	60	28,5

Tableau IV-12. Constantes d'élasticité du monocristal d'aluminium pur en GPa [5].

### 6.4.2. Scission critique

La scission critique a été choisie afin de reproduire au mieux la transition élastoplastique observée sur la courbe de chargement macroscopique suivant la direction  $X_0$ . La même valeur a été gardée pour simuler le comportement suivant les deux autres directions de sollicitation (Tableau IV-13).

Direction de prélèvement	BD	WD	GD
$ au_c$ (MPa)	115.10-6	115.10-6	115.10-6

 Tableau IV-13. Scission critique pour les différents échantillons.

### 6.4.3. Nombre de cristallites

La simulation du comportement d'un polycristal par l'intermédiaire du modèle élastoplastique nécessite un temps de calcul important à cause notamment de la résolution itérative effectuée à chaque pas de calcul pour déterminer les modules tangents effectifs. Pour avoir un nombre de grains représentatif et donc un nombre suffisant de cristallites en position de diffraction quel que soit le type de texture considérée (isotrope et expérimentale) tout en gardant des temps de calcul raisonnables, nous considérerons, dans nos simulations, un nombre de 2000 cristallites [25,53,85].

## 6.4.4. Paramètres d'écrouissage et paramètre de la fonction de régulation

Les autres paramètres du modèle q, H et k ont été pris sur la base des travaux de la littérature [6,25,53,85,86] ainsi que sur des études antérieures du laboratoire. Le paramètre k de la fonction de régulation K<sup>g</sup> (relation IV-46) utilisé dans cette étude paramétrique est pris égal à 20. Nous avons considéré une valeur constante de q égale à 1,1 pour décrire l'interaction entre deux systèmes non coplanaires [6]. Enfin la valeur du module d'écrouissage H est prise égale à  $30.10^{-6}$  MPa et permet de reproduire de façon satisfaisante le comportement en plasticité au niveau des courbes de traction.

Demon Marco 14, and 1814	q	H (MPa)	k
Parametres du modele	1,1	30.10-6	20

**Tableau IV-14.** Paramètres du modèle [5].

# 6.5.Prise en compte des textures cristallographique et morphologique

Nous nous proposons de modéliser le matériau en tenant compte de l'influence éventuelle des textures cristallographique et/ou morphologique. Le modèle « de base », appelé par la suite simulation simplifiée, utilisant des grains de forme sphérique et une texture parfaitement isotrope simulée est plus simple à mettre en place. En revanche, il représente assez mal les microstructures présentes dans l'échantillon. Nous nous sommes donc aussi intéressés à différents paramètres du modèle permettant de mieux décrire les microstructures ainsi qu'à leurs effets sur le comportement mécanique à l'échelle macroscopique et à celle du volume diffractant. Les différentes représentations du matériau proposées sont illustrées en **Figure IV-43**. Dans un premier temps, nous avons modélisé le comportement mécanique de l'éprouvette prélevée dans la direction de construction (BD).

Simulation	Longueurs des demi- axes et angles d'inclinaison	Morphologies et orientations des grains	Textures cristallogra {100} {110}	phiques {111}	Schéma de la simulation
Simplifiée	$a_1 = 1$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$	Ž V v x	Isotrope simul	ée	Ž V ž v
Morphologie	$a_1 = 2,5$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$ $\alpha = 25^{\circ}$	$\vec{z}_{\vec{z}_e}  \vec{y} = \vec{y}_e$	Isotrope simul	ée	
Texture	$a_1 = 1$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$	Ž V v x		28 60 65 74 83 83 83 83 83 83 83 83 83 83 83 83 83	
Combinée (Morphologie + Texture)	$a_1 = 2,5$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$ $\alpha = 25^{\circ}$	$\vec{z}_{\vec{z}_e} \vec{y} = \vec{y}_e$		78 649 649 649 649 649 649 649 649 649 649	

Figure IV-43. Différentes représentations de la microstructure.

Sur la Figure IV-43, nous avons nommé les différentes représentations de la microstructure tel que décrit ci-dessous.

- Simulation simplifiée : les simulations ne tiennent compte ni de la morphologie des grains ni de la texture cristallographique expérimentale. Les grains sont représentés par des sphères et la texture cristallographique parfaitement isotrope a été simulée.
- Simulation morphologie : les simulations tiennent compte de la morphologie des grains et de leur orientation relevée expérimentalement. Les grains sont représentés par des ellipsoïdes de demi-axes a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub> et a<sub>3</sub>. L'axe long est orienté suivant le repère de l'ellipsoïde x<sub>e</sub>, y et z<sub>e</sub> incliné de l'angle α = 25° par rapport au repère de la pièce (x, y et z) autour de l'axe y. Comme dans le cas précédent, la texture cristallographique parfaitement isotrope a été simulée.
- Simulation texture : les grains sont représentés par des sphères et la texture cristallographique expérimentale a été prise en compte (Figure IV-43). Elle est telle que détaillée dans le chapitre 3.

• Simulation combinée : les simulations tiennent compte de l'effet combiné de la morphologie des grains et de leur orientation relevée expérimentalement ainsi que de la texture cristallographique expérimentale. C'est la simulation qui s'approche le plus de la réalité car elle s'appuie sur une description plus juste des microstructures observées expérimentalement.

# 6.6.Détermination expérimentale des propriétés mécaniques à l'échelle du volume diffractant

Afin de vérifier la validité du modèle dans ces différentes configurations, des essais de traction in situ en DRX ont été menés. Trois éprouvettes extraites suivant les trois directions de prélèvement (BD, GD et WD) ont été utilisées au cours des essais de traction in situ en DRX. Ces essais s'apparentent à ceux réalisés dans la section 2.4 dans le cadre de l'élastoplasticité. Les mesures ont été réalisées après de multiples chargement/déchargement dans le domaine élastique afin d'éviter le glissement de l'échantillon. Le même montage expérimental que dans la section 2.4 est employé. L'instrument utilisé est un goniomètre SEIFERT XRD 3003 PTS, constitué d'un diffractomètre 4 cercles, d'une source de rayons X et d'un détecteur linéaire (PSD). La micromachine de traction DEBEN couplée à la DRX dans cette étude est munie d'une cellule de force calibrée jusqu'à 5 kN. L'analyse a été réalisée sur la famille de plans cristallins {331} qui diffracte à  $2\theta = 149^\circ$ . Les mesures sont effectuées suivant 11 angles de déclinaison  $\psi$  de 0° à 50° par pas de 5° et suivant 19 angles d'azimut  $\varphi$  de 0° à 90°, également par pas de 5°. Pour chacun de ces angles de déclinaison et d'azimut, nous avons relevé l'angle de Bragg 20 pour différents niveaux de déformation macroscopique. Afin de s'affranchir de l'état mécanique de base de l'éprouvette, la valeur de  $\theta_0$  a été relevée lors d'un chargement nul (proche de zéro) au début de l'essai. On ne mesure alors que les déformations liées au chargement. Les valeurs de la déformation macroscopique appliquée par la machine de traction sont : 0 % 0,2 % et 0,4 % en élasticité et 0,5 % 0,6 % 0,8 % 1,5 % et 3 % en plasticité de sorte à bien décrire la transition élastoplastique.

Les points de mesures sont repérés par des étoiles sur les courbes de traction macroscopique (Figure IV-44 (a)). Les valeurs de déformation obtenues en DRX en fonction de la déformation macroscopique appliquée sont représentées sous forme de figures de pôles pour les trois éprouvettes de traction BD, WD ainsi que GD et sont présentées sur les pages suivantes respectivement en Figure IV-44, Figure IV-45 et Figure IV-46. Le chargement a été appliqué suivant l'angle  $\varphi = 90^{\circ}$  au cours de l'essai de traction. On constate donc une déformation positive suivant cette direction. Suivant la direction  $\varphi = 0^{\circ}$ , perpendiculaire à la direction de traction, on a alors des valeurs négatives de déformation liées à l'effet Poisson. Les trois échantillons BD, WD et GD présentent un comportement mécanique macroscopique et à l'échelle du volume diffractant très similaire. A l'échelle du volume diffractant, on observe des niveaux de déformation équivalents dans le sens de la traction tout comme dans le sens de la contraction. Des maximums autour de 1500 µdef sont observés dans les trois échantillons. Peu de différences sont observées à l'échelle du volume diffractant, les différents groupes de grains sondés se comportent approximativement de la même façon quelle que soit la direction de prélèvement des éprouvettes. Cela peut provenir de la très faible anisotropie élastique du monocristal d'aluminium ( $A_C = 1,18$ ).



Figure IV-44. Résultats expérimentaux : comportement mécanique macroscopique et figures de pôles des déformations obtenues en DRX pour l'éprouvette BD.



Figure IV-45. Résultats expérimentaux : comportement mécanique macroscopique et figures de pôles des déformations obtenues en DRX dans l'éprouvette WD.



Figure IV-46. Résultats expérimentaux : comportement mécanique macroscopique et figures de pôles des déformations mesurées en DRX dans l'éprouvette GD.

# 6.7. Confrontations simulations-expériences

#### 6.7.1. Comportement macroscopique

La Figure IV-47 représente les comportements mécaniques simulés à l'aide des différentes représentations de la microstructure proposées dans la section précédente pour l'éprouvette prélevée dans la direction BD. A l'échelle macroscopique, il semblerait que l'ensemble des simulations mises en place permettent de reproduire le comportement mécanique observé expérimentalement. On notera que la morphologie des grains à un effet très faible sur le comportement macroscopique, l'écart maximal mesuré sur les valeurs de contrainte entre la simulation simplifiée et la simulation morphologie est inférieur à 0,01 %. Ceci peut être attribué à la quasi-isotropie élastique du monocristal. Des écarts très faibles sont également observés entre la simulation combinée et la simulation texture de l'ordre de 0,03 %. La texture est un paramètre qui impacte de façon plus importante le résultat. On observe un écart maximal de 8,3 % sur les valeurs de contraintes entre la simulation simplifiée et les simulations qui utilisent la texture expérimentale. Les simulations texture et combinée qui tiennent compte toutes les deux de la texture expérimentale donnent des résultats plus proches des valeurs expérimentales macroscopiques (écarts maximums de contraintes inférieurs à 2 %). Les simulations simplifiée et morphologie qui n'emploient pas la texture expérimentale donnent des écarts par rapport à l'expérience qui peuvent atteindre 10 % sur les valeurs de contraintes, ils se situent dans la transition élastoplastique. Il est donc important de tenir compte de la texture expérimentale lors de la modélisation du comportement mécanique. L'ensemble des simulations employées sousestiment légèrement le comportement mécanique lors de la transition élastoplastique. Pour améliorer la description de cette partie de la courbe, il serait intéressant de modifier la matrice d'écrouissage et de redéfinir la scission critique. Cependant, nous nous en tiendrons à cette matrice d'écrouissage qui décrit déjà de façon satisfaisante la transition élastoplastique.



Figure IV-47. Comportements mécaniques macroscopiques simulés à l'aide des différentes représentations de la microstructure.
#### 6.7.2. Comportement mécanique simulé à l'échelle du volume diffractant

Le modèle permet d'accéder à la déformation de chacune des cristallites du volume diffractant pour une déformation macroscopique donnée. Il est possible de comparer le comportement mécanique expérimental à l'échelle du volume diffractant mesuré lors de l'essai de traction en DRX au comportement mécanique microscopique simulé. La variation des angles  $\varphi$  et  $\psi$  permet de sonder différents groupes de grains qui ont subi un historique de déformation différent suivant leur orientation par rapport à la direction de traction La représentation en **Figure IV-48** permet donc de comparer la réponse mécanique moyenne de différents grains qui composent le volume diffractant en fonction de l'orientation de la direction de mesure choisie en DRX.

Si on se focalise sur une orientation particulière, par exemple ( $\varphi = 90^\circ$ ;  $\psi = 50^\circ$ ), on remarque que l'ensemble des simulations permettent de reproduire le comportement du volume diffractant, dont la valeur de déformation atteint 806 µdef (pour une déformation macroscopique de 0,2 %), de façon relativement satisfaisante. Le domaine élastique est très bien reproduit, les écarts vont de 3 % pour les simulations qui ne tiennent pas compte de la texture expérimentale (780 µdef pour la simulation simplifiée et 792 µdef pour la simulation morphologie) à 1 % pour les simulations texture et combinée (toutes les deux égales à 796 µdef). Au cours de la transition élastoplastique (0,5 % de déformation macroscopique), les valeurs simulées s'éloignent légèrement des valeurs expérimentales. L'ensemble des simulations sous-estiment les valeurs de déformations d'environ 10 %. Enfin, à 3 % de déformation macroscopique, les simulations qui ne tiennent pas compte de la texture expérimentale donnent les écarts les plus élevés autour de 10 %. Les simulations texture et combinées donnent des écarts plus faibles autour de 6 % au maximum.

Suivant la direction perpendiculaire à la direction de traction ( $\varphi = 0^\circ$ ;  $\psi = 0^\circ$ ), les écarts observés pour l'ensemble des modèles sont plus élevés. Dans le domaine élastique, les simulations simplifiée et morphologie donnent des valeurs autour de -600 µdef, les simulations texture et combinée donnent des valeurs autour de -520 µdef alors que la valeur mesurée expérimentalement est d'environ -300 µdef. Ces écarts diminuent avec l'augmentation de la déformation. Au cours de la transition élastoplastique, toutes les simulations présentent un écart d'environ 20 % (soit environ -1040 µdef) avec l'expérience (-855 µdef). A 3% de déformation, les écarts diminuent encore et les simulations qui ne tiennent pas compte de la texture expérimentale donnent des écarts relatifs plus faibles (autour de 6 %) que les simulations texture et combinée (écarts autour de 16 %).

La simulation simplifiée parvient à reproduire de façon satisfaisante le comportement mécanique macroscopique, on observe sur la **Figure IV-48** que cette dernière reproduit également bien le comportement mécanique à l'échelle du volume diffractant. Elle présente néanmoins des écarts plus importants notamment dans la direction transversale. Les résultats obtenus avec la simulation morphologie sont très proches de ceux de la simulation simplifiée en raison notamment de la quasi-isotropie des constantes élastiques du monocristal d'aluminium considérées. Les champs de déformations élastiques sont globalement mieux reproduits lorsque la texture est prise en compte. Les écarts sont systématiquement plus faibles. Alors que la morphologie des grains modélisés semble jouer un rôle mineur sur les résultats de ces simulations, la texture est le facteur prépondérant. Le modèle combiné qui décrit de façon la plus fidèle la microstructure de la matière est le modèle qui reproduit le mieux le comportement mécanique à l'échelle macroscopique comme à l'échelle du volume diffractant.



Figure IV-48. Comportements mécaniques à l'échelle du volume diffractant simulés à l'aide des différentes représentations de la microstructure

## 6.8.Résultats de simulation et vérification expérimentale avec la simulation combinée

Nous avons utilisé la simulation combinée afin de reproduire le comportement mécanique macroscopique et du volume diffractant des deux échantillons restants prélevés dans les directions WD et GD. L'objectif est de vérifier la capacité du modèle à reproduire le comportement mécanique de la matière issue de WAAM quelle que soit la direction de sollicitation. Les éprouvettes de traction étant issues de la même pièce, nous nous somme servi de la texture cristallographique et de l'orientation des grains relevés expérimentalement pour l'ensemble des simulations. Ces informations ont été adaptées aux différentes configurations en réalisant des opérations de rotation pour correspondre à l'orientation de l'éprouvette lors de l'essai.

#### 6.8.1. Représentation de la microstructure des échantillons

L'orientation des grains de forme ellipsoïdale et la texture cristallographique employés pour simuler le comportement des échantillons WD et GD est détaillée sur la Figure IV-49. Dans le cas de WD, l'axe long est orienté suivant le repère de l'ellipsoïde  $\vec{x_e}$ ,  $\vec{y}$  et  $\vec{z_e}$  incliné de l'angle  $\alpha = 65^{\circ}$  par rapport au repère de la pièce  $(\vec{x}, \vec{y})$  et  $\vec{z}$ ) autour de l'axe  $\vec{y}$ . Dans le cas de l'échantillon GD le repère de l'ellipsoïde est confondu avec le repère de la pièce.

Echantillon	Longueurs des demi-axes et angle d'inclinaison	Morphologies et orientations des grains	Texture {100}	es cristallog {110}	graphiques {111}	Schéma de la simulation
BD	$a_1 = 2,5$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$ $\alpha = 25^{\circ}$	$\vec{z}_{e} \vec{y} = \vec{y}_{e}$ $\vec{x}_{e}$		000		Ţ Ţ
WD	$a_1 = 2,5$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$ $\alpha = 65^{\circ}$	$\vec{z}_{e} \neq \vec{y}_{e} \neq \vec{x}_{e}$		00		
GD	$a_1 = 2,5$ $a_2 = 1$ $a_3 = 1$ $\alpha = 0^{\circ}$	$\vec{z} = \vec{z}_e,  \vec{y} = \vec{y}_e$ $\vec{x} = \vec{x}_e$				

Figure IV-49. Orientation de l'ellipsoïde et texture cristallographique employées lors de la simulation des éprouvettes WD et GD.

#### 6.8.2. Résultats et validation expérimentale

Les résultats obtenus avec le modèle combiné pour l'éprouvette prélevée dans la direction BD ont été présentés précédemment. Les résultats de simulation des éprouvettes prélevées dans les directions WD et GD à l'échelle macroscopique sont présentés en **Figure IV-50**. Comme nous l'avons vu lors de la modélisation de l'éprouvette prélevée dans la direction BD, à l'échelle macroscopique, le modèle sous-estime légèrement (10 % au maximum sur l'éprouvette GD) la transition élastoplastique. La partie élastique est, par ailleurs, assez bien reproduite. Le choix des constantes d'élasticité de l'aluminium pur peut donc être validé à cette échelle d'observation. A l'échelle macroscopique, les trois courbes de traction expérimentales présentent un écart entre elles. Dès le début de la plasticité, la courbe issue de l'éprouvette WD est environ 5 % audessus de la courbe issue de GD. De la même façon, la courbe issue de BD est environ 13 % supérieure à la courbe issue de GD. Le modèle employé reproduit de façon fidèle cet écart : la courbe modélisée de BD se trouve également environ 5 % au-dessus de la courbe modélisée de BD se trouve environ 3 12 %.



Figure IV-50. Courbes de traction expérimentales et simulées pour les trois directions de prélèvement.

A l'échelle du volume diffractant, le comportement mécanique modélisé à l'aide de la reproduit façon satisfaisante le comportement relevé simulation combinée de expérimentalement en DRX (Figure IV-51). Dans la direction de traction ( $\phi = 90^\circ$ ;  $\psi = 50^\circ$ ), les déformations simulées sont très proches de celles déterminées en DRX, elles sont systématiquement inférieures à 7 % quelle que soit la déformation appliquée pour les deux éprouvettes WD et GD. Le domaine élastique (0,2 % de déformation macroscopique) est bien reproduit (e.g. 803 µdef simulé pour l'éprouvette WD contre 847 µdef relevé expérimentalement). On notera que les écarts les plus faibles sont de 3 % entre le modèle et l'expérience et ils se situent dans le domaine plastique à 3 % de déformation macroscopique. L'écart maximal observé dans la direction de l'allongement est de 7 %, il se situe dans la transition élastoplastique pour les deux éprouvettes (e.g. 1280 µdef simulé pour l'éprouvette GD contre 1372 µdef relevé expérimentalement).

Dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction ( $\varphi = 0^\circ$ ;  $\psi = 0^\circ$ ), des écarts supérieurs sont observés. Ces derniers ne dépassent en aucun cas 16 %. Les écarts les plus forts (14 % pour l'éprouvette GD et 16 % pour l'éprouvette WD) sont observés durant la transition élastoplastique. En élasticité les écarts sont plus faibles (inférieurs à 10 %) pour les deux éprouvettes. Dans le domaine plastique, à 3 % de déformation, les écarts obtenus sont à nouveau très faibles (e.g. - 1191 µdef simulée contre - 1146 µdef obtenue expérimentalement soit environ 4 % pour l'éprouvette WD.) Le modèle combiné permet donc de reproduire de façon satisfaisante le comportement mécanique macroscopique ainsi que les champs de déformation dans le volume diffractant quelle que soit la direction de prélèvement. L'ensemble des valeurs simulées en élasticité sont relativement proches des valeurs obtenues expérimentalement, ce qui permet de valider a posteriori le choix des constantes d'élasticité du monocristal d'aluminium pur.



Figure IV-51. Figures de pôles de déformations expérimentales et simulées pour les directions de prélèvement GD et BD.

## 7. Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons déterminé les propriétés mécaniques des pièces élaborées par le procédé WAAM. La campagne d'essais de microdureté nous indique que les pièces produites présentent un niveau de durcissement homogène et ce quel que soit le traitement thermique appliqué. A l'état T6, en plus d'être homogène dans toute la pièce, le niveau de microdureté est équivalent pour l'ensemble des échantillons (synergie, stratégie, énergie confondues). La valeur moyenne de microdureté pour l'ensemble des échantillons de 118 +/- 3 HV<sub>0,1</sub> est supérieure à la référence donnée par la ASM [27] pour les matériaux forgés en 6061.

Les propriétés mécaniques ont été déterminées expérimentalement au travers d'essais de traction monotone. Les résultats sont toutefois à prendre avec précaution en raison de la faible quantité d'échantillons testés. Des éprouvettes dont la santé matière a été vérifiée ont fait l'objet d'essais et ont donné les propriétés moyennes suivantes : Re = 247 MPa (limite d'élasticité) et Rm = 389 MPa (résistance ultime à la traction). Ces éprouvettes détiennent des propriétés audelà des exigences de la norme EN-755-2. Les essais de traction réalisés dans différentes directions de prélèvement n'ont pas révélé de différences majeures et témoignent donc du caractère quasi-isotrope des propriétés mécaniques de la matière produite. La présence de grains équiaxes a sûrement permis de limiter l'effet des grains colonnaires.

Des éprouvettes normalisées issues cette fois-ci d'un bloc de matière, ont également subi des essais de traction monotone dans les trois directions du repère de la pièce. La matière produite détient ici encore, un comportement mécanique quasi-isotrope et les valeurs relevées s'apparentent à celle observées lors des essais de traction réalisés sur les murs produits avec la synergie CMT-P (synergie identique à celle utilisée pour produire le bloc).

Par la suite, les contraintes résiduelles ont été caractérisées en surface et à cœur à l'aide de la diffraction. Bien qu'en surface les niveaux de contraintes résiduelles soient faibles (maximum de 23 MPa), il n'en est pas de même en profondeur. Des niveaux maximums de contraintes résiduelles internes déterminés par DN importants, dépassant les +/- 100 MPa sont observés dans les trois directions de mesures.

Enfin, un couplage entre une approche à champs moyens et des essais mécaniques in situ en DRX a été effectué afin de mieux appréhender le lien entre les propriétés mécaniques, les paramètres du procédé et les caractéristiques microstructurales. A l'échelle du volume diffractant, peu de différences sont observées, les différents groupes de grains sondés se comportent approximativement de la même façon quelle que soit la direction de prélèvement des éprouvettes. Cela est lié à la très faible anisotropie élastique du monocristal d'aluminium  $(A_C = 1,18)$ . Afin de tester le modèle, des matériaux présentant une anisotropie élastique supérieure comme l'acier austénitique ou une anisotropie plastique plus marquée comme les alliages de titane pourraient être étudiés. Un modèle élastoplastique tenant compte de l'effet combiné de la morphologie des grains et de la texture cristallographique a été employé. Ce dernier permet de reproduire de façon fidèle les figures de pôles de déformation obtenues en DRX en fonction de la déformation macroscopique appliquée pour les trois directions de prélèvement. Ces travaux pourraient être poursuivis en implémentant une description plus fine de la matière et notamment en modélisant la présence de précipités. Pour ce faire, une double transition d'échelle dont l'échelle de départ correspond aux précipités étudiés pourrait être mise en place.

#### Bibliographie

- [1] D. François, Essais mécaniques des métaux Essais de dureté, 33 (2005).
- [2] AFNOR, NF EN ISO 6507-1 : Matériaux métalliques Essai de dureté Vickers, (2006).
- [3] D.Bardel, Rôle de la microstructure d'un alliage à durcissement structural sur son comportement cycliques aprés un transitoire thermique, Thèse de doctorat INSA Lyon, 2014.
- [4] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties, Prog. Mater. Sci. 92 (2018) 112–224. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [5] V. Hauk, H. Behnken, Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods, Transferre, Elsevier, Amsterdam, 1997. https://doi.org/10.1016/b978-0-444-82476-9.50022-0.
- [6] V. Hounkpati, Analyse multiéchelle du comportement mécanique des matériaux métalliques biphasés, Thèse de doctorat Université de Nantes, 2014.
- [7] B.A. Szost, S. Terzi, F. Martina, D. Boisselier, A. Prytuliak, T. Pirling, M. Hofmann, D.J. Jarvis, A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti-6Al-4V components, Mater. Des. 89 (2016) 559–567. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.115.
- [8] S.W. Williams, F. Martina, A.C. Addison, J. Ding, G. Pardal, P. Colegrove, Wire + Arc additive manufacturing, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 641–647. https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000073.
- [9] J.R. Hönnige, S. Williams, M.J. Roy, P. Colegrove, S. Ganguly, Residual Stress Characterization and Control in the Additive Manufacture of Large Scale Metal Structures, Residual Stress. 2016. 2 (2017) 455–460. https://doi.org/10.21741/9781945291173-77.
- [10] P.A. Colegrove, H.E. Coules, J. Fairman, F. Martina, T. Kashoob, H. Mamash, L.D. Cozzolino, Microstructure and residual stress improvement in wire and arc additively manufactured parts through high-pressure rolling, J. Mater. Process. Technol. 213 (2013) 1782–1791. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.04.012.
- [11] P.A. Colegrove, J. Donoghue, F. Martina, J. Gu, P. Prangnell, J. Hönnige, Application of bulk deformation methods for microstructural and material property improvement and residual stress and distortion control in additively manufactured components, Scr. Mater. 135 (2017) 111–118. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.10.031.
- F. Martina, J. Mehnen, S.W. Williams, P. Colegrove, F. Wang, Investigation of the benefits of plasma deposition for the additive layer manufacture of Ti-6Al-4V, J. Mater. Process. Technol. 212 (2012) 1377–1386. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.02.002.
- [13] F. Martina, M.J. Roy, B.A. Szost, S. Terzi, P.A. Colegrove, S.W. Williams, P.J. Withers,

J. Meyer, M. Hofmann, Residual stress of as-deposited and rolled wire+arc additive manufacturing Ti–6Al–4V components, Mater. Sci. Technol. (United Kingdom). 32 (2016) 1439–1448. https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1142704.

- [14] J. Ding, P. Colegrove, J. Mehnen, S. Ganguly, P.M.S. Almeida, F. Wang, S. Williams, Thermo-mechanical analysis of Wire and Arc Additive Layer Manufacturing process on large multi-layer parts, Comput. Mater. Sci. 50 (2011) 3315–3322. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2011.06.023.
- [15] P.A. Colegrove, F. Martina, M.J. Roy, B.A. Szost, S. Terzi, S.W. Williams, P.J. Withers, D. Jarvis, High pressure interpass rolling of Wire + Arc additively manufactured titanium components, in: Adv. Mater. Res., 2014. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.996.694.
- [16] J.R. Hönnige, P.A. Colegrove, S. Ganguly, E. Eimer, S. Kabra, S. Williams, Control of residual stress and distortion in aluminium wire + arc additive manufacture with rolling, Addit. Manuf. 22 (2018) 775–783. https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.06.015.
- [17] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg, Zur zweckmässigen Definition von Eigenspannungen, Härterei-Technische Mitteilungen. 28 (1973) 201–211.
- [18] K.E. Agbovi, Etude de la plasticité du titane en température : couplage entre la diffraction et les approches à champs moyens, Thèse de doctorat Université de Nantes, 2019.
- [19] B. Eigenmann, E. Macherauch, Histoire et état actuel de l'analyse des contraintes par rayons X, J. Phys. IV. 6 (1996) C4-151-C4-185.
- [20] N. Hfaiedh, M. François, A. Baczmanski, K. Saanouni, Mesure des microdéformations dans les tôles minces en cuivre par DRX, (2007) 27–31.
- [21] V. Ji, Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes, Habilitation à diriger des recherches - Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003.
- [22] B.B. He, Two-Dimensional X-Ray Diffraction, 2009. https://doi.org/10.1002/9780470502648.
- [23] S. Fréour, J. Fajoui, Eshelby-Kröner self-consistent elastic model: The geometric mean versus the arithmetic mean - A numerical investigation, ZAMM Zeitschrift Fur Angew. Math. Und Mech. 92 (2012) 329–338. https://doi.org/10.1002/zamm.201100135.
- [24] J.A. Wollmershauser, B. Clausen, S.R. Agnew, A slip system-based kinematic hardening model application to in situ neutron diffraction of cyclic deformation of austenitic stainless steel, Int. J. Fatigue. 36 (2012) 181–193. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2011.07.008.
- [25] V. Hounkpati, S. Fréour, D. Gloaguen, V. Legrand, J. Kelleher, W. Kockelmann, S. Kabra, In situ neutron measurements and modelling of the intergranular strains in the near- $\beta$  titanium alloy Ti- $\beta$ 21S, Acta Mater. 109 (2016) 341–352. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.065.
- [26] I. Polmear, D. St. John, J.F. Nie, M. Qian, Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals:

Fifth Ed., 2017.

- [27] ASM, Metals Handbook: Vol 2 Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials, ASM international, 1990.
- [28] A. Benoit, Soudage à l'arc semi-automatique (MIG / MAG), Tech. l'ingénieur Assem. des matériaux par soudage. 33 (2015) 14.
- [29] A. Argon, Strengthening mechanisms in crystal plasticity. Oxford University Press, (2008).
- [30] H.R. Shercliff, M.F. Ashby, A process model for age hardening of aluminium alloys-I. The model, Acta Metall. Mater. 38 (1990) 1789–1802. https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90291-N.
- [31] P.H. Ninive, A. Strandlie, S. Gulbrandsen-Dahl, W. Lefebvre, C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Friis, R. Holmestad, O.M. Løvvik, Detailed atomistic insight into the  $\beta''$  phase in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater. 69 (2014) 126–134. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.052.
- [32] Y. Desalos, Introduction aux traitements thermiques des métaux et alliages, Tech. l'ingénieur. M 1105 (2003) 23.
- [33] AFNOR, NF EN 755-2 : Aluminium et alliages d'aluminium Barres, tubes et profilés filés, (2001).
- [34] X. Fang, L. Zhang, H. Li, C. Li, K. Huang, B. Lu, Microstructure evolution and mechanical behavior of 2219 aluminum alloys additively fabricated by the cold metal transfer process, Materials (Basel). 11 (2018). https://doi.org/10.3390/ma11050812.
- [35] J. Gu, B. Cong, J. Ding, S.W. Williams, Y. Zhai, Wire+Arc Additive Manufacturing of Aluminium, in: SFF Symp. Austin Texas, 2014: pp. 451–458.
- [36] Z. Qi, B. Cong, B. Qi, H. Sun, G. Zhao, J. Ding, Microstructure and mechanical properties of double-wire + arc additively manufactured Al-Cu-Mg alloys, J. Mater. Process. Technol. 255 (2018) 347–353. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.12.019.
- [37] J. Gu, M. Gao, S. Yang, J. Bai, Y. Zhai, J. Ding, Microstructure, defects, and mechanical properties of wire + arc additively manufactured Al[sbnd]Cu4.3-Mg1.5 alloy, Mater. Des. 186 (2020) 108357. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108357.
- [38] C. Zhang, Y. Li, M. Gao, X. Zeng, Wire arc additive manufacturing of Al-6Mg alloy using variable polarity cold metal transfer arc as power source, Mater. Sci. Eng. A. 711 (2018) 415–423. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.084.
- [39] B.A. Fulcher, D.K. Leigh, T.J. Watt, Comparison of AlSi10Mg and Al 6061 Processed Through DMLS, in: Proc. 25th Solid Free. Fabr. Symp., 2014: pp. 404–419. http://sffsymposium.engr.utexas.edu/2014TOC.
- [40] CEN, EN 10002-1 : Metallic materials tensile testing Part 1 : Method of test at ambient temperature, (2001).

- [41] E. Goens, Über die Temperaturabhängigkeit der Hauptelastizitätskonstanten des Einkristalls von Kupfer, Gold, Blei, Aluminium bei tiefen Temperaturen, Ann. Phys. 430 (1940) 456–468. https://doi.org/10.1002/andp.19404300604.
- [42] T.R.L. and C.S. Smith, Variation of the adiabatic elastic constants of aluminum with temperature, Off. Nav. Res. (1953).
- [43] D. Lazarus, The variation of the adiabatic elastic constants of KCl, NaCl, CuZn, Cu, and Al with pressure to 10,000 bars, Phys. Rev. 76 (1949) 545–553. https://doi.org/10.1103/PhysRev.76.545.
- [44] R.E. Schmunk, C.S. Smith, Pressure derivatives of the elastic constants of aluminum and magnesium, J. Phys. Chem. Solids. 9 (1959) 100–112. https://doi.org/10.1016/0022-3697(59)90200-8.
- [45] G.N. Kamm, G.A. Alers, Low-temperature elastic moduli of aluminum, J. Appl. Phys. 35 (1964) 327–330. https://doi.org/10.1063/1.1713309.
- [46] T. Gnäupel-Herold, P.C. Brand, H.J. Prask, Calculation of Single-Crystal Elastic Constants for Cubic Crystal Symmetry from Powder Diffraction Data, J. Appl. Crystallogr. 31 (1998) 929–935. https://doi.org/10.1107/S002188989800898X.
- [47] H. Wang, G. Simmons, Elasticity of Some Mantle Crystal Structures Spinel eral phases hypothesized to be stable in the, 77 (1972).
- [48] W. Li, T. Wang, Ab initio investigation of the elasticity and stability of aluminium, J. Phys. Condens. Matter. 10 (1998) 9889–9904. https://doi.org/10.1088/0953-8984/10/43/033.
- [49] E.A. Brandes, G.B. Brook, Smithells Metals Reference Book: Seventh Edition, Smithells Met. Ref. B. Seventh Ed. (2013) 1–1800. https://doi.org/10.1016/C2009-0-25363-3.
- [50] J. Wang, Y. Du, S.L. Shang, Z.K. Liu, Y.W. Li, Effects of alloying elements on elastic properties of Al by first-principles calculations, J. Min. Metall. Sect. B Metall. 50 (2014) 37–44. https://doi.org/10.2298/JMMB140116002W.
- [51] M.A. Iadicola, T.H. Gnäupel-Herold, Effective X-ray elastic constant measurement for in situ stress measurement of biaxially strained AA5754-O, Mater. Sci. Eng. A. 545 (2012) 168–175. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.02.100.
- [52] C. Gault, A. Dauger, P. Boch, Variations of the elastic constants of aluminiummagnesium single crystals with guinier-preston zones, Phys. Status Solidi. 43 (1977) 625–632. https://doi.org/10.1002/pssa.2210430233.
- [53] D. Gloaguen, T. Berchi, E. Girard, R. Guillén, Measurement and prediction of residual stresses and crystallographic texture development in rolled Zircaloy-4 plates: X-ray diffraction and the self-consistent model, Acta Mater. 55 (2007) 4369–4379. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.04.007.
- [54] P.S. Prevéy, X-Ray Diffraction Residual Stress Techniques, Mater. Charact. (1986) 380– 392. https://doi.org/10.31399/asm.hb.v10.a0001761.

- [55] V. Boyer, Modélisation du grenaillage d'un alliage de nickel avec prise en compte de l'écrouissage et de la microstructure, Thèse de doctorat Université de Technologie de Troyes, 2017.
- [56] F. Sánchez-Bajo, F.L. Cumbrera, The use of the pseudo-voigt function in the variance method of X-ray line-broadening analysis. Erratum, J. Appl. Crystallogr. 30 (1997) 550. https://doi.org/10.1107/S0021889897098956.
- [57] W.A. Rachinger, A Correction for the α1 α2 Doublet in the Measurement of Widths of X-ray Diffraction Lines, Instruments, J. Sci. 25 (1948) 254–259.
- [58] T. Pirling, G. Bruno, P.J. Withers, SALSA-A new instrument for strain imaging in engineering materials and components, Mater. Sci. Eng. A. (2006). https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.083.
- [59] D. Richard, M. Ferrand, G.J. Kearley, Analysis and visualisation of neutron-scattering data, J. Neutron Res. (1996). https://doi.org/10.1080/10238169608200065.
- [60] P.J. Withers, M. Preuss, A. Steuwer, J.W.L. Pang, Methods for obtaining the strain-free lattice parameter when using diffraction to determine residual stress, J. Appl. Crystallogr. 40 (2007) 891–904. https://doi.org/10.1107/S0021889807030269.
- [61] G.A. Webster, R.W. Wimpory, Polycrystalline materials: Determination of residual stresses by neutron diffraction., Int. Organ. Standarization. 3 (2001) 48.
- [62] J. Gu, J. Ding, S.W. Williams, H. Gu, P. Ma, Y. Zhai, Inter-layer cold working and heat treatment in AM aluminum\_Northeastern\_2015, J. Mater. Process. Technol. 230 (2015) 26–34. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.11.006.
- [63] M. Bornert, T. Bretheau, P. Gilormini, Homogénéisation en mécanique des matériaux 2 : Comportements non linéaires et problémes ouverts, Hermes Sci, Paris, 2001.
- [64] A. Zaoui, Matériaux hétérogènes et composites, Cours de l'École Polytechnique, Palaiseau, 1997.
- [65] R. Hill, The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals, J. Mech. Phys. Solids. 15 (1967) 79–95.
- [66] J.D. Eshelby, The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems, Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci. 241 (1957) 376–396.
- [67] E. Kröner, Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls, Zeitschrift Für Phys. Bd. 151 (1958) 504–518.
- [68] U.F. Kocks, C.N. Tomé, H.R. Wenk, Texture and anisotropy: Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties, Cambridge University Press, 1998.
- [69] J. Krier, Influence des hétérogénéités élastoplastiques sur les contraintes du deuxième ordre dans les polycristaux métalliques mono et polyphasés: Calculs autocohérent Mesures par diffraction, Université de Metz, 1993.
- [70] J. Krier, H. Ruppersberg, M. Berveiller, P. Lipinski, Elastic and plastic anisotropy effects

on second order internal stresses in textured polycrystalline materials, Textures Microstruct. 14–18 (1991) 1147–1152.

- [71] B.C. Hendrix, L.G. Yu, Self-consistent elastic properties for transversely isotropic polycrystals, Acta Mater. 46 (1998) 127–135. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00261-9.
- [72] D. Gloaguen, Etat micromécanique résiduel de matériaux hexagonaux texturés (Zirconium et Titane): Diffraction des rayons X et modèles de transition d'échelles, Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, 2001.
- [73] S. Fréour, Application des modèles de transition d'échelle à la détermination des contraintes internes par diffraction des rayons X, cas des matériaux biphasés, Thèse de Doctorat de l'Université de Nantes, 2003.
- [74] P.R. Morris, Elastic constants of polycrystals, Int. J. Eng. Sci. 8 (1970) 49–61. https://doi.org/10.1016/0020-7225(70)90014-5.
- [75] R. Hill, Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals, J. Mech. Phys. Solids. 13 (1965) 89–101.
- [76] Y. Chastel, Mécanismes physique de la déformation, XIII (2009) 12. http://mms2.ensmp.fr/.
- [77] T. Ben Zineb, S. Arbab Chirani, M. Berveiller, Nouvelle formulation de la plasticité crystalline utilisant une contrainte de reference avec écrouissage, in: 15ème Congrès Français de Mécanique, Nancy, 2001.
- [78] J.-P. Lorrain, Critère de ductilité basé sur la perte d'ellipticité du module tangent élastoplastique déduit d'un modèle autocohérent, (2005) 160.
- [79] J.-P. Lorrain, T. Ben Zineb, F. Abed-Meraim, M. Berveiller, Ductility loss modelling for BCC single crystals, Int. J. Form. Process. 8 (2005) 135–158. https://doi.org/doi:10.3166/ijfp.8.135-158.
- [80] P. Franciosi, M. Berveiller, A. Zaoui, Latent hardening in copper and aluminium single crystals, Acta Metall. 28 (1980) 273–283. https://doi.org/10.1016/0001-6160(80)90162-5.
- [81] D. Gloaguen, M. François, R. Guillén, J. Royer, Evolution of internal stresses in rolled Zr702 α, Acta Mater. 50 (2002) 871–880.
- [82] E. Voce, The relationship between stress and strain for homogeneous deformation, J. Inst. Met. 74 (1948) 537–562.
- [83] B. Clausen, T. Lorentzen, T. Leffers, Self-consistent modelling of the plastic deformation of F.C.C. polycrstals and its implications for diffraction measurements of internal stresses, Acta Mater. 46 (1998) 3087–3098. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00014-7.
- [84] G.J. Weng, Anisotropic hardening in single crystals and the plasticity of polycrystals, Int. J. Plast. 3 (1987) 315–339.

- [85] D. Gloaguen, J. Fajoui, E. Girard, R. Guillén, X-ray measurement of residual stresses and texture development during a rolling sequence of zirconium alloy cladding tubesinfluence of plastic anisotropy on mechanical behaviour, J. Appl. Crystallogr. 43 (2010) 890–899. https://doi.org/10.1107/S0021889810019989.
- [86] B. Clausen, T. Lorentzen, Experimental evaluation of a polycrystal deformation modeling scheme using neutron diffraction measurements, Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci. 28 (1997) 2537–2541. https://doi.org/10.1007/s11661-997-0011-z.

## **CONCLUSIONS GENERALES**

Les travaux de cette thèse ont consisté à faire monter en niveau de maturité le procédé de fabrication additive WAAM dans son utilisation pour l'alliage d'aluminium AA6061.

La première étape fut de réaliser des pièces en alliage d'aluminium à durcissement structural par fabrication additive arc-fil exemptes de défaut critique. Nous avons montré qu'il est possible de construire des pièces simples (parois minces et pièces massives) constituées de matière saine en alliage d'aluminium 6061(sans fissure et avec un taux de porosités acceptable). Nous avons également vérifié la composition de la matière déposée par EDS. Cette dernière a légèrement évolué par rapport à la composition du fil d'apport, mais elle reste suffisamment proche de la composition de référence. Par la suite, des parois minces ont été réalisées avec succès à l'aide de plusieurs jeux de paramètres et avec deux stratégies de fabrication (alternée et unidirectionnelle).

Le second objectif était de caractériser les microstructures obtenues dans les pièces élaborées par WAAM. Nous avons étudié la matière déposée par WAAM avec les différents paramètres de dépôt et stratégies de fabrication. Ce travail a permis de mettre en exergue les spécificités microstructurales induites par le procédé. À l'échelle micrométrique, les grains ont des morphologies particulières. Au cours de la solidification, des structures colonnaires sont été formées dans l'ensemble des échantillons ; la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P produisant des grains de plus grande taille. Des grains équiaxes ont également été observés mais uniquement dans les échantillons produits avec la synergie utilisant le mode de transfert CMT pour former des couches alternées de grains équiaxes et colonnaires. La stratégie alternée produit des grains plus fins et une texture cristallographique globalement plus homogène que la stratégie unidirectionnelle. Les phases constituantes (précipités grossiers de phase β et IMfer) ont été remises en solution et un réseau de particules particulièrement riches en Si est présent dans les zones interdendritiques. À l'échelle nanométrique, nous avons observé que les précipités  $\beta$ " et  $\beta$ ', responsables du durcissement, présentent une fraction volumique et un rayon moyen équivalents à ceux que l'on trouve dans la littérature pour les alliages corroyés. Cependant, la synergie utilisant le mode de transfert CMT-P semble tout de même produire un état de précipitation plus avancé que la synergie utilisant le mode de transfert CMT.

Enfin, le dernier objectif, correspondant au chapitre 4 de ce manuscrit, était de mieux comprendre le comportement mécanique à différentes échelles afin d'optimiser la fabrication de pièces en alliage d'aluminium 6061 par WAAM. Une campagne de caractérisations mécaniques a permis de remplir cet objectif et de déterminer les propriétés mécaniques des pièces élaborées par le procédé WAAM. Des niveaux de durcissement homogènes, quel que soit le traitement thermique appliqué, ont été relevés dans les échantillons. À l'état T6, en plus d'être homogène dans toute la pièce, le niveau de dureté est équivalent pour l'ensemble des échantillons indépendamment de la synergie, la stratégie, et l'énergie utilisées. La matière produite présente des niveaux de dureté supérieurs ou égaux à la référence de 107 HV donnée par la norme ASM [27] pour les matériaux forgés en aluminium 6061. Les propriétés mécaniques en traction ont également été déterminées expérimentalement au travers d'essais de traction monotones. Des éprouvettes dont la santé matière a été vérifiée en amont ont permis d'obtenir les caractéristiques mécaniques suivantes : Re = 247 MPa (limite d'élasticité) et Rm = 389 MPa (résistance ultime à la traction). Ces éprouvettes présentent des propriétés au-delà des exigences de la norme EN-755-2 [33]. Des éprouvettes normalisées qui disposent d'une plus grande quantité de matière, ont également été soumises à des essais de traction monotone dans les trois directions du repère de la pièce qui nous ont montré que la matière produite présente un comportement mécanique quasi-isotrope. Nous avons émis l'hypothèse que ce comportement peut être expliqué par la présence de grains équiaxes qui limiterait l'effet de texture des grains colonnaires. Par la suite, les contraintes résiduelles ont été caractérisées en surface et en profondeur à l'aide de la diffraction. Une observation cruciale est mise en lumière : bien qu'en surface les niveaux de contraintes résiduelles soient faibles, il n'en est pas de même en profondeur. Des niveaux maximums importants de contraintes résiduelles, dépassant les +/- 100 MPa ont été analysés en cœur des pièces. Dans notre étude, l'amplitude maximale de la contrainte est inférieure à la limite d'élasticité tant dans les dépôts que dans les substrats. Cependant, les contraintes maximales atteintes, autour de  $\sigma$ = +/- 100 MPa, près du substrat atteignent environ 40 % de la limite d'élasticité. Enfin, un couplage entre une approche autocohérente élastoplastique et des essais mécaniques in situ en diffraction a été utilisé afin de mieux appréhender le lien entre les propriétés mécaniques, les caractéristiques microstructurales et les paramètres du procédé. Les essais de traction menés in situ en DRX ont permis d'obtenir la réponse mécanique de groupes de grains différents en fonction de la déformation macroscopique. Un modèle élastoplastique tenant compte de l'effet combiné de la morphologie des grains et de la texture cristallographique déterminées expérimentalement a été utilisé. Ce dernier permet de modéliser la déformation de chacune des cristallites du volume diffractant pour une déformation macroscopique donnée. Il est alors possible de prédire et d'expliquer les figures de pôles de déformation en fonction de la déformation macroscopique appliquée. Le modèle employé permet de reproduire de façon satisfaisante le comportement mécanique macroscopique, mais également le comportement mécanique du volume diffractant.

## PERSPECTIVES

Il serait intéressant de poursuivre ce travail en menant le même type d'analyses avec des procédés dont la source de chaleur est découplée de l'apport de matière (TIG ou plasma). L'emploi de telles techniques pourrait conduire à un meilleur contrôle du procédé tout en conservant un taux de dépôt important. Des stratégies de fabrication élémentaires ont été adoptées dans ces travaux ; l'utilisation de stratégies de fabrication plus complexes pourrait permettre d'optimiser la microstructure et de limiter la formation de contraintes résiduelles (construction symétrique, par exemple). La mise en place d'un écrouissage interpasses (galetage, grenaillage, martelage) pourrait également permettre d'affiner la microstructure, diminuer les niveaux de contraintes et, dans une certaine limite, réduire la présence de porosités.

Dans la continuité de ces travaux, les traitements thermiques pourraient être adaptés aux pièces réalisées par fabrication additive arc-fil. Une mise en solution optimisée pourrait permettre de remettre en solution les résidus des réseaux de phase riche en silicium observés dans les espaces interdendritiques. Et un revenu optimisé pourrait permettre d'atteindre un niveau maximum de durcissement de l'alliage. Plus généralement, il semblerait que des traitements thermiques spécifiques au WAAM soient nécessaires pour atteindre un niveau optimal de propriétés mécaniques en raison des différences (mêmes faibles) de composition chimique observées après le dépôt. Il est aussi envisageable d'employer des fils d'apport dont la composition est légèrement adaptée (e.g. augmentation des quantités des éléments magnésium, cuivre, zinc) afin de correspondre au procédé ainsi qu'au mode de transfert que l'on souhaite employer au cours du dépôt. D'autres alliages d'aluminium tels que les alliages de la série 7000 nécessitent également un développement afin d'être déposés par WAAM.

Pour finir, la pertinence du modèle utilisé dans cette étude pourrait être éprouvée par l'étude de matériaux présentant une anisotropie élastique supérieure comme les aciers inoxydables austénitiques. Des matériaux ayant une forte anisotropie plastique avec des mécanismes de déformation plus complexes (plusieurs modes de glissement et de maclages) pourraient également être étudiés (titane, cobalt, magnésium...). D'un point de vue expérimental, la validité du modèle et sa cohérence à l'échelle du volume diffractant pourraient être vérifiées lors d'essais de traction *in situ* en diffraction des neutrons (ligne ENGIN-X à ISIS ou la ligne SALSA à l'ILL) en suivant l'évolution simultanée de plusieurs familles de plans cristallins {hkl} et dans des volumes sondés plus représentatifs (plusieurs mm<sup>3</sup>).

## ANNEXES

### Annexe 1 - Histoire de la fabrication additive

Contrairement à ce que l'on pourrait penser l'impression 3D n'est pas un procédé moderne. Si ces techniques de fabrication sont omniprésentes aujourd'hui, c'est grâce à plus de 150 ans de recherches et de travaux dans une multitude de domaines. L'histoire de la fabrication additive est finement retracée par Bourell et al. [1], nous résumerons les origines et les développements des technologies les plus communes dans cette annexe. L'évolution de la fabrication additive va de pair avec la création de multiples technologies comme l'invention de l'ordinateur à la fin des années 1940, le développement des résines photopolymères dans les années 1950 et la démocratisation des technologies lasers dans les années 1960. Elle a suivi les progrès de la Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur (CAO/FAO) : le développement des machines-outils à commande numérique au début des années 1950, de l'infographie au début des années 1960 et des systèmes de CAO/FAO à la fin des années 1960. Cependant, la technologie en était à ses débuts, sans réelle demande sur le marché et avec peu de soutien pour les activités de recherche et de développement [1].

#### Ancêtres de la fabrication additive

La fabrication additive est née de l'évolution conjointe de deux disciplines que sont la **photosculpture** ainsi que la **topographie**. A l'intersection de ces deux mondes, se trouve la volonté de reproduire de façon fidèle et automatisée un objet physique en 3 dimensions.

#### De la photosculpture à l'impression 3D

La photosculpture est apparue au XIX<sup>ème</sup> siècle, elle résulte d'une tentative de créer des répliques tridimensionnelles exactes de n'importe quel objet, y compris des formes humaines. Pour ce faire, elle se basera sur des principes optiques afin d'obtenir les dimensions de l'objet dans toutes les directions de l'espace.

**En 1860,** une première réalisation de cette technologie fut conçue par François Willème. Comme le montre la **Figure A-1.** Dispositif de photosculpture décrit par Willème en 1860 [1]., un sujet était placé et photographié simultanément par 24 appareils photo répartis uniformément sur la circonférence d'une pièce circulaire. Un artisan sculptait ensuite une portion cylindrique de 1/24<sup>e</sup> de la figure en utilisant une silhouette de chaque photographie. Des développements de cette technique à l'aide de gélatine photosensible seront réalisés en 1902 par Baese afin d'alléger l'étape de sculpture [1].



Figure A-1. Dispositif de photosculpture décrit par Willème en 1860 [1].

**Entre 1933 et 1940**, dans certains des premiers travaux réalisés au Japon, Morioka met au point un procédé hybride entre la photosculpture et la topographie. Cette méthode utilise des bandes de lumière (bandes noires et blanches) pour créer photographiquement les lignes du contour d'un objet. Ces lignes peuvent ensuite être développées en feuilles, puis découpées et empilées ou projetées sur un matériau de base pour être sculptées [1].

En 1951, Munz a proposé un système qui présente les caractéristiques des techniques actuelles de stéréolithographie. Il décrit un système permettant d'exposer sélectivement une photoémulsion transparente par couches, chaque couche provenant d'une coupe transversale d'un objet scanné. Ces couches sont créées en abaissant un piston dans un cylindre et en ajoutant des quantités appropriées de photoémulsion et d'agent de fixation. Après l'exposition et le fixage, le cylindre transparent solide qui en résulte contient une image de l'objet. Ensuite, cet objet peut être sculpté manuellement ou gravé photochimiquement pour créer un objet tridimensionnel [1].

#### De la topographie à l'impression 3D

La topographie est une science géographique qui vise à décrire la position et l'altitude des terrains. On s'en sert généralement pour dessiner des cartes et des plans sur lesquels des lignes d'égale altitude (isohypses) sont tracées pour représenter la troisième dimension. Les représentations 3D issues de cette discipline seront élaborées par découpe et superposition de couches de matière.

**1892 :** Blanther met au point une nouvelle méthode pour la fabrication de moules pour la création de cartes topographiques [2]. La méthode consistait à imprimer des lignes de contour topographique sur une série de plaques de cire puis à découper ces plaques en suivant les lignes. Après avoir empilé et lissé ces coupes de cire, on obtient une cartographie tridimensionnelle qui correspond à la topographie du terrain indiquée par les isohypses. Deux formes étaient alors créées : une positive (relief) et une négative servant de contreforme pour le matriçage. Après avoir consolidé ces surfaces d'un support approprié, il pressait une carte vierge entre les formes positive et négative pour créer une carte en relief (**Figure A-2**). Des versions plus élaborées de



cette technique pour la création de cartes seront développées plus tard par Perera, Zhang et Gaskin [3–5].

Figure A-2. Brevet de Blanther sur la fabrication 3D de cartes en relief en 1892 [2].

En 1972, Matsubara de Mitsubishi Motors propose un procédé topographique qui utilise des matériaux photodurcissables [6]. Dans ce procédé, une résine photopolymère est déposée sur des particules réfractaires (sable). Ces particules enrobées sont ensuite étalées en une couche et chauffées pour former une feuille cohérente. Une lumière est ensuite projetée ou scannée de manière sélective sur cette feuille pour en durcir une partie définie. La partie non scannée et non durcie est dissoute par un solvant. Les fines couches ainsi formées sont ensuite empilées pour former un moule de coulée. Matsubara met ainsi en place les prémices de la fabrication additive sur lit de poudre.

En **1979**, le professeur Nakagawa de l'université de Tokyo met en œuvre des **techniques de laminage** pour la fabrication d'objets. Très proche des procédés de co-laminage actuel, il découvre qu'il est possible de créer de véritables outils industriels fonctionnels par le biais de ce procédé [7].

#### Evolution moderne de la fabrication additive

Les efforts de recherche mis en place entre les années 1960 et 1970 ont permis de démontrer les possibilités de réalisation et de breveter les premiers procédés se basant sur les principes modernes de fabrication additive, notamment le principe de photopolymérisation à la fin des années 1960, la fusion sur lit de poudres en 1972 et le co-laminage de feuilles métalliques en 1979. C'est également dans le courant des années 1970 que des brevets qui concernent la fabrication directe sans opération supplémentaire apparaissent.

**En 1971**, Ciraud propose le premier procédé de fabrication par projection de poudre qui présente toutes les caractéristiques des techniques modernes de dépôt direct [8]. Il brevette un procédé pour la fabrication d'objets à partir de divers matériaux qui sont au moins partiellement capables de fondre. De petites particules sont positionnées à l'aide d'une buse sur une matrice, un faisceau énergétique (laser, électrons ou plasma) chauffe ensuite les particules localement. La fusion au moins partielle des particules sous le faisceau donne lieu à une adhésion formant

alors une couche continue (Figure A-3). Malheureusement, cet ancêtre de la fabrication additive par **projection de poudre sous flux dirigé** ne sortira pas des laboratoires de recherche.



Figure A-3. Fabrication additive par fusion et projection poudre développée par Ciraud en 1971 [8].

**En 1979**, Housholder présente la première description d'un procédé de fabrication additive par laser sur lit de poudre [9]. Il décrit alors un procédé de dépôt séquentiel de couches planes (**Figure A-4**) dont la solidification sélective de chaque couche est obtenue en réalisant un balayage thermique contrôlé.



Figure A-4. (a) Procédé sur lit de poudre présenté par Housholder en 1979 ; (b) pièce fabriquée avec le système de Housholder [9].

**C'est en 1981** qu'Hideo Kodama publie le premier un système de prototypage rapide de photopolymères fonctionnels tel qu'on le connaît aujourd'hui [10]. Dans sa méthode, un modèle solide est fabriqué en construisant une pièce en couches où les zones exposées correspondent à une section transversale du modèle (**Figure A-5**). Il étudia alors trois méthodes différentes pour y parvenir. (a) La première configuration emploie un masque pour contrôler l'exposition de la source UV, le modèle est immergé dans la cuve de photopolymère par le bas, les couches sont créées à la surface supérieure. (b) Utilisation d'un masque comme en (a), mais le masque et l'exposition sont positionnés au fond de la cuve et le modèle est tiré vers le haut. La nouvelle couche est déposée en bas. (c) Immersion du modèle, comme en (a), mais en utilisant un traceur x-y et une fibre optique pour exposer la nouvelle couche.



Figure A-5. (a) Système de stéréolithographie de Kodama ; (b) pièce réalisée à l'aide du système de Kodama [10].

**En 1982**, Herbert décrit un système qui dirige un faisceau laser UV vers une couche de photopolymère au moyen d'un système de miroirs sur un traceur x-y [11]. Dans la technique expérimentale d'Herbert (**Figure A-6**), un ordinateur a été utilisé pour commander un faisceau laser à travers une couche, la cuve de photopolymère a ensuite été abaissée et du photopolymère liquide supplémentaire a été ajouté ultérieurement pour créer une nouvelle couche.



Figure A-6. (a) Système de stéréolithographie de Herbert ; (b) pièces fabriquée par Herbert en 1979 [11].

Développements récents de l'impression 3D et enjeux technologiques

À la fin des années 1980 et au début des années 1990, pléthore de procédés de fabrication additive sont apparus modulant les techniques développées précédemment. Au cours des vingt années qui ont suivi, la communauté des chercheurs a appliqué ces procédés et leurs variations de façon novatrice pour s'attaquer à une grande variété de problèmes de recherche dans un nombre varié de disciplines.

Nous noterons les quelques dates clés suivantes :

- **1984,** le premier brevet faisant clairement mention de « fabrication additive » est déposé par trois Français : Jean-Claude André, Olivier de Witte et Alain le Méhauté. Le projet sera abandonné faute de marché.
- **1986,** Chuck Hull brevette la technique de StéréoLithographie Apparatus qui est à l'origine de l'entreprise 3D Systems.
- **1988**, commercialisation plus vaste de la fabrication additive par stéréolithographie.
- 1990, développement des procédés de fusion par faisceau laser.
- **1991**, fabrication par dépôt de fil fondu et durcissement par solidification.

Cependant, à cette période, le coût élevé, le choix limité de matériaux et la faible précision dimensionnelle de ces procédés et des machines développées limitent leur application industrielle au prototypage rapide et à la fabrication de modèles.

Les années 1990 et 2000 ont été une période de croissance pour la fabrication additive. De nouveaux procédés tels que la fusion par faisceau d'électrons ont été commercialisés, les technologies existantes ont été améliorées et l'attention a commencé à se porter sur le développement de logiciels liés à la fabrication additive. Des formats de fichiers spécifiques tels que le célèbre STL (stéréolithographie) ont été introduits. La qualité des impressions s'améliore à tel point que l'on se sert désormais des technologies de fabrication additive pour produire des modèles, des outils et des pièces finies. C'est à ce moment que les termes "outillage rapide", "coulée rapide" et "fabrication additive pour la production dans l'industrie. Avec l'avènement d'internet dans les années 1990 et le développement du « Web » tel que nous le connaissons, un partage plus aisé des connaissances voit le jour. Il a permis de soutenir le développement de matériels et de logiciels « open source » conduisant plus tard au projet RepRap [12].

**Des années 2000 à nos jours** : nous assistons à la démocratisation des procédés de fabrication additive polymères qui furent commercialisés dans les années 1980. Nous sommes également dans une période de croissance pour les procédés plus récents mettant en œuvre des matériaux métalliques. L'expiration de brevets clés pour un certain nombre de procédés de fabrication additive plus anciens a ouvert le marché à la concurrence. Ceci, combiné à une communauté croissante de passionnés de la fabrication additive, a stimulé l'innovation, conduisant à une expansion majeure de l'offre et de la demande sur le marché. Les publications scientifiques sur le sujet se multiplient. La Figure A-7 (a) expose l'évolution de la quantité de brevets sur la fabrication additive selon une étude de 2017 et la Figure A-7 (b) montre la quantité de publications scientifiques au fil des années de 1995 à 2019 d'après les publications publiées par le groupe éditorial Elsevier.



Figure A-7. (a) Nombre de brevets déposés (bleu) et demandés (vert) concernant la fabrication additive [13] ; (b) évolution du nombre de publications scientifiques sur la fabrication additive (source Elsevier)

Aujourd'hui, la fabrication additive soutient un large éventail d'activités, notamment des domaines comme l'énergie, les transports, l'art, l'architecture, l'éducation, les loisirs, l'exploration spatiale et la défense. L'industrie automobile tire parti de l'émergence de ces technologies, les entreprises Kor Ecologic et Stratasys en sont un bon exemple avec le projet Urbee [14] : ce premier prototype de voiture imprimée en 3D dont les coûts et durées de production sont réduits. L'adoption à grande échelle de la fabrication additive a lieu dans le secteur médical. Les utilisations de l'impression 3D dans ce domaine sont sans limites ; à l'heure actuelle elle est principalement utilisée pour la réalisation des maquettes chirurgicales éducatives ou prévisionnelles, d'implants personnalisés pour chaque patient à l'aide de matériaux biocompatibles, ou encore l'impression directe d'organes fonctionnels [15]. La bio-impression est un domaine d'avenir qui fait déjà largement ses preuves. Des organes fonctionnels tels que décrits par Nadav Noor et al. [16] en 2019 permettent déjà le remplacement de cœurs défectueux (**Figure A-8**).



Figure A-8. (a) et (b) cœur imprimé en 3D placé dans le bain-support et (c) après extraction du support [16].

- D. Bourell, J. Beaman, M. Leu, D. Rosen, A Brief History of Additive Manufacturing and the 2009 Roadmap for Additive Manufacturing: Looking Back and Looking Ahead, RapidTech 2009 US-TURKEY Work. Rapid Technol. (2009) 1–8.
- [2] J.E. Blanther, Manufacture of Contour Relief Maps, US Patent #473,901, 1892.
- [3] B.V. Perera, Process of Making Relief Maps, US Patent #2,189,592, 1940.
- [4] E.E. Zang, Vitavue Relief Model Technique, US Patent #3,137,080, 1964.
- [5] T.A. Gaskin, Earth Science Teaching Device, US Patent #3,751,827, 1973.
- [6] K. Matsubara, Molding Method of Casting Using Photocurable Substance, Japanese Kokai Patent Application, Sho 51 [1976]-10813, 1974.
- [7] T. Nakagawa, Blanking Tool by Stacked Bainite Steel Plates, Press Tech. (1979) 93– 101.
- [8] P.A. Ciraud, Process and Device for the Manufacture of any Objects Desired from any Meltable Material, FRG Disclosure Publication 2263777, 1972.
- [9] R.F. Housholder, Molding Process, US Patent #4,247,508, 1981.
- [10] H. Kodama, Automatic Method for Fabricating a ThreeDimensional Plastic Model with Photo Hardening Polymer, Rev Sci Instrum. (1981) 1770–73.
- [11] A.J. Herbert, Solid Object Generation, Jour Appl Photo Eng. (1982) 185–88.
- I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing, Johnson Matthey Technol. Rev. 59 (2015) 193–198. https://doi.org/10.1595/205651315x688406.
- [13] Wohlers Associates, T. Wohler, R. Huff, J. Hornick, Growth in AM Patent Applications, (2018). http://wohlersassociates.com/blog/2018/02/growth-in-am-patent-applications/.
- [14] Korecologic, https://korecologic.com/, (2014).
- [15] F.P.W. Melchels, M.A.N. Domingos, T.J. Klein, J. Malda, P.J. Bartolo, D.W. Hutmacher, Additive manufacturing of tissues and organs, Prog. Polym. Sci. 37 (2012) 1079–1104. https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2011.11.007.
- [16] N. Noor, A. Shapira, R. Edri, I. Gal, L. Wertheim, T. Dvir, 3D Printing of Personalized Thick and Perfusable Cardiac Patches and Hearts, Adv. Sci. 6 (2019). https://doi.org/10.1002/advs.201900344.

## Annexe 2 - Polluants et impuretés sur le fil d'apport

## Polluants

De la graisse est généralement employée lors des opérations de mise en forme et notamment lors du tréfilage. Cette dernière doit être précautionneusement retirée avant l'emploi du fil en soudage. L'utilisation de morceaux de papier imbibés d'acétone a permis de mettre en évidence la présence de polluants (graisse) à la surface du fil. La **Figure A-9**, ci-dessous, montre le nombre de passages d'un tel papier sur une section de fil donnée, nécessaire à l'élimination totale des polluants à la surface du fil.



Figure A-9. Morceaux de papier imbibés d'acétone après plusieurs passages pour enlever la graisse à la surface du fil.

### Impuretés

De nombreuses impuretés ont également été observées à la surface du fil suite à un nettoyage à l'alcool. Tel qu'exposé en **Figure A-10**, ces particules sont principalement de deux types, les premières sont riches en silicium et en calcium (possibles silicates) et les secondes en calcium et en oxygène (possibles oxydes).



Figure A-10. Surface du fil d'apport vue en microscopie électronique exposant la présence d'impuretés et spectres EDX associés.

Le nettoyage du fil requiert un dévidage complet de la bobine ainsi qu'un nouveau bobinage dans lequel les spires ne se croisent pas. Les bobines de fils ont donc été renvoyées chez le fournisseur afin de réaliser un nettoyage.

## Annexe 3 - Liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium

De nombreux jeux de paramètres électriques pré-enregistrés ont été développés par le constructeur du poste à souder utilisé. La liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium qui étaient disponibles au début de l'étude est fournie en Figure A-11 et Figure A-12.



Synergic	Material	Wire	Gas	Process	Property	Material	Wire	TPSi	Fronius	Arc length	Penetration	SEL	SFI-	Power Source
Line	Wateria	[mm]	005	1100033	Troperty	AWS	[inch]	Version	TTOTINGS	stabilizer	stabilizer	511	Hotstart	1 Ower Source
2612	AIMg 5	1.2	11 100% Ar	Standard	universal	FR 5356	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	270i, 320i, 400i, 500i, 600i
		-/-												270i, 320i, 400i,
2613	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	l1 100% Ar	Standard	universal	ER 5183	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
2614	AIMg 5	1,6	l1 100% Ar	Standard	universal	ER 5356	.063	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	320i, 400i, 500i, 600
2615	AlMg4,5Mn(Zr)	1,6	l1 100% Ar	Standard	universal	ER 5183	.063	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	320i, 400i, 500i, 600
														270i, 320i, 400i,
2616	AlSi 5	1,2	l1 100% Ar	Standard	universal	ER 4043	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
2707	4100 5	4.2	14 4000/ 4	D. I.		50 4050	0.45	1.0	()	<i>(</i>	<i>c</i>	<i>c</i>	<i>c</i>	270i, 320i, 400i,
2/9/	AI 99,5	1,2	11 100% Ar	Puls	universal	ER 1050	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	5001,6001
2/98	A199,5	1,0	11 100% Ar	Puis	universal	EK 1050	.005	1.6.0	Standard	no function	norunction	norunction	norunction	270: 220: 400
2700	AlMa 5	1.0	11 100% Ar	Dule	universal	FR 5356	040	160	Standard	no function	no function	no function	no function	5001 6001
2755	Alling 5	1,0	11 10070 AI	1 013	universui	ER 5550	.040	1.0.0	Standard	noranectori	noranetion	norunetion	norunetion	2701 3201 4001
2800	AIMg 5	1.2	11 100% Ar	Puls	universal	FR 5356	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	5001,6001
2801	AIMg 5	1.6	11 100% Ar	Puls	universal	ER 5356	.063	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	3201, 4001, 5001, 600
	0	,												270i, 320i, 400i,
2802	AlSi 5	1,2	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 4043	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
2803	AlSi 5	1,6	I1 100% Ar	Puls	universal	ER 4043	.063	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	320i, 400i, 500i, 600
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
2861	AlSi 5	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 4043	.045	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
2917	AIMg 5	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.045	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
										function	function	function	function	
2918	AIMg 5	1,6	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.063	1.6.0	Standard	available	available	available	available	320i, 400i, 500i, 600
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
2919	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5183	.045	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
2020			14 4 0 0 0 / 4	<b>D146</b>		50 5400	0.50	4.5.0	o	function	function	function	function	2201 4001 5001 500
2920	Alivig4,5ivin(Zr)	1,6	11 100% Ar	PIVIC	universal	ER 5183	.063	1.6.0	Standard	available	available	available	available	3201, 4001, 5001, 600
2042	ALC: F	1.0	11 100% 4-	DMC		ED 4042	062	160	Chandrad	function	function	function	function	220: 400: 500: 600
2942	AISI 5	1,0	11 100% Ar	PIVIC	universal	EK 4043	.063	1.6.0	Standard	available	available	available	available	3201, 4001, 5001, 600
30/11	AIS: 5	12	11 100% Ar	Dule	universal	ER 4043	045	160	Standard	no function	no function	no function	no function	5001 6001
5041	ADID	1,2	11 10070 AI	r uis	universar	LI( 4045	.045	1.0.0	Standard	function	function	function	function	270i 320i 400i
3043	AISI 5	12	11 100% Ar	PMC	universal	FR 4043	045	160	Standard	available	available	available	available	500i 600i
	/ 10/ 0	1,1	11 100/070	11110	diffeetbar		.015	1.0.0	Standard	avanable	available	available	available	2701. 3201. 4001.
3044	AIMg 5	1.2	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 5356	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
		-/-								function	function	function	function	2701, 3201, 4001,
3045	AIMg 5	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.045	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
	-													270i, 320i, 400i,
3046	AIMg 5	1,0	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 5356	.040	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3047	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5183	.045	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
														270i, 320i, 400i,
3048	AlSi 5	1,0	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 4043	.040	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3050	AlSi 5	1,0	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 4043	.040	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
										function	function	function	function	
3063	AIMg4,5Mn(Zr)	1,6	13 Ar+50%He	PMC	universal	ER 5183	.063	1.6.0	Special	available	available	available	available	3201, 4001, 5001, 600
2007	A   A - A - A - (7-)	1.0	11 100% 4-	DMC		ED E 100	062	1.0	Characterial	function	function	function	function	2201 4001 5001 600
3067	Allvig4,5ivin(Zr)	1,6	11 100% Ar	PIVIC	universal	ER 5183	.063	1.6.0	Standard	available	available	available	available	3201, 4001, 5001, 600
2069	AIM & F	16	11 100% Ar	DMC	universal	ED EDEC	062	160	Standard	runction	runction	runction	runction	2201 4001 5001 600
3060	AlMg 5	1,0	11 100% Ar	Pivic	universal	ER 5356	.003	1.6.0	Standard	nofunction	nofunction	nofunction	nofunction	3201, 4001, 5001, 600
5009	Allvig 5	1,0	11 100% AI	Fuis	universal	EK 3330	.005	1.0.0	Stanuaru	function	function	function	function	5201, 4001, 5001, 000
3070	AISi 5	16	11 100% Ar	PMC	universal	FR 4043	063	160	Standard	available	available	available	available	3201 4001 5001 600
3071	Alsi 5	1.6	11 100% Ar	Puls	universal	FR 4043	.063	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	320i, 400i, 500i, 600
		-/-								function	function	function	function	270i. 320i. 400i.
3072	AIMg 5	1.0	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.040	1.6.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
	0													2701, 3201, 4001,
3086	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 5183	.045	1.6.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
										function	function	function	function	
3088	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	13 Ar+30%He	PMC	universal	ER 5183	.045	1.6.0	Special	available	available	available	available	320i, 400i, 500i, 600
										function	function	function	function	
3178	AlMg4,5Mn(Zr)	2,4	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 5183	.094	1.6.4	Special	available	available	available	available	400i, 500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3198	AlSi 5	1,2	l1 100% Ar	PMC	universal	ER 4043	.045	1.6.4	Special	available	available	available	available	500i, 600i
2222	41015	4.2	14 40001	PMC-Mix	and the state	ED 4040	0.15		(h			function	function	2/0i, 320i, 400i,
3209	AISi 5	1,2	l1 100% Ar	drive	mix drive	ER 4043	.045	1.6.4	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i

Figure A-11. Liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium (partie 1/2).

				PMC-Mix								function	function	270i, 320i, 400i,
3221	AlMg4,5Mn(Zr)	1,2	I1 100% Ar	drive	mix drive	ER 5183	.045	1.6.4	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
														270i, 320i, 400i,
3236	AlSi 5	0,9	I1 100% Ar	Puls	universal	ER 4043	.035	1.6.3	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3238	AlSi 5	0,9	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 4043	.035	1.6.3	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3246	AIMg 5	0,9	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.035	1.6.3	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
														270i, 320i, 400i,
3247	AIMg 5	0.9	11 100% Ar	Puls	universal	FR 5356	.035	1.6.3	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
		-)-										function	function	270i. 320i. 400i.
3249	AlMg4 5Mn(7r)	12	11 100% Ar	CMT	universal	FR 5183	045	170	Standard	no function	no function	available	available	5001 6001
02.15	/	1,1	11 100/014		annversar	211 5 1 6 5	1015	1.7.10	Standard	noranetion	no function	function	function	2701 3201 4001
3250	AISI 5	12	11 100% Ar	CMT	universal	FR 4043	045	170	Standard	no function	no function	available	available	5001 6001
3230	AD	1,2	11 10070 AI	Civit	universui	ER 4045	.045	1.7.0	Standard	function	function	function	function	5001, 0001
3258	AlMg4 5Mp(7r)	24	13 Ar+50%He	PMC	universal	FR 5183	094	164	Special	available	available	available	available	4001 5001 6001
5250	Anne-,ontin(21)	2,4	13 AI - 30/0110	T MIC	universar	ER 5105	.004	1.0.4	Special	function	function	function	function	4001, 5001, 0001
2260	AlMa 5	2.4	12 Ar+50%Ho	PMC	universal	EP 5256	094	164	Special	available	available	available	available	4001 5001 6001
3200	Alleg 2	2,4	13 AI+30/0116	FINIC	universar	LK 5550	.034	1.0.4	Special	function	function	function	function	4001, 5001, 0001
2261	AIM a F	2.4	11 100% Ar	DMC	universal	ED ESEC	004	164	Enocial	available	available	available	available	400: 500: 600:
5201	Allvig 2	2,4	11 100% AI	PIVIC DAAC Adia	universal	EK 3530	.094	1.0.4	special	available	available	available	available	270: 220: 400:
3300	ALC: E	1.0	11 1000/ 4-	PIVIC-IVIIX	and a shall an	ED 4042	040	164	Chandrad			runction	runction	2701, 3201, 4001,
3289	AISI 5	1,0	11 100% Af	DAC Adia	mix unve	EK 4045	.040	1.0.4	Standard	no function	no runction	available	available	270: 220: 400:
2205	414.4 - 5	10	14 4000/ 4-	PIVIC-IVIIX	and a shake of	50 5356	0.40		Character and			Tunction	Tunction	2701, 3201, 4001,
3296	Allvig 5	1,0	11 100% Ar	drive	mix arive	ER 5350	.040	1.6.4	Standard	no function	no function	available	available	5001, 6001
2245	AIR4-4 [A4-(7-)	4.2	14 4000/ 4-	CHAT MAL		50 5400	0.45	470	Characterized			function	Tunction	2701, 3201, 4001,
3315	AIMg4,5Min(Zr)	1,2	11 100% Ar	CIVIT-IVIX	mix	ER 5183	.045	1.7.2	Standard	no function	no function	available	available	5001, 6001
	All A 534 (7)				0.00	50 5400	0.45	470		function	function	function	function	2701, 3201, 4001,
3324	AIMg4,5Min(Zr)	1,2	11 100% Ar	PINC	PCS	ER 5183	.045	1.7.0	Special	available	available	available	available	5001, 6001
				PMC-Mix							e	function	function	270i, 320i, 400i,
3332	AISi 5	1,2	11 100% Ar	drive	ripple drive	ER 4043	.045	1./.1	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3353	AIMg 5	0,8	11 100% Ar	PMC	universal	ER 5356	.030	1.7.0	Standard	available	available	available	available	5001, 6001
														270i, 320i, 400i,
3360	AIMg 5	0,8	l1 100% Ar	Puls	universal	ER 5356	.030	1.7.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
										function	function	function	function	270i, 320i, 400i,
3361	AlSi 5	0,8	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 4043	.030	1.7.0	Standard	available	available	available	available	500i, 600i
														270i, 320i, 400i,
3364	AlSi 5	0,8	I1 100% Ar	Puls	universal	ER 4043	.030	1.7.0	Standard	no function	no function	no function	no function	500i, 600i
												function	function	270i, 320i, 400i,
3365	AlSi 5	1,0	I1 100% Ar	CMT-Mix	mix	ER 4043	.040	1.7.3	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
				PMC-Mix								function	function	270i, 320i, 400i,
3397	AIMg 5	1,2	I1 100% Ar	drive	mix drive	ER 5356	.045	1.7.0	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
3399	AlMg4,5Mn(Zr)	1,6	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 5183	.063	1.7.0	Special	no function	no function	no function	no function	320i, 400i, 500i, 600
				PMC-Mix								function	function	270i, 320i, 400i,
3400	AlSi 5	1,6	I1 100% Ar	drive	mix drive	ER 4043	.063	1.7.0	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
				PMC-Mix								function	function	270i, 320i, 400i,
3403	AlMg4,5Mn(Zr)	1,6	I1 100% Ar	drive	mix drive	ER 5183	.063	1.7.1	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
				PMC-Mix								function	function	270i, 320i, 400i,
3405	AIMg 5	1,2	I1 100% Ar	drive	ripple drive	ER 5356	.045	1.7.4	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
	-									function	function	function	function	
3407	AlMg 2,7Mn	1.6	I1 100% Ar	PMC	universal	ER 5554	.063	1.7.1	Special	available	available	available	available	320i, 400i, 500i, 600
												function	function	270i, 320i, 400i,
3408	AlSi 5	1,0	I1 100% Ar	CMT	universal	ER 4043	.040	1.7.1	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
												function	function	270i, 320i, 400i,
3409	AlMg4.5Mn(Zr)	1.0	11 100% Ar	CMT-Mix	mix	ER 5183	.040	1.7.3	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
												function	function	270i, 320i, 400i,
3410	AlMg4.5Mn(7r)	1.0	11 100% Ar	CMT	universal	FR 5183	.040	1.7.1	Standard	no function	no function	available	available	500i, 600i
	(	-/-										function	function	2701 3201 4001
3426	AIMø 5	10	11 100% Ar	CMT	universal	FR 5356	040	172	Standard	no function	no function	available	available	5001 6001
0.20	74116.5	1)0	11 100/014		annversar	211 0000	1010	1.7.12	otandara	noraneaon	no function	function	function	2701 3201 4001
3448	AISI 5	12	11 100% Ar	CMT-Mix	mix	FR 4043	045	172	Standard	no function	no function	available	available	5001 6001
3440	AD	1,2	11 10070 AI	CIVIT IVIIX	IIIA	ER 4045	.045	1.7.2	Standard	noranedon	no function	function	function	2701 3201 4001
2466	AISI 5	12	11 100% Ar	CMT	dynamic	EP 4042	045	174	Standard	no function	no function	available	available	5001 6001
5400	A151 5	1,2	11 100/0 Al	DMC-Mis	aynamic	LIN 4043	.045	1.7.4	Stanuaru	no runcuon	no runcuon	function	function	2701 2201 4001
2/73		1 2	11 10094 Ar	drive	mix drive	ED 4043	045	172	Standard	no function	no functio-	available	available	2701, 3201, 4001,
54/3	ALD D	⊥,∠	11 100% Af	unve	mix drive	EN 4043	.045	1.7.3	Srangard	function	function	available	available	3001, 0001
3500		1.2	12 4- 700/11	DMC		ED E3EC	045	100	Constal	runction	Tunction	runction	runction	2701, 3201, 4001,
3300	Allvig 5	⊥,∠	13 AI+70%He	PIVIC	universal	EK 3330	.045	1.8.0	special	available	available	available	available	270: 220: 400
2520	ALC: E	10	11 1000/ 4	CNATING		ED 4042	045	100	Constal.	and from the second		runction	runction	2701, 3201, 4001,
3530	AISI 5	1,2	11 100% AF	CIVIT-IVIX	mix	EK 4043	.045	1.8.0	Special	no function	no function	available	avaiiable	5001, 6001
2555	ALC: F	13	11 1000/ 4-	D. I.		ED 4043	0.45	101	Char dand	and the second second	n n f			2701, 3201, 4001,
3555	AISI S	1,2	11 100% AF	Puis	universal	EK 4043	.045	1.8.1	Standard	no function	no function	no function	no function	5001, 6001
2505	Alband Charles	1.0	11 1000/ 4-	CNATING		ED 5403	000	100	Chardend	no fue -t -	no fu	runction	runction	2701, 3201, 4001,
3396	Alivig4,5iVin(Zr)	1,6	11 100% Ar	CIVI I -IVI IX	mix	EK 3183	.ub3	1.8.2	standard	no runction	no runction	available	available	5001, 6001

Figure A-12. Liste des synergies dédiées aux alliages d'aluminium (partie 2/2).

### Annexe 4 – Mesure des épaisseurs effectives sur les parois minces

L'épaisseur apparente mesurée à l'extérieur des murs ne suffit pas à déterminer l'épaisseur de la pièce finale. Effectivement, la surface des murs présente des ondulations provenant de la forme des cordons superposés. La notion d'épaisseur effective décrit l'épaisseur constante maximale qui peut être observée lorsque l'on retire ces ondulations de matière. L'ensemble des vues en coupe sur lesquelles sont représentées les épaisseurs effectives mesurées sont présentées en **Figure A-13**.



Figure A-13. Détermination des épaisseurs effectives *Ee*.

### Annexe 5 – Mesure des porosités sur les parois minces

Des examens à l'échelle microscopique ont également été menés sur les coupes des murs afin d'évaluer la quantité de porosités allant jusqu'à des tailles de quelques micromètres ainsi que la taille maximale de ces porosités. Les micrographies associées aux conditions de fabrication employées CMT - Vd = 60 cm/min sont disponibles en Figure A-14, CMT - Vd = 80 cm/min en Figure A-15 et CMT-P - Vd = 30 cm/min en Figure A-16.



**Figure A-14.** Micrographies des murs vus en coupe transversale à différents grossissements pour les deux stratégies de fabrication et les jeux de paramètres correspondants à Vd = 60 cm/min.



**Figure A-15.** Micrographies des murs vus en coupe transversale à différents grossissements pour les deux stratégies de fabrication et les jeux de paramètres correspondants à Vd = 80 cm/min.



Figure A-16. Micrographies des murs vus en coupe transversale à différents grossissements pour les deux stratégies de fabrication et les jeux de paramètres correspondants à la synergie au mode de transfert CMT-P avec Vd = 30 cm/min.

# Annexe 6 – Gamme de préparation des lames minces en présence de porosités

Pour rappel, les échantillons ont tout d'abord été polis jusqu'à obtenir des feuilles de 75  $\mu$ m d'épaisseur. Ensuite, des disques de 3 mm de diamètre ont été découpés dans ces feuilles et préparés pour les observations MET par polissage électrolytique double jet. Un polissage électrolytique a été réalisé à l'aide d'un TENUPOL-5 à une température de -25 °C, sous 15 V et le réactif d'attaque employé est composé de 33 % d'acide nitrique fumant et de 66 % de méthanol en volume. Ce dispositif de préparation est prévu pour s'arrêter lorsque le passage d'un faisceau lumineux est détecté à travers l'échantillon, témoignant de la présence d'un trou dans la lame. Dans notre cas, en raison de la présence de porosités (même si elles sont de faibles tailles), ce seuil automatique était atteint trop rapidement.

Différentes gammes de préparation ont donc été testées. Les échantillons observés sont des échantillons ayant subi un traitement thermique T6, provenant d'un mur élaboré par fabrication additive. Dans un premier temps, les observations ont été conduites sous un faisceau avec une énergie faible de 80 keV pour éviter la dégradation des échantillons. Les paramètres étudiés pour choisir la gamme de préparation optimale sont l'épaisseur de la lame avant polissage électrolytique et un seuil propre à l'appareil de polissage électrolytique. Ce dernier correspond à la sensibilité d'une cellule photoélectrique (Seuil bas  $S_b$ , intermédiaire  $S_i$ , haut  $S_h$ ). Les paramètres recherchés permettant l'observation optimale des échantillons sont détaillés cidessous :

- Les lames doivent être suffisamment amincies pour avoir des zones observables.
- Les zones observables doivent être les plus étendues possibles.
- Les lames doivent être suffisamment résistantes pour être manipulées sans rompre.

Les résultats des essais de préparation des lames minces en présence de porosités sont présentés dans le **Tableau A-1**.

Epaisseur	50 µm	75 μm	100 µm		
Seuil bas	Peu de zones observables Fragile	Peu de zones observables Robuste	Aucune zone observable Robuste		
Seuil intermédiaire	Beaucoup de zones observables Fragile	Problème d'observation	Aucune zone observable Robuste		
Seuil haut	Beaucoup de zones observables Très fragile	Présence de zones observables Très fragile	Aucune zone observable Robuste		

**Tableau A-1.** Résultats des tests de gamme de préparation MET.

L'obtention d'une épaisseur précise n'est pas possible lors de la première étape de polissage. Une épaisseur satisfaisante inférieure à 60  $\mu$ m et le plus proche possible de 50  $\mu$ m est donc retenue. Elle permet d'obtenir suffisamment de zones observables cependant des lames fragiles sont obtenues et nécessitent beaucoup de précautions pour être maniées. Le seuil intermédiaire de sensibilité de la cellule photoélectrique a été conservé.

D'autres techniques de préparation ont été explorées par Utramicrotome (UMT) et Precision Ion Polishing System (PIPS). Dans le cas de l'UMT, les échantillons produits sont totalement dégradés (**Figure A-17**), ils ne présentent aucune zone observable.



Figure A-17. (a) principe de préparation par UMT ; (b) écran phosphorescent du microscope ; (c) résultat d'observation MET.

Les préparations par PIPS peuvent générer des dégâts thermiques, les polissages ont donc été réalisés à -80 °C. Ces derniers permettent d'obtenir des lames observables **Figure A-18**. Cependant, les zones d'observation sont limitées et le temps nécessaire à l'amincissement par le biais de cette technique est particulièrement important (de l'ordre de plusieurs jours).



Figure A-18. (a) support de préparation par PIPS ; (b) écran phosphorescent du microscope ; (c) résultat d'observation MET.

La gamme de préparation par polissage électrolytique mise en place précédemment a donc été conservée et une dernière étape de préparation via PIPS a été ajoutée afin d'affiner légèrement les échantillons et pour retirer les polluants organiques résiduels. Cette gamme de préparation a donné les meilleurs résultats lors des observations préliminaires **Figure A-19**. Elle a donc été appliquée pour la préparation de l'ensemble des échantillons observés au MET.



Figure A-19. (a) écran phosphorescent du microscope ; (b) résultats d'observation MET.


Annexe 7 – Plans de prélèvement des éprouvettes de caractérisation dans les parois minces

















## **Titre :** Fabrication additive arc-fil en alliage d'aluminium à durcissement structural AA6061 : relations procédé, microstructures et propriétés mécaniques

Mots clés : Fabrication additive, WAAM, alliage d'aluminium, durcissement structural, propriétés mécaniques

**Résumé :** La fabrication additive ou l'impression 3D permet d'optimiser les performances d'une pièce, ainsi que son impact énergétique et environnemental. La fabrication additive arc-fil (WAAM) détient des taux de dépôts élevés et offre la possibilité de fabriquer des pièces de grandes dimensions à moindre coût. Les alliages d'aluminium à durcissement structural comme l'alliage 6061 sont largement utilisés pour les applications de structure en raison de leurs propriétés spécifiques élevées. Dans ce type d'alliages, les microstructures et les nanostructures sont fortement influencées par les principaux paramètres du procédé mis en œuvre lors de l'élaboration. Ces paramètres déterminent également les performances mécaniques des pièces produites. Le développement récent d'une variante du procédé de dépôt Metal Inert Gas (MIG), basé sur un mode de transfert en court-circuit à faible énergie appelé Cold Metal Transfer® (CMT), a permis d'améliorer la soudabilité de certains alliages d'aluminium.

Ce procédé a été utilisé avec succès pour produire des pièces en AA6061 exemptes de défauts avec différents paramètres du procédé et stratégies de dépôt. L'effet des paramètres du processus sur la santé matière et la géométrie des dépôts a été étudié. Avec des paramètres optimisés, les parois minces obtenues ont un faible taux de porosités et aucune fissuration à chaud n'a été observée. Les microstructures résultantes ont été analysées. L'état des précipitations a également été étudié. Les recherches sur les phases nanométriques ont montré que les pièces construites peuvent atteindre un état de précipitation T6 standard. Des tests mécaniques et des analyses de contraintes résiduelles (par diffraction des rayons X ou neutrons) ont été effectués, ils montrent que les propriétés mécaniques T6 standard sont retrouvées. En revanche, des contraintes de traction élevées ont été retrouvées dans les pièces construites. Ce travail se présente comme une participation au développement du concept WAAM et plus largement à l'impression 3D.

Title: Wire and Arc Additive Manufacturing of age hardening AA6061: process, microstructures and mechanical properties

Keywords: Additive manufacturing, WAAM, aluminium alloy, age hardening, mechanical properties

Abstract: Additive manufacturing or 3D printing makes it possible to optimise the performance of a part, as well as its environmental impacts. Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM), due to its high deposition rate, offers the possibility to manufacture large components at a lower cost. Age hardened aluminium alloys such as AA6061 are widely used for structural applications because of their high specific properties. In age hardening alloys, microstructures and nanostructures are strongly influenced by the main process parameters and do have a critical influence on the mechanical performances of the built part. The recent development of a variant of the Metal Inert Gas (MIG) deposition process, based on a low-energy short-circuit transfer mode called Cold Metal Transfer® (CMT), enabled the use of poorly weldable alloys. This process was successfully applied to produce defect-free 6061 parts.

The effect of the process parameters on the material health and weld bead geometry has been examined. With optimised parameters, achieved thin-walls have a low porosity ratio and no hot cracking. The resultant microstructures have been analysed and are reliant on the WAAM process parameters and the deposition strategy. Stacked structures consisting of successive alternating layers of columnar and equiaxial grains are observed. Precipitation state has also been studied. Nanometric phases investigations have shown that built parts can reach a standard precipitation state. Mechanical testing and residual stress analysis (by X-Ray and Neutron diffraction) have been performed showing standard mechanical properties and high tensile stresses in the built parts. This work is presented as a participation in the development of the WAAM concept and on a wider scale in 3D printing.