

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/002813 A1

(43) Date de la publication internationale
02 janvier 2020 (02.01.2020)

(51) Classification internationale des brevets :

C22C 21/00 (2006.01) B33Y 70/00 (2015.01)
B22F 3/105 (2006.01) B22F 7/02 (2006.01)
C22F 1/04 (2006.01)

(71) Déposant : C-TEC CONSTELLIUM TECHNOLOGY

CENTER [FR/FR] ; CS10027. Propriété Industrielle, Parc Economique Centr'Alp, 725, Rue Aristide Berges, 38341 Voreppe (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2019/051545

(72) Inventeurs : CHEHAB, Bechir ; La Cigale 13, rue du Fa-

ton, 38500 VOIRON (FR). JARRY, Philippe ; 22, quai Perrière, 38000 GRENOBLE (FR).

(22) Date de dépôt international :

24 juin 2019 (24.06.2019)

(74) Mandataire : C-TEC CONSTELLIUM TECHNOLOGY

CENTER ; CS10027. Propriété Industrielle, Parc Economique Centr'Alp, 725, Rue Aristide Berges, 38341 Voreppe (FR).

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

1870745 25 juin 2018 (25.06.2018) FR
1871131 05 octobre 2018 (05.10.2018) FR

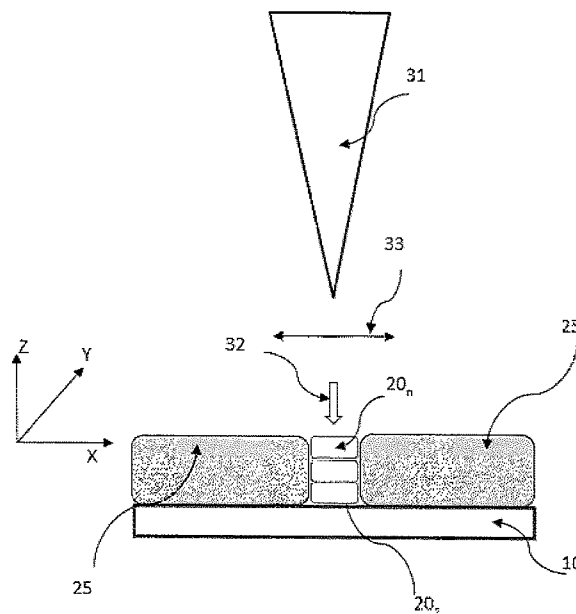
(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de

protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,

(54) Title: PROCESS FOR MANUFACTURING AN ALUMINUM ALLOY PART

(54) Titre : PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE EN ALLIAGE D'ALUMINIUM

[Fig. 1]



(57) Abstract: The invention relates to a process for manufacturing a part comprising a formation of successive solid metal layers (20_i...20_n), superposed on one another, each layer describing a pattern defined using a numerical model {M}, each layer being formed by the deposition of a metal (25), referred to as solder, the solder being subjected to an input of energy so as to start to melt and to constitute, by solidifying, said layer, wherein the solder takes the form of a powder (25), the exposure of which to an energy beam (32) results in melting followed by solidification so as to form a solid layer (20_i...20_n), the process being characterized in that the solder (25) is an aluminum alloy comprising at least the following alloy elements: - Si, in a weight fraction of

WO 2020/002813 A1

EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— *relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17(iv))*

Publiée:

— *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

from 0 to 4%, preferably from 0.5% to 4%, more preferentially from 1% to 4%, and more preferentially still from 1% to 3%; - Fe, in a weight fraction of from 1% to 15%, preferably from 2% to 10%; - V, in a weight fraction of from 0 to 5%, preferably from 0.5% to 5%, more preferentially from 1% to 5%, and more preferentially still from 1% to 3%; at least one element chosen from: Ni, La and/or Co, in a weight fraction of from 0.5% to 15%, preferably from 1% to 10%, more preferentially from 3% to 8% each for Ni and Co, in a weight fraction of from 1% to 10%, preferably from 3% to 8% for La, and in a weight fraction of less than or equal to 15%, preferably less than or equal to 12% in total. The invention also relates to a part obtained by this process. The alloy used in the additive manufacturing process according to the invention makes it possible to obtain parts with remarkable characteristics.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce comportant une formation de couches métalliques solides successives (20_i...20_n), superposées les unes aux autres, chaque couche décrivant un motif défini à partir d'un modèle numérique {M}, chaque couche étant formée par le dépôt d'un métal (25), dit métal d'apport, le métal d'apport étant soumis à un apport d'énergie de façon à entrer en fusion et à constituer, en se solidifiant, ladite couche, dans lequel le métal d'apport prend la forme d'une poudre (25), dont l'exposition à un faisceau énergétique (32) résulte en une fusion suivie d'une solidification de façon à former une couche solide (20_i...20_n), le procédé étant caractérisé en ce que le métal d'apport (25) est un alliage d'aluminium comprenant au moins les éléments d'alliage suivant : - Si, selon une fraction massique de 0 à 4 %, de préférence de 0,5 à 4 %, plus préférentiellement de 1 à 4 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 %; - Fe, selon une fraction massique de 1 % à 15 %, de préférence de 2 à 10 %; -V, selon une fraction massique de 0 à 5 %, de préférence de 0,5 à 5 %, plus préférentiellement de 1 à 5 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 %; au moins un élément choisi parmi : Ni, La et/ou Co, selon une fraction massique de 0,5 à 15 %, de préférence de 1 à 10 %, plus préférentiellement de 3 à 8 % chacun pour Ni et Co, selon une fraction massique de 1 à 10 %, de préférence de 3 à 8 % pour La, et selon une fraction massique inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 % au total. L'invention concerne également une pièce obtenue par ce procédé. L'alliage utilisé dans le procédé de fabrication additive selon l'invention, permet d'obtenir des pièces aux caractéristiques remarquables.

DESCRIPTION**TITRE : PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE EN ALLIAGE D'ALUMINIUM****5 DOMAINE TECHNIQUE**

Le domaine technique de l'invention est un procédé de fabrication d'une pièce en alliage d'aluminium, mettant en œuvre une technique de fabrication additive.

ART ANTERIEUR

Depuis les années 80, les techniques de fabrication additive se sont développées. Elles consistent à mettre en forme une pièce par ajout de matière, ce qui est à l'opposé des techniques d'usinage, qui visent à enlever de la matière. Autrefois cantonnée au prototypage, la fabrication additive est à présent opérationnelle pour fabriquer des produits industriels en série, y compris des pièces métalliques.

Le terme « fabrication additive » est défini, selon la norme française XP E67-001, comme un "ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique". La norme ASTM F2792 (janvier 2012) définit également la fabrication additive. Différentes modalités de fabrication additive sont aussi définies et décrites dans la norme ISO/ASTM 17296-1. Le recours à une fabrication additive pour réaliser une pièce en aluminium, avec une faible porosité, a été décrit dans le document WO2015/006447. L'application de couches successives est généralement réalisée par application d'un matériau dit d'apport, puis fusion ou frittage du matériau d'apport à l'aide d'une source d'énergie de type faisceau laser, faisceau d'électrons, torche plasma ou arc électrique. Quelle que soit la modalité de fabrication additive appliquée, l'épaisseur de chaque couche ajoutée est de l'ordre de quelques dizaines ou centaines de microns.

Un moyen de fabrication additive est la fusion ou le frittage d'un matériau d'apport prenant la forme d'une poudre. Il peut s'agir de fusion ou de frittage par un faisceau d'énergie.

On connaît notamment les techniques de frittage sélectif par laser (selective laser sintering, SLS ou direct metal laser sintering, DMLS), dans lequel une couche de poudre de métal ou d'alliage métallique est appliquée sur la pièce à fabriquer et est frittée sélectivement selon le modèle numérique avec de l'énergie thermique à partir d'un faisceau laser. Un autre type de procédé de formation de métal comprend la fusion sélective par laser (selective laser melting, SLM) ou

la fusion par faisceau d'électrons (electron beam melting, EBM), dans lequel l'énergie thermique fournie par un laser ou un faisceau d'électrons dirigé est utilisée pour fondre sélectivement (au lieu de fritter) la poudre métallique afin qu'elle fusionne à mesure qu'elle refroidit et se solidifie.

On connaît également le dépôt par fusion laser (laser melting deposition, LMD) dans lequel la
5 poudre est projetée et fondue par un faisceau laser de façon simultanée.

La demande de brevet WO2016/209652 décrit un procédé pour fabriquer un aluminium à haute résistance mécanique comprenant : la préparation d'une poudre d'aluminium atomisée ayant une ou plusieurs tailles de poudre approximative désirée et une morphologie approximative ; le frittage de la poudre pour former un produit par fabrication additive ; la mise en solution ; la
10 trempe ; et le revenu de l'aluminium fabriqué de façon additive.

La demande de brevet US2017/0016096 décrit un procédé de fabrication d'une pièce par fusion localisée notamment obtenue par l'exposition d'une poudre à un faisceau d'énergie de type faisceau d'électrons ou faisceau laser, la poudre étant constituée d'un alliage d'aluminium dont la teneur en cuivre est comprise entre 5 % et 6 % en masse, la teneur en magnésium étant
15 comprise entre 2.5 % et 3.5 % en masse.

La demande de brevet EP2796229 divulgue un procédé de formation d'un alliage métallique d'aluminium renforcé par dispersion comprenant les étapes consistant à : obtenir, sous une forme de poudre, une composition d'alliage d'aluminium qui est susceptible d'acquérir une microstructure renforcée par dispersion ; diriger un faisceau laser à basse densité d'énergie sur
20 une partie de la poudre ayant la composition de l'alliage ; retirer le faisceau laser de la partie de la composition d'alliage en poudre ; et refroidir la partie de la composition d'alliage en poudre à une vitesse supérieure ou égale à environ 10^6 °C par seconde, pour former ainsi l'alliage métallique d'aluminium renforcé par dispersion. La méthode est particulièrement adaptée pour un alliage ayant une composition selon la formule suivante : $Al_{comp}Fe_aSi_bX_c$, dans laquelle X
25 représente au moins un élément choisi dans le groupe constitué par Mn, V, Cr, Mo, W, Nb et Ta ; « a » va de 2,0 à 7,5 % en atomes ; « b » va de 0,5 à 3,0 % en atomes ; « c » va de 0,05 à 3,5 % en atomes ; et le complément est de l'aluminium et des impuretés accidentelles, à condition que le rapport $[Fe+Si]/Si$ se situe dans la gamme d'environ 2,0:1 à 5,0:1.

La demande de brevet US2017/0211168 divulgue un procédé de fabrication d'un alliage léger
30 et résistant, performant à haute température, comprenant de l'aluminium, du silicium, et du fer et/ou du nickel.

La demande de brevet EP3026135 décrit un alliage de moulage comprenant 87 à 99 parts en poids d'aluminium et de silicium, 0,25 à 0,4 parts en poids de cuivre et 0,15 à 0,35 parts en poids d'une combinaison d'au moins deux éléments parmi Mg, Ni et Ti. Cet alliage de moulage est adapté pour être pulvérisé par un gaz inerte pour former une poudre, la poudre étant utilisée
5 pour former un objet par fabrication additive par laser, l'objet subissant ensuite un traitement de revenu.

La demande de brevet US2016/0138400 décrit des alliages comprenant de 3 à 12 % en poids de fer, de 0,1 à 3 % en poids de vanadium, de 0,1 à 3 % en poids de silicium et de 1 à 6 % en poids de cuivre, reste aluminium et impuretés, adapté pour les techniques de fabrication additive.

10 La publication « Characterization of Al-Fe-V-Si heat-resistant aluminum alloy components fabricated by selective laser melting », Journal of Material Research, Vol. 30, No. 10, May 28, 2015, décrit la fabrication par SLM de composants résistants à la chaleur de composition, en % en poids, Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si.

La publication « Microstructure and mechanical properties of Al-Fe-V-Si aluminum alloy
15 produced by electron beam melting », Materials Science&Engineering A659(2016)207-214, décrit des pièces du même alliage que dans l'article précédent obtenues par EBM.

Il existe une demande grandissante d'alliages d'aluminium à haute résistance pour l'application SLM. Les alliages 4xxx (principalement Al10SiMg, Al7SiMg et Al12Si) sont les alliages d'aluminium les plus matures pour l'application SLM. Ces alliages offrent une très bonne
20 aptitude au procédé SLM mais souffrent de propriétés mécaniques limitées.

Le Scalmalloy® (DE102007018123A1) développé par APWorks offre (avec un traitement thermique post-fabrication de 4h à 325°C) de bonnes propriétés mécaniques à température ambiante. Cependant cette solution souffre d'un coût élevé sous forme de poudre lié à sa teneur élevée en scandium (~ 0,7% Sc) et à la nécessité d'un processus d'atomisation spécifique. Cette
25 solution souffre également de mauvaises propriétés mécaniques à haute température, par exemple supérieure à 150°C.

Les propriétés mécaniques des pièces d'aluminium obtenues par fabrication additive dépendent de l'alliage formant le métal d'apport, et plus précisément de sa composition, des paramètres du procédé de fabrication additive ainsi que des traitements thermiques appliqués. Les
30 inventeurs ont déterminé une composition d'alliage qui, utilisée dans un procédé de fabrication additive, permet d'obtenir des pièces ayant des caractéristiques remarquables. En particulier,

les pièces obtenues selon la présente invention ont des caractéristiques améliorées par rapport à l'art antérieur (notamment un alliage 8009), en particulier en termes de qualité de surface, de résistance à la fissuration à chaud, ou encore de dureté à chaud (par exemple après 4h à 400°C).

EXPOSE DE L'INVENTION

5 Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'une pièce comportant une formation de couches métalliques solides successives, superposées les unes aux autres, chaque couche décrivant un motif défini à partir d'un modèle numérique, chaque couche étant formée par le dépôt d'un métal, dit métal d'apport, le métal d'apport étant soumis à un apport d'énergie de façon à entrer en fusion et à constituer, en se solidifiant, ladite couche, dans
10 lequel le métal d'apport prend la forme d'une poudre, dont l'exposition à un faisceau énergétique résulte en une fusion suivie d'une solidification de façon à former une couche solide, le procédé étant caractérisé en ce que le métal d'apport est un alliage d'aluminium comprenant au moins les éléments d'alliage suivant:

- Si, selon une fraction massique de 0 à 4 %, de préférence de 0,5 à 4 %, plus
15 préférentiellement de 1 à 4 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique de 1 % à 15 %, de préférence de 2 à 10 % ;
- V, selon une fraction massique de 0 à 5 %, de préférence de 0,5 à 5 %, plus préférentiellement de 1 à 5 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
- au moins un élément choisi parmi : Ni, La et/ou Co, selon une fraction massique de 0,5 à
20 15 %, de préférence de 1 à 10 %, plus préférentiellement de 3 à 8 % chacun pour Ni et Co, selon une fraction massique de 1 à 10 %, de préférence de 3 à 8 % pour La, et selon une fraction massique inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 % au total.

Il est à noter que l'alliage selon la présente invention comprend également :

- des impuretés selon une fraction massique inférieure à 0,05 % chacune (soit 500 ppm) et
25 inférieure à 0,15 % au total ;
- le reste étant de l'aluminium.

Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un élément choisi parmi : Mn, Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Zr, Hf, Sc, Ce et/ou du mischmétal, selon une fraction massique inférieure ou égale à 5 %, de préférence inférieure ou égale à 3 % chacun, et inférieure ou égale
30 à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 5 % au total. Cependant, dans un mode de réalisation, on évite l'addition de Sc, la fraction massique préférée de Sc étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %.

Ces éléments peuvent conduire à la formation de dispersoïdes ou de phases intermétalliques fines permettant d'augmenter la dureté du matériau obtenu.

Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un élément choisi parmi : Sr, Ba, Sb, Bi, Ca, P, B, In et/ou Sn, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,1 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 700 ppm chacun, et inférieure ou égale à 2 %, de préférence inférieure ou égale à 1 % au total. Cependant, dans un mode de réalisation, on évite l'addition de Bi, la fraction massique préférée de Bi étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %.

Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un élément choisi parmi : Ag selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Li selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Cu selon une fraction massique de 0,06 à 5 %, de préférence de 0,1 à 2 %, Zn selon une fraction massique de 0,06 à 1 % et/ou Mg selon une fraction massique de 0,06 à 1 %. Ces éléments peuvent agir sur la résistance du matériau par précipitation durcissante ou par leur effet sur les propriétés de la solution solide.

Cependant, l'addition de Mg n'est pas recommandée et la teneur en Mg est de préférence maintenue inférieure à une valeur d'impureté de 0,05 % massique.

Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un composé pour affiner les grains et éviter une microstructure colonnaire grossière, par exemple AlTiC ou AlTiB₂ (par exemple sous forme AT5B ou AT3B), selon une quantité inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 12 kg/tonne chacun, et inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne au total.

Selon un mode de réalisation, le procédé peut comporter, suite à la formation des couches :

- une mise en solution suivie d'une trempe et d'un revenu, ou
- un traitement thermique typiquement à une température d'au moins 100°C et d'au plus 400°C,
- et/ou une compression isostatique à chaud (CIC).

Le traitement thermique peut notamment permettre un dimensionnement des contraintes résiduelles et/ou une précipitation supplémentaire de phases durcissantes.

Le traitement CIC peut notamment permettre d'améliorer les propriétés d'allongement et les propriétés en fatigue. La compression isostatique à chaud peut être réalisée avant, après ou à la place du traitement thermique.

Avantageusement, la compression isostatique à chaud est réalisée à une température de 250°C
5 à 550°C et de préférence de 300°C à 450°C, à une pression de 500 à 3000 bars et pendant une durée de 0,5 à 10 heures.

Le traitement thermique et/ou la compression isostatique à chaud permet en particulier d'augmenter la dureté du produit obtenu.

Selon un autre mode de réalisation, adapté aux alliages à durcissement structural, on peut
10 réaliser une mise en solution suivie d'une trempe et d'un revenu de la pièce formée et/ou une compression isostatique à chaud. La compression isostatique à chaud peut dans ce cas avantageusement se substituer à la mise en solution. Cependant le procédé selon l'invention est avantageux car il ne nécessite de préférence pas de traitement de mise en solution suivi de trempe. La mise en solution peut avoir un effet néfaste sur la résistance mécanique dans certains
15 cas en participant à un grossissement des dispersoïdes ou des phases intermétalliques fines.

Selon un mode de réalisation, le procédé selon la présente invention comporte en outre optionnellement un traitement d'usinage, et/ou un traitement de surface chimique, électrochimique ou mécanique, et/ou une tribofinition. Ces traitements peuvent être réalisés
20 notamment pour réduire la rugosité et/ou améliorer la résistance à la corrosion et/ou améliorer la résistance à l'initiation de fissures en fatigue.

Optionnellement, il est possible de réaliser une déformation mécanique de la pièce, par exemple après la fabrication additive et/ou avant le traitement thermique.

Un deuxième objet de l'invention est une pièce métallique, obtenue par un procédé selon le premier objet de l'invention.

25 Un troisième objet de l'invention est une poudre comprenant, de préférence consistant en, un alliage d'aluminium comprenant au moins les éléments d'alliage suivant :

- Si, selon une fraction massique de 0 à 4 %, de préférence de 0,5 à 4 %, plus préférentiellement de 1 à 4 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique de 1 % à 15 %, de préférence de 2 à 10 % ;
- 30 - V, selon une fraction massique de 0 à 5 %, de préférence de 0,5 à 5 %, plus préférentiellement de 1 à 5 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;

- au moins un élément choisi parmi : Ni, La et/ou Co, selon une fraction massique de 0,5 à 15 %, de préférence de 1 à 10 %, plus préférentiellement de 3 à 8 % chacun pour Ni et Co, selon une fraction massique de 1 à 10 %, de préférence de 3 à 8 % pour La, et selon une fraction massique inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 % au total.

5 Il est à noter que l'alliage selon la présente invention comprend également :

- des impuretés selon une fraction massique inférieure à 0,05 % chacune (soit 500 ppm) et inférieure à 0,15 % au total ;
- le reste étant de l'aluminium.

L'alliage d'aluminium de la poudre selon la présente invention peut également comprendre :

- 10 • optionnellement au moins un élément choisi parmi : Mn, Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Zr, Hf, Sc, Ce et/ou du mischmétal, selon une fraction massique inférieure ou égale à 5 %, de préférence inférieure ou égale à 3 % chacun, et inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 5 % au total. Cependant, dans un mode de réalisation, on évite l'addition de Sc,
15 la fraction massique préférée de Sc étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %. ; et/ou
- optionnellement au moins un élément choisi parmi : Sr, Ba, Sb, Bi, Ca, P, B, In, et/ou Sn, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,1 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 700 ppm chacun, et
20 inférieure ou égale à 2 %, de préférence inférieure ou égale à 1 % au total. Cependant, dans un mode de réalisation, on évite l'addition de Bi, la fraction massique préférée de Bi étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %. ; et/ou
- optionnellement, au moins un élément choisi parmi : Ag selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Li selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Cu selon une fraction massique
25 de 0,06 à 5 %, de préférence de 0,1 à 2 %, Zn selon une fraction massique de 0,06 à 1 % et/ou Mg selon une fraction massique de 0,06 à 1 %. ; et/ou
- Cependant, l'addition de Mg n'est pas recommandée et la teneur en Mg est de préférence maintenue inférieure à une valeur d'impureté de 0,05 % massique ; et/ou
- optionnellement au moins un composé choisi pour affiner les grains et éviter une
30 microstructure colonnaire grossière, par exemple AlTiC ou AlTiB₂ (par exemple sous forme AT5B ou AT3B), selon une quantité inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne, encore plus préférentiellement inférieure

ou égale à 12 kg/tonne chacun, et inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne au total.

D'autres avantages et caractéristiques ressortiront plus clairement de la description qui va suivre et des exemples non limitatifs, et représentés sur les figures listées ci-dessous.

5 FIGURES

[Fig. 1] La Figure 1 est un schéma illustrant un procédé de fabrication additive de type SLM, ou EBM.

[Fig. 2] La Figure 2 montre une micrographie d'une coupe transversale d'un échantillon Al10Si0.3Mg après balayage de surface avec un laser, coupé et poli avec deux empreintes Knoop dans la couche refondue.

DESCRIPTION DETAILLÉE DE L'INVENTION

Dans la description, sauf indication contraire :

- la désignation des alliages d'aluminium est conforme à la nomenclature établie par The Aluminum Association ;
- 15 - les teneurs en éléments chimiques sont désignées en % et représentent des fractions massiques.

La Figure 1 décrit de façon générale un mode de réalisation, dans lequel le procédé de fabrication additive selon l'invention est mis en œuvre. Selon ce procédé, le matériau d'apport 25 se présente sous la forme d'une poudre en alliage selon l'invention. Une source d'énergie, par exemple une source laser ou une source d'électrons 31, émet un faisceau d'énergie par exemple un faisceau laser ou un faisceau d'électrons 32. La source d'énergie est couplée au matériau d'apport par un système optique ou de lentilles électromagnétiques 33, le mouvement du faisceau pouvant ainsi être déterminé en fonction d'un modèle numérique *M*. Le faisceau d'énergie 32 suit un mouvement selon le plan longitudinal XY, décrivant un motif dépendant du modèle numérique *M*. La poudre 25 est déposée sur un support 10. L'interaction du faisceau d'énergie 32 avec la poudre 25 engendre une fusion sélective de cette dernière, suivie d'une solidification, résultant en la formation d'une couche 20₁...20_n. Lorsqu'une couche a été formée, elle est recouverte de poudre 25 du métal d'apport et une autre couche est formée, superposée à la couche préalablement réalisée. L'épaisseur de la poudre formant une couche peut par exemple être de 10 à 100 μm. Ce mode de fabrication additive est typiquement connu sous le nom de fusion sélective par laser (selective laser melting, SLM) quand le faisceau d'énergie est un faisceau laser, le procédé étant dans ce cas avantageusement exécuté à pression

atmosphérique, et sous le nom de fusion par faisceau d'électrons (electron beam melting EBM) quand le faisceau d'énergie est un faisceau d'électrons, le procédé étant dans ce cas avantageusement exécuté à pression réduite, typiquement inférieure à 0,01 bar et de préférence inférieure à 0,1 mbar.

- 5 Dans un autre mode de réalisation, la couche est obtenue par frittage sélectif par laser (selective laser sintering, SLS ou direct metal laser sintering, DMLS), la couche de poudre d'alliage selon l'invention étant frittée sélectivement selon le modèle numérique choisi avec de l'énergie thermique fournie par un faisceau laser.

Dans encore un autre mode de réalisation non décrit par la figure 1, la poudre est projetée et
10 fondue de façon simultanée par un faisceau généralement laser. Ce procédé est connu sous le nom de dépôt par fusion laser (laser melting deposition).

D'autres procédés peuvent être utilisés, notamment ceux connus sous les noms de dépôt direct d'énergie (Direct Energy Deposition, DED), dépôt direct de métal (Direct Metal Deposition, DMD), dépôt direct par laser (Direct Laser Deposition, DLD), technologie de dépôt par laser
15 (Laser Deposition Technology, LDT), dépôt de métal par laser (Laser Metal Deposition, LMD), ingénierie de formes nettes par laser (Laser Engineering Net Shaping, LENS), technologie de plaquage par laser (Laser Cladding Technology, LCT), ou technologie de fabrication de formes libres par laser (Laser Freeform Manufacturing Technology, LFMT).

Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est utilisé pour la réalisation d'une
20 pièce hybride comprenant une partie 10 obtenue par des procédés classiques de laminage et/ou de filage et/ou de moulage et/ou de forgeage optionnellement suivi d'usinage et une partie solidaire 20 obtenue par fabrication additive. Ce mode de réalisation peut également convenir pour la réparation de pièces obtenues par les procédés classiques.

On peut également, dans un mode de réalisation de l'invention, utiliser le procédé selon
25 l'invention pour la réparation de pièces obtenues par fabrication additive.

A l'issue de la formation des couches successives on obtient une pièce brute ou pièce à l'état brut de fabrication.

Les pièces métalliques obtenues par le procédé selon l'invention sont particulièrement avantageuses car elles présentent des surfaces lisses et ne présentent pas de fissuration à chaud.

30 D'autre part, elles ont une dureté à l'état brut de fabrication inférieure à celle d'une référence en 8009, et en même temps une dureté après un traitement thermique supérieure à celle d'une

référence en 8009. Ainsi, contrairement aux alliages selon l'art antérieur tels que l'alliage 8009, la dureté des alliages selon la présente invention diminue moins entre l'état brut de fabrication et l'état après un traitement thermique. La dureté plus faible à l'état brut de fabrication des alliages selon la présente invention par rapport à un alliage 8009 est considérée comme
5 avantageuse pour l'aptitude au procédé SLM, en induisant un niveau de contraintes plus faible lors de la fabrication SLM et ainsi une plus faible sensibilité à la fissuration à chaud. La dureté plus élevée après un traitement thermique (par exemple 1h à 400°C) des alliages selon la présente invention par rapport à un alliage 8009 apporte une meilleure stabilité thermique. Le traitement thermique pourrait être une étape de compressions isostatique à chaud (CIC) post-
10 fabrication SLM. Ainsi, les alliages selon la présente invention sont plus mous à l'état brut de fabrication mais ont une meilleure dureté après traitement thermique, d'où de meilleures propriétés mécaniques pour les pièces en service.

La dureté Knoop 10g à l'état brut de fabrication des pièces métalliques obtenues selon la présente invention est de préférence de 150 à 350 HK, plus préférentiellement de 200 à 340 HK.
15 De manière préférée, la dureté Knoop 10g des pièces métalliques obtenues selon la présente invention, après un traitement thermique d'au moins 100°C et d'au plus 550 °C et/ou une compression isostatique à chaud, est de 150 à 300 HK, plus préférentiellement de 160 à 250 HK. Le procédé de mesure de la dureté Knoop est décrit dans les exemples ci-après.

La poudre selon la présente invention peut présenter au moins l'une des caractéristiques
20 suivantes :

- taille moyenne de particules de 10 à 100 µm, de préférence de 20 à 60 µm ;
- forme sphérique. La sphéricité d'une poudre peut par exemple être déterminée en utilisant un morphogranulomètre ;
- bonne coulabilité. La coulabilité d'une poudre peut par exemple être déterminée selon la
25 norme ASTM B213 ;
- faible porosité, de préférence de 0 à 5 %, plus préférentiellement de 0 à 2 %, encore plus préférentiellement de 0 à 1 % en volume. La porosité peut notamment être déterminée par microscopie à balayage électronique ou par pycnométrie à l'hélium (voir la norme ASTM B923) ;
- 30 - absence ou faible quantité (moins de 10 %, de préférence moins de 5 % en volume) de petites particules (1 à 20 % de la taille moyenne de la poudre), dites satellites, qui collent aux particules plus grosses.

La poudre selon la présente invention peut être obtenue par des procédés classiques d'atomisation à partir d'un alliage selon l'invention sous forme liquide ou solide ou, alternativement, la poudre peut être obtenue par mélange de poudres primaires avant l'exposition au faisceau énergétique, les différentes compositions des poudres primaires ayant
5 une composition moyenne correspondant à la composition de l'alliage selon l'invention.

On peut également ajouter des particules infusibles, non solubles, par exemple des oxydes ou des particules TiB₂ ou des particules de carbone, dans le bain avant l'atomisation de la poudre et/ou lors du dépôt de la poudre et/ou lors du mélange des poudres primaires. Ces particules peuvent servir à affiner la microstructure. Elles peuvent également servir à durcir l'alliage si elles
10 sont de taille nanométrique. Ces particules peuvent être présentes selon une fraction volumique inférieure à 30 %, de préférence inférieure à 20 %, plus préférentiellement inférieure à 10 %.

La poudre selon la présente invention peut être obtenue par exemple par atomisation par jet de gaz, atomisation plasma, atomisation par jet d'eau, atomisation par ultrasons, atomisation par centrifugation, électrolyse et sphéroïdisation, ou broyage et sphéroïdisation.

15 De préférence, la poudre selon la présente invention est obtenue par atomisation par jet de gaz. Le procédé d'atomisation par jet de gaz commence avec la coulée d'un métal fondu à travers une buse. Le métal fondu est ensuite atteint par des jets de gaz neutres, tels que de l'azote ou de l'argon, et atomisé en très petites gouttelettes qui se refroidissent et se solidifient en tombant à l'intérieur d'une tour d'atomisation. Les poudres sont ensuite recueillies dans une
20 canette. Le procédé d'atomisation par jet de gaz présente l'avantage de produire une poudre ayant une forme sphérique, contrairement à l'atomisation par jet d'eau qui produit une poudre ayant une forme irrégulière. Un autre avantage de l'atomisation par jet de gaz est une bonne densité de poudre, notamment grâce à la forme sphérique et à la distribution de taille de particules. Encore un autre avantage de ce procédé est une bonne reproductibilité de la
25 distribution de taille de particules.

Après sa fabrication, la poudre selon la présente invention peut être étuvée, notamment afin de réduire son humidité. La poudre peut également être conditionnée et stockée entre sa fabrication et son utilisation.

La poudre selon la présente invention peut notamment être utilisée dans les applications
30 suivantes :

- frittage sélectif par laser (Selective Laser Sintering ou SLS en anglais) ;
- frittage direct du métal par laser (Direct Metal Laser Sintering ou DMLS en anglais) ;

- frittage sélectif par chauffage (Selective Heat Sintering ou SHS en anglais) ;
- fusion sélective par laser (Selective Laser Melting ou SLM en anglais) ;
- fusion par faisceau d'électrons (Electron Beam Melting ou EBM en anglais) ;
- dépôt par fusion laser (Laser Melting Deposition en anglais) ;
- 5 - dépôt direct par apport d'énergie (Direct Energy Deposition ou DED en anglais) ;
- dépôt direct de métal (Direct Metal Deposition ou DMD en anglais) ;
- dépôt direct par laser (Direct Laser Deposition ou DLD en anglais) ;
- technologie de dépôt par Laser (Laser Deposition Technology ou LDT en anglais) ;
- ingénierie de formes nettes par laser (Laser Engineering Net Shaping ou LENS en anglais) ;
- 10 - technologie de plaquage par laser (Laser Cladding Technology ou LCT en anglais) ;
- technologie de fabrication de formes libres par laser (Laser Freeform Manufacturing Technology ou LFMT en anglais) ;
- dépôt par fusion laser (Laser Metal Deposition ou LMD en anglais) ;
- pulvérisation à froid (Cold Spray Consolidation ou CSC en anglais) ;
- 15 - fabrication additive par friction (Additive Friction Stir ou AFS en anglais) ;
- frittage par étincelle au plasma ou frittage flash (Field Assisted Sintering Technology, FAST ou spark plasma sintering en anglais) ; ou
- soudage par friction rotative (Inertia Rotary Friction Welding ou IRFW).

L'invention sera décrite plus en détails dans l'exemple ci-après.

- 20 L'invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits dans la description ci-avant ou dans les exemples ci-après, et peut varier largement dans le cadre de l'invention telle que définie par les revendications jointes à la présente description.

EXEMPLES

- 25 Différents alliages selon la présente invention, appelés Innov1, Innov2 et Innov3, et un alliage 8009 de l'art antérieur ont été coulés dans un moule en cuivre en utilisant une machine Induthem VC 650V pour obtenir des lingots de 130 mm de hauteur, de 95 mm de largeur et de 5 mm d'épaisseur. La composition des alliages, obtenue par ICP, est donnée en pourcentage de fraction massique dans le tableau 1 suivant.

[Tableau 1]

Alliages	Si	Fe	V	Ni	Co	La	Ba	Sb	Sn
Référence (8009)	1,8	8,65	1,3	-	-	-	-	-	-

Innov1	1,95	3,92	1,22	5,16	-	-	-	-	-
Innov2	1,91	3,88	1,14	-	4,83	-	-	-	-
Innov3	1,82	6,45	1,1	-	-	4,78	0,025	0,054	0,050

Le composé affinant AT5B a été ajouté aux alliages Innov1 et Innov2, selon une quantité de 10 kg/tonne.

Exemple 1 : SLM sur disques

5 Les alliages tels que décrits dans le tableau 1 ci-avant ont été testés par une méthode de prototypage rapide. Des échantillons ont été usinés pour le balayage de la surface avec un laser, sous forme de disques d'épaisseur 5 mm et de diamètre 27 mm, à partir des lingots obtenus ci-avant. Les disques ont été placés dans une machine SLM et des balayages de la surface ont été effectués avec un laser en suivant la même stratégie de balayage et des conditions de procédé
10 représentatives de celles utilisées pour le procédé SLM. Il a en effet été constaté qu'il était possible de cette manière d'évaluer l'aptitude des alliages au procédé SLM et notamment la qualité de surface, la sensibilité à la fissuration à chaud, la dureté à l'état brut et la dureté après traitement thermique.

Sous le faisceau laser, le métal fond dans un bain de 10 à 350 μm d'épaisseur. Après le passage
15 du laser, le métal refroidit rapidement comme dans le procédé SLM. Après le balayage laser, une fine couche en surface de 10 à 350 μm d'épaisseur a été fondue puis solidifiée. Les propriétés du métal dans cette couche sont proches des propriétés du métal au cœur d'une pièce fabriquée par SLM, car les paramètres de balayage sont judicieusement choisis. Le balayage laser de la surface des différents échantillons a été effectué à l'aide d'une machine de fusion laser sélective
20 PM100 de marque Phénix systems. La source laser avait une puissance de 200 W, la température de fabrication était de 200°C, l'écart vecteur était de 50 μm et le diamètre du faisceau était de 60 à 80 μm . Deux vitesses de balayage différentes ont été testées pour chaque échantillon : 600 mm/s et 900 mm/s.

1) Sensibilité à la fissuration à chaud

25 Il est connu que certains alliages ne peuvent pas être utilisés en SLM car les échantillons fissurent pendant la construction en SLM. Il a été montré que cette fissuration peut également être obtenue par le balayage de la surface avec un laser. Ainsi cette méthode (balayage de la surface avec un laser) permet de simuler un procédé SLM et d'éliminer des alliages qui fissureraient lors du procédé SLM.

Les disques obtenus ci-avant ont été coupés dans le plan perpendiculaire à la direction des passes du laser et ont ensuite été polis. La sensibilité aux fissures à chaud (pendant le balayage de surface avec le laser) a été évaluée par des observations métallographiques (x200) sur des coupes transversales des zones traitées. Les résultats sont résumés dans le tableau 2 ci-après.

- 5 La cotation 1 correspond à l'absence de microfissures, la cotation 2 à la présence de microfissures de moins de 50 μm , et la cotation 3 à la présence de microfissures de plus de 50 μm .

[Tableau 2]

Alliage	Cotation
Référence (8009)	3
Innov1	1
Innov2	2
Innov3	1

- 10 Ainsi, d'après le tableau2 ci-avant, seuls les alliages selon la présente invention permettent d'obtenir une bonne résistance à la fissuration à chaud. D'autre part, il a été observé une surface lisse avec peu ou pas de défauts.

2) Mesure de dureté Knoop

- 15 La dureté est une propriété importante pour les alliages. En effet, si la dureté dans la couche refondue par balayage de la surface avec un laser est élevée, une pièce fabriquée avec le même alliage aura potentiellement une limite de rupture élevée.

- Pour évaluer la dureté de la couche refondue, les disques obtenus ci-avant ont été coupés dans le plan perpendiculaire à la direction des passes du laser et ont ensuite été polis. Après polissage, des mesures de dureté ont été effectuées dans la couche refondue. La mesure de dureté a été effectuée avec un appareil de modèle Durascan de Struers. La méthode de dureté Knoop 10 g avec la grande diagonale de l'empreinte placée parallèlement au plan de la couche refondue a été choisie pour garder suffisamment de distance entre l'empreinte et le bord de l'échantillon. 20 15 empreintes ont été positionnées à mi-épaisseur de la couche refondue. La Figure 2 montre un exemple de la mesure de dureté. La référence 1 correspond à la couche refondue et la 25 référence 2 correspond à une empreinte de dureté Knoop.

La dureté a été mesurée selon l'échelle Knoop avec une charge de 10 g après traitement laser (à l'état brut) et après un traitement thermique supplémentaire à 400°C pendant 4 h,

permettant notamment d'évaluer l'aptitude de l'alliage au durcissement lors d'un traitement thermique et l'effet d'un éventuel traitement CIC sur les propriétés mécaniques.

Les valeurs de dureté Knoop 10g à l'état brut et après 4h à 400°C sont données dans le tableau 3 ci-après (HK).

5 [Tableau 3]

Alliage	Dureté Knoop 10g à l'état brut	Dureté Knoop 10g après 4h à 400°C
Référence (8009)	359	155
Innov1	261	179
Innov2	272	193
Innov3	331	188

Les alliages selon la présente invention (Innov1, Innov2 et Innov3) ont montré une dureté Knoop 10g à l'état brut inférieure à celle de l'alliage 8009, mais, après 4h à 400°C, supérieure à celle de l'alliage 8009 de référence. Sans être lié par la théorie, il est supposé que la dureté plus élevée après 4h à 400°C est très probablement associée à une cinétique de coagulation plus lente des dispersoïdes (meilleure stabilité thermique).

Exemple 2 : SLM sur poudre

Des lingots coulés à partir des compositions décrites dans le tableau 1 ci-avant ont été atomisés par l'UTBM (Université de Technologie de Belfort Montbéliard) pour obtenir une poudre par atomisation par jet de gaz (méthode décrite ci-avant). L'analyse granulométrique des poudres obtenues a été effectuée par diffraction laser à l'aide d'un granulomètre Malvern Mastersizer 2000 selon la norme ISO 13320. La courbe décrivant l'évolution de la fraction volumique en fonction du diamètre des particules formant la poudre décrit généralement une distribution assimilable à une distribution gaussienne. On appelle généralement D_{10} , D_{50} et D_{90} respectivement les fractiles à 10 %, à 50 % (médiane) et à 90 % de la distribution obtenue.

Les caractéristiques D_{10} , D_{50} et D_{90} des poudres obtenues est donnée dans le tableau 4 ci-après.

[Tableau 4]

Alliage	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
Référence (8009)	33,5	52,3	81,2
Innov1	42,3	58,1	81,2
Innov2	39,5	60,7	93,6
Innov3	58,6	88,3	132

Ainsi, il est possible de fabriquer des poudres à partir des alliages selon l'invention.

Dans cet exemple des pièces ont été élaborées par le procédé SLM précédemment décrit. Les essais ont été menés sur une machine Renishaw AM 400 de 400W par l'UTBM. Pour chacun des alliages Innov1, Innov2 et Innov3, plusieurs cubes de 7 mm de côté ont été fabriqués en faisant varier les paramètres de procédé (voir le tableau 5 ci-après). La porosité des cubes ainsi obtenus a été déterminée (par polissage puis analyse d'image) et est donnée dans le tableau 5 ci-après.

[Tableau 5]

Alliage	Energie (J/mm ³)	Vitesse (mm/s)	Vitesse volumique (mm ³ /s)	Porosité
Innov1	96	891	3,2	2,3
	127	714	2,4	0,2
	102	833	2,8	0,2
	97	776	2,6	0,9
	129	776	2,6	0,1
	114	825	2,5	0,7
	95	825	3,0	1,4
	118	825	2,7	0,6
	95	952	3,1	0,8
	124	776	2,3	0,1
	104	776	2,8	0,2
Innov2	92	891	2,9	1,8
	116	891	2,23	3,0
	96	891	2,67	3,2
	127	714	1,96	0,8
	102	833	2,29	1,2
	129	776	2,13	2,0
	114	825	2,06	3,2
	95	825	2,47	3,3
	89	825	2,27	3,2
	118	825	2,27	1,1
	124	776	1,94	0,8
Innov3	104	776	2,33	0,9
	92	891	2,45	1,8
	87	891	2,23	2,7
	116	891	2,23	3,0
	127	714	1,96	1,0
	102	833	2,29	1,2
	129	776	2,13	0,7
	95	825	2,47	3,5
	118	825	2,27	0,8
124	776	1,94	1,2	
104	776	2,33	2,5	

Ainsi, il est possible d'obtenir des pièces ayant des porosités acceptables avec le procédé selon la présente invention. La porosité pourrait être améliorée par optimisation du procédé, voire avec un traitement post-fabrication de type CIC (compression isostatique à chaud).

En outre, aucun des échantillons testés n'a présenté de fissuration pendant la fabrication SLM.

REVENDEICATIONS

- 1.** Procédé de fabrication d'une pièce comportant une formation de couches métalliques solides successives ($20_1...20_n$), superposées les unes aux autres, chaque couche décrivant un motif défini à partir d'un modèle numérique (M), chaque couche étant formée par le dépôt d'un métal (25), dit métal d'apport, le métal d'apport étant soumis à un apport d'énergie de façon à entrer en fusion et à constituer, en se solidifiant, ladite couche, dans lequel le métal d'apport prend la forme d'une poudre (25), dont l'exposition à un faisceau énergétique (32) résulte en une fusion suivie d'une solidification de façon à former une couche solide ($20_1...20_n$),
- 5 le procédé étant caractérisé en ce que le métal d'apport (25) est un alliage d'aluminium comprenant au moins les éléments d'alliage suivant :
- Si, selon une fraction massique de 0 à 4 %, de préférence de 0,5 à 4 %, plus préférentiellement de 1 à 4 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
 - Fe, selon une fraction massique de 1 % à 15 %, de préférence de 2 à 10 % ;
 - 15 - V, selon une fraction massique de 0 à 5 %, de préférence de 0,5 à 5 %, plus préférentiellement de 1 à 5 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
 - au moins un élément choisi parmi : Ni, La et/ou Co, selon une fraction massique de 0,5 à 15 %, de préférence de 1 à 10 %, plus préférentiellement de 3 à 8 % chacun pour Ni et Co, selon une fraction massique de 1 à 10 %, de préférence de 3 à 8 % pour La, et selon une
 - 20 fraction massique inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 % au total.
- 2.** Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un élément choisi parmi : Mn, Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Zr, Hf, Ce, Sc et/ou du mischmétal, selon une fraction massique inférieure ou égale à 5 %, de préférence inférieure ou égale à 3 % chacun, et inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 5 % au total.
- 25
- 3.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un élément choisi parmi : Sr, Ba, Sb, Bi, Ca, P, B, In et/ou Sn, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,1 %, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 700 ppm chacun, et inférieure ou égale à 2 %, de préférence inférieure ou égale à 1 % au total.
- 30

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un élément choisi parmi : Ag selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Li selon une fraction massique de 0,06 à 1 %, Cu selon une fraction massique de 0,06 à 5 %, de préférence de 0,1 à 2 %, Zn selon une fraction massique de 0,06 à 1 % et/ou Mg selon une fraction massique de 0,06 à 1 %.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un composé pour affiner les grains, par exemple AlTiC ou AlTiB₂, selon une quantité inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne, encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 12 kg/tonne chacun, et inférieure ou égale à 50 kg/tonne, de préférence inférieure ou égale à 20 kg/tonne au total.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comportant, suite à la formation des couches (20₁...20_n) :

- une mise en solution suivie d'une trempe et d'un revenu, ou
- un traitement thermique typiquement à une température d'au moins 100°C et d'au plus 400°C,
- et/ou une compression isostatique à chaud.

20

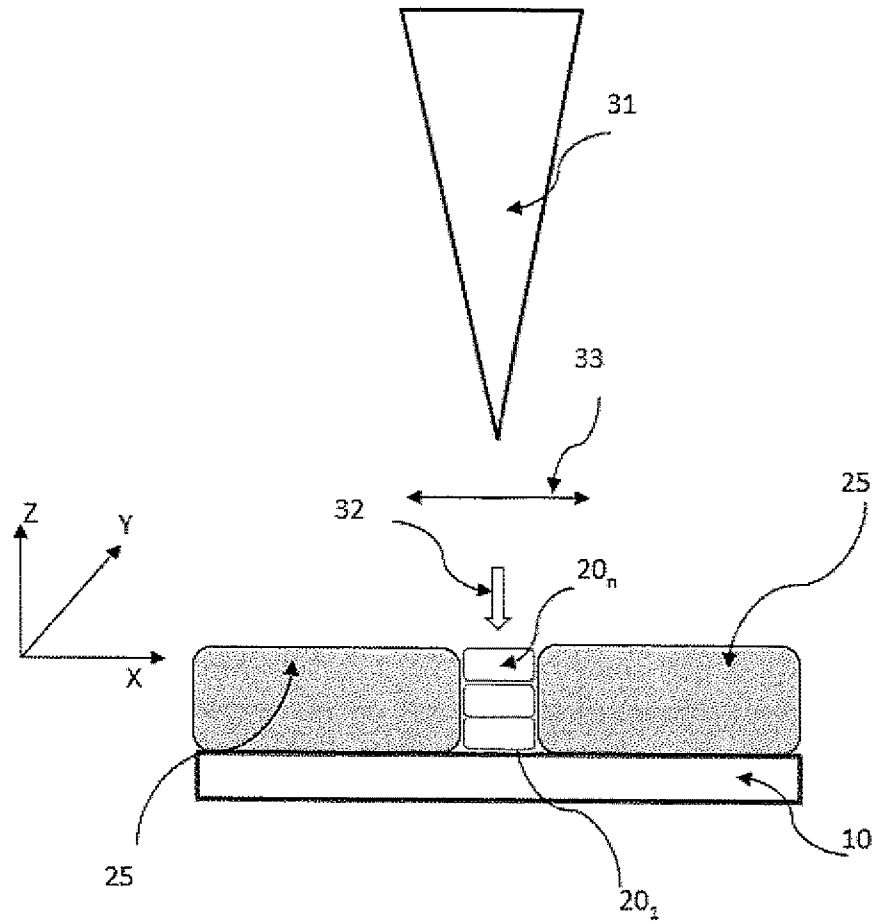
7. Pièce métallique (20) obtenue par un procédé objet de l'une quelconque des revendications précédentes.

8. Poudre comprenant, de préférence consistant en, un alliage d'aluminium comprenant :

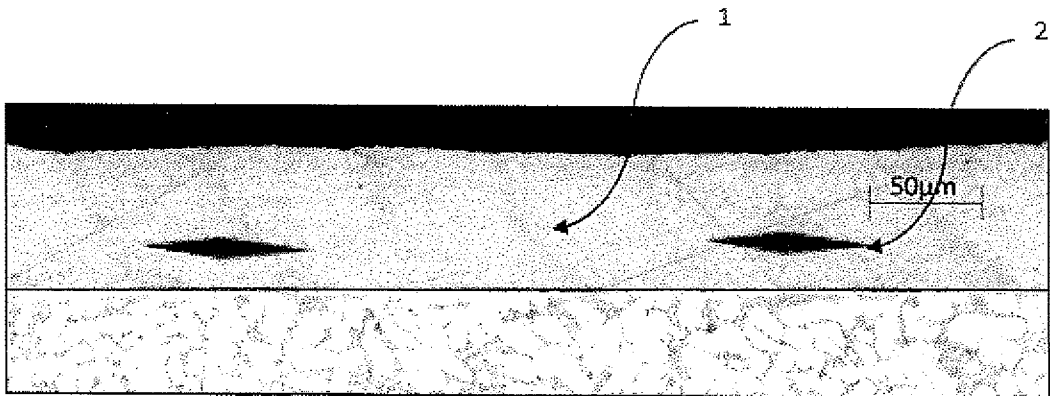
- Si, selon une fraction massique de 0 à 4 %, de préférence de 0,5 à 4 %, plus préférentiellement de 1 à 4 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique de 1 % à 15 %, de préférence de 2 à 10 % ;
- V, selon une fraction massique de 0 à 5 %, de préférence de 0,5 à 5 %, plus préférentiellement de 1 à 5 %, et encore plus préférentiellement de 1 à 3 % ;
- au moins un élément choisi parmi : Ni, La et/ou Co, selon une fraction massique de 0,5 à 15 %, de préférence de 1 à 10 %, plus préférentiellement de 3 à 8 % chacun pour Ni et Co, selon une fraction massique de 1 à 10 %, de préférence de 3 à 8 % pour La, et selon une fraction massique inférieure ou égale à 15 %, de préférence inférieure ou égale à 12 % au total.

FIGURES

[Fig. 1]



[Fig. 2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2019/051545

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C22C 21/00</i> (2006.01)i; <i>B22F 3/105</i> (2006.01)i; <i>C22F 1/04</i> (2006.01)i; <i>B33Y 70/00</i> (2015.01)i; <i>B22F 7/02</i> (2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C22C; B22F; C22F; B33Y		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP H01319644 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 25 December 1989 (1989-12-25) abstract example 1; table 1	8
X	JP H01149935 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 13 June 1989 (1989-06-13) abstract example 7; table 1	8
X	JP 2008261004 A (SUMITOMO DENKO SHOKETSU GOKIN; SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 30 October 2008 (2008-10-30) abstract paragraph [0029] example 5; table 1	8
X	JP H03232949 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 16 October 1991 (1991-10-16) abstract page 3, paragraph 8 example 2; table 1	8
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 09 August 2019		Date of mailing of the international search report 20 August 2019
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Rosciano, Fabio Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2019/051545

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP H116024 A (SUMITOMO METAL IND; SUMITOMO LIGHT METAL IND) 12 January 1999 (1999-01-12) abstract paragraph [0016] example G; table 1	8
X	JP H0813074 A (TOYOTA MOTOR CORP; TAIHO KOGYO CO LTD; TOYO ALUMINIUM KK) 16 January 1996 (1996-01-16) abstract examples 1-4; table 1	8
X	JP H08143999 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP) 04 June 1996 (1996-06-04) abstract example 6; table 1	8
X Y	JP 2007039748 A (KOBE STEEL LTD) 15 February 2007 (2007-02-15) abstract paragraph [0076] example B; table 1	8 1-7
Y	US 2018080103 A1 (PLOTKOWSKI ALEX J [US] ET AL) 22 March 2018 (2018-03-22) abstract paragraph [0009] paragraph [0100] paragraph [0091]	1-7
T	A. L. GREER. "Grain refinement of alloys by inoculation of melts" <i>ROYAL SOCIETY OF LONDON. PHILOSOPHICAL TRANSACTIONS A. MATHEMATICAL, PHYSICAL AND ENGINEERING SCIENCES</i> , UK, Vol. 361, No. 1804, 28 January 2003 (2003-01-28), pages 479-495 DOI: 10.1098/rsta.2002.1147 ISSN: 1471-2962, XP055571848 2. Grain refiners for aluminium	
A	J Q WANG ET AL. "Effect of rare-earth elements on the microstructural characterization in rapidly quenched thermally strengthened aluminium alloys" <i>JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE</i> , Dordrecht, Vol. 33, No. 2, 31 January 1998 (1998-01-31), pages 497-505 DOI: 10.1023/A:1004352704113 ISSN: 0022-2461, XP055568035 abstract	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2019/051545

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
JP	H01319644	A	25 December 1989	NONE			
JP	H01149935	A	13 June 1989	NONE			
JP	2008261004	A	30 October 2008	NONE			
JP	H03232949	A	16 October 1991	NONE			
JP	H116024	A	12 January 1999	JP	H116024	A	12 January 1999
				JP	3426475	B2	14 July 2003
JP	H0813074	A	16 January 1996	NONE			
JP	H08143999	A	04 June 1996	NONE			
JP	2007039748	A	15 February 2007	JP	4764094	B2	31 August 2011
				JP	2007039748	A	15 February 2007
US	2018080103	A1	22 March 2018	US	2018080102	A1	22 March 2018
				US	2018080103	A1	22 March 2018
				WO	2018052515	A1	22 March 2018
				WO	2018052517	A1	22 March 2018

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2019/051545

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C22C21/00 B22F3/105 C22F1/04 B33Y70/00 B22F7/02 ADD.				
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB				
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C22C B22F C22F B33Y				
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche				
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data				
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS				
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées		
X	JP H01 319644 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 25 décembre 1989 (1989-12-25) abrégé exemple 1; tableau 1 -----	8		
X	JP H01 149935 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 13 juin 1989 (1989-06-13) abrégé exemple 7; tableau 1 -----	8		
X	JP 2008 261004 A (SUMITOMO DENKO SHOKETSU GOKIN; SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 30 octobre 2008 (2008-10-30) abrégé alinéa [0029] exemple 5; tableau 1 ----- -/--	8		
<table border="0"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> <input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe </td> </tr> </table>			<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe			
* Catégories spéciales de documents cités:				
<table border="0"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets </td> </tr> </table>			"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets			
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 9 août 2019		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 20/08/2019		
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Rosciano, Fabio		

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	JP H03 232949 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 16 octobre 1991 (1991-10-16) abrégé page 3, alinéa 8 exemple 2; tableau 1 -----	8
X	JP H11 6024 A (SUMITOMO METAL IND; SUMITOMO LIGHT METAL IND) 12 janvier 1999 (1999-01-12) abrégé alinéa [0016] exemple G; tableau 1 -----	8
X	JP H08 13074 A (TOYOTA MOTOR CORP; TAIHO KOGYO CO LTD; TOYO ALUMINIUM KK) 16 janvier 1996 (1996-01-16) abrégé exemples 1-4; tableau 1 -----	8
X	JP H08 143999 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP) 4 juin 1996 (1996-06-04) abrégé exemple 6; tableau 1 -----	8
X	JP 2007 039748 A (KOBE STEEL LTD) 15 février 2007 (2007-02-15) abrégé alinéa [0076] exemple B; tableau 1 -----	8
Y		1-7
Y	US 2018/080103 A1 (PLOTKOWSKI ALEX J [US] ET AL) 22 mars 2018 (2018-03-22) abrégé alinéa [0009] alinéa [0100] alinéa [0091] -----	1-7
T	A. L. GREER: "Grain refinement of alloys by inoculation of melts", ROYAL SOCIETY OF LONDON. PHILOSOPHICAL TRANSACTIONS A. MATHEMATICAL, PHYSICAL AND ENGINEERING SCIENCES, vol. 361, no. 1804, 28 janvier 2003 (2003-01-28), pages 479-495, XP055571848, UK ISSN: 1471-2962, DOI: 10.1098/rsta.2002.1147 2. Grain refiners for aluminium -----	
		-/--

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>J Q WANG ET AL: "Effect of rare-earth elements on the microstructural characterization in rapidly quenched thermally strengthened aluminium alloys", JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, vol. 33, no. 2, 31 janvier 1998 (1998-01-31), pages 497-505, XP055568035, Dordrecht ISSN: 0022-2461, DOI: 10.1023/A:1004352704113 abrégé</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-8

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2019/051545

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP H01319644	A	25-12-1989	AUCUN	
JP H01149935	A	13-06-1989	AUCUN	
JP 2008261004	A	30-10-2008	AUCUN	
JP H03232949	A	16-10-1991	AUCUN	
JP H116024	A	12-01-1999	JP H116024 A JP 3426475 B2	12-01-1999 14-07-2003
JP H0813074	A	16-01-1996	AUCUN	
JP H08143999	A	04-06-1996	AUCUN	
JP 2007039748	A	15-02-2007	JP 4764094 B2 JP 2007039748 A	31-08-2011 15-02-2007
US 2018080103	A1	22-03-2018	US 2018080102 A1 US 2018080103 A1 WO 2018052515 A1 WO 2018052517 A1	22-03-2018 22-03-2018 22-03-2018 22-03-2018