

(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 2019/155180 A1**

(43) Date de la publication internationale  
15 août 2019 (15.08.2019)

(51) Classification internationale des brevets :

C22C 21/00 (2006.01) C22F 1/04 (2006.01)  
B22F 3/105 (2006.01) B33Y 70/00 (2015.01)  
C22C 21/12 (2006.01) C22C 1/04 (2006.01)  
B29C 64/153 (2017.01) B22F 3/10 (2006.01)

(71) Déposant : C-TEC CONSTELLIUM TECHNOLOGY CENTER [FR/FR] ; CS10027, Propriété Industrielle, 725, Rue Aristide Berges, 38341 Voreppe (FR).

(72) Inventeur : CHEHAB, Bechir ; La Cigale 13, rue du Faton, 38500 VOIRON (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2019/050805

(74) Mandataire : C-TEC CONSTELLIUM TECHNOLOGY CENTER ; CS10027, Propriété Industrielle, 725, Rue Aristide Berges, 38341 Voreppe (FR).

(22) Date de dépôt international :

05 avril 2019 (05.04.2019)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

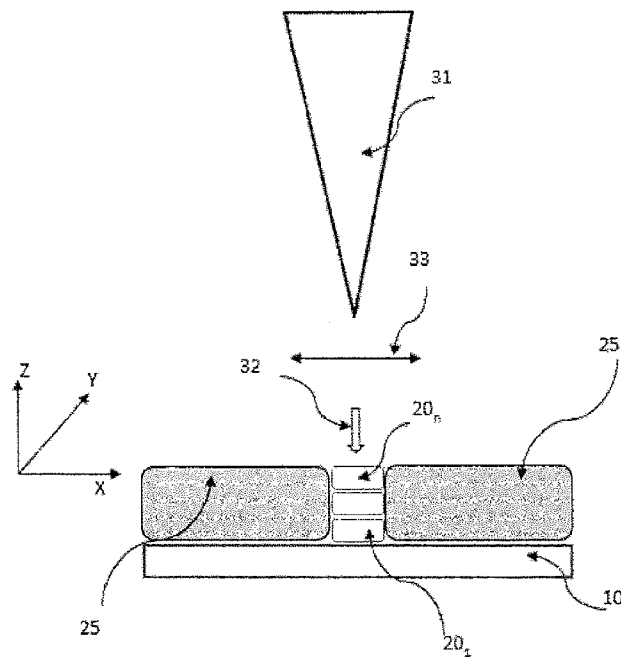
1870820 09 juillet 2018 (09.07.2018) FR

(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, 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,

(54) Title: PROCESS FOR MANUFACTURING ALUMINIUM ALLOY PARTS

(54) Titre : PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UNE PIÈCE EN ALLIAGE D'ALUMINIUM

[Fig. 1]



(57) Abstract: The invention relates to a process for manufacturing parts (20), the process including the formation of successive, superimposed solid metal layers (20<sub>1</sub>...20<sub>n</sub>), each layer describing a pattern defined on the basis of a numerical model (M), each layer being formed by a metal (25), the so-called filler metal, which is deposited and exposed to energy supplied so as to cause the filler metal to melt and to form, upon its solidification, the layer, in which process the filler metal is in the form of a powder (25) which, when exposed to an energy beam (32), melts and then solidifies, forming a solid layer (20<sub>1</sub>...20<sub>n</sub>), the process being characterised in that the filler metal (25) is an aluminium alloy comprising at least the following alloying elements: Ni, in a



WO 2019/155180 A1

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))*
- *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2(h))*
- *sur requête du déposant, avant l'expiration du délai mentionné à l'article 21(2)(a)*

---

proportion by mass of 1 to 6%, preferably 1 to 5%, more preferably 2 to 4%; Mn, in a proportion by mass of 1 to 7%, preferably 1 to 6%, more preferably 2 to 5%; Zr, in a proportion by mass of 0.5 to 4%, preferably 1 to 3%; Fe, in a proportion by mass of maximum 1%, preferably 0.05 to 0.5%, more preferably 0.1 to 0.3%; Si, in a proportion by mass of maximum 1%, preferably of maximum 0.5%. The invention also concerns a part obtained by this process. The alloy used in the additive manufacturing process according to the invention makes it possible to obtain parts having remarkable properties.

(57) **Abrégé** : L'invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce (20) comportant une formation de couches métalliques solides successives (20<sub>1</sub>...20<sub>n</sub>), 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<sub>1</sub>...20<sub>n</sub>), 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 : Ni, selon une fraction massique de 1 à 6 %, de préférence de 1 à 5 %, plus préférentiellement de 2 à 4 %; Mn, selon une fraction massique de 1 à 7 %, de préférence de 1 à 6 %, plus préférentiellement de 2 à 5 %; Zr, selon une fraction massique de 0,5 à 4 %, de préférence de 1 à 3 %; Fe, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence de 0,05 à 0,5 %, plus préférentiellement de 0,1 à 0,3 %; Si, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5 %. 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 de l'invention : Procédé de fabrication d'une pièce en alliage d'aluminium

[0001] Domaine technique

[0002] 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.

[0003] Art antérieur

[0004] 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.

[0005] 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.

- [0006] 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.
- [0007] 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.
- [0008] On connaît également le dépôt par fusion laser (laser melting deposition, LMD) dans lequel la poudre est projetée et fondue par un faisceau laser de façon simultanée.
- [0009] 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 trempe ; et le revenu de l'aluminium fabriqué de façon additive.
- [0010] 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 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 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.

- [0011] La demande de brevet US2017/0211168 divulgue un procédé de fabrication d'un alliage léger et résistant, performant à haute température, comprenant de l'aluminium, du silicium, et du fer et/ou du nickel.
- [0012] 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 pour former un objet par fabrication additive par laser, l'objet subissant ensuite un traitement de revenu.
- [0013] 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.
- [0014] La publication « Microstructure and mechanical properties of Al-Fe-V-Si aluminum alloy 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.
- [0015] 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 aptitude au procédé SLM mais souffrent de propriétés mécaniques limitées.

[0016] 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 solution souffre également de mauvaises propriétés mécaniques à haute température, par exemple supérieure à 150°C.

[0017] 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 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 dureté à chaud (par exemple après 1h à 400°C).

[0018] Exposé de l'invention

[0019] 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 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:

- Ni, selon une fraction massique de 1 à 6 %, de préférence de 1 à 5 %,

plus préférentiellement de 2 à 4 % ;

- Mn, selon une fraction massique de 1 à 7 %, de préférence de 1 à 6 %, plus préférentiellement de 2 à 5 % ;

- Zr, selon une fraction massique de 0,5 à 4 %, de préférence de 1 à 3 % ;

- Fe, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence de 0,05 à 0,5 %, plus préférentiellement de 0,1 à 0,3 % ;

- Si, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5 %.

[0020] Il est à noter que l'alliage selon la présente invention peut comprendre 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.

[0021] De préférence, l'alliage selon la présente invention comprend une fraction massique d'au moins 80 %, plus préférentiellement d'au moins 85 % d'aluminium.

[0022] Il est à noter qu'une partie du Zr peut être gardée en solution solide lors du procédé SLM et peut ainsi permettre un durcissement supplémentaire lors d'un traitement thermique post fabrication, par exemple à 400°C, par formation de dispersoïdes nanométriques de type Al<sub>3</sub>Zr par exemple.

[0023] La fusion de la poudre peut être partielle ou totale. De préférence, de 50 à 100 % de la poudre exposée entre en fusion, plus préférentiellement de 80 à 100 %.

[0024] Optionnellement, l'alliage peut également comprendre Cu selon une fraction massique de 0 à 8 %, de préférence de 0 à 6 %, plus préférentiellement de 0,5 à 6 %, encore plus préférentiellement de 1 à 5 %. Sans être lié par la théorie, il semblerait que Cu réduit la sensibilité à la fissuration lors du procédé SLM.

[0025] Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un élément choisi parmi : Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Hf, Ce, Sc, La, V, Co

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, la fraction massique préférée de Sc étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %. Dans un autre mode de réalisation, la quantité de La est inférieure ou égale à 3 % en fraction massique. De préférence, on évite l'addition de La, la fraction massique préférée de La étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 % en fraction massique.

[0026] Ces éléments peuvent conduire à la formation de dispersoïdes ou de phases intermétalliques fines permettant d'augmenter la dureté du matériau obtenu.

[0027] 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 %.

[0028] 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 %, et/ou Zn 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.

[0029] Optionnellement, l'alliage peut également comprendre du Mg selon une fraction massique d'au moins 0,06 % et d'au plus 0,5 %. 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.

[0030] Optionnellement, l'alliage peut également comprendre au moins un élément pour affiner les grains et éviter une microstructure colonnaire grossière, par exemple AlTiC ou AlTiB<sub>2</sub> (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.

[0031] 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 550°C,
- et/ou une compression isostatique à chaud (CIC).

[0032] Le traitement thermique peut notamment permettre un dimensionnement des contraintes résiduelles et/ou une précipitation supplémentaire de phases durcissantes.

[0033] 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.

[0034] Avantageusement, la compression isostatique à chaud est réalisée à une température de 250°C 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.

[0035] Le traitement thermique et/ou la compression isostatique à chaud permet en particulier d'augmenter la dureté du produit obtenu.

[0036] Selon un autre mode de réalisation, adapté aux alliages à durcissement structural, on peut 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 cas en participant à un grossissement des dispersoïdes ou des phases intermétalliques fines.

[0037] 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 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.

[0038] Optionnellement, il est possible de réaliser une déformation mécanique de la pièce, par exemple après la fabrication additive et/ou avant le traitement thermique.

[0039] Un deuxième objet de l'invention est une pièce métallique, obtenue par un procédé selon le premier objet de l'invention.

[0040] 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 :

- Ni, selon une fraction massique de 1 à 6 %, de préférence de 1 à 5 %, plus préférentiellement de 2 à 4 % ;
- Mn, selon une fraction massique de 1 à 7 %, de préférence de 1 à 6 %, plus préférentiellement de 2 à 5 % ;
- Zr, selon une fraction massique de 0,5 à 4 %, de préférence de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence de 0,05 à 0,5 %, plus préférentiellement de 0,1 à 0,3 % ;
- Si, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5 %.

[0041] Il est à noter que l'alliage selon la présente invention peut comprendre 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.

[0042] L'alliage d'aluminium de la poudre selon la présente invention peut également comprendre :

[0043] optionnellement Cu selon une fraction massique de 0 à 8 %, de préférence de 0 à 6 %, plus préférentiellement de 0,5 à 6 %, encore plus préférentiellement de 1 à 5 % ; et/ou

[0044] optionnellement au moins un élément choisi parmi : Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Hf, Ce, Sc, La, V, Co 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, la fraction massique préférée de Sc étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 %. Dans un autre mode de réalisation, la quantité de La est inférieure ou égale à 3 % en fraction massique. De préférence, on évite l'addition de La, la fraction massique préférée de La étant alors inférieure à 0,05 %, et de préférence inférieure à 0,01 % en fraction massique. ; et/ou

[0045] 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 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

[0046] 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 %, et/ou Zn selon une fraction massique de 0,06 à 1 % ; et/ou

[0047] optionnellement, du Mg selon une fraction massique d'au moins 0,06 % et d'au plus 0.5 %. 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

[0048] optionnellement au moins un élément choisi pour affiner les grains et éviter une microstructure colonnaire grossière, par exemple AlTiC ou AlTiB<sub>2</sub> (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.

[0049] 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.

[0050] Figures

[0051] [Fig. 1] est un schéma illustrant un procédé de fabrication additive de type SLM, ou EBM.

[0052] [Fig. 2] montre une micrographie d'une coupe transversale d'un échantillon Al<sub>10</sub>Si<sub>0.3</sub>Mg après balayage de surface avec un laser, coupé et poli avec deux empreintes Knoop dans la couche refondue.

[0053] Description de l'invention

[0054] Dans la description, sauf indication contraire :

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

[0055] 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  $20_1 \dots 20_n$ . 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  $\mu\text{m}$ . 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.

[0056] 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.

[0057] Dans encore un autre mode de réalisation non décrit par la figure 1, la poudre est projetée et fondue de façon simultanée par un faisceau généralement laser. Ce procédé est connu sous le nom de dépôt par fusion laser (laser melting deposition).

[0058] 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 (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).

[0059] Dans un mode de réalisation, le procédé selon l'invention est utilisé pour la réalisation d'une 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.

[0060] On peut également, dans un mode de réalisation de l'invention, utiliser le procédé selon l'invention pour la réparation de pièces obtenues par fabrication additive.

[0061] A l'issue de la formation des couches successives on obtient une pièce brute ou pièce à l'état brut de fabrication.

[0062] Les pièces métalliques obtenues par le procédé selon l'invention sont particulièrement avantageuses car 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 augmente 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 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 compression isostatique à chaud (CIC) post-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.

[0063] La dureté Knoop HK0,05 à l'état brut de fabrication des pièces métalliques obtenues selon la présente invention est de préférence de 110 à 250 HK, plus préférentiellement de 130 à 220 HK. De manière préférée, la dureté Knoop HK0,05 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, par exemple après 1h à 400°C, est de 140 à 300 HK, plus préférentiellement de 150 à 250 HK. Le protocole de mesure de la dureté Knoop est décrit dans les exemples ci-après.

[0064] La poudre selon la présente invention peut présenter au moins l'une des caractéristiques suivantes :

- taille moyenne de particules de 5 à 100  $\mu\text{m}$ , de préférence de 5 à 25  $\mu\text{m}$ , ou de 20 à 60  $\mu\text{m}$ . Les valeurs données signifient qu'au moins 80 % des particules ont une taille moyenne dans la gamme spécifiée ;
- 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 norme ASTM B213 ou la norme ISO 4490 :2018. Selon la norme ISO 4490 :2018, le temps d'écoulement est de préférence inférieur à 50 s ;
- 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) ;
- 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.

[0065] 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 une composition moyenne correspondant à la composition de l'alliage selon l'invention.

[0066] On peut également ajouter des particules infusibles, non solubles, par exemple des oxydes ou des particules  $TiB_2$  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 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 %.

[0067] 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.

[0068] 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 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 distribution de taille de particules.

[0069] 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.

[0070] La poudre selon la présente invention peut notamment être utilisée dans les applications 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) ;
- 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) ;
- 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) ;
- 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.

[0071] L'invention sera décrite plus en détails dans l'exemple ci-après.

[0072] 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.

[0073] Exemples

[0074] Exemple 1

[0075] Des 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.

[0076] [Tableau 1]

Alliages	Si	Fe	V	Ni	Zr	Mn	Cu
Référence (8009)	1,8	8,65	1,3	-	-	-	-
Innov1	-	0,19	-	3,15	2,47	4,06	-
Innov2	-	-	-	2,65	2	3,13	1,86
Innov3	-	0,16	-	3,46	2,57	3,02	4,12

[0077] 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 plaquettes de dimensions 60 x 22 x 3 mm, à partir des lingots obtenus ci-avant. Les plaquettes ont été placées 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 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.

[0078] Sous le faisceau laser, le métal fond dans un bain de 10 à 350  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Après le passage du laser, le métal refroidit rapidement comme dans le procédé SLM. Après le balayage laser, une fine couche en surface de 10 à 350  $\mu\text{m}$  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 ProX300 de marque 3DSystems. La source laser avait une puissance de 250 W, l'écart vecteur était de 60  $\mu\text{m}$ , la vitesse de balayage était de 300 mm/s et le diamètre du faisceau était de 80  $\mu\text{m}$ .

[0079] Mesure de dureté Knoop

[0080] 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.

[0081] Pour évaluer la dureté de la couche refondue, les plaquettes obtenues ci-avant ont été coupées 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 à température ambiante avec un appareil de modèle Durascan de Struers. La méthode de dureté Knoop 50 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. 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 référence 2 correspond à une empreinte de dureté Knoop.

[0082] La dureté a été mesurée à température ambiante selon l'échelle Knoop avec une charge de 50 g après traitement laser (à l'état brut) et après un traitement thermique supplémentaire à 400°C pendant différentes durées (1 h, 4 h et 10 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.

[0083] Les valeurs de dureté Knoop HK0,05 à l'état brut et après différentes durées à 400°C sont données dans le tableau 2 ci-après (HK0,05).

[0084] [Tableau 2]

Alliage	Etat brut	Après 1h à 400°C	Après 4h à 400°C	Après 10h à 400°C
Référence (8009)	316	145	159	155
Innov1	167	192	174	160
Innov2	207	209	219	196
Innov3	202	216	212	199

[0085] Les alliages selon la présente invention (Innov1, Innov2 et Innov3) ont montré une dureté Knoop HK0,05 à l'état brut inférieure à celle de l'alliage 8009 de référence, mais, après un traitement thermique à 400°C, supérieure à celle de l'alliage 8009 de référence.

[0086] D'autre part, la dureté Knoop HK0,05 des alliages selon la présente invention a été augmentée par le traitement thermique de 1h et de 4h. Cette augmentation serait liée à la formation lors du traitement thermique de dispersoïdes durcissant à base de Zr. Au contraire, la dureté Knoop HK0,05 de la référence en 8009 a été diminuée fortement par le traitement thermique. La réponse de l'alliage selon la présente invention à un traitement thermique est ainsi améliorée par rapport à celle d'un alliage de référence en 8009.

[0087] Le tableau 2 ci-avant montre bien la meilleure stabilité thermique des alliages selon la présente invention par rapport à l'alliage 8009 de référence. En effet, la dureté de l'alliage 8009 a chuté fortement dès le début du traitement thermique, puis a atteint un plateau. Au contraire, la dureté des alliages selon la présente invention a d'abord augmenté puis a diminué progressivement.

[0088] Enfin, l'ajout de Cu dans l'alliage selon la présente invention a permis d'augmenter encore la dureté HK0,05 tout en conservant une bonne stabilité thermique.

[0089] Exemple 2

[0090] Des alliages selon la présente invention ayant des compositions telles que présentées dans le Tableau 3 ci-après, en pourcentages massiques ont été coulées sous forme de lingots.

[0091] [Tableau 3]

Alliage	Mn	Ni	Zr	Cu
<b>Invention1</b>	4	3	2	
<b>Invention2</b>	4	3	2	5
<b>Invention3</b>	4	3	2	2
<b>Invention4</b>	4	3	1.5	
<b>Invention5</b>	2	3	1.5	
<b>Invention6</b>	6	3	1.5	2

[0092] Les lingots de chaque alliage ont été ensuite transformés en poudre par atomisation à l'aide d'un atomiseur VIGA (Vacuum Inert Gas Atomization). La granulométrie de la poudre de chaque alliage a été mesurée par diffraction laser avec un instrument Malvern 2000 et est donnée dans le Tableau 4 ci-après.

[0093] [Tableau 4]

Alliage	D10	D90
<b>Invention1</b>	9	36
<b>Invention2</b>	11	52
<b>Invention3</b>	10	57
<b>Invention4</b>	15	79
<b>Invention5</b>	16	81
<b>Invention6</b>	15	77

[0094] L'alliage Invention 3 semble particulièrement avantageux, comme illustré dans les tableaux ci-après. La poudre de l'alliage Invention 3 a été utilisée avec succès pour des essais SLM à l'aide d'une machine de fusion sélective par laser de modèle EOS M290. Les essais ont été réalisés avec les paramètres suivants : épaisseur de couche : 60  $\mu\text{m}$ , puissance du laser 370-390 W, chauffage du plateau

aux environs de 200°C, écart vecteur 0.11-0.13 mm, vitesse du laser 1000-1400 mm/s.

[0095] Deux types d'éprouvettes ont été imprimés :

- Eprouvettes cylindriques (45 mm de hauteur et 11 mm diamètre) pour des essais de traction dans la direction de construction Z (direction la plus critique).
- Eprouvettes de fissuration sous forme de cubes de dimension 9\*9\*9 mm<sup>3</sup> avec 3 rainures horizontales sur toute la longueur d'une des faces verticales des cubes pour évaluer la sensibilité à la fissuration lors de la fabrication SLM. Les rainures présentent des diamètres de 0.6, 1.2 et 4 mm. Les rainures sont des points d'amorce potentiels pour la fissuration lors d'un procédé SLM.

[0096] Les éprouvettes de fissuration de l'alliage Invention 3 ont montré une très faible sensibilité à la fissuration.

[0097] Après fabrication par fusion sélective par laser (SLM), les éprouvettes cylindriques de l'alliage Invention 3 ont subi un traitement thermique de détente de 2h à 300°C. Certaines éprouvettes ont été utilisées à l'état brut de détente et d'autres ont subi un traitement supplémentaire de 1h ou 4h à 400°C (recuit de durcissement).

[0098] Des éprouvettes de traction cylindriques (TOR4) ont été usinées à partir des éprouvettes cylindriques décrites ci-avant. Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante en suivant la norme NF EN ISO 6892-1 (2009-10). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 5 ci-après.

[0099] [Tableau 5]

Alliage	Traitement thermique	Rp0.2 (MPa)	Rm (MPa)	A%
Invention3	Brut	417-476	473-498	4-7
Invention3	1h à 400°C	490	515	3.5
Invention3	4h à 400°C	500	520	3

[0100] Les résultats du Tableau 5 ci-avant montrent que l'alliage invention 3 a présenté de très bonnes performances à température ambiante avec un Rp0.2 supérieur à 410 MPa à l'état brut de détente et avoisinant les 500 MPa après 4h à 400°C.

[0101] Le traitement thermique de 1h et de 4h à 400°C a conduit à une augmentation significative de la résistance mécanique par rapport à l'état brut. Cette augmentation serait liée à la formation lors du traitement thermique de dispersoïdes durcissant à base de Zr. Les alliages selon la présente invention permettent donc de s'affranchir d'un traitement thermique conventionnel de type mise en solution / trempé/ revenu.

[0102] Des essais de traction à haute température (200 et 250°C) ont été réalisés sur l'alliage Invention 3 en suivant la norme NF EN ISO 6892-1 (2009-10). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 6 ci-après.

[0103] [Tableau 6]

Alliage	Traitement thermique	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	Température d'essai (°C)
Invention3	1H400°C	260	300	10	200
Invention3	1H400°C	200	235	5	250

[0104] Les résultats du Tableau 6 ci-avant montrent que l'alliage Invention 3 a également présenté de très bonnes performances à haute température. Le traitement thermique de 1h à 400°C peut simuler une étape de compression isostatique à chaud et/ou un vieillissement long (> 1000h) à la température d'essai (température de service).

[0105] L'alliage Invention 3 combine ainsi une très bonne processabilité en SLM (très faible sensibilité à la fissuration), de très bonnes propriétés mécaniques à température ambiante, à 200°C et à 250°C.

[0106] Des essais supplémentaires (construction en SLM de murs de différentes épaisseurs avec l'alliage Invention 3 : épaisseurs de 0,5 à 4 mm) ont montré que la dureté varie très peu avec l'épaisseur du mur. Ce résultat est avantageux. Il indique en effet que, à l'opposé de certains alliages de l'art antérieur, l'alliage Invention 3 permet d'avoir des propriétés homogènes sur des pièces complexes présentant des zones de différentes épaisseurs.

[0107] Exemple 3

[0108] La poudre des alliages Invention 1, 4 et 5 a été utilisée avec succès pour des essais SLM à l'aide d'une machine de fusion sélective par laser de modèle

FormUp 350 commercialisée par la société AddUp. Les essais ont été réalisés avec les paramètres suivants : épaisseur de couche : 60 $\mu$ m, puissance du laser 370W-390W, chauffage du plateau aux environs de 200°C, écart vecteur 0.11-0.13 mm, vitesse du laser 1000-1400 mm/s.

[0109] Des éprouvettes cylindriques (45 mm de hauteur et 11 mm diamètre) pour des essais de traction dans la direction de construction Z (direction la plus critique) ont été imprimées.

[0110] Après fabrication par fusion sélective par laser (SLM), les éprouvettes cylindriques des alliages Invention 1, 4 et 5 ont subi un traitement thermique de détente de 2h à 300°C. Certaines éprouvettes ont été utilisées à l'état brut de détente et d'autres ont subi un traitement supplémentaire de 1h à 400°C (recuit de durcissement).

[0111] Des éprouvettes de traction cylindriques (TOR4) ont été usinées à partir des éprouvettes cylindriques décrites ci-avant. Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante en suivant la norme NF EN ISO 6892-1 (2009-10). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 7 ci-après.

[0112] [Tableau 7]

Alliage	Traitement thermique	Rp0.2 (MPa)	Rm (MPa)	A%
Invention1	Brut	408-410	440-446	2.6-3
Invention4	Brut	404-411	445-453	4.8-7.2
Invention4	1h à 400°C	467-475	485-488	1.7-3.7
Invention5	Brut	282-363	336-415	0.5-8
Invention5	1h à 400°C	445-450	462-466	0.5-2

[0113] Les alliages testés présentent une limite élastique à l'état brut supérieure à 250MPa et dépassant les 400MPa pour les alliages Invention 1 et Invention 4. Le traitement thermique de 1h à 400°C testé sur les alliages invention 4 et invention 5 montre une augmentation significative de la limite élastique qui serait liée à la formation de dispersoïdes durcissant à base de Zr lors du traitement thermique.

[0114] Des essais de traction à haute température (200 et 250°C) ont été réalisés sur les alliages Invention 4 et 5 en suivant la norme NF EN ISO 6892-1 (2009-10). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 8 ci-après.

[0115] Le traitement thermique de 1h à 400°C peut simuler une étape de compression isostatique à chaud et/ou un vieillissement long (> 1000h) à la température d'essai (température de service).

[0116] [Tableau 8]

Alliage	Traitement thermique	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	Température (°C)
Invention4	1H400°C	268	321	8	200
Invention5	1H400°C	209-212	261-268	6.4-12	200
Invention4	1H400°C	204-208	253-260	2.8-3.8	250
Invention5	1H400°C	153-163	209-210	4.7-6.3	250

[0117] D'après le tableau ci-avant, l'ensemble des alliages testés présente une limite élastique Rp0.2 supérieure à 200MPa et 150MPa à 200 et 250°C, respectivement.

[0118] Les alliages testés combinent ainsi une très bonne processabilité en SLM (très faible sensibilité à la fissuration), de très bonnes propriétés mécaniques à température ambiante, à 200°C et à 250°C. }

⋮

## Revendications

[Revendication 1] Procédé de fabrication d'une pièce (20) comportant une formation de couches métalliques solides successives ( $20_1 \dots 20_n$ ), 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 ( $20_1 \dots 20_n$ ),

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 :

- Ni, selon une fraction massique de 1 à 6 %, de préférence de 1 à 5 %, plus préférentiellement de 2 à 4 % ;
- Mn, selon une fraction massique de 1 à 7 %, de préférence de 1 à 6 %, plus préférentiellement de 2 à 5 % ;
- Zr, selon une fraction massique de 0,5 à 4 %, de préférence de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence de 0,05 à 0,5 %, plus préférentiellement de 0,1 à 0,3 % ;
- Si, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5 %.

[Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également Cu selon une fraction massique de 0 à 8 %, de préférence de 0 à 6 %, plus préférentiellement de 0,5 à 6 %, encore plus préférentiellement de 1 à 5 %.

[Revendication 3] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un élément choisi parmi : Ti, W, Nb, Ta, Y, Yb, Nd, Er, Cr, Hf, Ce, Sc, La, V, Co 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.

[Revendication 4] 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.

[Revendication 5] 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 %, et/ou Zn selon une fraction massique de 0,06 à 1 %.

[Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'alliage d'aluminium comprend également au moins un élément pour affiner les grains, par exemple AlTiC ou AlTiB<sub>2</sub>, 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.

[Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comportant, suite à la formation des couches (20<sub>1</sub>...20<sub>n</sub>) :

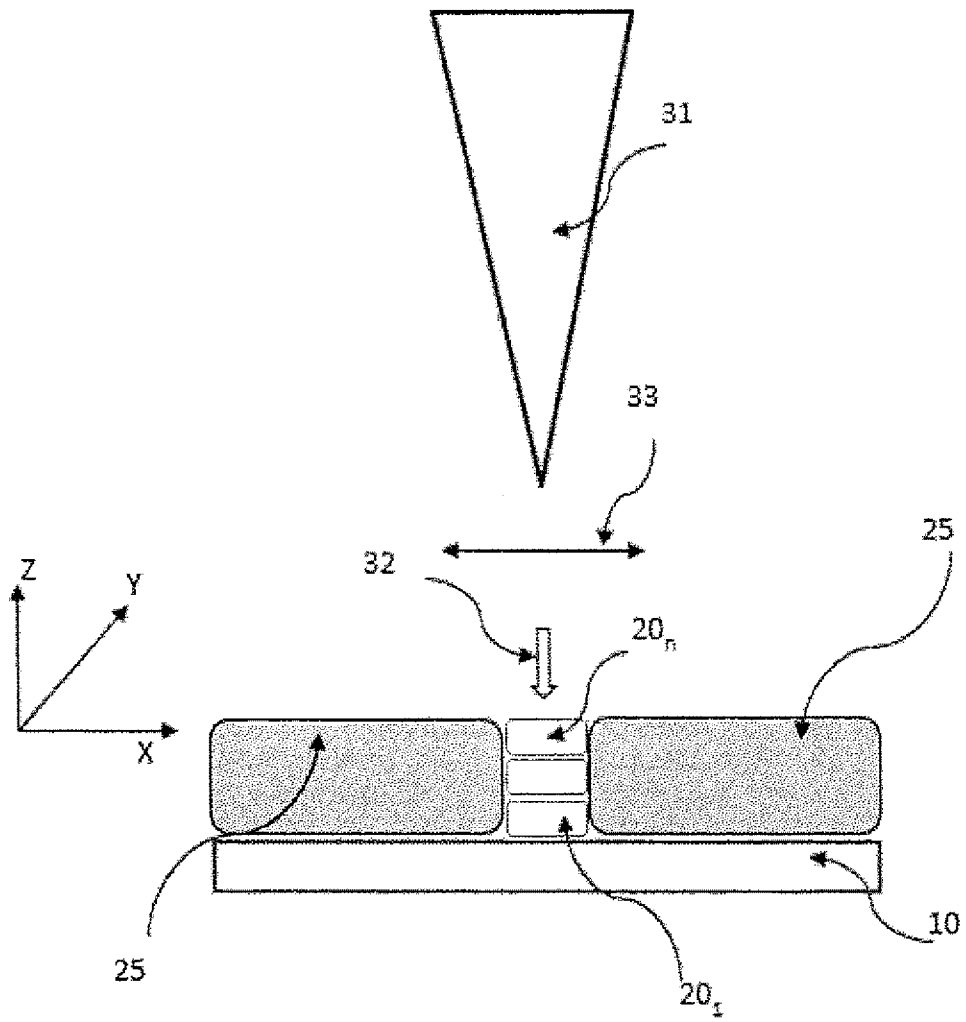
- une mise en solution suivie d'une trempe et d'un revenu, ou
- un traitement thermique typiquement à une température d'au moins 100°C et d'au plus 550°C,
- et/ou une compression isostatique à chaud.

[Revendication 8] Pièce métallique (20) obtenue par un procédé objet de l'une quelconque des revendications précédentes.

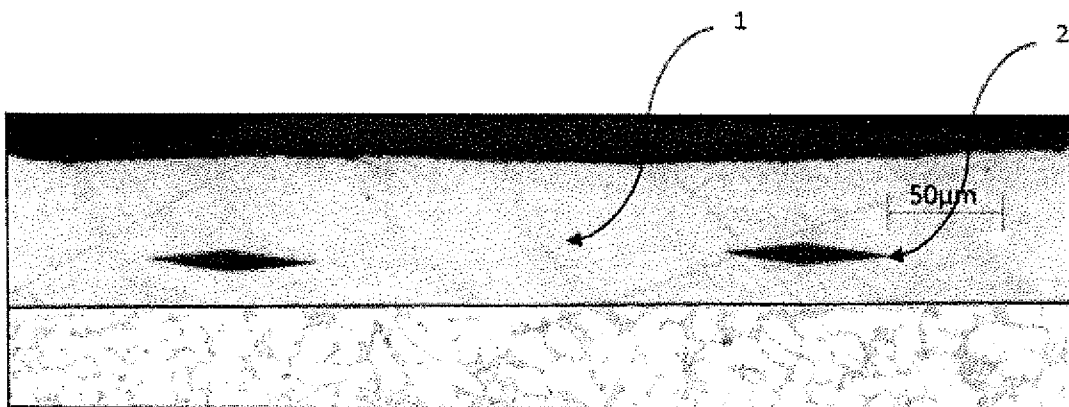
[Revendication 9] Poudre comprenant, de préférence consistant en, un alliage d'aluminium comprenant :

- Ni, selon une fraction massique de 1 à 6 %, de préférence de 1 à 5 %, plus préférentiellement de 2 à 4 % ;
- Mn, selon une fraction massique de 1 à 7 %, de préférence de 1 à 6 %, plus préférentiellement de 2 à 5 % ;
- Zr, selon une fraction massique de 0,5 à 4 %, de préférence de 1 à 3 % ;
- Fe, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence de 0,05 à 0,5 %, plus préférentiellement de 0,1 à 0,3 % ;
- Si, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5 %.

[Fig. 1]



[Fig. 2]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/FR2019/050805**

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>		
<i>C22C 21/00</i> (2006.01)i; <i>B22F 3/105</i> (2006.01)i; <i>C22C 21/12</i> (2006.01)i; <i>B29C 64/153</i> (2017.01)i; <i>C22F 1/04</i> (2006.01)i; <i>B33Y 70/00</i> (2015.01)i; <i>C22C 1/04</i> (2006.01)i; <i>B22F 3/10</i> (2006.01)n		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C22C; B29C; 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		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	WO 2018119283 A1 (ARCONIC INC [US]) 28 June 2018 (2018-06-28) abstract paragraph [0017] paragraph [0031] paragraph [0056] example 1	1-8 9
X Y	EP 0675209 A1 (YKK CORP [JP]; MASUMOTO TSUYOSHI [JP]; INOE AKIHISA [JP]; TEIKOKU PIST) 04 October 1995 (1995-10-04) abstract example 6; table 1	9 1-8
X A	JP S6247449 A (TOYO ALUMINIUM KK) 02 March 1987 (1987-03-02) abstract example 6; table 1	9 1-8
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search <b>07 June 2019</b>		Date of mailing of the international search report <b>14 June 2019</b>
Name and mailing address of the ISA/EP <b>European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands</b> Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer <b>Rosciano, Fabio</b>  Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2019/050805

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0341714 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES [JP]; TOYO ALUMINIUM KK [JP]) 15 November 1989 (1989-11-15)	9
A	abstract example 10; table 1	1-8
T	HATCH J E ED - HATCH J E. Aluminium, Properties and Physical Metallurgy, passage, ALUMINUM. PROPERTIES AND PHYSICAL METALLURGY, OHIO, AMERICAN SOCIETY FOR METALS, US, PAGE(S) 224 - 241 , 01 January 1987 (1987-01-01), XP002441131 Lithium;page 231 Silver;page 236 Zinc;page 238	

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/FR2019/050805**

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2018119283	A1	28 June 2018	CA	3043233	A1	28 June 2018
				WO	2018119283	A1	28 June 2018
EP	0675209	A1	04 October 1995	DE	69502867	D1	16 July 1998
				DE	69502867	T2	21 January 1999
				EP	0675209	A1	04 October 1995
				JP	2795611	B2	10 September 1998
				JP	H07268528	A	17 October 1995
				US	5593515	A	14 January 1997
JP	S6247449	A	02 March 1987	JP	H0651895	B2	06 July 1994
				JP	S6247449	A	02 March 1987
EP	0341714	A1	15 November 1989	DE	68912394	D1	03 March 1994
				DE	68912394	T2	26 May 1994
				EP	0341714	A1	15 November 1989
				JP	2787466	B2	20 August 1998
				JP	H0250902	A	20 February 1990

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2019/050805

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> INV. C22C21/00 B22F3/105 C22C21/12 B29C64/153 C22F1/04 B33Y70/00 C22C1/04 ADD. B22F3/10		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b> Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C22C B29C 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		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 2018/119283 A1 (ARCONIC INC [US]) 28 juin 2018 (2018-06-28)	1-8
A	abrégé alinéa [0017] alinéa [0031] alinéa [0056] exemple 1	9
X	EP 0 675 209 A1 (YKK CORP [JP]; MASUMOTO TSUYOSHI [JP]; INOE AKIHISA [JP]; TEIKOKU PIST) 4 octobre 1995 (1995-10-04)	9
Y	abrégé exemple 6; tableau 1	1-8
X	JP S62 47449 A (TOYO ALUMINIUM KK) 2 mars 1987 (1987-03-02)	9
A	abrégé exemple 6; tableau 1	1-8
	----- -/--	
<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:		
"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  7 juin 2019		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  14/06/2019
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	EP 0 341 714 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES [JP]; TOYO ALUMINIUM KK [JP]) 15 novembre 1989 (1989-11-15)	9
A	abrégé exemple 10; tableau 1	1-8
T	----- HATCH J E ED - HATCH J E: "Aluminium, Properties and Physical Metallurgy, passage", 1 janvier 1987 (1987-01-01), ALUMINUM. PROPERTIES AND PHYSICAL METALLURGY, OHIO, AMERICAN SOCIETY FOR METALS, US, PAGE(S) 224 - 241, XP002441131, Lithium; page 231 Silver; page 236 Zinc; page 238 -----	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2019/050805

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2018119283 A1	28-06-2018	CA 3043233 A1	28-06-2018
		WO 2018119283 A1	28-06-2018
-----			
EP 0675209 A1	04-10-1995	DE 69502867 D1	16-07-1998
		DE 69502867 T2	21-01-1999
		EP 0675209 A1	04-10-1995
		JP 2795611 B2	10-09-1998
		JP H07268528 A	17-10-1995
		US 5593515 A	14-01-1997
-----			
JP S6247449 A	02-03-1987	JP H0651895 B2	06-07-1994
		JP S6247449 A	02-03-1987
-----			
EP 0341714 A1	15-11-1989	DE 68912394 D1	03-03-1994
		DE 68912394 T2	26-05-1994
		EP 0341714 A1	15-11-1989
		JP 2787466 B2	20-08-1998
		JP H0250902 A	20-02-1990
-----			