

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 092 776

②1 N° d'enregistrement national : 19 11356

⑤1 Int Cl⁸ : B 22 F 3/105 (2019.12), B 33 Y 10/00, C 22 C 21/00,
C 22 F 1/04

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 11.10.19.

③0 Priorité : 15.02.19 FR 1901575.

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 21.08.20 Bulletin 20/34.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : C-TEC CONSTELLIUM TECHNO-
LOGY CENTER SAS — FR.

⑦2 Inventeur(s) : CHEHAB Bechir et SHAHANI Ravi.

⑦3 Titulaire(s) : C-TEC CONSTELLIUM TECHNOLOGY
CENTER SAS.

⑦4 Mandataire(s) : C-TEC CONSTELLIUM TECHNO-
LOGY CENTER.

⑤4 Procédé de fabrication d'une pièce en alliage d'aluminium.

⑤7 Procédé de fabrication d'une pièce (20) comportant
une formation de couches métalliques successives
(201...20n), superposées les unes aux autres, chaque
couche étant formée par le dépôt d'un métal d'apport (15,
25), le métal d'apport étant soumis à un apport d'énergie de
façon à entrer en fusion et à constituer, en se solidifiant, la-
dite couche, le procédé étant caractérisé en ce que le métal
d'apport (15, 25) est un alliage d'aluminium comportant les
éléments d'alliage suivant (% en poids):

Ni: > 3 % et $\xi\alpha3$ 7 %; Fe:
0 % - 4 %; éventuellement Zr: $\xi\alpha3$ 0.5 %;
éventuellement Si: $\xi\alpha3$ 0.5 %; éventuellement Cu:
 $\xi\alpha3$ 1 %; éventuellement Mg: $\xi\alpha3$ 0.5 %;
autres éléments d'alliage : < 0.1 % individuellement, et au
total < 0.5 %; impuretés: < 0.05 % individuellement,
et au total < 0.15 %;
reste aluminium.

FIGURES

FR 3 092 776 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé de fabrication d'une pièce en alliage d'aluminium

Domaine technique

[0001] 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

[0002] Depuis les années 80, les techniques de fabrication additive se sont développées, qui consistent à mettre en forme une pièce par ajout de matière, à l'opposé des techniques d'usinage, visant 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.

[0003] Le terme fabrication additive est défini selon la norme française XP E67-001 : "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 F2792-10 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 WO2015006447. 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 électronique, 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.

[0004] D'autres méthodes de fabrication additive sont utilisables. Citons par exemple, et de façon non limitative, 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 laser. La demande de brevet US20170016096 décrit un procédé de fabrication d'une pièce par fusion localisée obtenue par l'exposition d'une poudre à un faisceau d'énergie de type faisceau d'électrons ou faisceau laser, le procédé étant également désigné par les acronymes anglosaxons SLM, signifiant "Selective Laser Melting" ou "EBM", signifiant "Electro Beam Melting".

[0005] 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 ainsi que des traitements thermiques appliqués suite à la mise en œuvre de la fabrication additive.

- [0006] Les alliages d'aluminium au silicium, de type 4XXX, comportant éventuellement Mg, sont actuellement considérés comme les alliages les plus mûres pour l'application du procédé SLM. Cependant, ce type d'alliage peut présenter certaines difficultés lors de l'anodisation. De plus, leur conductivité, aussi bien thermique qu'électrique, est limitée.
- [0007] Les inventeurs ont déterminé une composition d'alliage qui, utilisée dans un procédé de fabrication additive, permet d'obtenir des pièces associant de bonnes propriétés mécaniques ainsi qu'une bonne conductivité électrique.

Exposé de l'invention

- [0008] Un premier objet de l'invention est un procédé de fabrication d'une pièce comportant une formation de couches métalliques successives, superposées les unes aux autres, chaque couche étant formée par le dépôt d'un 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, le procédé étant caractérisé en ce que le métal d'apport est un alliage d'aluminium comportant les éléments d'alliage suivant (% en poids) :
- [0009] – Ni : $> 3 \%$ et $\leq 7 \%$;
 – Fe : 0% - 4% ;
 – éventuellement Zr : $\leq 0.5 \%$;
 – éventuellement Si : $\leq 0.5 \%$ et de préférence $\leq 0.2 \%$ voire $\leq 0.1 \%$;
 – éventuellement Cu : $\leq 1 \%$ et de préférence $\leq 0.5 \%$, plus préférentiellement $\leq 0.2 \%$, voire $\leq 0.1 \%$;
 – éventuellement Mg : $\leq 0.5 \%$ et de préférence $\leq 0.2 \%$ voire $\leq 0.1 \%$;
 – autres éléments d'alliage : $< 0.1 \%$ individuellement, et au total $< 0.5 \%$;
 – impuretés : $< 0.05 \%$ individuellement, et au total $< 0.15 \%$;
- [0010] reste aluminium.
- [0011] Parmi les autres éléments d'alliage, citons par exemple Cr, V, Ti, Mn, Mo, W, Nb, Ta, Sc, Zn, Hf, Nd, Ce, Co, La, Ag, Li, Y, Yb, Er, Sn, In, Sb, Sr, Ba, Bi, Ca, P, B et/ou du mischmétal. De manière connue de l'homme du métier, la composition du mischmétal est généralement d'environ 45 à 50 % de cérium, 25 % de lanthane, 15 à 20 % de néodyme et 5 % de praséodyme. La fraction massique de chaque autre élément d'alliage peut être inférieure à 500 ppm, voire à 300 ppm, voire à 200 ppm, voire à 100 ppm.
- [0012] Le procédé peut comporter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou selon les combinaisons techniquement réalisables :
- [0013] – Ni : 3.5% - 6% ou Ni : 3.5% - 5% ;
 – Fe : 0.5% - 3% ou Fe : $< 1 \%$;
- [0014] Chaque couche peut notamment décrire un motif défini à partir d'un modèle

numérique.

- [0015] Le procédé peut comporter, suite à la formation des couches, une application d'au moins un traitement thermique. Le traitement thermique peut être ou comporter une détente, un revenu ou un recuit, pouvant par exemple être effectué à une température préférentiellement comprise de 200°C à 500°C. Il peut également comporter une mise en solution et une trempe. Il peut également comporter une compression isostatique à chaud.
- [0016] Selon un mode de réalisation avantageux, le procédé ne comporte pas de traitement thermique de type trempe suite à la formation des couches. Ainsi, de préférence, le procédé ne comporte pas d'étapes de mise en solution suivie d'une trempe.
- [0017] Selon un mode de réalisation, le métal d'apport prend la forme d'une poudre, dont l'exposition à un faisceau de lumière ou de particules chargées résulte en une fusion localisée suivie d'une solidification, de façon à former une couche solide. Selon un autre mode de réalisation, le métal d'apport est issu d'un fil d'apport, dont l'exposition à une source de chaleur, par exemple un arc électrique, résulte en une fusion localisée suivie d'une solidification, de façon à former une couche solide.
- [0018] Un deuxième objet de l'invention est une pièce métallique, obtenue après application d'un procédé selon le premier objet de l'invention.
- [0019] Un troisième objet de l'invention est un matériau, notamment sous la forme d'une poudre ou d'un fil, destiné à être utilisé en tant que matériau d'apport d'un procédé de fabrication additive, caractérisé en ce qu'il est constitué d'un alliage d'aluminium, comportant les éléments d'alliage suivants (% en poids) :
- [0020] – Ni : $> 3 \%$ et $\leq 7 \%$;
 – Fe : 0% - 4% ;
 – éventuellement Zr : $\leq 0.5 \%$;
 – éventuellement Si : $\leq 0.5 \%$ et de préférence $\leq 0.2 \%$ voire $\leq 0.1 \%$;
 – éventuellement Cu : $\leq 1 \%$ et de préférence $\leq 0.5 \%$, plus préférentiellement $\leq 0.2 \%$ voire $\leq 0.1 \%$;
 – éventuellement Mg : $\leq 0.5 \%$ et de préférence $\leq 0.2 \%$ voire $\leq 0.1 \%$;
 – autres éléments d'alliage : $< 0.1 \%$ individuellement, et au total $< 0.5 \%$;
 – impuretés : $< 0.05 \%$ individuellement, et au total $< 0.15 \%$;
- [0021] reste aluminium.
- [0022] L'alliage d'aluminium formant le matériau d'apport peut présenter l'une quelconque des caractéristiques décrites en lien avec le premier objet de l'invention.
- [0023] Le matériau d'apport peut se présenter sous la forme d'une poudre. La poudre peut être telle qu'au moins 80 % des particules composant la poudre ont une taille moyenne dans la plage suivante : 5 µm à 100 µm, de préférence de 5 à 25 µm, ou de 20 à 60 µm.
- [0024] Lorsque le matériau d'apport se présente sous la forme d'un fil, le diamètre du fil peut

notamment être de 0.5 mm à 3 mm, et de préférence de 0.5 mm à 2 mm, et encore de préférence de 1 mm à 2 mm.

[0025] D'autres avantages et caractéristiques ressortiront plus clairement de la description qui va suivre de modes particuliers de réalisation de l'invention, donnés à titre d'exemples non limitatifs, et représentés sur les figures listées ci-dessous.

FIGURES

[0026] [fig.1] La figure 1 est un schéma illustrant un procédé de fabrication additive de type SLM.

[0027] [fig.2] La figure 2 illustre des propriétés de traction et de conduction électrique déterminées au cours d'essais expérimentaux, à partir d'échantillons fabriqués en mettant en œuvre un procédé de fabrication additive selon l'invention.

[0028] [fig.3] La figure 3 est un schéma illustrant un procédé de fabrication additive de type WAAM

[0029] [fig.4] La figure 4 est une géométrie d'éprouvette utilisée pour effectuer des essais de traction.

EXPOSE DE MODES DE REALISATION PARTICULIERS

[0030] Dans la description, sauf indication contraire :

- [0031] – la désignation des alliages d'aluminium est conforme à la nomenclature de The Aluminum Association ;
- les teneurs en éléments chimiques sont désignées en % et représentent des fractions massiques. La notation $x\% - y\%$ signifie supérieur ou égal à $x\%$ et inférieur ou égal à $y\%$.

[0032] Par impureté, on entend des éléments chimiques présents dans l'alliage de façon non intentionnelle.

[0033] La figure 1 schématise le fonctionnement d'un procédé de fabrication additive de type fusion sélective par laser (Selective Laser Melting ou SLM). Le métal d'apport 15 se présente sous la forme d'une poudre disposée sur un support 10. Une source d'énergie, en l'occurrence une source laser 11, émet un faisceau laser 12. La source laser est couplée au matériau d'apport par un système optique 13, dont le mouvement est déterminé en fonction d'un modèle numérique M . Le faisceau laser 12 se propage selon un axe de propagation Z , et suit un mouvement selon un plan XY , décrivant un motif dépendant du modèle numérique. Le plan est par exemple perpendiculaire à l'axe de propagation Z . L'interaction du faisceau laser 12 avec la poudre 15 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 15 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 200 μm .

[0034] La poudre peut présenter au moins l'une des caractéristiques suivantes :

- [0035] – Taille moyenne de particules de 5 à 100 μm , de préférence de 5 à 25 μm , ou de 20 à 60 μm . 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 ;
- 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 analyse d'images à partir de micrographies optiques 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.

[0036] Une telle poudre est particulièrement adaptée à la mise en œuvre d'un procédé de type SLM. Un tel procédé permet d'obtenir une fabrication, en parallèle, de plusieurs pièces monolithiques, et cela à un coût raisonnable.

[0037] Les inventeurs ont mis en œuvre un procédé de fabrication additive de type SLM pour réaliser des pièces destinées à des avions, par exemple des éléments de structure. Cependant, les inventeurs ont observé que l'application de traitements thermiques de type trempe pouvaient induire une distorsion de la pièce, du fait de la variation brutale de température. La distorsion de la pièce est généralement d'autant plus significative que ses dimensions sont importantes. Or, l'avantage d'un procédé de fabrication additif est précisément d'obtenir une pièce dont la forme, après fabrication est définitive, ou quasi-définitive. La survenue d'une déformation significative résultant d'un traitement thermique est donc à éviter. Par quasi-définitive, il est entendu qu'un usinage de finition peut être effectué sur la pièce après sa fabrication : la pièce fabriquée par fabrication additive s'étend selon sa forme définitive, à l'usinage de finition près.

[0038] Ayant constaté ce qui précède, les inventeurs ont cherché une composition d'alliage, formant le matériau d'apport, permettant d'obtenir des propriétés mécaniques acceptables, sans nécessiter l'application de traitements thermiques, subséquents à la formation des couches, risquant d'induire une distorsion. Il s'agit notamment d'éviter les traitements thermiques impliquant une variation brutale de la température. Ainsi,

l'invention permet d'obtenir, par fabrication additive, une pièce dont les propriétés mécaniques sont satisfaisantes, de même que les propriétés de conduction thermique ou électrique. En fonction du type de procédé de fabrication additive choisi, le matériau d'apport peut se présenter sous la forme d'un fil ou d'une poudre.

- [0039] Les inventeurs ont constaté qu'en limitant le nombre d'éléments présents dans l'alliage, au-delà d'une teneur de 1 % ou de 0.5 %, on obtient un bon compromis entre les propriétés mécaniques et de conduction thermique ou électrique. Il est usuellement admis que l'ajout d'éléments dans l'alliage permet d'améliorer certaines propriétés mécaniques de la pièce réalisée par fabrication additive. Par propriétés mécaniques, on entend par exemple la limite d'élasticité ou l'allongement à la rupture. Cependant, l'ajout d'une trop grande quantité, ou d'une trop grande diversité, d'éléments chimiques d'alliage peut nuire aux propriétés de conduction thermique ou électrique de la pièce résultant de la fabrication additive.
- [0040] Les inventeurs ont estimé qu'il était utile d'aboutir à un compromis entre le nombre et la quantité des éléments ajoutés dans l'alliage, de façon à obtenir des propriétés mécaniques et de conduction thermique (ou électrique) acceptables.
- [0041] Les inventeurs considèrent qu'on obtient un tel compromis en limitant à 1 seul ou à deux le nombre d'éléments chimiques formant l'alliage d'aluminium à une fraction massique supérieure ou égale à 1 % ou à 0,5 %.
- [0042] La teneur en Ni d'un alliage d'aluminium mis en œuvre dans l'invention est strictement supérieure à 3 %, et de préférence supérieure ou égale à 3.5 %. Elle est de préférence inférieure ou égale à 7 % ou à 6 % ou à 5 %. Ainsi :
- [0043] – $3\% < \text{Ni} \leq 7\%$ ou $3\% < \text{Ni} \leq 6\%$ ou $3\% < \text{Ni} \leq 5\%$;
 – et, de préférence, $3.5\% \leq \text{Ni} \leq 7\%$ ou $3.5\% \leq \text{Ni} \leq 6\%$ ou $3.5\% \leq \text{Ni} \leq 5\%$.
- [0044] Il est considéré que la conductivité électrique (ou thermique) baisse lorsque la concentration en Ni augmente. Inversement, lorsque la concentration en Ni augmente, les propriétés mécaniques de la pièce fabriquée s'améliorent. On estime qu'on obtient un meilleur compromis entre la conductivité et les propriétés mécaniques lorsque la fraction massique de Ni est de 3.5 % à 6 % ou de 3,5 % à 5 %.
- [0045] Une telle teneur en Nickel permet de maintenir une température de liquidus relativement faible, de l'ordre de 650°C, lorsque l'alliage est binaire, ou peut être considéré comme binaire du fait de la faible fraction massique d'autres éléments dans l'alliage. Cela rend l'alliage particulièrement adapté à une mise en œuvre par un procédé de type fabrication additive.
- [0046] Outre Ni, l'alliage d'aluminium peut comporter Fe. Dans ce cas, la fraction massique de Fe est de préférence inférieure ou égale à 4 %. Ainsi, $0\% \leq \text{Fe} \leq 4\%$. De préférence, $0,5\% \leq \text{Fe} \leq 3\%$. Selon un mode de réalisation, $\text{Fe} < 1\%$. La présence de

Fe dans l'alliage permet d'améliorer les propriétés mécaniques, qu'il s'agisse des propriétés mécaniques de traction ou la dureté. Cela est attribué à une formation de dispersoïdes fins durcissants au cours de la mise en œuvre du procédé de fabrication additive.

- [0047] Outre Ni et éventuellement Fe, l'alliage d'aluminium mis en œuvre dans l'invention peut comporter Zr, selon une fraction massique inférieure ou égale à 1 %, voire à 0.5 %. Ainsi, $0 \% \leq \text{Zr} \leq 0,5 \%$ ou $0 \% \leq \text{Zr} \leq 1 \%$. Lorsque l'alliage comporte Zr, le procédé comporte, de préférence, un traitement thermique post-fabrication de la pièce résultant de la mise en œuvre du procédé par fabrication additive. La présence de Zr contribue alors à améliorer les propriétés mécaniques, en particulier la dureté, par la formation de précipités Al_3Zr à une température voisine de 400°C. Le traitement thermique peut être une détente, un revenu ou un recuit, effectué à une température de préférence de 200°C à 500°C, et de préférence de 300°C à 450°C
- [0048] L'adjonction de Fe ou Zr est considérée comme sans impact significatif sur la conductivité thermique, du fait de leur faible solubilité à une température voisine de 400°C.
- [0049] Selon un mode de réalisation, l'alliage d'aluminium peut comporter Si, avec $\text{Si} \leq 0.5 \%$, voire $\text{Si} \leq 0.2 \%$, voire $\text{Si} \leq 0.1 \%$. L'alliage d'aluminium peut également comporter d'autres éléments d'alliage, tels que Cr, V, Ti, Mn, Mo, W, Nb, Ta, Sc, Zn, Hf, Nd, Ce, Co, La, Ag, Li, Y, Yb, Er, Sn, In, Sb, Sr, Ba, Bi, Ca, P, B et/ou du mischmétal, selon une fraction massique individuellement strictement inférieure à 0,1 % de préférence inférieure à 500 ppm, et de préférence inférieure à 300 ppm, ou à 200 ppm, ou à 100 ppm. Cependant, certains de ces éléments d'alliage, en particulier Cr, V, Ti et Mo dégradent la conductivité. Il est préférable que l'alliage en contienne le moins possible. Ainsi, la fraction massique de Cr, V, Ti et Mo est de préférence strictement inférieure à 500 ppm, ou à 200 ppm ou à 100 ppm.
- [0050] Selon un mode de réalisation, l'alliage d'aluminium peut comporter Cu, avec $\text{Cu} \leq 1 \%$, voire $\text{Cu} \leq 0.5 \%$, voire $\leq 0.2 \%$, voire $\leq 0.1 \%$. La présence de Cu abaisse faiblement la conductivité thermique ou électrique.
- [0051] Outre de bonnes propriétés mécaniques et de conductivité électrique ou thermique, l'alliage tel que précédemment décrit comporte les avantages suivants :
- [0052] – une composition pouvant être exempte de matériaux rares, par exemple Sc ou des terres rares ;
- une bonne résistance à la corrosion : en effet, il est considéré que les microstructures rapidement solidifiées et formées à partir d'alliages basés sur des métaux de transition présentent une bonne résistance à la corrosion. Une cause possible est l'absence de grosses particules usuellement désignées "coarse particles" par l'homme du métier ;

- une bonne comptabilité à des procédés électrochimiques de traitement de surface, en particulier l'anodisation, par l'absence, ou la faible quantité, de Si et la finesse de la microstructure formée suite à la solidification rapide de l'alliage.
- [0053] Par ailleurs, l'alliage tel que précédemment décrit présente de bonnes propriétés mécaniques et une bonne conductivité électrique sans qu'il soit nécessaire d'appliquer un traitement thermique post-fabrication. Comme décrit par la suite, dans les exemples expérimentaux, l'application d'un traitement thermique, de type revenu ou recuit, permet d'améliorer la conductivité électrique (ou la conductivité thermique). Cependant, il s'accompagne également d'une baisse des propriétés mécaniques. La température de l'éventuel traitement thermique peut notamment être de 300°C à 500°C. La durée de l'éventuel traitement thermique peut être de 1h à 100 h.
- [0054] Une relation de dépendance linéaire de la conductivité thermique et de la conductivité électrique, selon la loi de Wiedemann Franz, a été validée dans la publication Hatch "Aluminium properties and physical metallurgy" ASM Metals Park, OH, 1988. Ainsi, l'alliage tel que précédemment décrit permet l'obtention de pièces présentant une conductivité thermique élevée.
- [0055] Exemples expérimentaux
- [0056] Des premiers essais ont été réalisés en utilisant un alliage, dont la composition comportait, outre Al, Ni : 4 %, Fe : 1 %, impuretés : < 0.05 % avec un cumul d'impuretés < 0.15 %.
- [0057] Des pièces de test ont été réalisées par SLM, en utilisant une machine de type EOS 290 SLM (fournisseur EOS). La puissance du laser était de 290 W. La vitesse de balayage était égale à 1275 mm/s. L'écart entre deux lignes adjacentes de balayage, usuellement désigné par le terme "écart vecteur", usuellement désigné par le terme "hatch distance" était de 0.11 mm. Chaque couche de métal présentait une épaisseur de 60 µm. Le plateau de construction a été chauffé à une température de 200°C. Il semblerait qu'un chauffage du plateau à une température de 50 à 300°C puisse être bénéfique pour réduire les contraintes résiduelles qui peuvent induire une distorsion de la pièce voire des fissures d'origine thermique.
- [0058] La poudre utilisée présentait une taille de particule essentiellement de 3 µm à 100 µm, avec une médiane de 39 µm, un fractile à 10 % de 16 µm et un fractile à 90 % de 76 µm. La poudre a été formée à partir d'un lingot d'alliage en mettant en œuvre un atomiseur Nanoval, à une température de 850°C et une différence de pression de 4 bar. La poudre résultant de l'atomisation a été filtrée en taille, la taille de filtration étant de 90 µm.
- [0059] Des premières pièces de test ont été réalisées, sous la forme de cylindre de diamètre 11 mm et de hauteur 46 mm. Les premières pièces de test, cylindriques, ont été

utilisées pour élaborer des éprouvettes destinées à des essais de traction. Des deuxièmes pièces de test ont été réalisées, prenant la forme de parallélépipèdes de dimensions 12 mm x 45 mm x 46 mm. Les deuxièmes pièces de test ont été utilisées pour effectuer des essais de conductivité électrique. Toutes les pièces ont subi un traitement de détente post-fabrication de 4 heures à 300°C.

[0060] Certaines pièces, qu'il s'agisse des premières pièces de test que les deuxièmes pièces de test, ont subi un traitement thermique supplémentaire post fabrication à 350°C, 400°C ou 450°C, la durée du traitement étant de 1 h à 100 h.

[0061] Les premières pièces (avec et sans traitement thermique post-fabrication) ont été usinées pour obtenir des éprouvettes de traction cylindriques ayant les caractéristiques suivantes en mm (voir Tableau 1 et Figure 4) : Dans la Figure 4 et le Tableau 1, \emptyset représente le diamètre de la partie centrale de l'éprouvette, M la largeur des deux extrémités de l'éprouvette, LT la longueur totale de l'éprouvette, R le rayon de courbure entre la partie centrale et les extrémités de l'éprouvette, Lc la longueur de la partie centrale de l'éprouvette et F la longueur des deux extrémités de l'éprouvette. Les valeurs mentionnées dans le tableau 1 sont en millimètre.

[0062] [Tableaux1]

\emptyset	M	LT	R	Lc	F
4	8	45	3	22	8,7

[0063] Les éprouvettes ainsi obtenues ont été testées en traction à température ambiante selon la norme NF EN ISO 6892-1 (2009-10).

[0064] Le tableau 2 représente, pour chaque pièce de test, la durée de traitement thermique, la température de traitement thermique (°C), la limite d'élasticité à 0.2 % RP0.2 (MPa), la conductivité électrique ($MS.m^{-1}$) ainsi que la conductivité thermique (W/m/K). La limite d'élasticité a été déterminée à partir des éprouvettes formées avec les premières pièces de test, selon la direction de fabrication Z, c'est-à-dire selon la longueur. La conductivité électrique a été déterminée sur les deuxièmes pièces de test à l'aide d'un appareil Foerster Sigmatest 2.069 à 60 kHz, après polissage de ces dernières à l'aide d'un papier abrasif de grain 180. Les propriétés de conduction thermique ont été calculées à partir de la conductivité électrique mesurée, en se basant sur la relation linéaire précédemment évoquée.

[0065] Dans le tableau 2, la durée de 0h correspond à une absence de traitement thermique à l'issue de la détente.

[0066]

[Tableaux2]

Température (°C)	Durée (h)	RP0.2 (MPa)	σ (MS/m)	W/m/K
0	—	196	27.25	180.27
350	14	144	28.3	186.73
350	56	143	28.56	188.33
400	1	150	28.36	187.10
400	4	150	28.27	186.55
400	10	146	28.58	188.45
400	100	138	28.36	187.10
400	1	146	28.36	187.10
400	4	142	28.27	186.55
400	10	141	28.58	188.45
400	100	135	28.36	187.10
450	104	120	27.89	184.21

- [0067] La figure 2 représente des résultats exposés sur le tableau 2. Cette figure illustre les propriétés de traction (axe des ordonnées, représentant la limite d'élasticité Rp0.2 exprimée en MPa) en fonction de la conductivité thermique (axe des abscisses, représentant la conductivité thermique exprimée en MS/m).
- [0068] Sans application d'un traitement thermique, les propriétés mécaniques sont jugées satisfaisantes, avec une limite d'élasticité Rp 0.2 atteignant 196 MPa. Il en est de même des propriétés de conduction : sans traitement thermique, la conductivité électrique est égale à 27.25 MS/m. Il est rappelé que la conductivité électrique de l'aluminium pur est proche de 34 MS/m.
- [0069] L'application d'un traitement thermique conduit à une augmentation de la conductivité, de l'ordre de 1 MS/m, au détriment de la limite d'élasticité (baisse d'environ 50 MPa).
- [0070] Ces résultats montrent que suite à la fabrication de la pièce, l'application d'un traitement thermique, à une température supérieure à 300°C, n'est pas nécessaire. Les propriétés mécaniques ou de conduction thermique ou électrique sont satisfaisantes sans traitement thermique, outre l'éventuelle détente.
- [0071] Une deuxième série d'essais a été effectuée en utilisant un alliage dont la composition comportait, outre Al, Ni : 5 %, Fe : 2 % impuretés : < 0.05 % avec un cumul

d'impuretés < 0.15 %. Des premières pièces de test et des deuxièmes pièces de test ont été élaborées, telles que décrit en lien avec le premier essai. Toutes les pièces ont subi une détente à 300 °C pendant 4 heures.

[0072] Certaines pièces, qu'il s'agisse des premières pièces de test que les deuxièmes pièces de test, ont subi un traitement thermique post fabrication à 400 °C, la durée du traitement étant soit de 1h, soit de 4h.

[0073] Le tableau 3 représente, pour chaque pièce de test, la durée de traitement thermique, la température de traitement thermique (°C), la limite d'élasticité à 0.2 % RP0.2 (MPa), la conductivité électrique (MS/m) ainsi que la conductivité thermique (W/m/K). La limite d'élasticité a été déterminée à partir des éprouvettes formées avec les premières pièces de test, selon la direction de fabrication Z. La conductivité électrique a été déterminée sur les deuxièmes pièces de test, après polissage de ces dernières à l'aide d'un papier abrasif de grain 180. Les propriétés de conduction thermique ont été calculées à partir de la conductivité électrique mesurée, en se basant sur la relation linéaire précédemment évoquée.

[0074] Dans le tableau 3, la durée de 0h correspond à une absence de traitement thermique à l'issue de la détente.

[0075] [Tableaux3]

Température (°C)	Durée (h)	RP0.2 (MPa)	σ (MS/m)	W/m/K
0	—	241	21.37	144.09
400	1	176	24.31	162.18
400	4	166	24.65	164.27

[0076] Comparativement à la première série d'essais, on observe une augmentation de la limite d'élasticité, mais une dégradation des propriétés de conductivité. Cela confirme que, lorsque la concentration en Ni augmente :

- [0077] – la conductivité électrique (ou thermique) baisse ;
- les propriétés mécaniques de la pièce fabriquée s'améliorent.

[0078] Ainsi, il semble qu'une fraction massique de Ni dans la plage 3,5 % - 6 % ou, mieux, dans la plage de 3,5 % - 5 % corresponde à un meilleur compromis entre les propriétés mécaniques et les propriétés de conduction.

[0079] Selon un mode de réalisation, le procédé peut comporter une étape de compression isostatique à chaud (CIC). 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. Avanta-

geusement, la compression isostatique à chaud est réalisée à une température de 250°C à 500°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 100 heures.

- [0080] L'éventuel traitement thermique et/ou la compression isostatique à chaud permet en particulier d'augmenter la conductivité électrique ou thermique du produit obtenu.
- [0081] 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.
- [0082] 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.
- [0083] 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.
- [0084] Optionnellement, il est possible de réaliser une déformation mécanique de la pièce, par exemple après la fabrication additive et/ou avant le traitement thermique.
- [0085] Bien que décrit en lien avec une méthode de fabrication additive de type SLM, le procédé peut être appliqué à d'autres méthodes de fabrication additive de type WAAM, évoqué en lien avec l'art antérieur. La figure 3 représente une telle alternative. Une source d'énergie 31, en l'occurrence une torche, forme un arc électrique 32. Dans ce dispositif, la torche 31 est maintenue par un robot de soudage 33. La pièce 20 à fabriquer est disposée sur un support 10. Dans cet exemple, la pièce fabriquée est un mur s'étendant selon un axe transversal Z perpendiculairement à un plan XY défini par le support 10. Sous l'effet de l'arc électrique 12, un fil d'apport 35 entre en fusion pour former un cordon de soudure. Le robot de soudage est commandé par un modèle numérique *M*. Il est déplacé de façon à former différentes couches $20_1 \dots 20_n$, empilées les unes sur les autres, formant le mur 20, chaque couche correspondant à un cordon de soudure. Chaque couche $20_1 \dots 20_n$ s'étend dans le plan XY, selon un motif défini par le modèle numérique *M*.
- [0086] Le diamètre du fil d'apport est de préférence inférieur à 3 mm. Il peut être de 0.5 mm à 3 mm et est de préférence de 0.5 mm à 2 mm, voire de 1 mm à 2 mm. Il est par exemple de 1.2 mm.
- [0087] D'autres procédés sont par ailleurs envisageables, par exemple, et de façon non limitative :

- [0088] - frittage sélectif par laser (Selective Laser Sintering ou SLS) ;
- [0089] - frittage direct du métal par laser (Direct Metal Laser Sintering ou DMLS) ;
 - frittage sélectif par chauffage (Selective Heat Sintering ou SHS) ;
 - fusion par faisceau d'électrons (Electron Beam Melting ou EBM) ;
 - dépôt par fusion laser (Laser Melting Deposition) ;
 - dépôt direct par apport d'énergie (Direct Energy Deposition ou DED) ;
 - dépôt direct de métal (Direct Metal Deposition ou DMD) ;
 - dépôt direct par laser (Direct Laser Deposition ou DLD) ;
 - technologie de dépôt par Laser (Laser Deposition Technology) ;
 - ingénierie de formes nettes par laser (Laser Engineering Net Shaping) ;
 - technologie de plaquage par laser (Laser Cladding Technology) ;
 - technologie de fabrication de formes libres par laser (Laser Freeform Manufacturing Technology ou LFMT) ;
 - dépôt par fusion laser (Laser Metal Deposition ou LMD) ;
 - pulvérisation à froid (Cold Spray Consolidation ou CSC) ;
 - fabrication additive par friction (Additive Friction Stir ou AFS) ;
 - frittage par étincelle au plasma ou frittage flash (Field Assisted Sintering Technology, FAST ou spark plasma sintering) ; ou
 - soudage par friction rotative (Inertia Rotary Friction Welding ou IRFW).

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de fabrication d'une pièce (20) comportant une formation de couches métalliques successives ($20_1 \dots 20_n$), superposées les unes aux autres, chaque couche étant formée par le dépôt d'un métal d'apport (15, 25), 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, le procédé étant caractérisé en ce que le métal d'apport (15, 25) est un alliage d'aluminium comportant les éléments d'alliage suivant (% en poids) :
- Ni : $> 3 \%$ et $\leq 7 \%$;
 - Fe : 0% - 4% ;
 - éventuellement Zr : $\leq 0.5 \%$;
 - éventuellement Si : $\leq 0.5 \%$;
 - éventuellement Cu : $\leq 1 \%$;
 - éventuellement Mg : $\leq 0.5 \%$;
 - autres éléments d'alliage : $< 0.1 \%$ individuellement, et au total $< 0.5 \%$;
 - impuretés : $< 0.05 \%$ individuellement, et au total $< 0.15 \%$;
- reste aluminium.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel les autres éléments d'alliage sont choisis parmi : Cr, V, Ti, Mn, Mo, W, Nb, Ta, Sc, Zn, Hf, Nd, Ce, Co, La, Ag, Li, Y, Yb, Er, Sn, In, Sb, Sr, Ba, Bi, Ca, P, B et/ou du mischmétal.
- [Revendication 3] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel Ni : 3.5% - 6% , de préférence Ni : 3.5% - 5% .
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel Fe : 0.5% - 3% .
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la fraction massique de chaque autre élément d'alliage est inférieure à 500 ppm, voire inférieure 300 ppm, voire inférieure 200 ppm, voire inférieure à 100 ppm.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel Si : $\leq 0.2 \%$ ou Si : $\leq 0.1 \%$.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel Cu : $\leq 0.2 \%$ ou Cu : $\leq 0.1 \%$.

- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel Mg : $\leq 0.2 \%$ ou Mg : $\leq 0.1 \%$.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comportant, suite à la formation des couches (20₁...20_n), une application d'un traitement thermique, de préférence une détente ou un revenu ou un recuit.
- [Revendication 10] Procédé selon la revendication 9, dans lequel le traitement thermique est effectué à une température de 200°C à 500 °C.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, ne comportant pas de traitement thermique de type trempe suite à la formation des couches.
- [Revendication 12] Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le métal d'apport prend la forme d'une poudre (15), dont l'exposition à un faisceau de lumière (12) ou de particules chargées résulte en une fusion localisée suivie d'une solidification, de façon à former une couche solide (20₁...20_n).
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans lequel le métal d'apport étant issu d'un fil d'apport (25), dont l'exposition à une source de chaleur (22) résulte en une fusion localisée suivie d'une solidification, de façon à former une couche solide (20₁...20_n).
- [Revendication 14] Poudre, destinée à être utilisée en tant que matériau d'apport d'un procédé de fabrication additive, caractérisé en ce qu'elle est constituée d'un alliage d'aluminium, comportant les éléments d'alliage suivants (% en poids) :
- Ni : $> 3 \%$ et $\leq 7 \%$;
 - Fe : 0% - 4% ;
 - éventuellement Zr : $\leq 0.5 \%$;
 - éventuellement Si : $\leq 0.5 \%$;
 - éventuellement Cu : $\leq 1 \%$;
 - éventuellement Mg : $\leq 0.5 \%$;
 - autres éléments d'alliage : $< 0.1 \%$ individuellement, et au total $< 0.5 \%$;
 - impuretés : $< 0.05 \%$ individuellement, et au total $< 0.15 \%$;
- reste aluminium.

[Fig. 1]

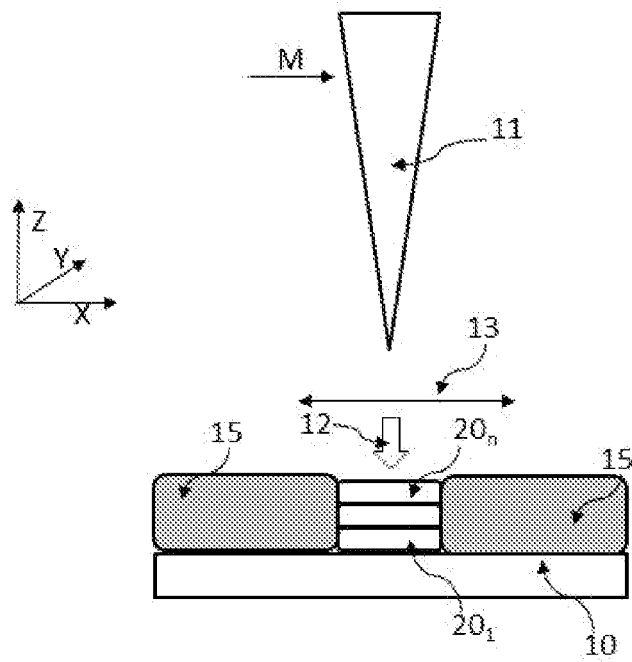


Fig. 1

[Fig. 2]

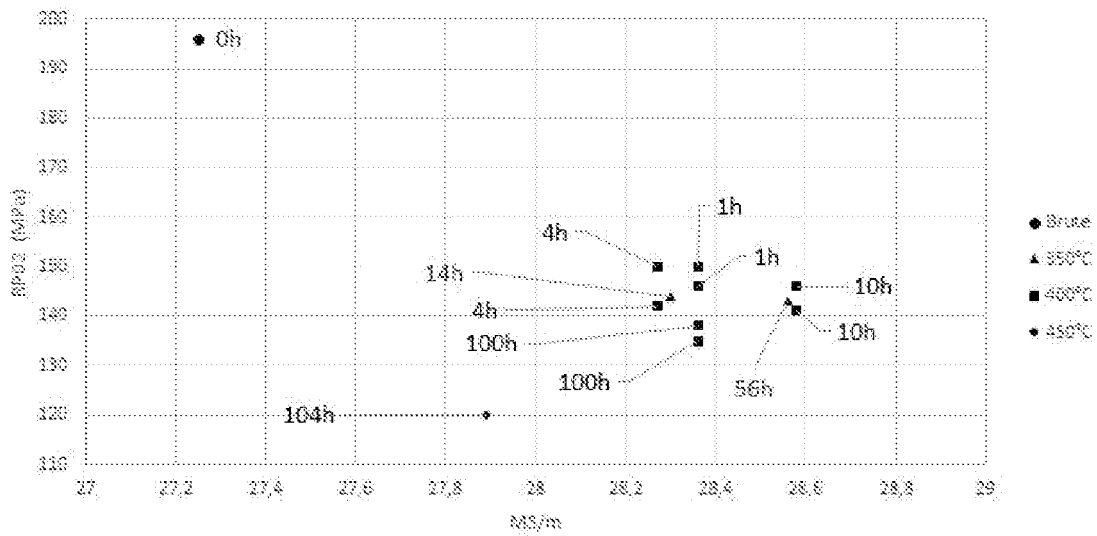
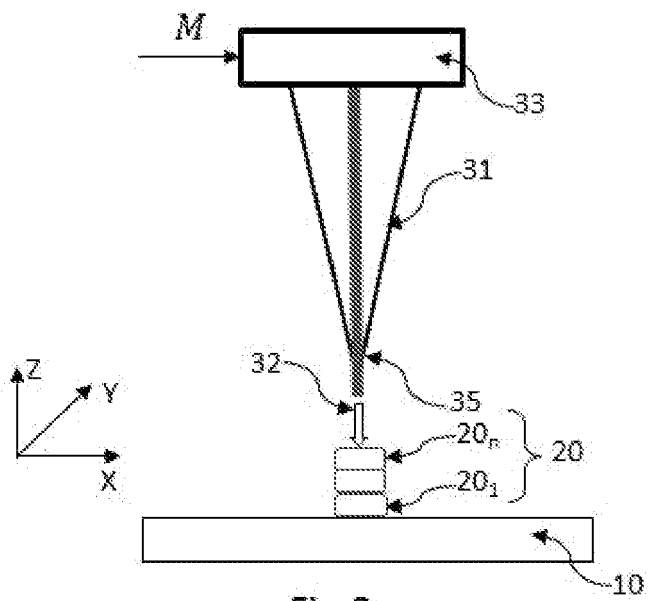
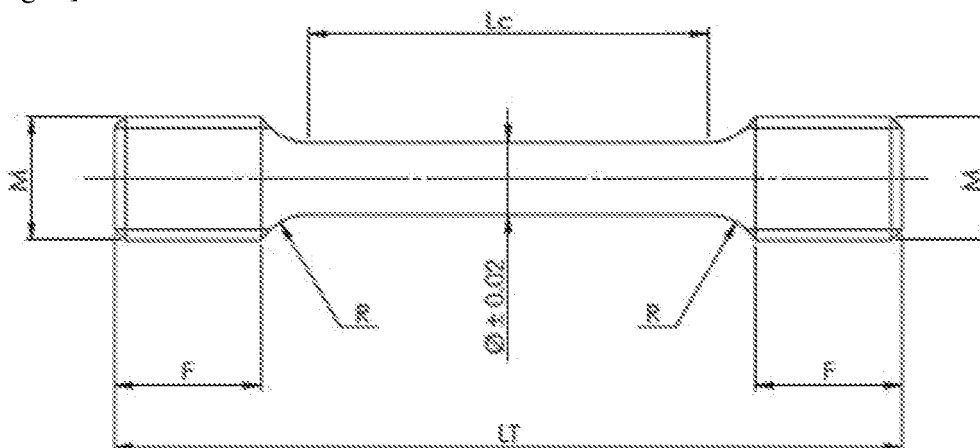


Fig. 2

[Fig. 3]



[Fig. 4]



**RAPPORT DE RECHERCHE
 PRÉLIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche
N° d'enregistrement
nationalFA 874118
FR 1911356

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, des parties pertinentes		
X	WO 2018/206876 A1 (C TEC CONSTELLIUM TECH CENTER [FR]) 15 novembre 2018 (2018-11-15) * alinéa [0015] - alinéa [0022] * * alinéas [0025], [0027], [0037], [0042] * * alinéa [0059] - alinéa [0061] * * alinéa [0067] * * revendication 5 *	1-14	B22F3/105 B33Y10/00 C22C21/00 C22F1/04
X	US 5 976 214 A (KONDOH KATSUYOSHI [JP] ET AL) 2 novembre 1999 (1999-11-02) * échantillon 12, 20, 21; tableau 3 * * colonne 23, ligne 32 - colonne 24, ligne 36 *	14	
A	JP H01 149935 A (FURUKAWA ALUMINIUM) 13 juin 1989 (1989-06-13) * le document en entier *	1-14	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B22F B33Y C22C B23K C22F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
9 juillet 2020		Fodor, Anna	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1911356 FA 874118**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **09-07-2020**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2018206876 A1	15-11-2018	CN 110621796 A	27-12-2019
		EP 3622095 A1	18-03-2020
		FR 3066129 A1	16-11-2018
		WO 2018206876 A1	15-11-2018

US 5976214 A	02-11-1999	AT 231927 T	15-02-2003
		DE 69529502 T2	11-12-2003
		EP 0704543 A1	03-04-1996
		ES 2192575 T3	16-10-2003
		KR 960703176 A	19-06-1996
		US 5976214 A	02-11-1999
		WO 9528505 A1	26-10-1995

JP H01149935 A	13-06-1989	AUCUN	
