



Apport de la fabrication additive pour la compréhension de la compétition défauts/microstructure sur le comportement en fatigue de l'acier inoxydable 316L

Hugo Roirand

► To cite this version:

Hugo Roirand. Apport de la fabrication additive pour la compréhension de la compétition défauts/microstructure sur le comportement en fatigue de l'acier inoxydable 316L. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. HESAM Université, 2023. Français. NNT : 2023HESAE026 . tel-04431541

HAL Id: tel-04431541

<https://pastel.hal.science/tel-04431541>

Submitted on 1 Feb 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR
I2M – Campus de Bordeaux

THÈSE

présentée par : **Hugo ROIRAND**

soutenue le : **29 Mars 2023**

pour obtenir le grade de : **Docteur d'HESAM Université**

préparée à : **École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité : **Mécanique – Matériaux (AM)**

**Apport de la fabrication additive pour la compréhension de la
compétition défauts/microstructure sur le comportement en
fatigue de l'acier inoxydable 316L**

Thèse dirigée par :
Nicolas SAINTIER

Et co-dirigée par :
Benoît MALARD et Anis HOR

Jury

Mme. Dominique POQUILLON, INP-ENSIACET, CIRIMAT, Professeure des Universités
M. Henry PROUDHON, Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux, Directeur de recherche CNRS
M. Habibou MAITOURNAM, ENSTA ParisTech, IMSIA, Professeur des Universités
Mme. Gwenaelle PROUST, University of Sydney, Professeure
M. Franck MOREL, ENSAM Angers, LAMPA, Professeur des Universités
M. Anis HOR, ISAE-SUPAERO, ICA, Maître de conférences et co-directeur de thèse
M. Benoit MALARD, INP-ENSIACET, CIRIMAT, Maître de conférences et co-directeur de thèse
M. Nicolas SAINTIER, ENSAM Bordeaux, I2M, Professeur des Universités et directeur de thèse

Présidente
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres de mon jury, M. Henry PROUDHON et M. Habibou MAITOURNAM pour avoir rapporté mon travail, Mme Gwenaëlle PROUST et M. Franck MOREL pour l'avoir examiné, et enfin Mme. Dominique POQUILLON pour l'avoir examiné et avoir également présidé ce jury. Je remercie l'ensemble du jury pour les discussions enrichissantes qui ont suivi mon exposé.

Je remercie vivement mes encadrants de thèse, pour m'avoir fait confiance tout au long de la thèse. Je remercie également le CNRS, qui via une bourse 80|Prime, nous a soutenu financièrement. Anis, Nicolas, Benoît, j'ai BEAUCOUP appris de chacun de vous tout au long de cette thèse, tant sur le plan scientifique que personnel, et pour cela je vous dis un grand MERCI.

Anis, je te remercie pour ta bonne humeur, ta disponibilité et pour ne m'avoir jamais imposé tes idées parfois différentes des miennes. Tu as toujours été ouvert à la discussion et j'ai apprécié pouvoir échanger avec toi sans être limité par le timing des réunions.

Nicolas, je te remercie pour ton exigence et ta rigueur, qui m'ont poussé à me surpasser, tant sur le plan scientifique que dans la façon de présenter. Plus personnellement, je te suis très reconnaissant de m'avoir fait gagner en confiance en moi, et je me souviendrai maintenant toujours qu'on n'est pas moins fort que le MIT!

Benoît, je te remercie aussi pour ton encadrement. Tu m'a initié au monde fabuleux des grands instruments, c'est en grande partie grâce à toi que j'ai eu la chance de participer à ces expériences passionnantes. J'ai aussi beaucoup apprécié travailler à tes côtés, pour ton honnêteté et ta justesse qui sont des qualités parfois sous-estimées dans le monde de la recherche.

La thèse est aussi l'aboutissement de nombreuses années d'études et c'est pourquoi, Benoît, je voudrais aussi te remercier pour le rôle que tu as tenu en tant que professeur à l'Ensiacet, aux cotés de Dominique, Christine, Eric et bien d'autres. Vous avez su aiguïser ma curiosité scientifique et m'avez transmis le goût de la science des matériaux. C'est en partie grâce à votre implication dans la transmission du savoir que j'ai eu l'idée puis l'envie de réaliser une thèse en mécanique des matériaux.

La réalisation d'une thèse n'est pas possible sans l'aide des personnels des laboratoires dans lesquels elle s'inscrit. Le travail dans trois laboratoires différents m'a permis de bénéficier de moyens expérimentaux et humains difficilement accessibles autrement. Je remercie la direction des laboratoires de m'avoir toujours facilité l'accès aux moyens et surtout je remercie l'ensemble des membres de ces laboratoires pour leur aide précieuse. Plus particulièrement, je souhaite remercier Aurélien et Adrien à l'ICA pour l'aide qu'ils m'ont apporté lors des nombreuses fabrications SLM. Au CIRIMAT, je remercie chaleureusement Ronan et Rémi pour leur aide sur les traitements thermiques, Alex pour m'avoir appris l'art du polissage et des attaques. De nombreuses caractérisations ont aussi été réalisées à la plateforme CASTAING, où je remercie Arnaud de m'avoir formé à l'EBSD, et Alessandro pour les nombreuses préparations de lames MET et analyses MET. Enfin, à l'I2M, je tiens à remercier particulièrement Jérémie au MEB et au labo matériaux, ainsi que momo et jojo pour l'aide sur les essais mécaniques.

En plus des moyens expérimentaux et humains, l'implication dans trois laboratoires a été un atout essentiel pour accéder à des expertises diverses. Je tiens notamment à remercier Jacques Lacaze pour les discussions que l'on a pu avoir sur les mécanismes de solidification, Damien Texier pour tes superbes préparations de lames SAXS, Matthieu Bonneric pour les discussions qu'on a eu tout au long de la thèse et enfin Alexis Deschamps pour ton expertise sur le SAXS en fin de thèse.

Les expériences grands instruments n'auraient pas été possibles sans l'aide précieuse des scientifiques de lignes. Je remercie donc Sandra sur SALSA, Wolfgang sur ID11, Peter sur ID02 et Javier sur SWING pour leur expertise, leur disponibilité et leur implication parfois très forte dans toutes mes expériences. Je remercie aussi tous ceux qui m'ont accompagné dans ces longues nuits expérimentales : Rahul, Léo, Alexis, Nicolas, Benoît, Lorène, Sophie, et Sai.

Je voudrais maintenant remercier plus particulièrement Younes qui a tout fait pour rendre le plus exploitable possible mes données de 3DXRD, et Lorène qui a brillamment pris la suite et s'est initiée en un temps record au traitement de ces données pourtant loin d'être idéales. Lorène, merci plus

généralement pour ton implication dans ma thèse, et pour ton envie d'aller toujours de l'avant malgré les nombreuses difficultés expérimentales auxquelles on a du faire face!

Parmi les personnes qui m'ont beaucoup aidé, je dois remercier évidemment Sai et Laureline pour avoir réalisé leurs stages à mes côtés. Vous avez tous les deux fait face aux difficultés liées à la fab add, mais vous êtes toujours restés motivés et efficaces. C'est sûr, sans vous, de nombreux essais de cette thèse n'auraient pas pu être réalisés. Maintenant que c'est votre tour d'être en thèse, je vous souhaite à tous les deux d'avoir un jour des stagiaires aussi cool que vous l'avez été avec moi.

Viens la partie des remerciements pour ceux qui m'ont soutenus moralement tout au long de ces années, un soutien au moins aussi important que le reste! Je pense tout d'abord aux doctorants des différents labos qui m'ont chaleureusement accueillis. En particulier, arrivé pourtant en plein Covid, j'ai trouvé à Bordeaux une ambiance amicale dès le début grâce aux plus anciens : Marie, Julien, Sarah, Vincent, Luc, Simon, Rahul... qui a continué grâce à tous ceux qui sont arrivés plus tard et ont su animer la vie du labo : Maxime, Julie, Quentin, Morgane et tous les autres. Plus particulièrement, je te remercie Luc, pour ces rdv bières du mardi soir (entre autres...) qui ont rythmé mes semaines de rédac : un réel plaisir qui n'en attend que d'autres!

Je remercie aussi mes amis hors labo qui m'ont permis de me changer les idées et sortir la tête du guidon. Merci beaucoup à Romain et Thibault qui sont toujours là après toutes ces années et merci aussi à toute l'équipe des ToukA7 pour ces WE d'anthologie permettant fortement de décompresser!

Enfin, je remercie mes parents et ma soeur. Merci de m'avoir permis d'en arriver là en réunissant toutes les conditions à ma réussite depuis longtemps et en m'ayant soutenu et accompagné tout au long de ma scolarité. Dès tout petit, par de nombreuses activités vous avez aiguisé ma curiosité : vous m'avez, par exemple, laissé regarder tous les *C'est pas Sorcier* en rentrant de l'école, ce qui je pense m'a donné un certain goût des sciences! Enfin, par tout cela vous m'avez construit le plus beau des ascenseur - social - et je vous en suit infiniment reconnaissant.

Pour finir, *last but not least*, je remercie celle qui m'accompagne depuis maintenant de nombreuses années. Mélanie tu as eu la lourde tâche de me supporter tout au long de la thèse, même lors de la dernière année avec mon sommeil et mon humeur parfois aléatoires! Tu m'a soutenu dans les moments difficiles et a su trouver les mots pour parfois me remotiver. Tu m'a écouté te raconter des histoires incompréhensibles de métallurgie en faisant semblant d'être intéressée. Tu as même lu et corrigé en entier ce manuscrit, tâche qui demande une sacré dose de courage - j'espère d'ailleurs ne pas faire trop de fautes dans ces deux pages - , promis j'ai retenu quelques leçons d'orthographe! Pour tout cela, et bien plus encore, ma chérie, je te remercie du fond du coeur et je vais essayer de te soutenir à mon tour dans ta thèse.

*Si je lui avais coupé les ailes
Il aurait été à moi
Il ne serait pas parti
Oui mais voilà,
Il n'aurait plus été un oiseau
Et moi,
C'était l'oiseau que j'aimais.
Txori Txora, **Joxan Artze***

Table des matières

Introduction	1
1 État de l'art	5
1.1 Introduction	6
1.2 La fabrication additive métallique par fusion laser sur lit de poudre	7
1.2.1 Description	7
1.2.2 Opportunités	8
1.2.3 Challenges	9
1.3 L'acier 316L obtenu par fusion laser sur lit de poudre	13
1.3.1 Composition et microstructure	13
1.3.2 Les traitements thermiques de l'acier 316L LPBF	17
1.3.3 Comportement en traction monotone de l'acier 316L LPBF	18
1.4 Comportement en fatigue des métaux	21
1.4.1 Généralités sur la fatigue	21
1.4.2 Compétition microstructure-défauts à l'amorçage des fissures de fatigue	22
1.4.3 Propagation de fissures en fatigue	27
1.4.4 Comportement de l'acier 316L LPBF en fatigue	30
1.5 Les grands instruments et la simulation numérique pour comprendre le comportement mécanique des polycristaux	33
1.5.1 Simulation numérique en plasticité cristalline	33
1.5.2 Diffraction et grands instruments	41
1.5.3 Couplage entre grands instruments et simulation	46
1.6 Conclusions du chapitre	49
2 Élaboration de pièces en acier 316L : contrôle des défauts et de la microstructure par le procédé LPBF	51
2.1 Introduction	52
2.2 Fabrication des éprouvettes et méthodologies d'analyse	53
2.2.1 Moyens de production	53
2.2.2 Fabrication des échantillons	55
2.2.3 Méthodologie de caractérisation des microstructures, défauts et du comportement mécanique quasi-statique	57
2.3 Influence des paramètres procédés sur la microstructure à l'échelle du polycristal	60
2.3.1 Influence du lot de poudre	60
2.3.2 Influence de l'angle de lasage par rapport au flux d'argon	69
2.3.3 Stratégies de lasage	73

2.3.4	Géométrie des pièces	78
2.3.5	Densité d'énergie et paramètres laser	80
2.3.6	Conclusion sur les paramètres d'influence	84
2.4	Influence du procédé sur les distributions de défauts	85
2.5	Influence des défauts et de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique	89
2.5.1	Caractérisation préliminaire des réseaux cellulaires	89
2.5.2	Comportement mécanique quasi-statique	90
2.6	Conclusions du chapitre	96
3	Les traitements thermiques de l'acier 316L LPBF : un outil de contrôle microstructural	97
3.1	Introduction	98
3.2	Matériaux et méthodes expérimentales	99
3.2.1	Matériaux	99
3.2.2	Traitements thermiques	99
3.2.3	Microscopie	100
3.2.4	Détermination des densités de dislocations	100
3.2.5	Détermination des contraintes résiduelles (CR)	101
3.3	Influence des TThs sur les CRs	102
3.4	Influence des TThs à l'échelle polycristalline	104
3.4.1	Impact sur les grains	104
3.4.2	Impact sur les traces de lasage	106
3.5	Influence des TThs à l'échelle micrométrique	107
3.5.1	État de précipitation	107
3.5.2	Évolution des structures de dislocations	113
3.6	Influence des TThs à l'échelle nanométrique	119
3.6.1	Description des analyses et résultats	119
3.6.2	Évolution de taille des nano-oxydes	119
3.6.3	Évolution de forme des nano-oxydes	121
3.6.4	Évolution de structure cristalline des nano-oxydes	121
3.6.5	Évolution chimique des nano-oxydes	122
3.6.6	Conclusion sur l'évolution des nano-oxydes	126
3.7	Influence des différentes échelles de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique	127
3.7.1	Évolution de la dureté en fonction de la température de TTh	127
3.7.2	Comportement en traction	129
3.8	Conclusions du chapitre	136
4	Comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF : effet des défauts et différentes échelles de la microstructure	139
4.1	Introduction	140
4.2	Matériaux et méthodes	141
4.2.1	Nuances retenues pour l'étude du comportement en fatigue	141
4.2.2	Présentation des essais	141
4.3	Comportement en fatigue oligocyclique	147
4.3.1	Impact des défauts	147
4.3.2	Impact de la microstructure polycristalline	151
4.3.3	Impact des traitements thermiques	152

4.3.4	Conclusion sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L LPBF	155
4.4	Impact des défauts sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles . .	156
4.4.1	Impact des gros manques de fusion	156
4.4.2	Impact des défauts de taille comparable à la taille des grains	165
4.5	Impact de la microstructure sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles en l'absence de gros défauts	171
4.5.1	Impact de la microstructure polycristalline et de la composition chimique	171
4.5.2	Impact des sous-structures induites par le procédé LPBF	178
4.6	Conclusions du chapitre	183
5	Grands instruments et simulation : outils d'analyse du comportement micromécanique de l'acier 316L LPBF	185
5.1	Introduction	186
5.2	Apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue	187
5.2.1	Objectifs de l'expérience	187
5.2.2	Conditions expérimentales	188
5.2.3	Résultats expérimentaux	193
5.2.4	Discussion sur l'impact des sous-structures issues du procédé LPBF	199
5.2.5	Couplage avec la simulation numérique	202
5.2.6	Conclusion sur l'apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue	211
5.3	Apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude du comportement en fatigue	212
5.3.1	Objectifs de l'expérience	212
5.3.2	Matériaux et méthodes	212
5.3.3	Résultats expérimentaux	222
5.3.4	Couplage avec la simulation numérique	230
5.3.5	Conclusion sur l'apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude des interactions fatigue-microstructure	236
5.4	Conclusions du chapitre	237
	Conclusions et perspectives	238
	Annexes	264
A	Paramètres de fabrication, microstructure, défauts et propriétés des nuances analysées en fatigue	265
A.1	Nuance SR	267
A.2	Nuance Rot	269
A.3	Nuance P2	271
A.4	Nuance Chess	273
A.5	Nuance C3	275
A.6	Nuance P4	277
B	Critère de désorientation des joints de grains	279
C	Images de la découpe FIB	280
D	Illustration de l'effet d'un changement de poudre en cours de fabrication .	281
E	Influence de la microstructure initiale sur l'effet des traitements thermiques	284
E.1	Influence de la microstructure initiale sur l'effet des traitements thermiques sur la microstructure	284

E.2	Influence des traitements thermiques sur le comportement mécanique quasi-statique de la microstructure P2	288
F	Diffractogrammes utilisés pour la détermination des densités de dislocations	290
G	Essais d'auto-échauffement	292
H	Figures supplémentaires de 3DXRD	297
I	Clichés de topo-tomographie	302

Table des figures

1.1	Schéma d'une chambre de fabrication par fusion laser sur lit de poudre [204].	7
1.2	Mécanismes de formation des CRs en fusion laser sur lit de poudre : (a) mécanisme TGM et (b) cool-down [196].	10
1.3	Évolution de la forme des bains de fusion en fonction de la densité d'énergie linéique [11].	11
1.4	Schéma représentant deux cordons de lasage et la formation d'un manque de fusion inter-cordons [6].	11
1.5	Cordons de soudure en mode keyhole et conduction [6].	12
1.6	Bains de fusion observés en (a) microscopie optique (MO) et (b) en microscopie électronique à balayage (MEB). Les flèches noires fines indiquent le sens de fabrication, les flèches vides les frontières des bains de fusion et les flèches blanches la croissance épitaxiale d'un grain entre deux bains [77] . .	14
1.7	Directions de croissance des grains en fonction de la forme des bains de fusion. (a) Faible densité d'énergie (régime de conduction) et (b) forte densité d'énergie (proche du régime de keyhole) [205]	15
1.8	Cellules de micro-ségrégations observées au MEB après attaque chimique [182] et (b) cellules de dislocations observées au MET [222]	15
1.9	Images MET en champ clair révélant des nano-oxydes [42]. La flèche jaune pointe un oxyde alors que la flèche blanche montre un joint de cellule de dislocation.	16
1.10	Microstructure multi-échelles de l'acier 316L LPBF [229]. (a) Échelle de tailles des différentes caractéristiques microstructurales. (b) Figure de pole inverse (c) Bains de fusion, cellules de micro-ségrégations et joints de grains observés au MEB. (d) Cellules de dislocations observées au MET en champ clair. (e) Nano-précipités observés au MET en champ clair (f) Seconde figure de pole inverse. (g) Cartographie des joints de grains en fonction de leur désorientation. (h) Cartographie de désorientation (<i>Kernel Average Misorientation</i>). (i) Image MET en champ clair et images colorées en fonction de la composition chimique locale mesurée par MET-EDS. Un nano-oxyde riche en Si est révélé par ces images.	17
1.11	Courbe S-N schématique montrant les trois régimes de fatigue et les types d'amorçage respectifs. σ_a correspond à l'amplitude de contrainte et σ_D à la limite d'endurance conventionnelle.	21
1.12	(a) Illustration des 12 systèmes de glissement des matériaux CFC et (b) schéma illustrant la loi de Schmid [74].	23

1.13	Diagramme de Kitagawa extrait de la thèse de Pierre Mérot [129]. Ce diagramme reprend les essais de Guerchais [74] sur un acier 316L conventionnel et présente ceux de Mérot sur un acier 316L LPBF. FLLP est l'acronyme français pour LPBF.	26
1.14	Représentation schématique des différents régimes de propagation en fatigue. Diagramme inspiré de [63]	28
1.15	Représentation schématique d'un diagramme de Kitagawa. a est la taille d'un défaut, $a_{t,1}$ et $a_{t,2}$ sont les tailles de transitions au-delà desquelles la taille du défaut diminue la résistance en fatigue, β est un paramètre matériau empirique. Inspiré de [178].	29
1.16	Diagramme SN de l'acier 316L LPBF de différentes études de la littérature. Les données de Liang [114], Blinn [17] et Merot [129] correspondent à des amorçages à partir de défauts alors que celles de Zhang [247] et Elangswaran [58] correspondent à des amorçages à partir de caractéristiques microstructurales.	31
1.17	Diagramme SN de l'acier 316L LPBF soumis à différents TThs. AB correspond à l'état As-built, SR à un état détentionné (<i>Stress-relief</i>) et HIP à un état après traitement de compaction iso-statique à chaud (<i>Hot Isostatic Pressure</i>) . . .	32
1.18	Matrice d'interaction entre les 12 systèmes de glissement $\{111\} < 110 >$ définis par la notation de Schmid & Boas [66].	36
1.19	(a) Schéma du dispositif de DCT, (b) image du détecteur de DCT pour une position ω sur un échantillon de CuAlBe et (c) exemple d'une reconstruction d'un CuAlBe par DCT [56].	39
1.20	Illustration géométrique de la loi de Bragg (Eq. 1.22)	42
1.21	Evolution des déformations élastiques des plans (111) et (200) lors d'un chargement de fatigue oligocyclique sur un acier 316L conventionnel. Obtenu par diffraction de neutrons <i>in-situ</i> [101].	44
1.22	(a) Illustration de la méthode de 3DXRD et (b) exemple d'une image de diffraction pour un CuAlBe [56]	45
2.1	(a) Machine de fusion laser sur lit de poudre SLM 125 HL, (b) Chambre de fabrication de la SLM125 HL. L'axe rouge est l'axe de mouvement du recoater.	53
2.2	Images MEB des poudres des (a)-(c) lot 1 et (b)-(d) lot 2 à différents grossissements	55
2.3	Exemples de plateaux réalisés lors des différentes campagnes. (a) Vue en 3D des plateaux Chess, SR et Rot. Vue du dessus des plateaux : (b) Chess, SR et Rot, (c) Cube (d) C3, (e) P1, P2, P3, P4 et (f) P5	56
2.4	Plan des éprouvettes de traction	59
2.5	Cartographies d'orientations cristallines et micrographies optiques après attaques des échantillons (a-b) SR, (c-d) P2, (e-f) C3N3, (g-h) P4	61
2.6	Images MEB (BSE) révélant la microstructure interne d'un grain de poudre (a)-(c) du lot 1 et (b)-(d) du lot 2	62
2.7	Images MET à faible grandissement des lames issues de la poudre du (a) lot 1 et (b) lot 2	63
2.8	Images MET à fort grandissement d'un des précipités observé dans la lame issue du lot 2. (a) Précipité entier et (b) zoom sur l'interface précipité/matrice	63
2.9	Images MET montrant la composition des précipités de la poudre du lot 2. (a) Signal HAADF, (b) signal du Mn, (c) signal du Si, (d) signal de l'oxygène, (e) Comparaison des compositions atomiques des précipités P1, P2 et P3 avec la composition théorique de $MnSiO_3$	64

2.10	Section Ni-Température du diagramme de phase calculée avec Thermocalc (TCFE12) avec les compositions chimiques des poudres. L'étoile bleue représente la poudre du Lot 1, le carré rouge celle du Lot 2.	65
2.11	(a) Effet de la vitesse de solidification et du rapport $\kappa = Cr_{eq}/Ni_{eq}$ sur le chemin de solidification des aciers austénitiques. Adapté de [115]. L'étoile bleue représente la poudre du Lot 1, le carré rouge celle du Lot 2.	66
2.12	Observations des bains de fusion en MO après attaque pour les échantillons lasés à (a) 0° (b) 45° et (c) 90° par rapport au flux d'argon (stratégie sans rotation entre couches). Cartographies d'orientations cristallines des échantillons lasés à (a) 0° (b) 45° et (c) 90° par rapport au flux d'argon. . . .	70
2.13	Illustration de l'interaction laser/vapeur métallique dans le cas d'un lasage (a) perpendiculaire au flux d'argon (90°) et (b) parallèle au flux d'argon (0°)	70
2.14	Échantillons lasés à 90° du flux d'argon : Bains de fusion observés en MO après attaque pour (a) SR et (c) C3-N1. Cartographies d'orientations des grains obtenues par EBSD pour (b) SR et (d) C3-N1. Les paramètres laser utilisés pour obtenir ces deux nuances sont identiques (voir tableaux 2.5 et 2.9)	72
2.15	Illustration des stratégies de fabrication (a) SR, (b) Rot et (c) Chess.	74
2.16	Observations des bains de fusion en MO après attaque pour les échantillons (a) SR, (b) Rot et (c) Chess. Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (d) SR, (e) Rot et (f) Chess. Les flèches noires indiquent les bifurcations des grains Chess dues à la rotation entre couches. Figures de pôles inverses, orientées le long de la direction de fabrication (BD) pour les nuances (g) SR, (h) Rot et (i) Chess.	75
2.17	Graphique montrant l'évolution de la taille de grains mesurée par la méthode des intercepts pour les échantillons SR, Rot et Chess (0° = horizontal, 90° = vertical = BD)	76
2.18	Cartographies d'orientations cristallines des échantillons à géométries (a) parallélépipédique, (b) cylindrique, et (c) fine. La cartographies présentée en (c) représente la largeur totale de la paroi fine, permettant ainsi la visualisation du gradient de microstructure entre le cœur et la paroi.	79
2.19	(a) Évolution de la largeur des bains de fusion en fonction du VED, (b) Évolution de la profondeur des bains de fusion en fonction du VED	81
2.20	Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (a) A1, (b) B1 et (c) C1. L'orientation de référence correspond à la direction de fabrication (=verticale). En (d) pour A1, (e) pour B1 et (f) pour C1, les grains sont coloriés en fonction de leur rapport d'allongement	82
2.21	Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (a) C3-N1, (b) C3-N2, (c) C3-N3 et (d) C3-N4	83
2.22	Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) Rot, (c) P2, (d) C3, (e) P4 et (f) Chess. Des cartographies plus grandes sont disponibles en annexe A. D'autres plans d'analyses sont aussi disponibles. La figure (g) montre l'évolution de la taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0° = horizontal, 90° = vertical = BD)	86
2.23	Distribution de défauts des éprouvettes (a) P3/P4, (b) C3N3, (c) Chess, (d) P1/P2, (e) SR et (f) Rot	88
2.24	Exemples de cellules de micro-ségrégations observées après attaque au MEB pour les lots (a) P4 et (b) C3	89
2.25	Résultats des essais dureté. D_g symbolise la taille de grains.	90

2.26	Propriétés moyennes en traction monotone uniaxiale des différents lots d'éprouvettes. σ_{el} représente la limite d'élasticité conventionnelle, σ_{max} la contrainte maximale et ε_r l'allongement à rupture.	91
2.27	Courbes d'essais de traction (a) d'une éprouvette de chaque lot, et (b) des 3 éprouvettes Chess. Les courbes Chess-réel correspondent aux contraintes recalculées en tenant en compte de la surface occupée par les défauts dans le plan de rupture	92
2.28	Exemple de faciès de rupture en traction monotone d'éprouvettes (a) Chess montrant de nombreux manques de fusion et (b) d'une éprouvette Rot montrant une rupture ductile	93
2.29	Faciès de rupture des éprouvettes SR, Rot et Chess observés au MEB.	95
3.1	Photographie du four utilisé	99
3.2	Schéma de découpe pour la détermination des densités de dislocations et des contraintes par DRX. Le plan coloré en rouge correspond au plan de mesure. La mesure est réalisée au centre du plan.	101
3.3	Évolution des CRs en fonction de la température de TTh	102
3.4	Observation au MEB après attaque des morphologies de bain de fusion des échantillons traités thermiquement à (a) 650°C, (b) 800°C et (c) 1200°C	104
3.5	(a) Cartographie EBSD d'un échantillon Chess traité à 1200°C. En (b), les grains sont colorés en fonction de leur désorientation intragranulaire moyenne θ_{moy} . Pour $\theta_{moy} < 1^\circ$, ils sont bleus, sinon rouges.	105
3.6	Observation en MO après attaque des traces de lasage à (a) 650°C, (b) 800°C et (c) 1000°C	106
3.7	Observation au MEB après attaque des cellules de microségrégations à (a) l'état as-built, après TThs à (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 800°C, (e) 1000°C et (f) 1200°C	107
3.8	Observation au MEB après attaque des précipités intergranulaires sur un échantillon traité à 900°C : (a) Image en électrons secondaires, (b) Signal de la raie $L_{\alpha 1}$ du Mo et (c) Signal de la raie $K_{\alpha 1}$ du Cr	109
3.9	Analyses MEB-EDS d'un échantillon traité à 1200°C. (a) Image en électrons secondaires et (b) Profils de composition chimique obtenus par EDS selon la flèche jaune.	110
3.10	Observation au MET des précipités intergranulaires sur un échantillon traité à 900°C : (a) Image en champ clair d'un précipité intergranulaire, (c) Cliché de diffraction du précipité et (d) identification du cliché de diffraction	111
3.11	Section isoplèthe Fe-Cr à 13.6% Ni, 2.7% Mo et 1.5% Mn (pourcentages massiques) en considérant seulement la phase sigma (SIGMA_D8B), l'austénite (FCC_A1) et la ferrite (BCC_A2). Ce diagramme a été obtenu avec Thermocalc TCFE12.	112
3.12	Images MET en champ clair montrant les structures de dislocations après TThs à (a) 500°C, (b) 650°C, 900°C et 1200°C	114
3.13	Images MET en champ clair montrant des cellules de dislocations (a) à parois épaisses (TTh 500°C), et à (b) parois fines (TTh 650°C)	115
3.14	Images MET en champ clair obtenues sur une même lame MET traitée à 500°C. L'image (a) révèle peu les dislocations alors qu'elles sont très bien visibles sur l'image (b). L'image (b) est réalisée dans une zone épaisse ($\gtrsim 100$ nm) alors que l'image (a) est obtenue proche de l'extrémité de la lame, donc dans une zone fine ($\lesssim 50$ nm).	116

3.15	Évolution en fonction de la température de TTh des (a) densités de dislocation et du paramètre de maille, et (b) microdéformations et tailles de cristallites	117
3.16	Images MET en champ clair montrant les précipités nanométriques aux états de TThs (a) As-built, (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 900°C et (e) 1200°C	119
3.17	Évolution du diamètre moyen et de la densité en nombre des nano-oxydes avec la température de TTh.	120
3.18	Exemples de nano-oxydes observés au MET à (a) l'état as-built (forme sphérique) et (b) après TTh à 900°C (forme prismatique) et (c) évolution moyenne de la morphologie des précipités	121
3.19	Évolution du pourcentage de nano-oxydes contenant les éléments Mn, Si, Al et Cr	123
3.20	Images MET-HR en champ clair de nano-oxydes multiphasés à l'état as-built. La phase cristalline de l'oxyde est entouré en jaune sur les images.	124
3.21	Cartographies de composition chimiques élémentaires obtenues par MET-EDS sur un échantillon traité thermiquement à 900°C. L'image (a) correspond à l'image du détecteur HAADF. Les autres images correspondent aux signaux EDS des éléments (b) Al, (c) Mn, (d) O, (e) Cr, et (f) Mo. Les flèches oranges montrent des précipités de phase σ intergranulaire.	125
3.22	Évolution de la dureté en fonction de la température de TTh	127
3.23	Évolution des contributions au durcissement des dislocations (loi de Taylor) et des nano-oxydes (loi d'Orowan)	129
3.24	(a) Évolution des propriétés en traction, (b) courbes associées et (c) évolution d'un paramètre simplifié d'écrouissage en fonction de la température de TTh.	130
3.25	(a) Estimation de la contribution des nano-oxydes (Nox) et dislocations (Dis) au durcissement de l'alliage, (b) évolution des contributions des nano-oxydes et dislocations à la limite d'élasticité σ_{el} et (c) évolution des contributions microstructurales à la limite d'élasticité par rapport à l'état as-built. $Dis+Nox$ représente la somme des contributions des nano-oxydes et des dislocations. $1-(Dis+Nox)$ est le complément à la somme par rapport à la limite d'élasticité.	132
3.26	Faciès de rupture des éprouvettes Rot à différents états de TThs : (a) AB, (b) 650°C, (c) 800°C, (d) 900°C, (e) 1000°C et (f) 1200°C. Le périmètre du faciès est repassé par les pointillés jaunes. L'indice écrit en jaune correspond au rapport entre le grand et le petit axe du faciès (A_r). Il caractérise l'anisotropie.	134
3.27	Schéma récapitulant les évolutions chimiques et des structures de dislocations avec les TThs	137
4.1	Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) Rot, (c) P2, (d) C3, (e) P4 et (f) Chess. Des cartographies plus grandes sont disponibles en annexe A. D'autres plans d'analyses sont aussi disponibles. La figure (g) montre l'évolution de la taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0°= horizontal, 90°= vertical = BD)	142
4.2	Plan de l'éprouvette de traction et/ou fatigue sans méplat.	143
4.3	Plan de l'éprouvette à méplat	144
4.4	Résultats de la simulation numérique illustrant la valeur du facteur de concentration de contrainte en tout point selon des coupes (a) XY et (b) YZ.	145

4.5	Comparaison de l'effet du méplat sur la durée de vie en fatigue pour des lots d'éprouvettes avec peu (SR) ou beaucoup (Chess) de défauts	145
4.6	(a) Évolution du nombre de cycles à rupture en fonction de la déformation totale imposée, (b) Exemple d'un faciès de rupture d'une éprouvette n'ayant pas amorcé sur un manque de fusion (bleu sur le graphique), et (c) Exemple d'un faciès de rupture d'une éprouvette ayant rompu à partir de manque de fusion.	148
4.7	Boucles $\sigma - \varepsilon$ de fatigue oligocyclique à demi-vie pour : (a) $\varepsilon_t = \pm 0.3\%$, (b) zoom de la figure (a), (c) $\varepsilon_t = \pm 0.5\%$ et (d) zoom de la figure (c). Les traits en tirets représentent les éprouvettes contenant de larges manques de fusion.	149
4.8	(a) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (b) avec la prise en compte de la surface portante réelle pour C3 et P4. Les traits en tirets représentent les éprouvettes contenant de larges manques de fusion.	150
4.9	Boucles $\sigma - \varepsilon$ de fatigue oligocyclique à demi-vie à pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (b) de $\pm 0.5\%$. (c) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (d) de $\pm 0.5\%$	154
4.10	(a) Diagramme S-N des éprouvettes contenant de gros manques de fusion et (b) analyse probabiliste de la rupture en fatigue des lots Chess, C3 et P4	157
4.11	Faciès de rupture observés au MEB après essais de fatigue (a) C3 - 637 000 cycles - $\sigma_{max} = 233$ MPa, (b) P4 - 590 000 cycles - $\sigma_{max} = 187$ MPa et (c) Chess - 379 000 cycles - $\sigma_{max} = 160$ MPa. Pour faciliter leur visibilité certains manques de fusion sont entourés en blanc.	158
4.12	Diagramme de Kitagawa-Takahashi pour les lots d'éprouvettes Chess, P4 et C3.	160
4.13	Histogramme en taille (diamètre de Feret) des défauts des lots (a) C3, (b) P4 et (c) Chess. Les diamètres moyens (D_{moy}), médians (D_{50}), du dernier décile (D_{90}), du dernier centile (D_{99}), et le diamètre maximal sont indiqués. De plus, le nombre de défauts par mm^3 (N) et le taux volumique de défauts (ρ) renseignent sur la quantité totale de défauts. Ces grandeurs sont déterminées à partir des analyses par tomographie X sur des éprouvettes saines.	162
4.14	Histogrammes des tailles de défauts déterminées par tomographie pour (a) l'éprouvette Chess A ($7, 1.10^4$ cycles - 140 MPa), (b) l'éprouvette Chess B ($4, 1.10^5$ cycles - 140 MPa) et faciès de rupture correspondants observés en microscopie optique pour (c) l'éprouvette A et (d) l'éprouvette B	164
4.15	(a) Diagramme S-N des éprouvettes Chess après différents TThs, (b) Diagramme de Kitagawa correspondant aux mêmes essais	165
4.16	Diagramme S-N des éprouvettes SR, Rot et P2	166
4.17	Faciès de rupture observés au MEB après essais de fatigue (a) Rot - 700 000 cycles - $\sigma_{max} = 306$ MPa - Amorçage à partir d'une porosité gazeuse, (b) Rot - 43 000 cycles - $\sigma_{max} = 328$ MPa - Amorçage à partir d'un plan de glissement. La zone entourée en jaune montre le plan de glissement d'un grain, (c) SR - 13 000 cycles - $\sigma_{max} = 340$ MPa. Amorçage à partir d'un manque de fusion, (d) SR - 565 000 cycles - $\sigma_{max} = 300$ MPa - Amorçage à partir d'une caractéristique microstructurale. Le défaut présent sur l'image ne semble pas participer à l'amorçage de la fissure de fatigue. (e) P2-650°C - 211 000 cycles - $\sigma_{max} = 348$ MPa - Amorçage à partir d'un manque de fusion fin.	167

4.18	Image MEB après attaque d'un défaut de manque de fusion originaire d'un manque de recouvrement entre deux bains de fusion sur une éprouvette P2 après chargement en fatigue. Deux fissures secondaires ont amorcé au niveau de ce manque de fusion.	168
4.19	(a) Diagramme de Kitagawa incluant les défauts formellement identifiés sur les éprouvettes SR, Rot et P2. Ces points apparaissent en rouge pour une meilleure visibilité par rapport aux autres points. (b) Zoom dans le diagramme de Kitagawa avec un code couleur dépendant de la durée de vie des défauts et (c) un code couleur dépendant de leur circularité.	169
4.20	Suivi au MEB de l'activité plastique en surface d'une éprouvette P2 cyclée à 330 MPa à (a) 250 000 cycles, (b) 500 000 cycles, (c) 750 000 cycles et (d) faciès de rupture observé après rupture à 916 000 cycles. Sur l'image (c), les fissures sont pointées par des flèches noires. Sur l'image (d) le manque de fusion est entouré en blanc.	172
4.21	Suivi au MEB de l'activité plastique en surface d'une éprouvette SR cyclée à 330 MPa. (a) Groupe de bandes de glissement observé à 1.2 mm de la fissure principale, à $2,5 \cdot 10^5$ cycles, et (b) nombreux groupes de bandes de glissement entourés en jaune et observés après $3 \cdot 10^5$ cycles.	173
4.22	Cartographies de figure de pôles inverses après fissuration en fatigue d'une éprouvette (a) SR ($9,5 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 330$ MPa) et (b) P2 ($2 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 370$ MPa). Le sens de chargement est horizontal (grosses flèches noires). Sur (a), des bandes de glissement en surface sont mises en valeur par les petites flèches noires.	174
4.23	(a) Groupement de bandes de glissement observé sur une éprouvette SR cyclée à $\sigma_{max}=300$ MPa pendant 1 000 000 de cycles. Ce groupement de bandes, localisé à 2.8 mm de la fissure principale, est la cause de l'amorçage des deux fissures de fatigue visibles sur l'image. En (b), une micro-fissure amorçant à partir de bandes de glissement sur une éprouvette Rot. L'image (c) montre la forte interaction entre la fissure principale d'une éprouvette SR ($\sigma_{max}=280$ MPa - 1 000 000 de cycles) et les bandes de glissements avoisinantes. L'image (d) montre un grain révélé sur le faciès de rupture et les nombreux plans de glissement (pointés par des flèches noires) émergeants à la surface de ce grain.	175
4.24	Cartographies de phase des éprouvettes (a) SR ($9,5 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 330$ MPa) et (b) P2 ($2 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 370$ MPa). Les cartographies de figure de pôle inverse sont exposées en figure 4.22. Rouge = austénite, bleu = martensite.	176
4.25	Diagramme S-N des éprouvettes P2 après différents traitements thermiques	178
4.26	Diagramme S-N des éprouvettes P2 après différents traitements thermiques normalisé par la limite d'élasticité correspondant à chaque température de traitement	180
4.27	Observation des fûts d'éprouvettes SR (TTh650°C) après attaque chimique montrant : (a) Des plans de glissement (flèche noire) traversant des bains de fusion (blanc) et franchissant des cellules de micro-ségrégations (orientés selon flèches jaunes). L'image (b) montre d'autres plans de glissement traversant les cellules de micro-ségrégations et l'image (c) une fissure se propageant le long d'un plan de glissement	182
5.1	Schéma (vue du dessus) de la ligne SALSA à l'ILL. Extrait du site internet de la ligne SALSA [203].	188

5.2	(a) (b) Photo annotée du montage de fatigue <i>in-situ</i> et (c) configuration de mesure des déformations axiales.	189
5.3	Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) P2, (c) C3, et (d) P4 à l'état as-built. Des cartographies plus grandes et d'autres plans d'analyse sont disponibles en annexe A. Entre l'état as-built et les TThs à 650°C ou 900°C les morphologies de grains et orientations cristallines ne varient pas (voir chapitre 3, section 3.4.1)	191
5.4	Visualisation d'un pic de diffraction (220). Les points correspondent aux intensités relevées par le détecteur pour chaque angle 2θ . La courbe pleine est un fit Pseudo-Voigt et les pointillés représente le fit du bruit de fond par une fonction quadratique.	193
5.5	(a) Évolutions des déformations microscopiques en fonction de la déformation macroscopique lors d'un chargement de traction uniaxiale : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$	194
5.6	(a) Évolutions des déformations microscopiques en fonction de la contrainte macroscopique lors d'un chargement de traction uniaxiale : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$	196
5.7	(a) Évolutions des déformations microscopiques sur un cycle de fatigue oligocyclique stabilisé : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$	198
5.8	(a) Évolutions normalisées des déformations microscopiques et de la contrainte macroscopique en fonction du nombre de cycles pour les éprouvettes : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs ne sont pas affichées, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$	200
5.9	Comparaison des cycles macroscopiques stabilisés des éprouvettes P2-650 et P2-900.	201
5.10	Visualisation de l'agrégat polycristallin maillé utilisé pour les calculs relatifs à l'expérience de diffraction des neutrons. Les couleurs n'ont pas de signification.	202
5.11	Schéma illustrant l'angle α formé par le vecteur de diffraction $\underline{Q}$ et la direction de chargement (LD , <i>Loading direction</i> = BD , <i>Building direction</i>	203
5.12	Schéma illustrant le tirage des orientations des 500 grains de l'agrégat numérique. Cas de la microstructure SR. Les échelles de couleur correspondent à l'intensité de la texture. Cet indice, <i>mrd</i> , <i>multiple of random distribution</i> , est celui utilisé dans tout le manuscrit et est classiquement utilisé dans la littérature.	204
5.13	Comparaison des réponses de l'agrégat polycristallin et du modèle homogénéisé après la seconde optimisation de D_β	206
5.14	Comparaison des réponses de l'agrégat polycristallin et des cycles expérimentaux après la seconde optimisation des coefficients d'écrouissages	207
5.15	Comparaison des réponses expérimentales et simulées des grains diffractants pour la microstructure SR. Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents. Les lignes symbolisent les réponses moyennées sur l'ensemble des grains diffractants d'une même famille, les points de la couleur des lignes correspondent aux réponses de chacun des grains de la famille, et les symboles entourés de noir sont les réponses expérimentales. L'incertitude des réponses expérimentales est inférieure à la taille des symboles.	208

5.16	Figures de pôles inverses des microstructures (a) SR et (b) C3. Les échelles d'intensité de texture sont les mêmes pour faciliter la comparaison entre les deux matériaux.	209
5.17	Comparaison des réponses expérimentales et simulées des grains diffractants pour la microstructure C3. Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents. Les déformations {111} n'ont pas été caractérisées expérimentalement. Les lignes symbolisent les réponses moyennées sur l'ensemble des grains diffractant d'une même famille, les points de la couleur des lignes correspondent aux réponses de chacun des grains de la famille, et les symboles entourés de noir sont les réponses expérimentales. L'incertitude des réponses expérimentales est inférieure à la taille des symboles.	210
5.18	Comparaison des réponses numériques des grains diffractants plongés dans une matrice d'orientation peu texturée (Ori1=SR) ou fortement texturée (Ori3=C3). Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents.	211
5.19	Tests préliminaires de DCT. (a) Photographie d'une pointe polie électrochimiquement, (b) cliché de diffraction 2D DCT d'une pointe à l'état as-built, (c) à l'état TTh1000°C-2h, (d) à l'état TTh1100°C-2h, et (e) à l'état TTh1200°C-2h. Attention à l'interprétation de ces figures, le volume d'échantillon illuminé varie d'un cliché à l'autre, la distance échantillon-détecteur peut aussi être différente. Ces images sont uniquement à analyser pour évaluer la mosaïcité des grains.	213
5.20	Analyse EBSD de l'échantillon 316L-ESRF après TTh de 2h à 1200°C. Le plan analysé est celui de normale <u>BD</u> . (a) Cartographie de figure de pôle inverse et (b) cartographie de recristallisation (bleu=recristallisé, rouge=non recristallisé). Les mêmes paramètres qu'au chapitre 3 sont utilisés comme critères de recristallisation (désorientation interne moyenne <1° et désorientation interne max <5°). La taille de pixel utilisée pour l'EBSD est de 5µm, ce qui explique les cannelures aux joints de grains.	214
5.21	Photographie de la machine Nanox. Une éprouvette est visible au sommet de la machine.	215
5.22	Dimensions des éprouvettes NanoX utilisées lors de l'expérience ESRF (dimensions en mm)	215
5.23	Photographie de la ligne ID11. La machine NanoX est placée sur la plateforme motorisée. Le faisceau provient de la source à droite de l'image. Les détecteurs ne sont pas en position de mesure.	216
5.24	Images en configuration de mesure. Ces images sont prises via une caméra située au-dessus de la source. (a) Configuration de mesure 3DXRD, (b) configuration de mesure de tomographie et (c) configuration de mesure en topo-tomographie.	217
5.25	Schéma de mesures de l'expérience de traction <i>in – situ</i> . Les étoiles bleues correspondent à un scan de 3DXRD et les étoiles vertes à une tomographie.	218
5.26	Schéma de mesures de l'expérience de fatigue <i>in – situ</i>	219
5.27	Cliché de diffraction 3DXRD (a) brut et (b) après la procédure de nettoyage. Cliché obtenu sur l'éprouvette de fatigue, à l'état initial.	221
5.28	Variation du nombre de grains détectés en 3DXRD en fonction de la contrainte macroscopique.	222

5.29	Résultat d'une simulation numérique montrant l'évolution des déformations élastiques le long de l'axe de traction ($\varepsilon^{33,el}$), plastiques ($\varepsilon^{33,p}$) et totales ($\varepsilon^{33,tot}$) en fonction de la contrainte macroscopique appliquée σ_{macro}^{33} et de l'orientation des grains considérés. Les résultats obtenus sont des moyennes provenant de plusieurs grains d'orientations proches (voir en partie suivante)	223
5.30	Cartographies de l'évolution des déformations ε_{33} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains projetées dans le plan XY de l'échantillon. Ce plan correspond à la section portante de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.	224
5.31	Évolution des déformations ε_{33} extraites de chaque grains détecté en 3DXRD en fonction de la contrainte macroscopique et de l'orientation des grains. La position des grains dans le triangle IPF cubique est définie par leur orientation mesurée en 3DXRD. Le rayon de leur cercle correspond à leur volume relatif.	225
5.32	Cliché intégré de topo-tomographie à un angle ω donné (a) à l'état initial et (b) après l'ensemble des chargements en fatigue	226
5.33	Évolution de (a) l'amplitude $\Delta\varepsilon^{33}$ et (b) de la déformation moyenne $\bar{\varepsilon}^{33}$ le long de la direction de chargement en fonction du nombre de cycles de fatigue. Les couleurs des courbes correspondent aux orientations le long de la direction de chargement définies par la figure de pôle inverse en (c). La taille des cercles est proportionnelle au volume relatif des grains. Les numéros de la figure (c) sont purement à caractère nominatif.	227
5.34	Analyses EBSD de l'éprouvette 316L-ESRF après essai de fatigue. (a) Cartographie de figure de pôle inverse orientée le long de la direction de chargement et (b) cartographie de désorientation des joints de grains. . . .	229
5.35	Représentation de l'agrégat numérique utilisé pour les calculs liés à l'expérience de 3DXRD. Il a été généré et maillé avec Neper. Les couleurs n'ont pas de signification.	230
5.36	Représentation de la méthodologie du choix des orientations de l'agrégat numérique pour les calculs de 3DXRD.	231
5.37	Comparaison des données expérimentales (P2-1200°C), de la réponse du calcul homogénéisé et du calcul sur agrégat. Ce sont les contraintes et déformations macroscopiques qui sont tracées ici (en opposition aux déformations microscopiques précédemment étudiées en 3DXRD)	232
5.38	Comparaison des déformations élastiques le long de l'axe de traction obtenues expérimentalement ($\varepsilon_{exp}^{33,el}$) et par simulation ($\varepsilon_{sim}^{33,el}$).	233
5.39	(a) Comparaison des réponses moyennes par groupe d'orientation entre le calcul et l'expérience. (b) Analyse des dispersions expérimentales et (c) analyse des dispersions simulées.	235
A1	Taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0°= horizontal, 90°= vertical = BD) . .	266
A2	Agencement du plateau	267
A3	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité.	267
A4	Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD	268
A5	Agencement du plateau	269
A6	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité	269

A7	(a) Cartographies d'orientation en EBSD du plan LD et (b) figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD	270
A8	Agencement du plateau	271
A9	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité	271
A10	Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD	272
A11	Agencement du plateau	273
A12	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité	273
A13	Cartographies d'orientation en EBSD des (a) Plan LD, (b) plan BD et (d) figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD . .	274
A14	Agencement du plateau	275
A15	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité	275
A16	Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD	276
A17	Agencement du plateau	277
A18	Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité	277
A19	Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD	278
B1	Cartographies de contraste de bande et histogrammes de taille de grain de l'échantillon Chess avec les joints de grains définis comme étant supérieurs à (a,d) 5°, (b,e) 10° et (c,f) 15°.	279
C1	Images MEB (BSE) après découpe FIB d'un grain de poudre (a)-(c) du lot 1 et (b)-(d) du lot 2. La partie apparaissant en claire sur les images (a) et (b) correspond au dépôt de platine nécessaire à la découpe FIB.	280
D1	Vue du dessus du plateau P5	281
D2	Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure des cubes lasés à (a) 90°, (b) 45° et (c) 0° par rapport au flux d'argon	282
D3	Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure du cube lasé à 90° par rapport au flux d'argon. (a) faible grandissement et (b) fort grandissement	282
D4	Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure du cube lasé à 45° par rapport au flux d'argon	283
E1	Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) Rot-650°C, (b) Rot-800°C, (c) Rot-1000°C et (d) Rot-1200°C	284
E2	Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) Rot-AB°C, (b) Rot-650°C, (c) Rot-800°C et (d) Rot-1000°C	285
E3	Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) P2-AB, (b) P2-650°C, (d) P2-900°C et (d) P2-1200°C	286
E4	(a) Courbes de traction, (b) évolution des propriétés en traction en fonction de la température et (c) comparaison des évolutions relatives entre les nuances P2 et Rot	288
F1	Diffractogrammes des échantillons Chess réalisés après différentes températures de TThs : (a) AB, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 650°C, (e) 800°C, (f) 900°C, et (g) 1200°C	290

F2	Zoom entre 42 et 52° sur les diffractogrammes des échantillons Chess réalisés après différentes températures de TThs : (a) AB, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 650°C, (e) 800°C, (f) 900°C, et (g) 1200°C	291
G1	Évolution de la température en fonction du nombre de cycles lors d'un palier d'essais d'auto-échauffement	293
G2	Courbes d'auto-échauffement de (a) Chess-650°C, (b) P4-650°C, (c) C3-650°C, (d) SR-650°C, (e) P2-As buit, (f) P2-650°C, et (g) P2-900°C	294
H1	Image de tomographie obtenue sur l'échantillon de fatigue <i>in-situ</i> B2 avant essai. Le carré blanc de 500 µm définit la zone d'analyse en 3DXRD, les trois rectangles roses montrent les zones de scan de DCT à l'état initial.	297
H2	Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction <i>in-situ</i> . Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de 30 µm de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{33}^{coeur} et σ_{33}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.	298
H3	Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction <i>in-situ</i> . Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de 30 µm de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{11}^{coeur} et σ_{11}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.	299
H4	Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction <i>in-situ</i> . Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de 30 µm de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{22}^{coeur} et σ_{22}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.	300
H5	Cartographies de l'évolution des déformations ε_{11} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains dans le plan XY de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.	301
H6	Cartographies de l'évolution des déformations ε_{22} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains dans le plan XY de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.	301
I1	Cliché intégré de topo-tomographie à un angle ω donné pour les trois grains suivis aux états initiaux (a,c,e) et après les deux blocs de chargement en fatigue (b,d,f). (a-b) Grain A, (c-d) grain B et (e-f) grain C.	302

Liste des tableaux

1.2	Composition chimique (en % massique) de l'acier 316L définie par la norme EN-10028-7 [3]	13
1.4	Exemples de propriétés en traction monotone rapportées dans la littérature. σ_{el} est la limite d'élasticité, σ_{max} la résistance maximale en traction et ε_r l'allongement à rupture.	20
1.6	Définition des 12 systèmes de glissement $\{111\} < 110 >$ considérés dans une structure cubique. La numérotation utilisée dans la suite <i>Z-set</i> ainsi que la correspondance avec le système de Schmid & Boas sont renseignées. Adapté de [74] et [66].	23
1.8	Coefficients d'élasticité cubique d'un acier 316L LPBF [255].	34
1.10	Coefficients de la matrice d'interaction d'un acier 316L conventionnel [74].	36
1.12	Ordre de grandeur du volume analysé par les différentes techniques de diffraction pour les aciers.	42
2.1	Composition chimique (en % massique) des deux lots de poudres comparés à la norme EN-10028-7 [3]. Le fer est l'élément principal.	54
2.2	Propriétés physiques des poudres, rapportées de [256]. D_{10} est le diamètre pour lequel 10% des poudres ont un diamètre inférieur, D_{50} est le diamètre médian, et D_{90} est le diamètre pour lequel 90% des poudres ont un diamètre inférieur.	54
2.3	Noms des plateaux. En italique les plateaux sans éprouvettes d'essais mécaniques.	55
2.4	Définition des deux paramètres laser utilisées pour la fabrication des grands cylindres. P est la puissance laser, v_b sa vitesse de déplacement, t est la hauteur de couche, h la distance inter-cordons et D le diamètre du laser. La densité d'énergie volumique est définie au chapitre, équation 1.1.	57
2.5	Paramètres, stratégies et poudres utilisées pour la fabrication des grands cylindres	57
2.6	Calcul des pourcentages de Cr et Ni équivalents pour les poudres des lots 1 et 2 et pour 14 poudres de la littérature.	67
2.7	Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie	69
2.8	Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie	78
2.9	Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie.	80
2.10	Diamètre moyen des cellules de micro-ségrégations des 6 lots (état 650° C - 2 h)	89

3.1	Compositions chimiques de la matrice et des précipités mesurées par MEB-EDS et comparées à la composition de la poudre donnée par le fabricant. . .	109
3.2	Évolution de taille des cellules de dislocations avec la température de TTh . . .	115
4.1	États de traitements thermiques étudiés pour les différentes éprouvettes. Une croix symbolise que des éprouvettes de cet état sont étudiées à un moment du chapitre 4.	141
4.2	Durées de vie en fatigue oligocyclique (en nombre de cycles)	151
4.3	Durées de vie en fatigue oligocyclique (en nombre de cycles). Les X représentent une absence de données.	153
4.4	Tailles de défaut médianes normalisées et tailles de défauts minimales normalisées par la taille de grain moyenne dans le plan de fissuration . . .	159
4.5	Comparaison des diamètres de Feret obtenus en tomographie et sur les faciès de rupture.	161
4.6	Comparaisons des tailles de grains et de défauts des lots P2 et SR. χ et χ_{min} sont définis par l'équation 4.1	170
4.7	Valeurs de SFE et de $M_d(30)$ des poudres des lots 1 (nuance SR) et 2 (nuance P2) calculées à partir des équations 4.4 pour la SFE et 4.5 pour $M_d(30)$	176
5.1	Angles de diffraction 2θ des familles de plans étudiées	190
5.2	Objectif 1 ; évolution des déformations ε_{hkl} au cours d'un essai de fatigue. Une croix correspond à une mesure de diffraction sur les 4 (3 pour C3) plans diffractants au maximum du cycle (à +0.5%)	192
5.3	Objectif 2 ; évolution des déformations ε_{hkl} sur un cycle de fatigue oligocyclique. Pour chaque niveau une mesure de diffraction des neutrons sur les 4 (3 pour C3) plans diffractants est effectuée	192
5.4	Modules élastiques microscopiques (en GPa) déterminés par diffraction des neutrons et comparés à des valeurs issues de la littérature. Les données sont calculées selon la moyenne de la réponse de toutes les éprouvettes testées pour toutes les microstructures. Les écarts relatifs des minimums et maximums par rapport à la moyenne sont renseignés entre crochets. La méthode utilisée est renseignée entre parenthèses.	195
5.5	Angles de diffraction 2θ des familles de plans étudiées et désorientations maximales α_{max} correspondantes	203
5.6	Coefficients de la loi matériau utilisée pour les calculs relatifs à l'expérience ILL. R_0 , Q , b , C et D ont été identifiés à partir de 3 cycles expérimentaux à trois niveaux de déformations imposées issus de trois essais distincts. Les coefficients de la matrice d'élasticité sont tirés de Zinovieva et al. [255] et ceux de la matrice d'interaction $\underline{h}$ de la thèse de Guerchais [74].	207
5.7	Taux de macles de la microstructure 316L-ESRF avant et après essai de fatigue. Ces estimations ne sont pas réalisées sur la même surface. La fraction totale est calculée en ne considérant que les systèmes $\Sigma 3, 5, 7$ et 9	229
5.8	Coefficients de la loi matériau utilisée pour les calculs relatifs à l'expérience de 3DXRD. Seul R_0 a été modifié par rapport aux valeurs utilisées pour simuler l'expérience ILL. Les coefficients de la matrice d'élasticité (C_{ij}) proviennent de Zinovieva et al. [255], ceux de la matrice d'interaction (h_i) sont extraits de la thèse de Guerchais [74]	232
A2	Paramètres de fabrication	267
A4	Propriétés de la microstructure	268
A6	Propriétés mécaniques quasi-statiques	268

A8	Paramètres de fabrication	269
A10	Longueurs internes de la microstructure	270
A12	Propriétés mécaniques quasi-statiques	270
A14	Paramètres de fabrication	271
A16	Longueurs internes de la microstructure	272
A18	Propriétés mécaniques quasi-statiques	272
A20	Paramètres de fabrication	273
A22	Longueurs internes de la microstructure	274
A24	Propriétés mécaniques quasi-statiques	274
A26	Paramètres de fabrication	275
A28	Longueurs internes de la microstructure	276
A30	Propriétés mécaniques quasi-statiques	276
A32	Paramètres de fabrication	277
A34	Longueurs internes de la microstructure	278
A36	Propriétés mécaniques quasi-statiques	278
C1	Composition chimique (<i>en % massique</i>) des deux lots de poudres comparés à la norme ASTM A240 [3]. Le fer est l'élément principal.	280
D2	Paramètres de fabrication	281
E2	Densité de LAGB à l'état as-built pour différentes nuances d'acier 316L LPBF	287
E4	Propriétés mécaniques à différents états de TTh	288
G2	Comparaison des limites de fatigue obtenues par auto-échauffement et courbes S-N	296

Introduction

Contexte scientifique et industriel

La fabrication additive métallique est de plus en plus répandue dans le milieu industriel, et ce, dans la plupart des secteurs. De grands acteurs du nucléaire (CEA, Framatome, EDF, etc), de l'aérospatial (Airbus, Safran, Ariane, etc), de la défense (MBDA, Dassault, DGA, etc) ou encore de l'automobile (Michelin, BMW, Ford, etc) intègrent progressivement les procédés additifs métalliques dans leur chaîne de fabrication. Ils y voient de nombreuses opportunités. Parmi les plus évidentes, citons la diminution du poids des pièces, la réduction des temps de développement de nouveaux composants, des possibilités de personnalisation inédites et le faible impact écologique du procédé.

Parmi les procédés additifs métalliques, celui de fusion laser sur lit de poudre (laser powder bed fusion, LPBF) est le plus mature et le plus utilisé industriellement à ce jour. Cette technologie offre une grande liberté de design en permettant la fabrication de pièces complexes avec une bonne résolution. Les matériaux issus de ce procédé montrent des propriétés mécaniques et chimiques bien différentes de ceux issus des procédés conventionnels (forgeage, laminage, fonderie, etc). Ces différences s'expliquent par l'impact du procédé LPBF, caractérisé par des cycles thermiques extrêmement rapides, sur les microstructures générées. Les microstructures LPBF sont souvent hors équilibre avec des défauts et des hétérogénéités à plusieurs échelles (cellules de dislocations, manques de fusion, micro-ségrégations chimiques, nano-oxydes, etc).

Un des principaux avantages de ce procédé est qu'il permet de contrôler la microstructure des pièces fabriquées. Ce contrôle peut se faire à l'échelle du polycristal, directement via les paramètres procédés, ou à des échelles plus fines, via l'utilisation de traitements thermiques post-fabrication. Cette opportunité de contrôle microstructural offre la possibilité d'étudier en détail l'effet de la microstructure sur le comportement en fatigue des métaux. De nombreuses études sur le sujet existent déjà pour des procédés conventionnels, en particulier sur la compétition entre microstructure et défauts à l'amorçage de fissures de fatigue. Cependant, dans celles-ci la microstructure héritée du procédé est souvent subie et seuls les défauts peuvent être facilement contrôlés. Le procédé LPBF offre la possibilité de changer de paradigme et ainsi d'approfondir ces études fondamentales en contrôlant la microstructure à différentes échelles.

Pour cela, de nombreux alliages métalliques pourraient être utilisés. Parmi eux, les aciers austénitiques ont la particularité de conserver, une fois fabriqués, de nombreuses traces microstructurales liées au procédé. Cette caractéristique en fait de bons candidats pour parvenir à un certain contrôle de la microstructure via le procédé ou des traitements thermiques associés. En particulier, l'acier 316L est un des aciers les plus étudiés par la communauté scientifique et le choix de ce matériau permettra donc de nombreuses comparaisons avec la littérature.

Par ailleurs, cette nuance d'acier est couramment utilisée dans les industries chimiques, nucléaires et agro-alimentaires du fait de son excellente résistance à la corrosion et de ses bonnes propriétés mécaniques relativement à son prix. Il existe donc un intérêt industriel fort pour l'étude de ce matériau obtenu par LPBF. La compréhension de l'impact du procédé LPBF sur la microstructure et donc sur les propriétés mécaniques de l'acier 316L est primordiale afin d'assurer et d'optimiser le comportement et la durabilité des pièces qu'il constitue.

C'est dans ce contexte que se place cette thèse financée par le CNRS via le programme 80|Prime qui est destiné à soutenir et renforcer l'interdisciplinarité entre instituts du CNRS. Les travaux présentés dans ce mémoire concernent le défi « Transition Énergétique » du

Contrat d'Objectifs et de Performance (COP) du CNRS. Pour cette thèse, 3 laboratoires du Sud-Ouest ont collaboré, deux appartenant à l'INSIS, l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I2M) et l'Institut Clément Ader (ICA) à Toulouse et un appartenant à l'INC, le Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux (CIRIMAT) de Toulouse.

Problématique, enjeux et objectifs

L'objectif général de la thèse est d'établir des liens entre les différentes échelles de microstructures engendrées par le procédé LPBF et le comportement en fatigue de l'acier 316L. Pour la suite de ce manuscrit nous nommerons 316L LPBF, le matériau issu du procédé LPBF, qui génère une microstructure hiérarchisée engendrant des propriétés mécaniques différentes de l'acier 316L obtenu par voies conventionnelles. Le lien entre les différentes échelles de cette microstructure et les propriétés mécaniques, notamment en fatigue, n'est pas encore totalement compris et reste sujet à débat dans la littérature. La compréhension de ces liens est d'un intérêt majeur pour la communauté. Elle permettrait à termes d'améliorer les propriétés des aciers 316L LPBF en favorisant par exemple certains « designs » microstructuraux.

Néanmoins, de nombreux verrous scientifiques restent à élucider pour comprendre comment les microstructures engendrées par le procédé LPBF affectent le comportement en fatigue de l'acier 316L. Pour tenter d'apporter des réponses à cette problématique, les questions suivantes seront abordées dans le manuscrit :

- Un contrôle de la microstructure par le procédé est-il atteignable? Et à quelles échelles?
- En quoi les traitements thermiques peuvent-ils être des outils de contrôle de la microstructure?
- Comment la compétition entre microstructure et défauts à l'amorçage des fissures de fatigue est affectée par les propriétés de l'acier 316L LPBF?
- Le comportement micro-mécanique de l'acier 316L LPBF est-il comparable à celui des aciers obtenus par voie conventionnelle?
- Comment les grands instruments, couplés à la simulation numérique, peuvent-ils apporter des éléments de compréhension du comportement mécanique local de l'acier 316L LPBF?

Démarche et structure du manuscrit

La démarche globale suivie dans cette thèse est séparée en deux volets. Tout d'abord, **le lien entre le procédé et la microstructure** a été investigué dans le but d'obtenir des éprouvettes à microstructure contrôlée. Pour cela, l'influence des paramètres procédés sur la microstructure polycristalline et les défauts ont été étudiés. Ensuite, afin de contrôler les échelles inférieures de la microstructure, des traitements thermiques ont été utilisés.

Suite à cette première partie d'investigations, plusieurs lots d'éprouvettes ont été sélectionnés pour le second volet de la thèse. L'objectif de ce dernier est de comprendre **le rôle de la microstructure aux différentes échelles sur le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF**. Des essais de traction et divers essais de fatigue ont été réalisés afin d'étudier le comportement macroscopique. En parallèle, une approche couplant les grands

instruments et la simulation numérique a été mise en place pour étudier le comportement à l'échelle des grains. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont divisés en cinq chapitres distincts :

Le premier chapitre est dédié à un état de l'art autour de la problématique générale. L'objectif de ce chapitre est d'introduire les notions et concepts clés issus de la littérature et nécessaires à la bonne compréhension du manuscrit. Les opportunités et verrous scientifiques liés au procédé LPBF y sont introduits. Plus particulièrement, les liens entre les paramètres procédés, les défauts et la microstructure de l'acier 316L LPBF sont discutés. Les propriétés mécaniques résultantes et leurs évolutions avec les traitements thermiques sont traitées. Enfin, les notions essentielles du comportement en fatigue des métaux sont exposées.

Le deuxième chapitre concerne l'étude du lien entre les paramètres procédés, les défauts, la microstructure et les propriétés mécaniques statiques de l'acier 316L LPBF. Ce chapitre n'a pas pour vocation à être exhaustif sur le sujet. L'objectif est d'atteindre une compréhension suffisante du procédé pour permettre la réalisation d'éprouvettes de fatigue à populations de défauts et microstructure polycristalline contrôlée.

Dans le troisième chapitre, les traitements thermiques sont utilisés afin de contrôler la microstructure aux échelles micro et nanométriques. Cette démarche a pour but d'obtenir des éprouvettes de fatigue à microstructure contrôlée à des échelles fines. Pour cela, une étude de l'influence de la température de traitement sur la microstructure et les propriétés mécaniques quasi-statiques est réalisée.

Le quatrième chapitre de cette thèse est l'aboutissement de la démarche employée dans les chapitres précédents. Il présente le comportement en fatigue des différents lots d'éprouvettes dont les populations de défauts et microstructures aux différentes échelles ont été optimisées. Le comportement en fatigue à faible et grand nombre de cycles est étudié et l'influence des défauts et des spécificités microstructurales de l'acier 316L LPBF est discuté.

Enfin, le dernier chapitre vise à apporter des éléments de compréhension du comportement mécanique local de l'acier 316L LPBF. Pour cela, une démarche couplant l'utilisation des grands instruments et la modélisation numérique, basée sur la théorie de plasticité cristalline, est présentée.

Pour finaliser ce manuscrit, les résultats principaux sont rassemblés dans une conclusion générale et des perspectives sont proposées. Enfin, des annexes sont rassemblées en fin de document, elles apportent des informations complémentaires à l'étude principale.

CHAPITRE 1

État de l'art

*Je passe mon temps à faire ce que je ne sais pas faire,
pour apprendre à le faire.*
— Pablo Picasso

Contents

1.1 Introduction 6

1.2 La fabrication additive métallique par fusion laser sur lit de poudre . 7

1.2.1 Description 7

1.2.2 Opportunités 8

1.2.3 Challenges 9

1.3 L'acier 316L obtenu par fusion laser sur lit de poudre 13

1.3.1 Composition et microstructure 13

1.3.2 Les traitements thermiques de l'acier 316L LPBF 17

1.3.3 Comportement en traction monotone de l'acier 316L LPBF 18

1.4 Comportement en fatigue des métaux 21

1.4.1 Généralités sur la fatigue 21

1.4.2 Compétition microstructure-défauts à l'amorçage des fissures de fatigue 22

1.4.3 Propagation de fissures en fatigue 27

1.4.4 Comportement de l'acier 316L LPBF en fatigue 30

1.5 Les grands instruments et la simulation numérique pour comprendre le comportement mécanique des polycristaux 33

1.5.1 Simulation numérique en plasticité cristalline 33

1.5.2 Diffraction et grands instruments 41

1.5.3 Couplage entre grands instruments et simulation 46

1.6 Conclusions du chapitre 49

1.1 Introduction

Ce chapitre a pour but d'introduire les différents concepts utiles à la compréhension du manuscrit et les résultats majeurs de la littérature liée au sujet. Il n'a aucune vocation à être exhaustif.

Le procédé de fabrication additif de fusion laser sur lit de poudre est tout d'abord introduit. Les challenges et opportunités liées à ce procédé sont présentés.

Les microstructures et caractéristiques mécaniques de l'acier 316L LPBF sont présentées. Leurs évolutions avec les traitements thermiques sont discutées au regard des études de la littérature. Un soin particulier est apporté pour mettre en avant quel est le lien entre les caractéristiques microstructurales de l'acier 316L LPBF et ses propriétés mécaniques.

Ensuite, des discussions sur le comportement en fatigue des métaux sont présentées pour introduire les notions les plus essentielles à la compréhension du sujet. Plus particulièrement, le concept de compétition microstructure - défauts à l'amorçage des fissures de fatigue est discuté. Une attention particulière est portée à l'interaction entre les mécanismes de fissuration en fatigue et la microstructure.

Enfin, la dernière partie du chapitre est consacrée à la compréhension des mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue par l'utilisation du dialogue entre simulation numérique et données issues des grands instruments. Sont également présentés ici les principes généraux de la diffraction et les possibilités offertes par les grands instruments vis-à-vis de la compréhension du comportement micromécanique des métaux. Le formalisme de la méthode de simulation numérique par éléments finis en plasticité cristalline est introduit et les possibilités de couplage avec les grands instruments sont présentées.

1.2 La fabrication additive métallique par fusion laser sur lit de poudre

1.2.1 Description

Le principe de la fabrication additive consiste à la création d'une pièce par ajout de matière à partir d'un modèle CAO. Le modèle CAO est numériquement découpé par couches horizontales puis, dans le cadre du procédé de fusion laser sur lit de poudre, la trajectoire du laser est alors définie selon les paramètres utilisateurs et générée par des logiciels spécialisés. Le fichier généré peut alors être transmis à la machine de fabrication.

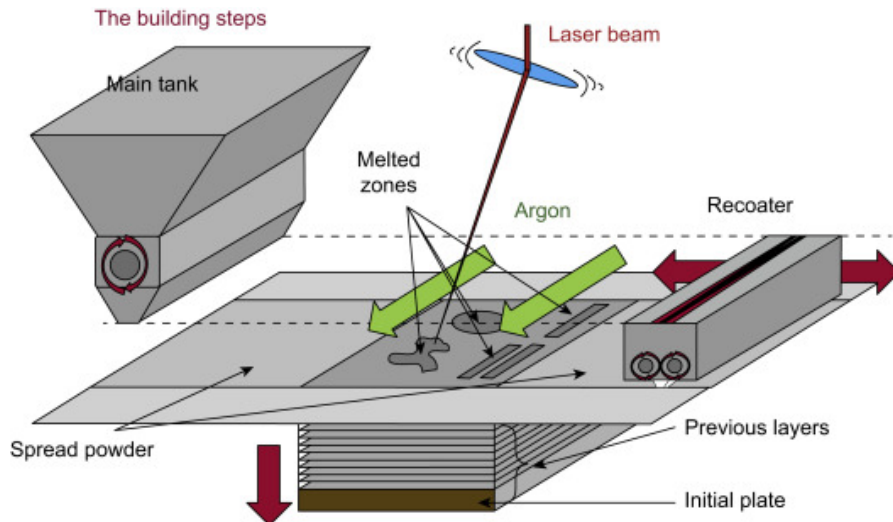


FIGURE 1.1 : Schéma d'une chambre de fabrication par fusion laser sur lit de poudre [204].

La chambre de fabrication de la machine est principalement composée d'un plateau de fabrication, mobile selon l'axe vertical (Z), et d'un recoater. Un schéma d'une chambre de fabrication est disponible en figure 1.1. Le recoater a pour fonction première d'étaler la poudre. Sur certaines machines, un rouleau destiné à compacter le lit de poudre est présent dans la chambre de fabrication. Les différentes étapes de la fabrication sont résumées comme suit :

1. Une couche uniforme de poudre est déposée par le recoater sur le plateau de fabrication.
2. Le laser fond la poudre avec les paramètres et le trajet défini par le fichier de fabrication. Au point focal du laser est formé un bain de fusion de métal liquide.
3. Le plateau descend d'une hauteur, définie par l'utilisateur, et appelée hauteur de couche (classiquement entre 30 et 75 μm)

Ces trois étapes élémentaires sont répétées jusqu'à obtention de la pièce complète, comme définie par le fichier de fabrication. La fabrication se déroule sous atmosphère neutre (communément argon ou azote) pour éviter une oxydation excessive du métal en fusion. La poudre non fondue est récupérée en fin de fabrication et peut être réutilisée pour d'autres fabrications en prenant certaines précautions (tamisage des poudres, contrôle de leur taux d'oxygène, etc). En effet, Lu et al. [119] ont montré que les poudres d'acier 316L s'oxydent au fur et à mesure des fabrications. Cependant, Delacroix et al. [46] montrent que les propriétés mécaniques quasi-statiques de pièces obtenues avec des poudres d'acier 316L recyclées 15 fois sont comparables à celles de pièces obtenues avec des poudres neuves.

Les principaux paramètres liés aux procédés peuvent être séparés en trois catégories :

1. **Les paramètres liés à la matière première et à la machine** : composition et granulométrie de la poudre, nature du gaz de balayage utilisé, taille du plateau de fabrication, taille de la chambre de fabrication, *etc.*
2. **Les paramètres liés au laser** : type de laser, puissance du laser (P), vitesse de balayage (v_b), taille du spot laser, *etc.*
3. **Les paramètres liés à la stratégie de lasage** : hauteur de couche (t), espacement inter-cordons (h), motif de lasage, *etc.*

Afin de quantifier l'énergie apportée par le laser à la poudre, des énergies équivalentes peuvent être calculées à partir des paramètres laser et de stratégie de lasage. En particulier, on peut citer l'énergie linéique P/v_b , un paramètre issu du soudage particulièrement bien adapté dans le cas de l'étude de mono-cordons. Cependant, cette mesure linéique a ses limites et ne reflète pas l'apport énergétique total à la pièce qui diffère en fonction des paramètres géométriques tels que l'épaisseur de couche (t) ou la distance inter-cordons (h). Ces paramètres peuvent être pris en compte à travers la densité d'énergie volumique géométrique comme définie dans l'équation 1.1. Bien que d'autres formes existent [6], [77], [256], c'est celle-ci qui est la plus utilisée dans la littérature liée au procédé de fusion laser sur lit de poudre.

$$VED_{geom} = \frac{P}{v_b * h * t} \quad (1.1)$$

1.2.2 Opportunités

Ce paragraphe a pour objectif d'appréhender les avantages liés aux procédés de fabrication additive sur les aspects environnementaux, sociétaux, économiques et scientifiques.

Sur le plan environnemental, les procédés de fabrication additive sont cités pour réduire l'empreinte environnementale comparés aux procédés conventionnels. La possibilité de fabriquer des pièces proches de leur zone d'utilisation, et rapidement, engendre une réduction des coûts environnementaux indirects tels que le transport et le stockage [65]. De plus, une analyse de cycle de vie comparant l'impact des pièces obtenues par procédé soustractif et additif montre bien les avantages environnementaux du procédé de fusion laser sur lit de poudre [65] : la consommation de matière première est réduite, l'énergie employée est moindre¹. En effet, dans le cas des procédés de fusion laser sur lit de poudre, le recyclage des poudres non fondues en fait un procédé peu gourmand en matière première puisque seule la matière nécessaire à la fabrication de la pièce est utilisée. Ainsi, des ratios buy-to-fly² très faibles peuvent être atteints, réduisant ainsi le coût de matière première et l'impact environnemental du procédé. Néanmoins, le recyclage des poudres est souvent limité pour garantir la répétabilité du procédé et l'intégrité des pièces réalisées. Finalement, la diversité des procédés et des usages rend difficile d'estimer quantitativement cette réduction d'empreinte écologique. W.E.Frazier [64] rapporte notamment que l'impact écologique positif des procédés de fabrication additive est réel seulement si les possibilités d'allègement des pièces sont utilisées.

¹Ce dernier point doit tout de même être nuancé puisque la fabrication des poudres par atomisation est énergivore et a un impact environnemental non négligeable.

²Ratio entre la masse de matière première utilisée pour la fabrication d'une pièce et la masse finale de la pièce.

Sur le plan économique, les procédés de fabrication additive sont généralement cités pour être avantageux pour la production de pièces uniques, la réparation et les petites séries [25]. Ils offrent néanmoins d'autres opportunités organisationnelles pouvant générer des gains économiques. En effet, les procédés de fabrication additive accélèrent les phases de développement [90]. Ils apportent une flexibilité pour la conception de nouveaux produits : les temps de développement sont raccourcis et de nombreux prototypes peuvent être testés à moindre coût. Les procédés de fabrication additive simplifient aussi la chaîne d'approvisionnement. Ils apportent un gain d'efficacité et une adaptabilité accrue aux fluctuations du marché [90]. En outre, ces procédés sont garants d'une sécurité sur l'approvisionnement de pièces critiques : sous réserve d'un stock de poudre suffisant, les pièces peuvent être produites en s'affranchissant des aléas liés à un fournisseur extérieur. Finalement, lorsqu'ils sont bien intégrés, les procédés de fabrication additive accélèrent les développements, simplifient et sécurisent les chaînes d'approvisionnement.

Enfin, le procédé de fusion laser sur lit de poudre est particulièrement adapté à la fabrication de pièces à géométries complexes et fines. Il offre des possibilités de design innovantes tel que la fabrication de structures lattices [82], [162], [252] ou de structure issues d'optimisation topologique [137], [221], [225]. Cette complexité dorénavant atteignable offre des possibilités de personnalisation inédites rendant possible, par exemple, la réalisation de prothèses médicales adaptées au patient [90], [221]. De plus, un certain contrôle de la microstructure est dorénavant atteignable par la maîtrise des paramètres de fabrication [236]. Ce résultat ouvre la porte à l'optimisation de la microstructure des pièces en fonction des propriétés attendues [158] ou encore à la réalisation de matériaux à gradients de propriétés [68], [147]. C'est cette possibilité de contrôle microstructural qui a motivé la réalisation de cette thèse sur l'étude du lien microstructure - comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF.

Le procédé de fusion laser sur lit de poudre a donc de multiples avantages, cependant de nombreux challenges restent à relever pour bénéficier pleinement des opportunités qui lui sont liées.

1.2.3 Challenges

1.2.3.1 Rugosité de surface

Tout d'abord, les surfaces brutes obtenues en LPBF sont fortement rugueuses et nécessitent souvent des traitements de parachèvement (usinage, polissage mécanique, polissage chimique, *etc.*) avant d'être utilisées [92], [122]. Sans ces traitements, la résistance en fatigue des pièces obtenues par fusion laser sur lit de poudre est fortement réduite [113], [219] du fait de la présence de nombreux défauts de surface occasionnant l'amorçage de fissures de fatigue [114], [195]. Dans cette thèse, cet aspect ne sera pas étudié, toutes les éprouvettes de fatigue seront usinées et polies pour s'affranchir de l'effet de la rugosité de surface.

1.2.3.2 Contraintes résiduelles (CRs)

Un second problème inhérent au procédé de fusion laser sur lit de poudre est la présence de fortes CRs macroscopiques dans les pièces ainsi obtenues. Ces CRs sont causées par les forts gradients thermiques (de l'ordre de 10^4 K/mm [32]) inhérents au procédé [117], [244] et peuvent être du même ordre de grandeur que la limite d'élasticité du matériau et donc affecter ses propriétés en service [42], [134]. Deux mécanismes ont été proposés par Mercelis et Kruth [128] pour expliquer la formation des CRs : le mécanisme TGM (*Temperature Gradient Mechanism*) et le mécanisme cool-down. Ils ont été amplement

repris dans la littérature [32], [35], [83], [196], [214]. Ils sont illustrés par la figure 1.2. Le mécanisme cool-down expliquerait davantage la distribution des CRs alors que le TGM influencerait leur intensité [214].

Distribution et intensité des CRs sont reliées à plusieurs paramètres procédés : la longueur des cordons de lasage [145], [196], [234], le couple puissance/vitesse utilisé [217] ou encore la stratégie de lasage [80], [146], [214]. En outre, le préchauffage du plateau de fabrication permet de réduire les gradients thermiques et donc d'atténuer les CRs [217].

Néanmoins, les stratégies de lasage, puissances et vitesses de laser préconisées pour minimiser les CRs ne sont pas forcément les mêmes que celles qui permettent un certain contrôle microstructural ou une minimisation des populations de défauts. Dans ces cas, les CRs peuvent alors être réduites voir supprimées en utilisant des traitements thermiques (TThs) post-fabrication comme présenté dans différentes études de la littérature [28], [42], [230]. L'intensité des CRs est inversement corrélée à la durée et à la température des TThs [42]. Différents traitements de détentionnement (*ie* un traitement réduisant le plus possible les contraintes résiduelles en affectant le moins possible la microstructure) ont été proposés dans la littérature pour l'acier 316L : 2 heures à 700°C [230], 2 heures à 650°C [28], 5 heures à 470°C [58] ou encore 4 heures à 500°C [33]. Cependant, de fortes dispersions existent dans la littérature par rapport aux températures qui induisent des modifications microstructurales. Une étude complète de l'effet des TThs sur l'intensité des CRs sera donc présentée dans le chapitre 3.

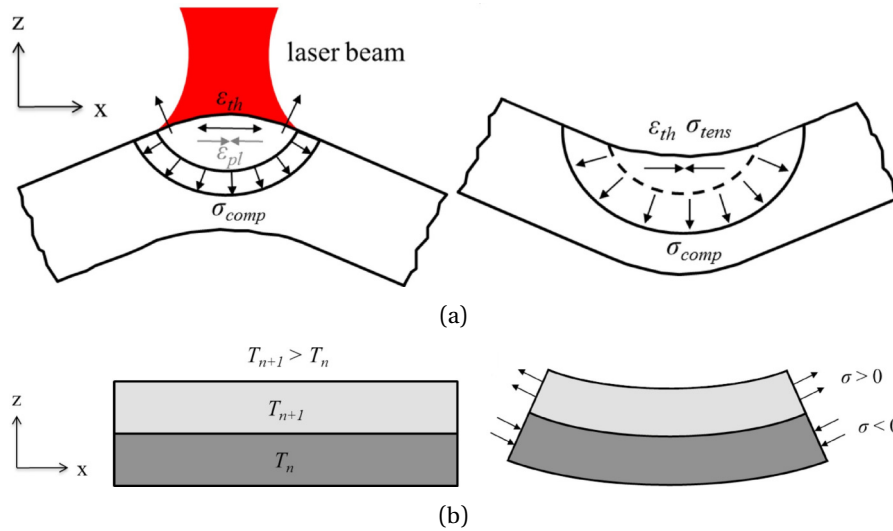


FIGURE 1.2 : Mécanismes de formation des CRs en fusion laser sur lit de poudre : (a) mécanisme TGM et (b) cool-down [196].

1.2.3.3 Défauts

Un des principaux challenges lié au procédé de fusion laser sur lit de poudre réside dans le contrôle des populations de défauts. En effet, deux types de défauts sont générés par ce procédé : (1) les porosités gazeuses et (2) les manques de fusion (*lack of fusion, LOF*). Ces défauts sont intrinsèquement reliés à la physique des bains de fusions.

La forme du bain de fusion dépend de nombreux paramètres dont principalement la densité d'énergie utilisée [6]. L'énergie linéique P/v est particulièrement bien adaptée pour prédire la forme et la stabilité du bain de fusion (figure 1.3). Pour des énergies linéiques faibles,

l'accroche entre le bain de fusion et le substrat (métal déjà déposé ou plateau de fabrication) n'est pas assez importante pour assurer une bonne santé matière. De plus, des phénomènes d'instabilités du bain de fusion (*humping* ou *balling* [78]) peuvent aussi apparaître. Ces instabilités induisent des variations morphologiques qui peuvent conduire à des manques de fusion. Ces défauts sont littéralement des manques de recouvrement et peuvent être localisés entre cordons ou entre couches (schéma de manque de fusion entre cordons en figure 1.4). Enfin, des gouttes de métal (appelées scories) éjectées en dehors du bain de fusion, sont des défauts du lit de poudre et favorisent l'apparition de manques de fusion [77].

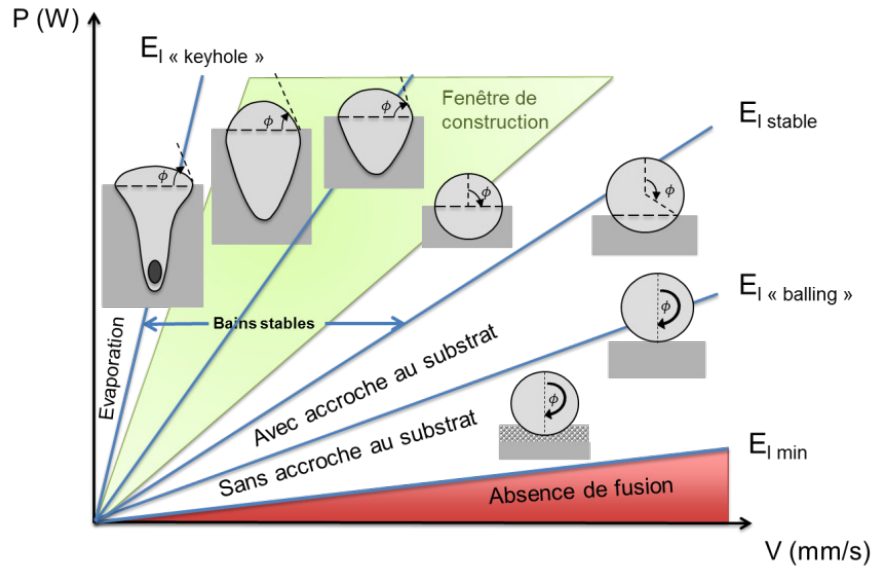


FIGURE 1.3 : Évolution de la forme des bains de fusion en fonction de la densité d'énergie linéique [11].

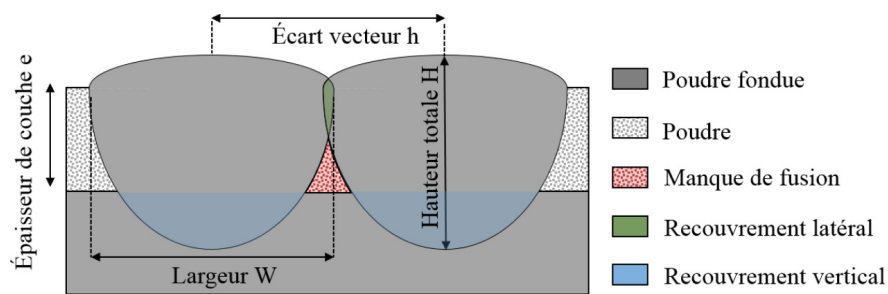


FIGURE 1.4 : Schéma représentant deux cordons de lasage et la formation d'un manque de fusion inter-cordons [6].

Pour des énergies linéiques moyennes, le bain de fusion est stable (zone verte sur la figure 1.3), on parle d'un mode de fusion par conduction car l'énergie apportée par le laser est utilisée en partie pour fondre la poudre et est transmise au substrat par conduction. Pour des énergies linéiques élevées, le bain de fusion est profond et a une morphologie typique de "tête de clou", on parle d'un mode de *keyhole* (voir figure 1.5). Ce régime énergétique est à éviter puisqu'il favorise l'apparition de porosités gazeuses en fond de bain de fusion [6]. La morphologie des bains de fusion impacte aussi au premier ordre les conditions de solidification et donc la microstructure obtenue après fabrication. Cet aspect sera discuté en détail dans la partie consacrée à la microstructure de l'acier 316L LPBF.

L'énergie linéique est particulièrement bien adaptée pour prédire la morphologie des mono-cordons, et donc anticiper les défauts. Cependant, elle ne prends pas en compte l'influence des paramètres géométriques tels que l'épaisseur de couche ou l'espacement inter-cordons. Dans le cas de la fabrication d'une pièce (donc multi-cordons), l'énergie volumique (Eq. 1.1) est bien plus adaptée. Pour l'acier 316L, la fenêtre de construction optimale pour obtenir un matériau le plus dense possible a été définie par de nombreux auteurs [36], [206], [235], [256] entre 65 et 105 J/mm^3 en utilisant l'équation 1.1. Pour des densités d'énergies inférieures de trop nombreux manques de fusion sont présents et des densités d'énergies supérieures entraînent la formation de pores de type *keyhole*. Pour des paramètres maîtrisés, les densités des pièces obtenues par LPBF sont supérieures à 99.9% [6]. Puisque de nombreux auteurs se sont intéressés à l'effet de la densité d'énergie sur les populations de défauts, cet effet ne sera pas directement étudié dans la thèse. En revanche, l'influence d'autres paramètres comme la stratégie de lasage, ou la composition de la poudre sera discutée.

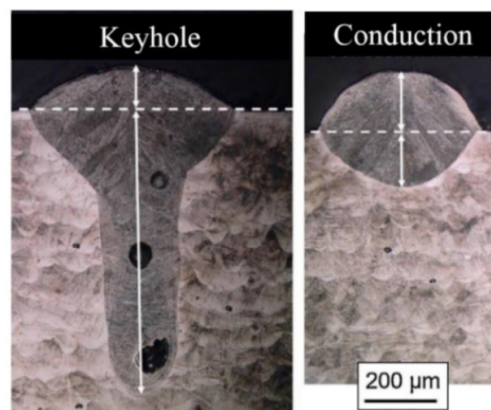


FIGURE 1.5 : Cordons de soudure en mode keyhole et conduction [6].

1.2.3.4 Anisotropie mécanique

Enfin, le procédé de fusion laser sur lit de poudre induit une anisotropie de propriétés marquée en fonction du sens de sollicitation par rapport au sens de fabrication (vertical, horizontal ou à divers degrés d'inclinaison) [165], [212]. Cette anisotropie est expliquée par des différences de taille de grains [165], [195] ou de texture [227] selon la direction de sollicitation en traction monotone. Elle peut aussi l'être par des différences d'orientations des manques de fusion en fatigue [195]. Dans la thèse, seules des éprouvettes fabriquées verticalement seront utilisées afin de s'affranchir de cet effet d'orientation.

1.3 L'acier 316L obtenu par fusion laser sur lit de poudre

L'acier 316L est un acier inoxydable couramment utilisé dans les industries nucléaires [189] et agro-alimentaires [44] pour ses bonnes propriétés mécaniques et son excellente résistance à la corrosion. Cette partie vise à mettre en avant les particularités de l'acier 316L obtenu par fusion laser sur lit de poudre. Elle a plus pour objectif d'introduire divers concepts utiles à la compréhension du manuscrit plutôt que d'être exhaustive.

1.3.1 Composition et microstructure

1.3.1.1 Composition chimique et structure cristalline

La composition de l'acier 316L comme définie par la norme EN-10028-7 [3] est donnée dans le tableau 1.2. La forte teneur en Cr et Ni confère à cet acier son caractère inoxydable [83], [129] notamment grâce à la formation d'une couche de passivation de chromine (Cr_2O_3) en surface. Il contient très peu de carbone, d'où sa dénomination 316L pour *low-carbon*. Cette faible teneur en carbone améliore les propriétés de soudabilité et elle diminue les risques de précipitation de carbures aux joints de grains, néfastes notamment pour le comportement en corrosion.

L'acier 316L LPBF est constitué d'une unique phase austénitique γ de structure cubique à faces centrées (CFC) à l'état as-built. Cette phase thermodynamiquement non stable à température ambiante, est stabilisée par la présence d'éléments dits gammagènes dont les principaux sont le nickel (Ni), le manganèse (Mn) et le carbone (C). Au contraire, le chrome (Cr), le molybdène (Mo) et le silicium (Si) tendant à déstabiliser l'austénite au profit de la ferrite α , ces éléments sont appelés alphagènes.

Cr	Ni	Mo	Mn	Si	O	N	P	C	S	Fe
16.5-18.5	10.0-13.0	2.0-2.5	≤ 2.0	≤ 1.0	< 0.1	≤ 0.1	≤ 0.045	≤ 0.03	≤ 0.015	Bal.

TABLEAU 1.2 : Composition chimique (en % massique) de l'acier 316L définie par la norme EN-10028-7 [3]

1.3.1.2 Microstructure à différentes échelles

La microstructure de l'acier 316L LPBF est complexe et organisée à différentes échelles.

Échelle polycristalline

Dans la partie précédente, une première échelle microstructurale a été évoquée : celle des bains de fusion (figure 1.6a). Cette échelle est commune à celle des grains. Les grains ne sont pas contenus dans les bains de fusion, ils peuvent croître par épitaxie sur plusieurs couches comme le montre la figure 1.6b. C'est pourquoi l'agencement des bains de fusion influence la microstructure polycristalline [8], [107]. Par exemple, pour des rotations de 66° entre couches il a été observé un rétrécissement des grains avec une périodicité de 3 couches [8]. En résulte une croissance des grains en zig-zag nommée *pinching effect*. La rotation du motif de lasage entre couches a aussi tendance à limiter la croissance épitaxiale. L'agencement des bains de fusion peut notamment être contrôlé via l'utilisation de différentes stratégies de lasage : via la modification du motif de lasage [146] ou des rotations entre couches [107]. C'est un des moyens de contrôle microstructural qui sera utilisé dans la thèse.

Pour les matériaux CFC, la direction de solidification privilégiée est avec l'axe $\langle 100 \rangle$ orienté selon le gradient thermique local maximal [98]. Ce gradient est orienté perpendiculaire-

ment à la frontière des bains de fusion (dirigé vers le centre du bain) et donc la forme du bain de fusion influence les directions préférentielles de croissance des grains. Or, comme évoqué section 1.2.3.3, la forme des bains de fusion dépend de nombreux facteurs dont la puissance et la vitesse du laser. C'est pourquoi ces paramètres de fabrication additive peuvent influencer la microstructure polycristalline [6], [105].

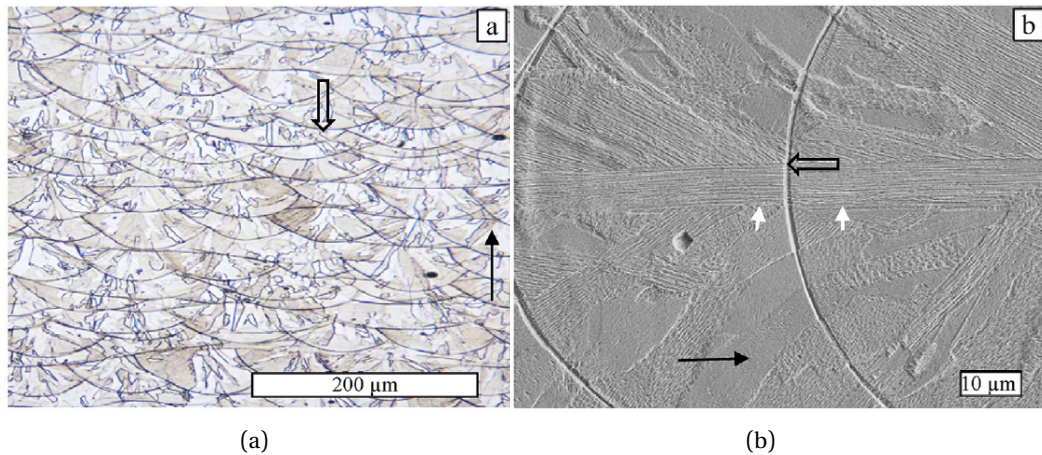


FIGURE 1.6 : Bains de fusion observés en (a) microscopie optique (MO) et (b) en microscopie électronique à balayage (MEB). Les flèches noires fines indiquent le sens de fabrication, les flèches vides les frontières des bains de fusion et les flèches blanches la croissance épitaxiale d'un grain entre deux bains [77]

Il a été montré qu'à forte puissance et faible vitesse (forte énergie linéique), le bain est dans un régime proche du keyhole, il est ainsi excessivement profond et fin en son extrémité [205]. C'est cette forme particulière qui permet une croissance selon $\langle 100 \rangle$ à 45° de l'axe vertical Z et donc selon $\langle 110 \rangle // Z$ comme expliqué par la figure 1.7. Pour des énergies linéiques plus faibles, la forme du front de solidification permet la croissance de grains $\langle 100 \rangle // Z$ depuis le fond du bain de fusion. Ainsi, pour des stratégies de lasage unidirectionnelles et sans rotations entre couches, des « composites lamellaires cristallographiques » sont formés par alternance de grains $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ parallèles à Z [6], [146], [205].

Par ailleurs, la direction de lasage par rapport au flux d'argon a un effet sur la microstructure obtenue. Il a été montré par Andreau [6] qu'une direction de lasage parallèle au flux d'argon réduit la profondeur des bains de fusion, et affecte donc la microstructure. Cet effet est attribué aux diverses interactions énergétiques entre le laser et les vapeurs métalliques générées lors de la fusion. La microstructure polycristalline de l'acier 316L LPBF est donc fortement dépendante des paramètres procédés à travers la morphologie et l'agencement des bains de fusion. De plus, la composition de la poudre [38], [174] et la géométrie des pièces [108], [226] peuvent aussi influencer la microstructure à l'échelle du polycristal.

La microstructure à cette échelle est donc multi-factorielle. Divers paramètres seront variés au cours de la thèse afin d'obtenir des éprouvettes de fatigue avec des microstructures bien différentes pour investiguer le lien microstructure - comportement en fatigue. Cette étude préliminaire sera présentée dans le chapitre 2.

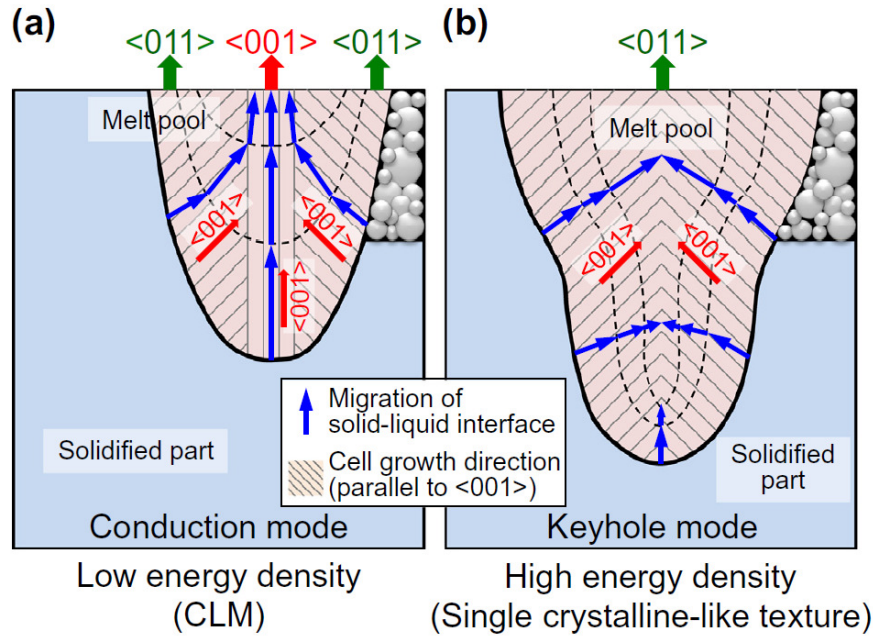


FIGURE 1.7 : Directions de croissance des grains en fonction de la forme des bains de fusion. (a) Faible densité d'énergie (régime de conduction) et (b) forte densité d'énergie (proche du régime de keyhole) [205]

Échelle micrométrique

A une échelle plus fine, dans les grains, des réseaux de cellules de micro-ségrégations riches en Cr et Mo 1.8a et de dislocations 1.8b pavent le matériau. Ces réseaux cellulaires sont superposés dans le cas des métaux obtenus par fusion laser sur lit de poudre [98].

La solidification de l'acier 316L LPBF est connue pour être dendritique [14], [98], [100] du fait des vitesses élevées de refroidissement. Lors de la solidification primaire des germes austénitiques, les éléments α -gènes (Cr, Mo) sont ségrégés à l'avant du front de solidification, *ie* au niveau des espaces inter-dendritiques. En 2D, ces réseaux de micro-ségrégations inter-dendritiques apparaissent comme des réseaux cellulaires.

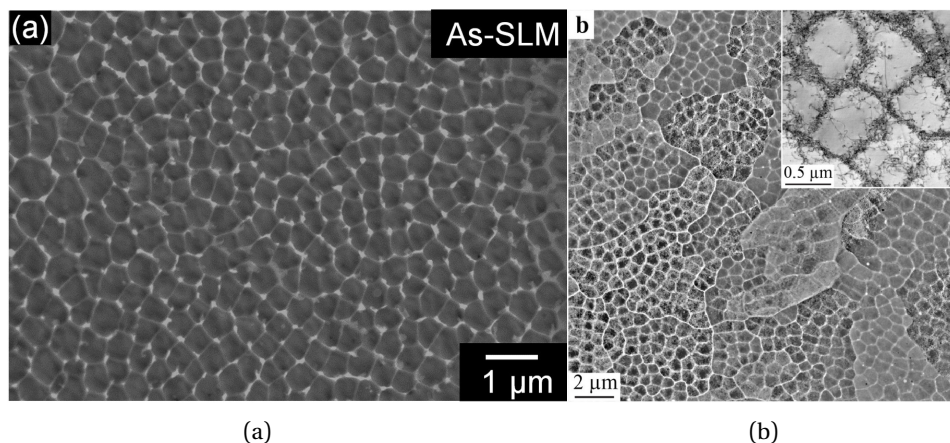


FIGURE 1.8 : Cellules de micro-ségrégations observées au MEB après attaque chimique [182] et (b) cellules de dislocations observées au MET [222]

Le lien entre les dislocations et les micro-ségrégations reste débattu dans la littérature. Il a été démontré que la présence de micro-ségrégations favorise le piégeage des dislocations, ce qui pourrait provoquer l'émergence de structures cellulaires de dislocation [222]. Cependant, les micro-ségrégations ne sont pas nécessaires pour obtenir des cellules de dislocations : avec le procédé de dépôt direct d'énergie (DED), des motifs de dislocation cellulaire sont obtenus entre les dendrites primaires sans ségrégations élémentaires [14]. Par conséquent, la conclusion des travaux de Bertsch [14] est que les micro-ségrégations influencent la façon dont les dislocations s'organisent, mais que les dislocations ne sont pas produites en raison des micro-ségrégations. Il est plus probable que les dislocations soient générées par les dilatations/contractions thermiques dues au processus LPBF [16], [98]. Les dislocations s'organisent selon les dendrites, et s'intègrent au réseau de micro-ségrégations car les tailles de ces deux réseaux sont proches l'une de l'autre [222]. De plus, les cellules de dislocation agissent comme des chemins préférentiels pour la diffusion des solutés, ce qui favorise l'émergence d'un réseau de micro-ségrégation sur le même modèle que le réseau de dislocation [16].

La taille des cellules de micro-ségrégations est fortement corrélée à la vitesse de refroidissement. Or cette vitesse étant reliée à la vitesse de déplacement du laser, le diamètre des cellules est directement influencé par la vitesse de lasage : il est maximal pour des vitesses de lasage faibles (1200 nm à 250 mm/s) et minimal pour des vitesses de lasage élevées (250 nm à 7000 mm/s) [100].

Échelle nanométrique

A l'échelle inférieure, des nano-précipités sont observables dans l'acier 316L LPBF (figure 1.9). Ils sont globalement sphériques et leur diamètre est de l'ordre de quelques nanomètres à plusieurs centaines de nanomètres. Ces précipités ont été identifiés comme étant des oxydes mais de nature différentes en fonction des auteurs : oxydes de Mn [201], de Mn/Si [69], [222], de Mn/Si/Ti/Al [99], de Mn/Cr/Si [237] et principalement de Si pour [184]. Malgré cette dispersion des résultats, la majorité des auteurs recensent la présence de Mn et Si dans les précipités à l'état as-built.

Il n'y a pas non plus de consensus établi à propos de la localisation de ces oxydes par rapport aux autres échelles microstructurales. Ils seraient préférentiellement situés le long des joints de cellules pour Voisin et al. [222] et Wang et al. [229] mais distribués aléatoirement pour Cruz [42].

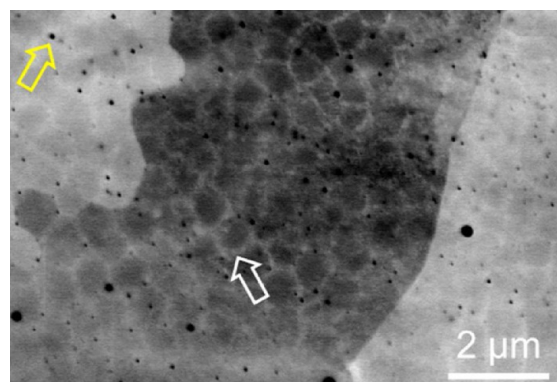


FIGURE 1.9 : Images MET en champ clair révélant des nano-oxydes [42]. La flèche jaune pointe un oxyde alors que la flèche blanche montre un joint de cellule de dislocation.

Enfin, de nombreux auteurs rapportent que leur structure est amorphe [28], [72], [105], [184], [242] alors que celle-ci aurait été identifiée par Yan et al. [237] comme étant une structure cristalline métastable de rhodonite à l'état as-built. Ces populations d'oxydes nanométriques et leur évolution avec les TThs seront étudiées dans la thèse (chapitre 3) afin de nous positionner par rapport à ces observations de la littérature.

Finalement, la microstructure de l'acier 316L LPBF aux différentes échelles est bien résumée par la figure 1.10 issue de [229].

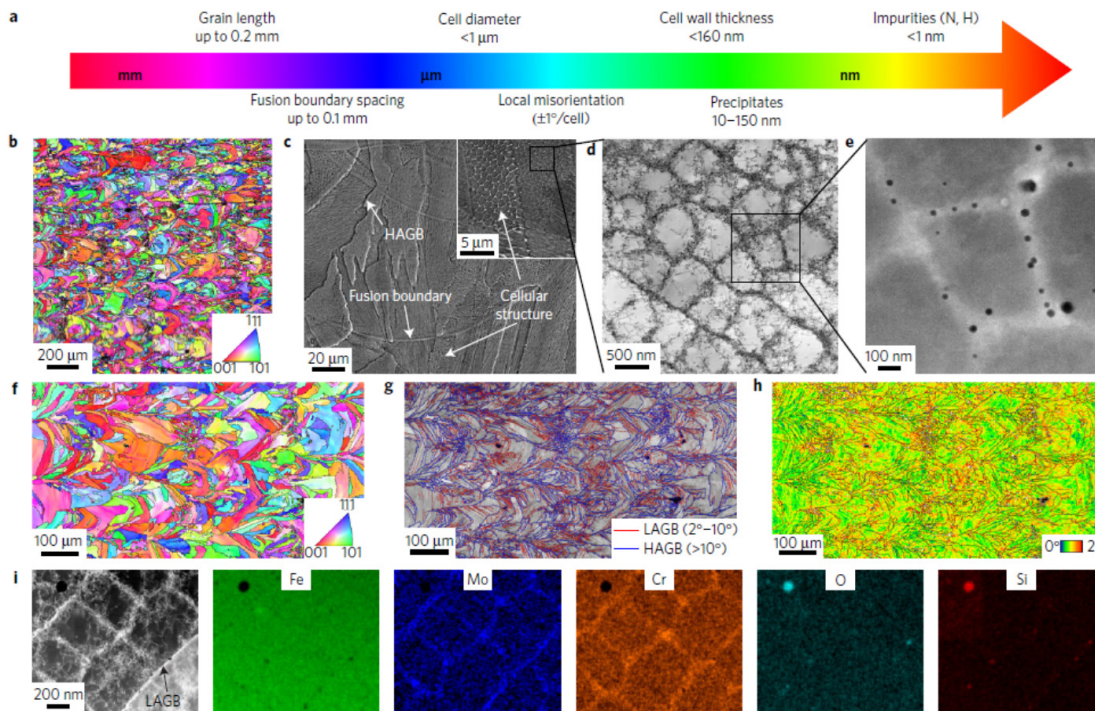


FIGURE 1.10 : Microstructure multi-échelles de l'acier 316L LPBF [229]. (a) Échelle de tailles des différentes caractéristiques microstructurales. (b) Figure de pole inverse. (c) Bains de fusion, cellules de micro-ségrégations et joints de grains observés au MEB. (d) Cellules de dislocations observées au MET en champ clair. (e) Nano-précipités observés au MET en champ clair. (f) Seconde figure de pole inverse. (g) Cartographie des joints de grains en fonction de leur désorientation. (h) Cartographie de désorientation (*Kernel Average Misorientation*). (i) Image MET en champ clair et images colorées en fonction de la composition chimique locale mesurée par MET-EDS. Un nano-oxyde riche en Si est révélé par ces images.

1.3.2 Les traitements thermiques de l'acier 316L LPBF

Comme évoqué précédemment (section 1.2.3.2), les TThs sont couramment utilisés pour réduire les CRs de l'acier 316L LPBF. De plus, des traitements à plus haute température peuvent l'être afin de modifier la microstructure et les propriétés de cet acier. Une très courte revue des effets des TThs sur les différentes échelles de la microstructure est proposée. Une comparaison plus complète de nos résultats avec la littérature sera menée au chapitre 3.

Échelle du polycristal

A l'échelle du polycristal, les TThs n'ont un effet que pour des températures élevées. La littérature n'est pas uniforme en termes de température de début et de fin de

recristallisation. Salman et al. [186] observent un grossissement des grains à partir de 1000°C et une recristallisation complète à 1400°C. Kong et al. [98] ont relevé que les joints de grains sont stables jusqu'à 1050°C et que la recristallisation est complète dès 1200°C. Enfin, Tascioglu et al. [210] mentionnent un début de recristallisation à 1100°C. La recristallisation de l'acier 316L LPBF est accompagnée de l'apparition de macles $\Sigma 3$ (rotation $60^\circ/[111]$) [28].

Au contraire, les aciers 316L conventionnels recristallisent pour des températures bien plus faibles de l'ordre de 550°C pour des aciers laminés à froid [175]. Les joints de grains de l'acier 316L LPBF sont donc bien plus stables que ceux des aciers 316L conventionnels. Cela garantissant une meilleure résistance mécanique à haute température, puisque les joints de grains contribuent en partie à celle-ci [180].

Échelle micrométrique

Les TThs ont bien plus d'effet à l'échelle micrométrique. Ils agissent sur les réseaux de micro-ségrégations, de dislocations et peuvent entraîner la précipitation de nouvelles phases. Dans la littérature, l'évolution des réseaux de dislocations et de micro-ségrégations n'est (souvent) pas traitée séparément. Pour des températures relativement faibles (< 600°C), la taille des cellules tend à augmenter [186]. Ensuite, la majorité des études de la littérature s'accordent sur une disparition des réseaux cellulaires sur un intervalle de 700 à 900°C [222]. Cependant, de très larges variations sont relevées : un début de disparition a été rapporté dès 400°C [30] alors que d'autres auteurs rapportent l'existence de cellules après des TThs de 1200°C [237]. Il est donc nécessaire d'étudier d'une part l'évolution des cellules de micro-ségrégations et d'autre part celle des cellules de dislocations. Ce travail sera présenté dans le chapitre 3 de la thèse.

De plus, sous l'effet des TThs, de nouvelles phases peuvent parfois précipiter dans l'acier 316L LPBF. Dans la littérature, des carbures [123], la phase χ [166] et la phase σ [105] ont déjà été observés après TThs.

Échelle nanométrique

Enfin, à l'échelle nanométrique, peu d'études se sont intéressées à l'évolution des nano-oxydes avec la température de TTh. Yan et al. [237] ont rapporté un changement de structure cristalline et de morphologie des nano-précipités entre l'état as-built (précipités circulaires et structure rhodonite) et l'état traité à 1200°C (précipités prismatiques et structure spinell). De plus, les précipités grossissent avec l'augmentation de la durée du traitement [237] ou l'augmentation de la température [28]. Cependant, peu de données existent sur l'évolution de la morphologie, de la taille ou des structures cristallines de ces nano-oxydes notamment pour des températures intermédiaires (600-900°C). C'est pourquoi une étude détaillée de l'évolution des populations de nano-oxydes sera présentée au chapitre 3.

1.3.3 Comportement en traction monotone de l'acier 316L LPBF

Après avoir introduit la microstructure de l'acier 316L LPBF et évoqué ses évolutions au cours de TThs, cette partie propose une revue de son comportement en traction monotone.

1.3.3.1 Etat as-built

Le tableau 1.4 résume les propriétés en traction monotone de l'acier 316L LPBF à l'état as-built rapportées dans la littérature. Ce tableau n'est pas exhaustif mais donne seulement un aperçu des propriétés. Pour des pièces denses, la limite d'élasticité à l'état as-built est entre 400 et 600 MPa, la résistance maximale en traction entre 500 et 700 MPa (la valeur rapportée par Salman et al. [186] est la seule connue au delà de 700 MPa) et

l'allongement à rupture de l'ordre de 30 à 80%. En comparaison, les aciers 316L corroyés ont des limites d'élasticités de l'ordre de 350 MPa, une résistance maximale entre 550 et 650 MPa et un allongement à rupture compris entre 30 et 60 % [74], [229]. Ainsi, la limite d'élasticité est plus élevée pour l'acier 316L LPBF, tout en gardant une résistance maximale et un allongement à rupture proches de ceux du 316L corroyé. Ceci s'expliquerait par la structuration multi échelles de la microstructure (voir section précédente), notamment grâce à la présence de sous structure cellulaires de dislocations. Ces dernières permettraient un durcissement du matériau par un effet Hall-Petch [69], [253], mais cette hypothèse n'est pas reconnue par tous les auteurs [8], [50], [112]. Ces derniers reportent que la relation d'Hall Petch ne peut pas être appliquée de façon si simple car le coefficient de franchissement des parois n'est pas le même pour des HAGBs ($>15^\circ$) ou des parois cellulaires (max 2°). De plus, pour des cellules de taille inférieures, des limites d'élasticité inférieures ont été obtenues. Néanmoins, un consensus existe pour affirmer que les cellules de dislocations et/ou celles de micro-ségrégations ont un rôle de durcissement de l'acier 316L LPBF [8], [50], [98], [112], [253].

La dispersion des propriétés en traction issues de la littérature (tableau 1.4) s'explique par les nombreux facteurs d'influence :

- Les défauts et leur variabilité impactent les propriétés en traction [235].
- Les fortes rugosités de surface (éprouvettes non usinées) réduisent aussi les propriétés mécaniques en agissant en tant que concentrateurs de contrainte [256].
- La texture des éprouvettes affecte de manière significative le comportement en traction [227]
- Les tailles de grains et/ou de cellules peuvent affecter la limite d'élasticité par des relations de type Hall-Petch [69], [98], [180], [253]
- Les populations de nano-oxydes affectent le comportement mécanique de l'acier 316L LPBF [184]. Les variations de taille et de quantité de ces oxydes induit des variations de propriétés mécaniques.
- La composition chimique des aciers utilisés varie fortement d'une étude à l'autre et peut expliquer certaines dispersions [222]

1.3.3.2 Effet des TThs

Industriellement, des TThs sont souvent utilisés, et les propriétés en traction sont dépendantes de l'état de TTh. De façon générale, la limite d'élasticité diminue avec l'augmentation de température de TTh, la résistance maximale en traction ne diminue que légèrement et l'allongement à rupture augmente. En résulte des capacités d'écrouissage plus importantes pour les états traités thermiquement [222].

Plus particulièrement, pour des traitements à température relativement faible, la limite d'élasticité est stable : pour des traitements $\leq 600^\circ\text{C}$ pour [222], $< 650^\circ\text{C}$ pour [28], et $\leq 700^\circ\text{C}$ pour [180]. Chao et ses co-auteurs [28] ont même rapporté une augmentation de la limite d'élasticité de 20 MPa pour un TTh de 4h à 400°C et Chen et al. [30] une augmentation de 60 MPa pour 1h à 400°C . Au contraire, Salman et al. [185] ont observé une diminution de la limite d'élasticité de 90 MPa après un TTh à 300°C ; c'est cependant la seule étude rapportant cet effet.

	σ_{el} (MPa)	σ_{max} (MPa)	ε_r (%)
[212]	530-560	570-590	42-45
[176]	462	565	54
[8]	480±20	565±10	44±5
[186]	550±10	1016±8	50±5
[28]	400±3	573±1	53±1
[227]	495±15	607±11	80±3
[106]	450-500	525-575	32-52
[58]	453±6	573±6	46±1
[6]	448±32	538±37	54±4
[114]	450-470	610-630	60
[229]	450-590	640-700	59-36
[129]	484	642	67

TABLEAU 1.4 : Exemples de propriétés en traction monotone rapportées dans la littérature. σ_{el} est la limite d'élasticité, σ_{max} la résistance maximale en traction et ε_r l'allongement à rupture.

En parallèle, l'allongement à rupture n'est que peu affecté par de tels traitements : légère diminution pour Voisin et al. [222], légère augmentation pour Ronneberg et al. [180], stabilité à 400°C pour Chao et al. [28] et Chen et al. [30]. Sur ces gammes de températures la résistance maximale à la traction reste stable [28], diminue [185] ou augmente légèrement [30], [180], [222]. La majorité des résultats montre donc que ces TThs à relativement faible température permettent d'atteindre le meilleur compromis limite d'élasticité - ductilité pour l'acier 316L LPBF même si des divergences existent.

Ensuite, au delà de 600-700°C, la plupart des études s'accordent pour dire que la limite d'élasticité diminue et que l'allongement à rupture augmente [30], [180], [222]. Seuls Chao et al. [28] observent une diminution de l'allongement à rupture expliquée par la précipitation de phase σ ; ce résultat sera longuement rediscuté au cours du chapitre 3. La diminution de la limite d'élasticité est expliquée dans la plupart des études par la disparition progressive des réseaux de micro-ségrégations et dislocations [28], [30], [180], [222]. Il est communément admis que ces réseaux participent à la haute limite d'élasticité de cet alliage [69], [98], leur disparition entraîne irrémédiablement une diminution de la limite d'élasticité et donc une augmentation de l'allongement à rupture.

Il est intéressant de noter que la résistance maximale en traction σ_{max} ne diminue que légèrement comparée aux évolutions de la limite d'élasticité [28], [222] même si des résultats divergents existent [185]. Ceci est notamment expliqué par une augmentation des capacités d'écrouissage de l'alliage avec l'augmentation de température de TTh [222]. En effet, à l'état as-built l'alliage serait saturé en dislocations, mais les TThs diminuant les densités de dislocations, des possibilités d'écrouissage supplémentaires sont révélées.

Enfin, les auteurs ayant observés une recristallisation [28], [180], [222] lui attribuent une diminution de limite d'élasticité pour des TThs à haute température (> 1000°C). Pour des TThs à 1100°C et au-delà, Chao et al. [28] ont remarqué une augmentation de la taille des nano-oxydes (et une diminution de leur nombre) qui diminuerait la ductilité de l'acier 316L LPBF.

1.4 Comportement en fatigue des métaux

1.4.1 Généralités sur la fatigue

La fatigue désigne un processus d'endommagement caractéristique des matériaux soumis à des sollicitations cycliques. Ces sollicitations peuvent aboutir à l'apparition de fissures ou à la ruine de la pièce si le nombre de cycles est suffisant.

L'étude du comportement en fatigue des métaux suscite un intérêt industriel et scientifique fort depuis plus d'un siècle. La compréhension des mécanismes de rupture, souvent pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité, est essentielle pour dimensionner au plus juste les pièces utilisées en industrie.

En fatigue, en première approximation, le nombre de cycles total (N_{tot}) peut être décomposé comme la somme du nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'une fissure (N_a), et celle du nombre de cycles nécessaires à sa propagation (N_p) (Eq. 1.2) :

$$N_{tot} = N_a + N_p \quad (1.2)$$

Plus le niveau de sollicitation cyclique est élevé, moins le nombre de cycles à rupture (N_{tot}) sera important. La figure 1.11 représente schématiquement l'évolution classique de l'endurance (*ie* le nombre de cycles à rupture) des métaux en fonction de la contrainte imposée. Trois régimes de fatigue peuvent être distingués en fonction du nombre de cycles et des mécanismes de rupture :

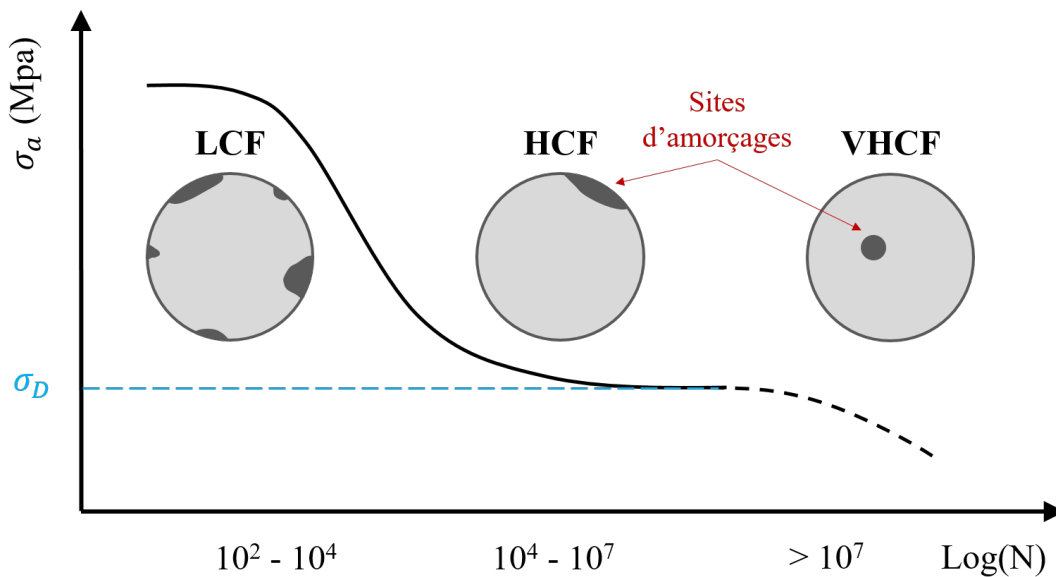


FIGURE 1.11 : Courbe S-N schématisant les trois régimes de fatigue et les types d'amorçage respectifs. σ_a correspond à l'amplitude de contrainte et σ_D à la limite d'endurance conventionnelle.

- **La fatigue oligocyclique** ou fatigue à faible nombre de cycles (*low cycle fatigue*, LCF) : entre 10^2 et 10^4 cycles. Ce domaine correspond à des contraintes proches ou supérieures à la limite d'élasticité et entraîne donc une forte activité plastique, souvent généralisée. L'amorçage de fissures est souvent multiple et localisé en surface [12], [190]. La phase de propagation de ces fissures couvre la majorité de la durée de vie (80-90%) [12].

- **La fatigue à grand nombre de cycles**, FGNC, (ou *high cycle fatigue*, HCF) entre 10^4 et 10^7 cycles. Les contraintes sont communément inférieures à la limite d'élasticité, l'activité plastique est localisée. L'amorçage de fissures survient en surface et la phase d'amorçage correspond à la majorité de la durée de vie (80-90%) [12].
- **La fatigue à très grand nombre de cycles** (*very hicle cycle fatigue*, VHCF) ou fatigue giga-cyclique, pour des durées de vie supérieures à 10^7 cycles. Les contraintes appliquées sont très faibles, et l'amorçage de fissures de fatigue est souvent interne. La phase d'amorçage correspond à l'essentiel de la durée de vie.

Entre les domaines HCF et VHCF (de 10^6 à 10^8 cycles), un domaine *d'endurance illimitée* peut parfois être défini pour certains métaux. Sur cette plage de nombre de cycles, la résistance en fatigue est alors quasi-constante. L'asymptote horizontale décrite dans le diagramme S-N est historiquement appelée *limite d'endurance*. Cette dénomination est néanmoins trompeuse puisqu'il a été montré par de nombreux auteurs que des ruptures surviennent à des contraintes inférieures à la limite d'endurance dans le domaine VHCF [131].

1.4.2 Compétition microstructure-défauts à l'amorçage des fissures de fatigue

De nombreux facteurs influencent la tenue en fatigue des métaux : la microstructure, le type et l'intensité des sollicitations, l'état de surface, l'état métallurgique, la présence de défauts, l'environnement ou encore la température. Les matériaux issus du procédé LPBF contenant de nombreux défauts, cette sous-partie s'intéressera tout particulièrement à l'impact des défauts sur l'amorçage des fissures de fatigue.

1.4.2.1 Mécanismes d'amorçages de fissures microstructurales

En l'absence de défauts, le comportement en fatigue des métaux est gouverné au premier ordre par la microstructure. Dans ce cas, les fissures de fatigue s'amorcent préférentiellement sur des hétérogénéités microstructurales ou des zones de localisation de la déformation : joints de grains, bandes de glissement persistantes (*persistant slip bands*, PSB) ou joints de macles [133], [160]. Dans l'acier 316L, pour des sollicitations en fatigue sous air, de nombreuses fissures amorcent à partir de PSB [133]. Les PSB sont formées par les mouvements répétés de dislocations le long d'un plan de glissement, elles sont la conséquence de la localisation de la déformation plastique irréversible [160]. Sous chargement de fatigue, le glissement de dislocations répétés le long des PSB entraîne alors une forte localisation de la déformation qui favorise la formation d'une fissure.

Un système de glissement s est défini par un plan et une direction de glissement. Les indices de Miller du plan sont notés $\{hkl\}$ et son vecteur normal $\underline{n}_s$. La direction de glissement est définie par le vecteur $\underline{l}_s$ d'indices $\langle uvw \rangle$. Le plan de glissement est alors noté $\{hkl\}\langle uvw \rangle$. Dans les matériaux cubiques à faces centrées (CFC), 12 systèmes de glissement existent. Ils correspondent aux plans et directions cristallographiques les plus denses, à savoir les 4 plans 111 et les 3 directions $\langle 110 \rangle$.

Un système de glissement est activé lorsque la cisssion résolue τ sur ce système atteint une valeur critique (*Critical Resolved Shear Stress*, CRSS) nécessaire au glissement d'une dislocation. Cette cisssion résolue s'exprime, en traction uniaxiale, selon la loi de Schmid avec les notations de la figure 1.12 par l'équation suivante 1.3 avec F^S le facteur de Schmid. Ainsi, les plans de glissement préférentiellement activés sont ceux ayant la cisssion résolue maximale, donc le facteur de Schmid maximal. En traction uniaxiale, ces systèmes de glissement ont leur plan incliné de 45° par rapport à l'axe de traction. Les 12 systèmes de glissement considérés pour une structure cubique (phase γ de l'acier 316L) sont définis par le tableau 1.6.

$$\tau_s = \sigma \cos \theta \cos \chi = \sigma F^S \quad (1.3)$$

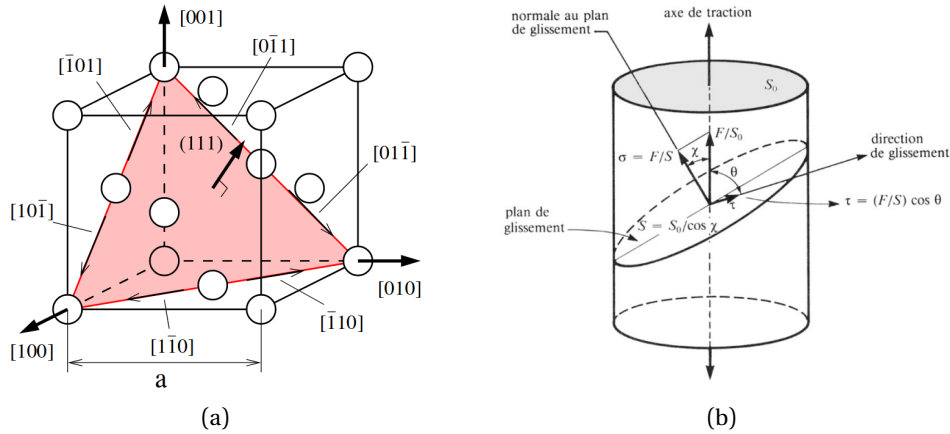


FIGURE 1.12 : (a) Illustration des 12 systèmes de glissement des matériaux CFC et (b) schéma illustrant la loi de Schmid [74].

Plan n_s	Direction l_s	Numérotation Z-set	Notation Schmid & Boas
(111)	$[\bar{1}01]$	1	B4
(111)	$[0\bar{1}1]$	2	B2
(111)	$[\bar{1}10]$	3	B5
($\bar{1}\bar{1}1$)	$[\bar{1}01]$	4	D4
($\bar{1}\bar{1}1$)	$[011]$	5	D1
($\bar{1}\bar{1}1$)	$[110]$	6	D6
($\bar{1}11$)	$[0\bar{1}1]$	7	A2
($\bar{1}11$)	$[110]$	8	A6
($\bar{1}11$)	$[101]$	9	A3
($11\bar{1}$)	$[\bar{1}10]$	10	C5
($11\bar{1}$)	$[101]$	11	C3
($11\bar{1}$)	$[011]$	12	C1

TABLEAU 1.6 : Définition des 12 systèmes de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ considérés dans une structure cubique. La numérotation utilisée dans la suite Z-set ainsi que la correspondance avec le système de Schmid & Boas sont renseignées. Adapté de [74] et [66].

Cependant, dans un polycristal, même sous chargement macroscopique uniaxial, l'état de contrainte est souvent multiaxial à l'échelle du grain du fait de l'anisotropie élastique de comportement des grains. En conservant les notations introduites précédemment, la cisssion résolue τ_s sur un système s dépend de l'état de contrainte local défini par le tenseur σ (Eq 1.4) :

$$\tau_s = m_s : \sigma \quad (1.4)$$

avec

$$m_s = \frac{\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s}{2} \quad (1.5)$$

Ainsi, les systèmes de glissement réellement activés ne sont donc pas toujours ceux prévus en considérant l'état de contrainte macroscopique. De plus, une fois un système activé dans un grain, les déformations plastiques de ce grain vont modifier l'état de contrainte perçu par ses voisins. Ceci pouvant provoquer l'activation d'autres systèmes avec un facteur de Schmid plus faible dans les grains voisins. Par exemple, Mu et al. [142] ont montré qu'en fatigue oligocyclique, sur un 316L conventionnel, l'amorçage de fissures se fait pour 2/3 des fissures sur des bandes de glissement persistantes dont le facteur de Schmid est le plus élevé. Le déclenchement d'autres systèmes de glissement est observé et expliqué par la triaxialité locale du chargement dû aux déformations des grains voisins. L'amorçage des fissures de fatigue est donc piloté au premier ordre par l'orientation des grains, mais l'environnement polycristallin autour d'un grain influence aussi les mécanismes de plasticité dans celui-ci et donc les mécanismes d'amorçages de fissures de fatigue.

L'amorçage des fissures de fatigue dépend donc de nombreux paramètres microstructuraux dont l'orientation des grains et leur environnement local mais aussi de la taille ou la morphologie de ceux-ci.

Par exemple, Mineur et son équipe [133] ont trouvé que l'amorçage est observé préférentiellement dans les gros grains. La contrainte effective en pointe d'un plan de glissement dans un gros grain est plus élevée du fait qu'un nombre plus important de dislocations peut y être stocké. Ainsi, les matériaux à petits grains permettent d'atteindre des résistances en fatigue plus élevées comparées aux mêmes matériaux à gros grains [27], [63], [93], [159]. Pour des matériaux conventionnels, à taille de grains de micrométriques à millimétriques, la limite d'endurance suit une loi de type Hall-Petch [63].

La morphologie des grains affecte de la même manière les mécanismes de plasticité en introduisant une notion de taille effective en fonction de la direction principale du chargement. Ainsi, la présence de grains très allongés induit une anisotropie de comportement entre la direction d'allongement et les directions transverses via la notion de taille de grain effective.

Pour l'acier 316L LPBF, la microstructure aux échelles inférieures (réseaux de cellules de micro-ségrégations et dislocations, nano-oxydes) peut influencer aussi sur les mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue. D'ailleurs, ces mécanismes d'amorçages microstructuraux sont encore sujets à débat pour l'acier 316L LPBF puisque Zhang et al. [248] ont observés des amorçages inter-granulaires alors que Cui et al. [43] relatent un amorçage au niveau de PSB. En outre, Cui et al. [43] ont montré que les cellules de dislocations modifient les mécanismes de glissement : elles favorisent le glissement planaire par rapport au glissement dévié. De plus, ces cellules ralentiraient les mouvements de dislocations ce qui augmente la ductilité de l'alliage.

Enfin, en règle générale, l'augmentation de la résistance à la déformation se traduit par une augmentation de la limite d'endurance [63].

1.4.2.2 Amorçage de fissures à partir de défauts

La présence de défauts géométriques affecte l'amorçage des fissures de fatigue lorsqu'ils dépassent une taille critique. Ils agissent comme des concentrateurs de contraintes, localisant de façon prononcée la déformation plastique et accélérant ainsi l'amorçage de fissure de fatigue [129], [248]. La résistance en fatigue est donc maximale en l'absence de défauts.

De nombreuses études ont permis de mettre en évidence que les défauts pilotent le comportement en fatigue lorsqu'ils ont des tailles supérieures à une taille critique [74], [94], [129], [130]. La taille des défauts est le paramètre gouvernant leur criticité. Des modèles ont été proposés par Murakami (Eq. 1.6) [144] et El-Haddad 1.7 [57] pour prédire la limite d'endurance de matériaux à défauts ($\sigma_{D,a}$) en fonction de la taille (a) de ces derniers.

Murakami adopte une approche empirique en faisant intervenir la dureté Vickers du matériau (H_V), un coefficient n dépendant du matériau (mais souvent pris égal à 6), ainsi qu'un coefficient β prenant en compte la position du défaut ($\beta = 1.46$ pour un défaut débouchant, $\beta = 1.56$ pour les défauts internes). R est le rapport de charge ($R = \sigma_{max}/\sigma_{min}$) et $\alpha = 0.226 + H_V \cdot 10^{-4}$.

$$\sigma_{D,a} = \frac{\beta * (H_V + 120)}{(\sqrt{aire})^{1/n}} \cdot \left(\frac{1 - R}{2}\right)^\alpha \quad (1.6)$$

El-Haddad préfère considérer les défauts comme étant des fissures pré-existantes dans le matériau. Dans ce cas, en appliquant les concepts de la mécanique linéaire de la rupture (MLR), un défaut provoque la fissuration si le facteur d'intensité de contrainte lié à ce défaut ΔK est supérieur au seuil de propagation ΔK_{th} . Ainsi, l'amplitude de contrainte maximale pour laquelle le défaut n'est pas critique correspond à la limite d'endurance et est définie telle que $\Delta K = \Delta K_{th}$. D'où la formulation suivante proposée par El-Haddad (Eq 1.7) :

$$\begin{cases} \sigma_{D,a} = \frac{\Delta K_{th}}{f * (\pi(\sqrt{aire} + \sqrt{aire_0}))^{1/2}} \\ \sqrt{aire_0} = \frac{1}{\pi} * \left(\frac{\Delta K_{th}}{0.65 * \sigma_{D0}}\right) \end{cases} \quad (1.7)$$

avec f un facteur de forme de la fissure ($f=0.65$ pour les fissures semi-elliptiques) et σ_{D0} la limite d'endurance du matériau sans défaut. Ainsi dans ce cas, et contrairement au modèle de Murakami, la valeur maximale de la limite d'endurance est bornée et égale au maximum à la limite d'endurance du matériau sans défaut. Ce modèle est reporté sur la figure 1.13 pour l'acier 316L conventionnel et un acier 316L LPBF. Cette figure montre bien qu'en présence de gros défauts, la limite d'endurance est gouvernée par la taille des défauts et la microstructure de l'acier 316L LPBF n'influe pas sur la résistance en fatigue.

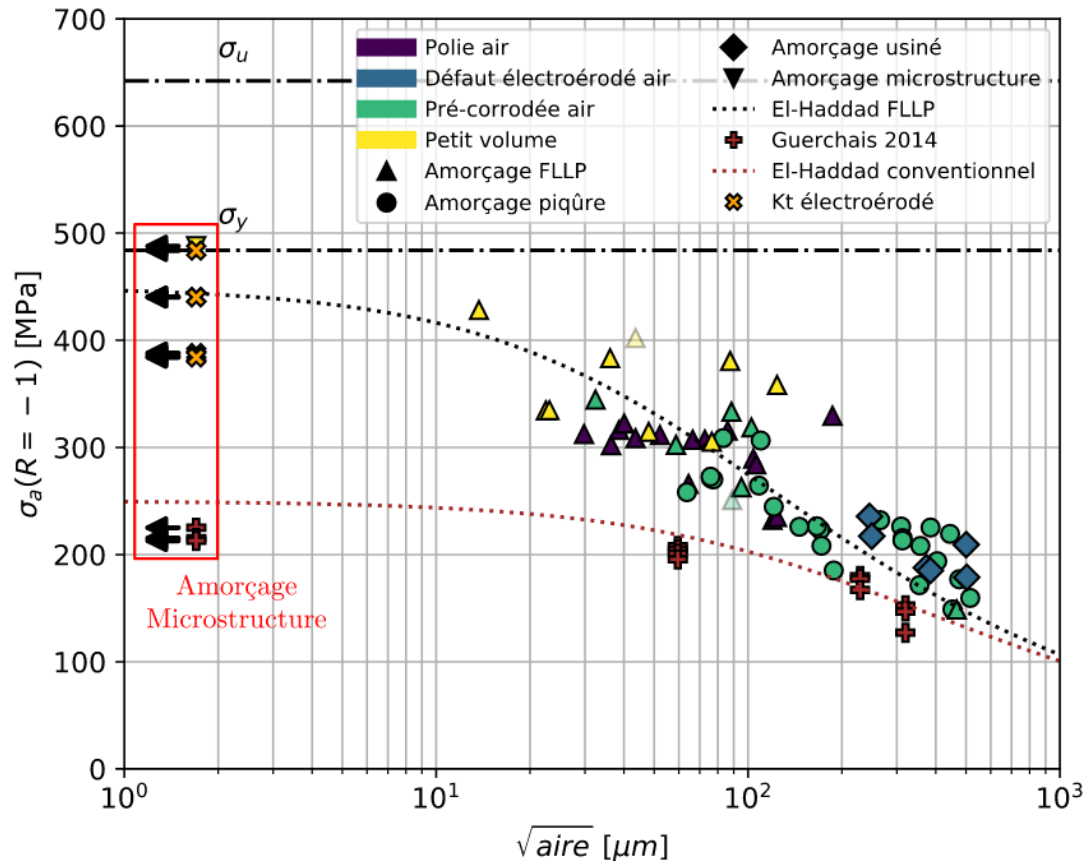


FIGURE 1.13 : Diagramme de Kitagawa extrait de la thèse de Pierre Mérot [129]. Ce diagramme reprend les essais de Guerchais [74] sur un acier 316L conventionnel et présente ceux de Mérot sur un acier 316L LPBF. FLLP est l'acronyme français pour LPBF.

Pour des tailles de défauts modérées ($\sqrt{\text{aire}} < 100 \mu\text{m}$) la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF est supérieure à celle de l'acier conventionnel. Cet effet se retrouve aussi dans les travaux d'Olivier Andreau [6]. Cet effet est attribué notamment à des différences de tailles de grains entre les matériaux : l'espérance de la taille de grain de l'acier 316L LPBF de l'étude de Merot [129] est de $47 \mu\text{m}$ (moyenne entre les valeurs // et $\perp$ à BD) contre $11 \mu\text{m}$ pour l'acier 316L corroyé de l'étude de Guerchais [74]. La taille de grain étant supérieure pour l'acier 316L LPBF, la taille critique des défauts est alors plus élevée. Autrement dit, à iso-taille de défauts, la criticité de ceux-ci est plus faible pour l'acier 316L LPBF due à sa plus grande taille de grains. Cependant, les écarts de propriétés mécaniques quasi-statiques entre ces matériaux peuvent aussi influencer la limite d'endurance. Il est donc difficile d'attribuer l'écart de limite d'endurance uniquement à un effet de taille de grains.

Malgré tout, la dépendance de la criticité des défauts à la taille de grain est confirmée par les travaux de Nadot [148] sur un acier Armco. De manière générale, pour les aciers conventionnels [74], [148] mais aussi pour ceux obtenus en LPBF [7], [129], les défauts sont critiques lorsque leur taille est supérieure à la taille moyenne des grains.

Outre la taille des défauts, leur position a une importance significative sur leur criticité : les défauts surfaciques (ou sub-surfaciques, *ie* pouvant interagir avec la surface) sont connus pour être bien plus critiques que les défauts à coeur (*ie* défauts n'interagissant pas avec la surface) [7], [94], [149]. Par exemple, Andreau et al. [7] ont montré, pour un acier 316L LPBF, que la taille de défaut critique est de l'ordre de $20 \mu\text{m}$ en surface alors qu'elle est de $200 \mu\text{m}$

à coeur. Cependant, pour des défauts à coeur, la distance du défaut par rapport à la surface n'influe pas significativement sur la résistance en fatigue [7].

Au delà de la position et de la taille des défauts, un dernier paramètre les caractérisant est leur morphologie. Les défauts les plus aigus concentrent de manière plus intense les contraintes. En effet, une diminution du rayon d'entaille augmente le facteur de concentration de contrainte [190]. En conséquence, Schönbauer et al. [191] ont observé qu'une augmentation de l'acuité des défauts engendre une diminution de la résistance en fatigue pour un acier martensitique. Cet effet étant d'autant plus marqué que la taille des défauts est importante. Au contraire, Merot et al. [130] montrent que le type de défaut (piqûre de corrosion, défaut usiné, ou manque de fusion) et donc la morphologie de ceux-ci, n'impacte pas de façon significative la résistance en fatigue d'un acier 316L LPBF.

Les conclusions contraires entre ces études pourraient s'expliquer par des différences de ductilité entre les matériaux étudiés. L'acier 316L LPBF a une ductilité élevée par rapport aux aciers martensitiques qui sont bien plus fragiles, en conséquences ces derniers sont plus sensibles aux concentrations de contraintes élevées. Ces effets, relatifs à la transition défaut-fissure seront discutés dans la sous-partie concernant les fissures courtes.

Enfin, outre les caractéristiques propre à chaque défauts, le nombre de défauts et leur positionnement les uns par rapport aux autres (espacement homogène, ou défauts regroupés en clusters) a aussi un effet sur la criticité de la population de défauts. Évidemment, plus le nombre de défauts est élevé, plus la surface portante peut être réduite, et ainsi augmenter la contrainte effective. De plus, les défauts proches les uns des autres peuvent interagir entre eux : on dit qu'ils forment un cluster. Dans ce cas, la résistance en fatigue est réduite puisque le cluster de défaut se comporte de façon similaire à un défaut de la taille du cluster. De plus, plus le nombre de défauts est élevé, plus la probabilité qu'ils forment un cluster est forte. Ces aspects sont particulièrement bien exposés par Khouki et Wilson [94], [95], [232], [233].

1.4.3 Propagation de fissures en fatigue

1.4.3.1 Concepts généraux

La propagation de fissures en fatigue dans les matériaux métalliques peut être décrite selon la figure 1.14 en utilisant le concept du facteur d'intensité de contrainte ΔK issu de la mécanique linéaire de la rupture (MLR). Ainsi, cette approche est valable sous l'hypothèse que la plasticité est confinée dans un volume restreint en pointe de la fissure par rapport aux dimensions de la pièce [53].

Dans le domaine I, les fissures ne se propagent pas si le facteur d'intensité de contrainte ΔK est inférieur à une valeur seuil ΔK_{th} . Lorsque ΔK est légèrement supérieur à ΔK_{th} , les vitesses de propagations sont lentes, les mécanismes discontinus et la propagation est fortement influencée par la microstructure et l'environnement. La sous-partie suivante sera dédiée aux limitations de la MLR dans la prise en compte de ces différents effets.

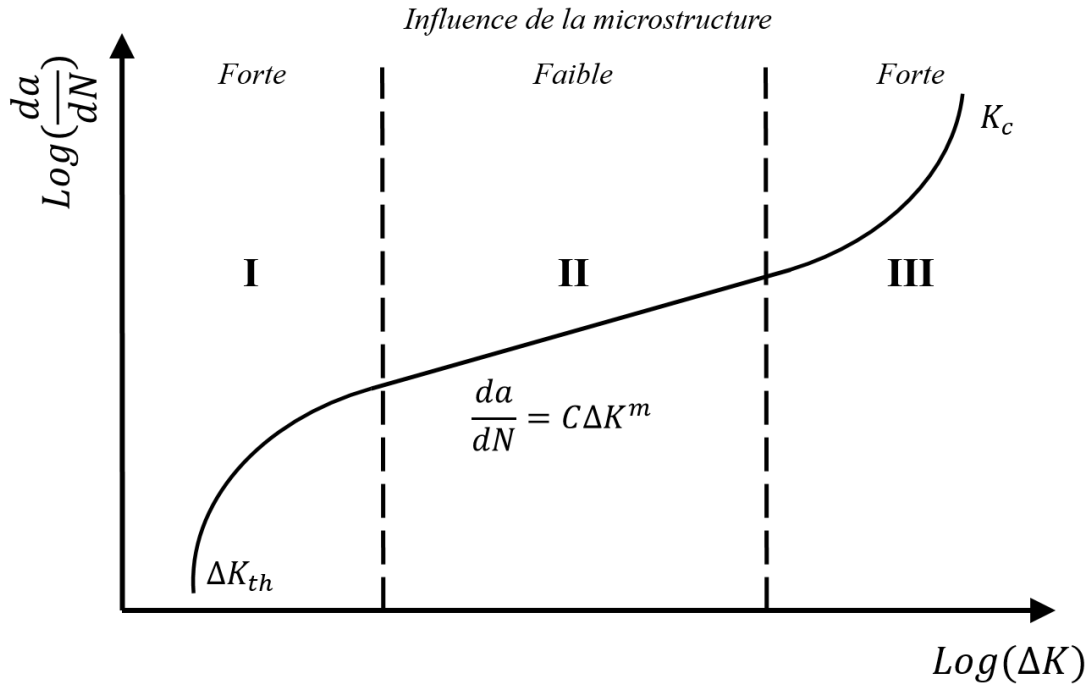


FIGURE 1.14 : Représentation schématique des différents régimes de propagation en fatigue.
Diagramme inspiré de [63]

Dans le domaine II, la vitesse de propagation suit la loi de Paris (Eq. 1.8) [12]. Les mécanismes sont continus, la microstructure et l'environnement n'ont que peu d'influence sur la propagation. Dans ce domaine, le faciès de rupture est marqué par des stries de propagation qui marquent l'avancée de la fissure cycles après cycles. Enfin, pour des valeurs de ΔK proches de la ténacité du matériau K_c (domaine III), les mécanismes de propagation sont communs à l'endommagement statique, la microstructure influence alors fortement la propagation, et l'environnement, au contraire, n'a pas d'influence marquée.

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (1.8)$$

avec a la taille de la fissure, N le nombre de cycles, et ΔK le facteur d'intensité de contrainte. C et m sont des constantes dépendant essentiellement du matériau.

1.4.3.2 Cas des fissures courtes

Les fissures courtes sont celles correspondant au domaine I de la figure 1.14, celles pour lesquelles ΔK est proche de ΔK_{th} . Dans ce domaine, la microstructure influence fortement les cinétiques de propagation de fissure, notamment pour des rapports de charge faible [53], [63], [161], [179]. Par exemple, Ritchie [179] et Pippan [161] ont respectivement montré qu'une augmentation de la taille de grains diminue les vitesses de propagation dans le domaine I pour des alliages d'aluminium et pour des aciers à haute résistance. En outre, Bathias et Pineau [12] rapportent que ΔK_{th} varie de façon inversement proportionnelle au carré de la taille de grain. Mécanistiquement, les fissures se propagent préférentiellement le long de plans de glissement, et donc, l'accroissement de la taille de grains augmente la tortuosité des fissures et diminue leur vitesse de propagation macroscopique [63].

Pour les matériaux obtenus par fabrication additive, une seconde échelle de barrière microstructurale est à considérer : celle des réseaux de micro-ségrégations et dislocations. Riemer et son équipe [176] ont mesuré des vitesses de propagation supérieures pour des aciers 316L LPBF contenant des réseaux de cellules par rapport à des aciers 316L LPBF n'en contenant plus (puisque traités à haute température). Après TTh, une diminution significative de la résistance mécanique est observable pour l'acier 316L LPBF. Or, il a été montré par R.O. Ritchie [179] que le seuil de propagation ΔK_{th} varie de façon inverse à la limite d'élasticité cyclique. En conséquence, dans l'étude de Riemer [176], la diminution de la résistance mécanique a entraîné une augmentation du seuil de propagation, et donc une diminution des vitesses de propagation des fissures courtes. En effet, dans le domaine I, la force motrice de propagation peut être exprimée par la différence entre ΔK et ΔK_{th} [129].

Par ailleurs, une approche intéressante consiste à considérer les défauts comme des fissures courtes, ceci a pour intérêt de rendre compte de la criticité des défauts en fonction de la microstructure. Cette approche est celle utilisée dans les diagrammes de Kitagawa (figure 1.15). Deux régimes sont définis dans ce diagramme, un premier pour lequel la taille de la fissure n'influe pas sur le comportement en fatigue (droite horizontale dans le diagramme) et un second où la limite d'endurance décroît avec l'augmentation de la taille de la fissure. La position de cette droite dépend de la valeur de ΔK_{th} (voir figure 1.15). En conséquence, plus ΔK_{th} est élevée et plus le domaine de non-propagation des fissures est étendu.

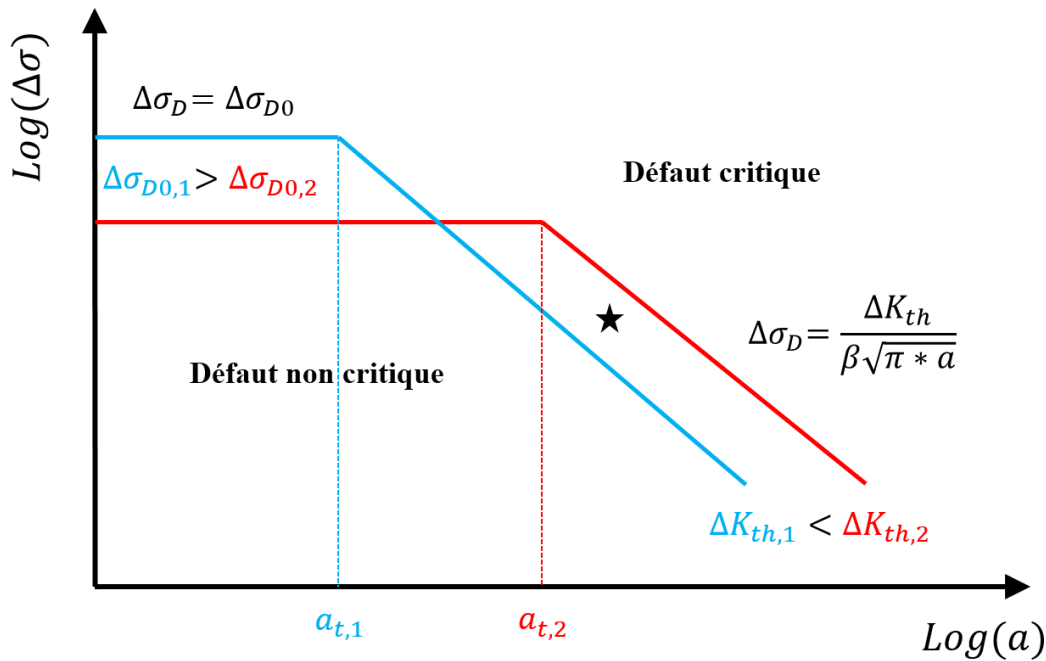


FIGURE 1.15 : Représentation schématique d'un diagramme de Kitagawa. a est la taille d'un défaut, $a_{t,1}$ et $a_{t,2}$ sont les tailles de transitions au-delà desquelles la taille du défaut diminue la résistance en fatigue, β est un paramètre matériau empirique. Inspiré de [178].

Pour les matériaux à défauts, cela induit que pour une même population de défauts la valeur du seuil ΔK_{th} influe sur la criticité de ceux-ci. Ainsi, le défaut correspondant à l'étoile sur la figure 1.15 est critique pour le matériau 1 (bleu) alors qu'il ne l'est pas pour le matériau 2 (rouge). Or, comme discuté précédemment, le seuil ΔK_{th} dépend de la microstructure tout comme la limite d'endurance sans défaut $\Delta\sigma_{D,0}$.

Classiquement, les paramètres microstructuraux qui provoquent une diminution de ΔK_{th} impliquent aussi une augmentation de $\Delta \sigma_{D,0}$ comme l'illustre la figure 1.15 [178]. Les métaux à dureté élevée ont un comportement proche du matériau 1 de la figure 1.15 tandis que ceux à dureté plus faible suivent la tendance n°2. La dureté étant corrélée à la résistance mécanique et évoluant de façon inverse à la ductilité, les métaux les plus résistants suivent la tendance n°1 (bleu) alors que les plus ductiles suivent la tendance n°2 (rouge).

La taille de défauts critiques (*ie* défauts se propageant en fissure) doit donc être observée relativement à la microstructure. Par exemple, Nadot et al. [148] ont montré que la taille relative des défauts par rapport à la taille des grains est bien mieux corrélée à la résistance en fatigue que la taille des défauts elle-même. Ils concluent que les microstructures fines sont plus sensibles aux défauts que celles à gros grains.

1.4.4 Comportement de l'acier 316L LPBF en fatigue

Après avoir introduit différents concepts liés au comportement en fatigue des métaux et nécessaires pour la suite de cette thèse, l'objectif de cette partie est de présenter les propriétés en fatigue de l'acier 316L LPBF à travers différents exemples de la littérature. L'effet de la rugosité de surface et de la direction de fabrication ne seront pas évoqués ici puisqu'ils ne font pas partie des sujets abordés au long de la thèse. Néanmoins, des références d'études ayant analysé ces effets sont données en partie 1.2.3.

1.4.4.1 Impact des défauts

Comme exposé dans la partie 1.2.3.3 le procédé de fusion laser sur lit de poudre génère des défauts de type porosités gazeuses ou des manques de fusion. Les manques de fusion ont des tailles souvent supérieures à la centaine de microns, soit plus que les tailles caractéristiques microstructurales. Dans ce cas, comme expliqué dans la partie 1.4.2.2, la résistance en fatigue est gouvernée par les défauts. C'est pourquoi, dans la littérature consacrée au comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF, de nombreuses études rapportent un amorçage à partir de manques de fusion et des propriétés en fatigue relativement faibles [17], [114], [256]. Les données issues des études de Liang [114] et Blinn [17] sont reportées sur la figure 1.16. Cette figure montre que la résistance en fatigue de ces éprouvettes est relativement faible (de l'ordre de 150 MPa) en particulier pour les grandes durées de vie.

Au contraire, la résistance en fatigue de l'acier 316L est bien plus élevée lorsque les fissures amorcent à partir de caractéristiques microstructurales [6], [129]. Cependant, ces conditions sont difficiles à obtenir et le sont souvent pour des volumes d'éprouvettes faibles [6], ou bien lorsque l'amorçage microstructural est provoqué à partir de défauts électro-érodés [129]. Dans ces cas extrêmes, la limite d'endurance à 10^6 cycles est de l'ordre de la limite d'élasticité du matériau. Cependant, l'utilisation de défauts électro-érodés ou l'emploi d'éprouvettes de faible volume réduit les probabilités de présence de caractéristiques microstructurales critiques pour l'amorçage en fatigue. Comparer à des éprouvettes classiques, la résistance en fatigue est alors sur-évaluée. En effet, en localisant de façon déterministe la zone d'amorçage (par des défauts électro-érodés par exemple), la microstructure localement sollicitée n'est pas représentative de la criticité de la microstructure globale. D'ailleurs, la forte dispersion de limite d'endurance obtenue par P. Mérot [129] en utilisant cette méthode confirme le problème de la représentativité de la microstructure locale.

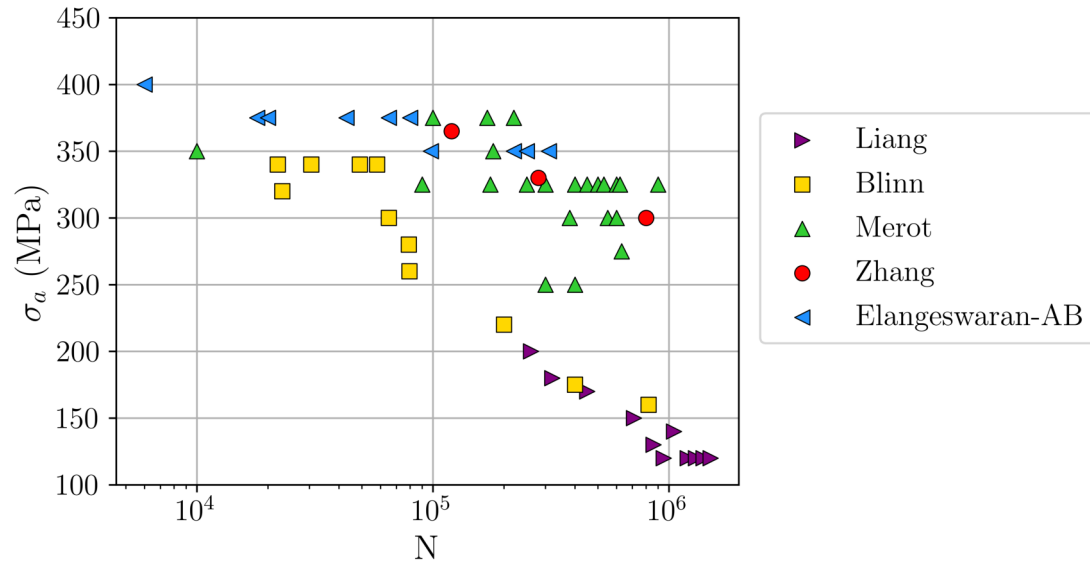


FIGURE 1.16 : Diagramme SN de l'acier 316L LPBF de différentes études de la littérature. Les données de Liang [114], Blinn [17] et Merot [129] correspondent à des amorçages à partir de défauts alors que celles de Zhang [247] et Elangeswaran [58] correspondent à des amorçages à partir de caractéristiques microstructurales.

Entre ces deux régimes, pour des valeurs d'amplitudes de contrainte de l'ordre de 350 MPa, certaines études rapportent un amorçage à partir de défauts [129] tandis que d'autres montrent un amorçage à partir de caractéristiques microstructurales [24], [58], [247]. Les résultats des essais issus de l'étude de Mérot [129] (amorçage à partir de défauts) et ceux issus des études de Zhang [247] et Elangeswaran [58] (amorçage microstructural) sont reportés figure 1.16. Cette figure illustre que les résistances en fatigue des éprouvettes issues d'amorçages différents (défaut ou microstructure) sont très proches. Ceci indique que les défauts des éprouvettes issus de Mérot et al. [129] sont parfois tout aussi critiques que certaines zones de la microstructure des éprouvettes issues de Elangeswaran et al. [58] ou de l'étude de Zhang et al. [247]. En effet, en dessous d'une taille critique les défauts deviennent moins nocifs que la microstructure comme discuté en partie 1.4.2.2.

Seuls les défauts ne permettent donc pas d'expliquer le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. Pour des défauts relativement petits, il est évident que la microstructure joue un rôle important vis-à-vis de la tenue en fatigue.

1.4.4.2 Impact des traitements thermiques

Dans la littérature, certains auteurs se sont intéressés à l'effet des TThs sur la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF. C'est notamment le cas des études menées par C. Elangeswaran [58] et Leuders et al. [109] pour qui les résultats d'essais de fatigue ont été reportés figure 1.17.

Premièrement, cette figure met en avant que le traitement HIP (*Hot Isostatic Pressure*, compaction isostatique à chaud) est néfaste pour la tenue en fatigue de l'acier 316L LPBF, notamment à faible nombre de cycles. Bien que ce traitement referme certains défauts, la température élevée utilisée ($>1000^\circ\text{C}$) modifie fortement la microstructure en supprimant les micro-ségrégations et dislocations. En résulte une diminution des propriétés statiques, et donc, une décroissance de la résistance en fatigue oligocyclique.

Les traitements de détentionnement utilisés par Elangeswaran (5h à 470°C) [58] et par Leuders (2h à 650°C) [109] n'influencent que légèrement les propriétés en fatigue de l'acier 316L LPBF. Leuders et son équipe [109] montrent une légère diminution de la résistance en fatigue après traitement de détentionnement. L'impact du TTh est plus marqué à faible nombre de cycles. Au contraire, Elangeswaran et al. [58] rapportent une résistance en fatigue plus élevée pour l'état détentionné, en particulier à faible nombre de cycles.

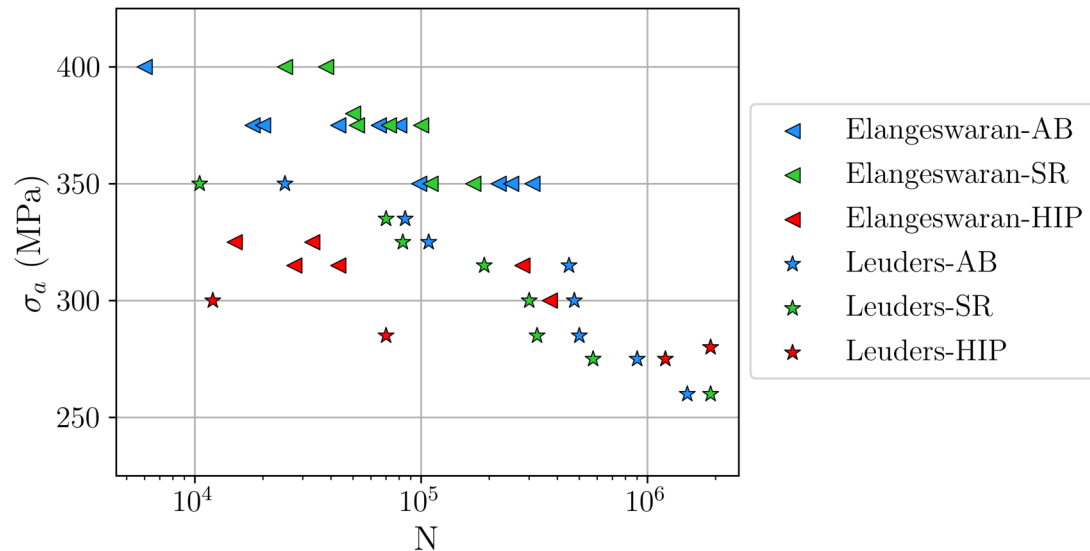


FIGURE 1.17 : Diagramme SN de l'acier 316L LPBF soumis à différents TThs. AB correspond à l'état As-built, SR à un état détentionné (*Stress-relief*) et HIP à un état après traitement de compaction iso-statique à chaud (*Hot Isostatic Pressure*)

Ces deux études indiquent donc que l'impact des TThs est plus marqué à faible nombre de cycles. Cependant, leurs conclusions sont opposées sur l'effet positif ou négatif des TThs sur le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. Peu d'études ont abordé ce sujet, et surtout, l'effet de traitements intermédiaires (de l'ordre de 900°C) n'est pas renseigné dans la littérature.

Finalement cette partie a permis de montrer que l'amorçage et la propagation des fissures de fatigue dans l'acier 316L LPBF sont gouvernés par la compétition entre les défauts et la microstructure. Or, le procédé et les post-TThs associés modifient la microstructure à différentes échelles et influencent par conséquent le comportement à l'amorçage des fissures de fatigue. Une approche originale basée sur les grands instruments et la simulation numérique sera proposée au chapitre 5 pour approfondir ce point jusqu'à l'étude du comportement micro-mécanique de l'acier 316L LPBF.

1.5 Les grands instruments et la simulation numérique pour comprendre le comportement mécanique des polycristaux

L'amorçage de fissures de fatigue est gouverné par le comportement à l'échelle du cristal. Or, les essais de fatigue réalisés sur des éprouvettes de laboratoires donnent une réponse macroscopique souvent difficile à relier à des mécanismes de rupture micro- ou mésoscopiques. La simulation numérique permet d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires du comportement mécanique à ces échelles. En particulier, les modèles numériques basés des calculs en plasticité cristalline renseignent sur la localisation et l'activation des mécanismes de plasticité à l'échelle des grains. Cette méthode et son formalisme sont présentés dans cette partie.

Le principal problème lié à cette méthode réside dans la vérification de l'accord expérience / simulation à l'échelle des grains. L'utilisation de méthodes de diffraction in-situ aux grands instruments permet d'apporter des éléments de comparaison entre expérience et simulation à ces échelles. Dans cette thèse, la diffraction de neutrons et la diffraction des rayons X de haute énergie ont été utilisées. Ces méthodes et leurs principes physiques associés sont succinctement décrits dans cette partie.

1.5.1 Simulation numérique en plasticité cristalline

La simulation numérique en plasticité cristalline nécessite une description du comportement mécanique à l'échelle du monocristal. Les lois de comportement élastoplastiques utilisées dans le cadre de cette thèse seront tout d'abord présentées. Ensuite, la transition du monocristal au polycristal se fait par l'utilisation d'un modèle de transition d'échelle ou bien par calcul explicite sur agrégats polycristallins numériques. Une partie est dédiée à chacune de ces approches.

1.5.1.1 Modélisation du comportement élastoplastique monocristallin

Dans cette thèse, le formalisme de plasticité cristalline en petites déformations est utilisé. Cette hypothèse permet de simplifier les équations et réduire les temps de calcul. Dans ce cadre, le tenseur de déformation totale $\tilde{\varepsilon}$ est définie comme la somme des tenseurs de déformations élastiques $\tilde{\varepsilon}^e$ et plastiques $\tilde{\varepsilon}^p$ (Eq. 1.9).

$$\tilde{\varepsilon} = \tilde{\varepsilon}^e + \tilde{\varepsilon}^p \quad (1.9)$$

Élasticité

La loi de Hooke généralisée est utilisée pour décrire le comportement élastique. Elle relie le tenseur des contraintes $\tilde{\sigma}$ au tenseur des déformations élastiques $\tilde{\varepsilon}^e$ par un tenseur d'élasticité d'ordre 4 $\tilde{C}$ (Eq. 1.10). Dans le cas particulier d'une structure cristalline cubique seuls trois coefficients indépendants sont nécessaires pour décrire le comportement élastique. En notation de Voigt, la relation se simplifie donc à l'équation 1.11.

$$\tilde{\sigma} = \tilde{C} \tilde{\varepsilon}^e \quad (1.10)$$

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (1.11)$$

Les coefficients C_{11} , C_{12} et C_{44} ne peuvent pas être déterminés à partir d'un simple essai de traction uniaxiale (sans mesure de la déformation transverse). Les coefficients utilisés dans cette thèse sont issus de l'étude de Zinovieva et al. [255] qui les ont identifiés pour un acier 316L LPBF de microstructure proche d'une de celles obtenues dans la thèse (nuance SR, voir annexe A). Le bon accord entre les propriétés issues de ces coefficients et nos données expérimentales sera discuté au chapitre 5.

	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)
Zinovieva et al. (2022) [255]	206	133	119

TABLEAU 1.8 : Coefficients d'élasticité cubique d'un acier 316L LPBF [255].

Visco-plasticité

Le taux déformation plastique $\dot{\varepsilon}_{\sim}^p$ correspond à la somme des contributions des taux de glissement plastique $\dot{\gamma}_s$ sur chaque système de glissement s (Eq. 1.12). Dans le cas d'une structure cubique comme l'est la phase austénitique de l'acier 316L, sont considérés les 12 systèmes de glissements $\{111\} \langle 110 \rangle$ précédemment définis au tableau 1.6.

$$\dot{\varepsilon}_{\sim}^p = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}_s m_s \quad (1.12)$$

avec m_s le tenseur de rotation associé au plan de glissement s comme précédemment défini par l'équation 1.5.

La loi d'écoulement plastique pour chaque système de glissement s est définie par un modèle phénoménologique de Méric et Cailletaud [22], [23] très couramment utilisé dans la littérature pour divers calculs mécaniques en plasticité cristalline [4], [10], [66], [74], [75], [93], [218]. Il est implémenté dans la suite de calcul éléments finis *Z-set* qui sera utilisée dans la thèse. Ce modèle de type viscoplastique à seuil est défini par l'équation 1.13. Il intègre la cission résolue τ_s (défini précédemment équation 1.3), un écrouissage cinématique x_s , un écrouissage isotrope r_s , et les paramètres K et n qui caractérisent la viscosité.

$$\dot{\gamma}_s = \left\langle \frac{|\tau_s - x_s| - r_s}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\tau_s - x_s) \quad (1.13)$$

les opérateurs $\langle \cdot \rangle$ et $\text{signe}(\cdot)$ signifient :

$$\langle x \rangle = \begin{cases} x & \text{si } x > 0 \\ 0 & \text{si } x \leq 0 \end{cases}$$

$$\text{signe}(x) = \begin{cases} 1 & \text{si } x > 0 \\ 0 & \text{si } x = 0 \\ -1 & \text{si } x < 0 \end{cases}$$

Écrouissage isotrope

L'écrouissage isotrope r_s est défini par l'équation 1.14 avec h_{sr} le terme d'interaction entre les systèmes de glissement r et s issus de la matrice d'interaction $\underline{h}$. ν_r représente le glissement cumulé sur le système r . τ_0 , b et Q sont trois paramètres à identifier. Ils représentent respectivement la cission critique initiale (τ_0), la sensibilité vis-a-vis de la saturation (b) et la capacité d'écrouissage (Q).

$$r_s = \tau_0 + Q \sum_{r=1}^{12} h_{sr} (1 - e^{-b\nu_r}) \quad (1.14)$$

avec :

$$\dot{\nu}_r = |\dot{\gamma}_r|$$

Écrouissage cinématique

L'écrouissage cinématique x_s est défini par l'équation 1.15. Cette formulation est particulièrement adaptée pour décrire l'abaissement du seuil de plasticité lors de l'inversion du chargement (effet Bauschinger) [66]. Deux coefficients c et d sont nécessaires à l'identification de cette loi.

$$\begin{cases} x_s = c\alpha_s \\ \dot{\alpha}_s = \dot{\gamma}_s - d\dot{\nu}_s\alpha_s \end{cases} \quad (1.15)$$

Matrice d'interaction

La matrice d'interaction $\underline{h}$, introduite par Franciosi [62], représente l'interaction entre les dislocations issues des différents systèmes (figure 1.18). Elle est particulièrement bien décrite et discutée dans la thèse de C. Gérard [66]. Dans le cas des structures CFC c'est une matrice symétrique de taille 12*12 qui est décrite par 6 coefficients indépendants représentant chacun un type d'interaction :

- h_0 : auto-écrouissage
- h_1 : interaction coplanaire
- h_2 : formation de verrous de Hirth (interaction entre systèmes de vecteurs de Burgers orthogonaux)
- h_3 : interaction colinéaire (interaction entre un système et son système dévié)
- h_4 : formation de jonction glissiles
- h_5 : formation de verrous de Lomer

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	h_0	h_1	h_1	h_3	h_4	h_4	h_2	h_4	h_5	h_2	h_5	h_4
A3	h_1	h_0	h_1	h_4	h_2	h_5	h_4	h_3	h_4	h_5	h_2	h_4
A6	h_1	h_1	h_0	h_4	h_5	h_2	h_5	h_4	h_2	h_4	h_4	h_3
B2	h_3	h_4	h_4	h_0	h_1	h_1	h_2	h_5	h_4	h_2	h_4	h_5
B4	h_4	h_2	h_5	h_1	h_0	h_1	h_5	h_2	h_4	h_4	h_3	h_4
B5	h_4	h_5	h_2	h_1	h_1	h_0	h_4	h_4	h_3	h_5	h_4	h_2
C1	h_2	h_4	h_5	h_2	h_5	h_4	h_0	h_1	h_1	h_3	h_4	h_4
C3	h_4	h_3	h_4	h_5	h_2	h_4	h_1	h_0	h_1	h_4	h_2	h_5
C5	h_5	h_4	h_2	h_4	h_4	h_3	h_1	h_1	h_0	h_4	h_5	h_2
D1	h_2	h_5	h_4	h_2	h_4	h_5	h_3	h_4	h_4	h_0	h_1	h_1
D4	h_5	h_2	h_4	h_4	h_3	h_4	h_4	h_2	h_5	h_1	h_0	h_1
D6	h_4	h_4	h_3	h_5	h_4	h_2	h_4	h_5	h_2	h_1	h_1	h_0

 FIGURE 1.18 : Matrice d'interaction entre les 12 systèmes de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ définis par la notation de Schmid & Boas [66].

Les coefficients de cette matrice d'interaction sont difficiles à quantifier. Ils peuvent être déterminés par des calculs de dynamique des dislocations ou bien identifiés à partir d'essais mécaniques. Il n'existe pas à notre connaissance d'étude ayant déterminé ces coefficients pour l'acier 316L LPBF. Pourtant, il est probable que les sous-structures de dislocations liées au procédé LPBF influencent les mécanismes d'interaction entre systèmes de glissement. Une étude de l'interaction entre bandes de glissement en surface après essais de fatigue et cellules de dislocations/micro-ségrégations est présentée en fin de chapitre 4 afin d'adresser ce point.

Bien que les valeurs de ces coefficients soient discutables, C. Gérard [66] a montré l'importance prépondérante des interactions colinéaires (h_3). Les coefficients utilisés dans la thèse seront ceux identifiés par Raphaël Guerschais [74] à partir d'essais mécaniques sur un acier 316L conventionnel (tableau 1.10). Lors de l'identification h_0 et h_1 ont été pris égaux à 1 et l'ordre $h_3 > h_4 > h_5 > h_6$ a été imposé pour être en accord avec les travaux de Devincré et al. [52] basés sur la dynamique des dislocations.

h_0	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5
1.000	1.000	0.438	77.200	4.310	2.410

TABLEAU 1.10 : Coefficients de la matrice d'interaction d'un acier 316L conventionnel [74].

1.5.1.2 Du monocristal au polycristal : Modèle d'homogénéisation

Les modèles d'homogénéisation, ou modèles de transition d'échelle, ont pour objectif de relier la contrainte macroscopique $\tilde{\Sigma}$ (resp. déformation macroscopique $\tilde{E}$) à la contrainte mésoscopique σ (resp. déformation mésoscopique ε). L'ensemble des grains de même orientation est défini comme une phase i de fraction volumique f_i . Les tenseurs de déformation macroscopique $\tilde{E}$ et de contrainte macroscopique $\tilde{\Sigma}$ sont définis par les équations Eq. 1.16 et Eq. 1.17.

$$E = \sum_i \varepsilon_i f_i \quad (1.16)$$

$$\Sigma = \sum_i \sigma_i f_i \quad (1.17)$$

Les champs mécaniques intra-granulaires ainsi que les effets de voisinages de grains ne sont donc pas décrits par ces approches. Ces modèles sont particulièrement adaptés pour des calculs rapides prenant en compte la texture du matériau polycristallin. C'est dans ce cadre qu'ils seront utilisés dans la thèse, à savoir, pour l'identification du comportement viscoplastique des différentes microstructures étudiées. Les stratégies d'identification utilisées seront présentées en détail au chapitre 5. Cette partie vise seulement à présenter le modèle d'homogénéisation retenu : le modèle β . Ce modèle est directement implémenté dans le code de calcul éléments finis Zébulon.

Le modèle d'homogénéisation β a été introduit par Cailletaud et Pilvin dans les années 90 [22], [23], [157]. Il se base sur une approche phénoménologique. Le comportement élastique des grains est linéaire isotrope et identique au milieu homogène équivalent. La loi de localisation est décrite par les équations suivantes :

$$\sigma_i = \Sigma + C(B - \beta_i) \quad (1.18)$$

$$B = \sum_i f_i \beta_i \quad (1.19)$$

avec B le tenseur d'accommodation macroscopique, β_i le tenseur d'accommodation de la phase i . C est un paramètre qui dépend du module de cisaillement élastique du polycristal μ et de son coefficient de poisson ν :

$$C = 2\mu(1 - \beta) \text{ avec } \beta = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)} \quad (1.20)$$

Enfin, la loi d'évolution du tenseur d'accommodation mésoscopique β_i est donné par l'équation 1.21 :

$$\dot{\beta}_i = \dot{\varepsilon}_i^p - D\beta_i \dot{\varepsilon}_{i,eq}^p \text{ avec } \dot{\varepsilon}_{i,eq}^p = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_i^p : \dot{\varepsilon}_i^p} \quad (1.21)$$

avec D un paramètre du modèle à identifier, $\dot{\varepsilon}_i^p$ le tenseur de la vitesse de déformation plastique mésoscopique et $\dot{\varepsilon}_{i,eq}^p$ la valeur équivalente de Von Mises de ce dernier tenseur. Le paramètre D est souvent identifié en faisant correspondre la réponse macroscopique du modèle β avec celle d'un calcul éléments finis ou d'un modèle ne nécessitant pas d'identification préalable (type Berveiller-Zaoui [15]) [4], [74], [75].

Le modèle β est largement utilisé dans la littérature pour des calculs de plasticité cristalline [4], [74], [75]. Il est adapté à tout type de chargement, y compris des chargements cycliques ou multi-axiaux. En particulier, il est souvent utilisé pour l'identification des paramètres de lois matériaux [4], [74], [75]. C'est donc ce modèle qui sera retenu dans la thèse pour l'identification des paramètres d'écrouissage isotrope (τ_0 , Q , b) et cinématique (c et d).

1.5.1.3 Du monocristal au polycristal : Calcul explicite sur agrégat polycristallin

Description générale

Le calcul de la réponse mécanique d'un polycristal peut se faire en utilisant des modèles d'homogénéisation, comme présenté ci-dessus, ou bien sur des agrégats polycristallins explicites. Ces agrégats sont définis comme un ensemble (surface en 2D, volume en 3D) de phases ayant chacune un comportement propre. Ces phases constituent les grains du polycristal. Elles sont définies par leur orientation et leur volume (surface en 2D), comme dans un modèle d'homogénéisation, mais aussi par leur morphologie et leur position.

A partir de ces agrégats, le calcul mécanique peut être réalisé en utilisant des méthodes éléments finis ou des méthodes de type FFT (de l'anglais *Fast Fourier Transformation*). Dans le premier cas un maillage du polycristal est nécessaire alors qu'il ne l'est pas pour la résolution FFT. Dans le cadre de cette thèse, les calculs mécaniques seront réalisés par méthode éléments finis, avec le logiciel *Z-set* et toujours en 3D. La description des méthodes de génération de microstructure numérique sera donc limitée à ce cadre.

L'objectif de ces simulations est de prendre en compte l'effet de la microstructure dans la réponse mécanique. En particulier, cette méthode est utilisée dans la thèse pour rendre compte des effets de microstructure en fatigue. Il est donc important d'avoir une description numérique la plus fidèle possible à la microstructure expérimentale.

Caractérisation expérimentale du polycristal en 3D

De nombreuses méthodes peuvent être utilisées pour caractériser la microstructure à l'échelle du polycristal. Deux grandes catégories existent : les méthodes 3D et les méthodes 2D. La caractérisation d'un polycristal (morphologie, position, orientation des grains) en 2D est communément réalisée par EBSD.

Pour ce qui est des méthodes 3D, les plus complètes permettent de décrire l'orientation, la forme et la position des grains d'un polycristal. Parmi celles-ci, les deux plus répandues sont :

- La reconstruction d'un polycristal à partir d'EBSD réalisés à différentes profondeurs selon une direction. L'incrément de profondeur peut être réalisé par polissage incrémental, ou dans des études plus récentes à l'aide d'un FIB (faisceau d'ions, *Focused Ion Beam*) [47], [181].
- La reconstruction à partir de données issues de tomographie par contraste de diffraction (DCT, *Diffraction Contrast Tomography*) [56], [60], [120], [121], [125], [173], [202], [220]. Un exemple est donné en figure 1.19

Une troisième méthode (3DXRD), permet d'avoir accès à la position et à l'orientation des grains, sans avoir d'information sur la morphologie de ceux-ci.

La première est coûteuse en temps et est une méthode destructive. Son caractère destructif ne permet pas la réalisation d'expériences mécaniques expérimentale sur la microstructure une fois imagée. Elle nécessite des incréments de profondeur assez fins ($\ll$ taille de grains) pour avoir une description correcte de la morphologie des grains. Par contre, son principal avantage est qu'elle permet de décrire tout types de grains (fortement déformés, maclés, très ou peu texturés, *etc.*)

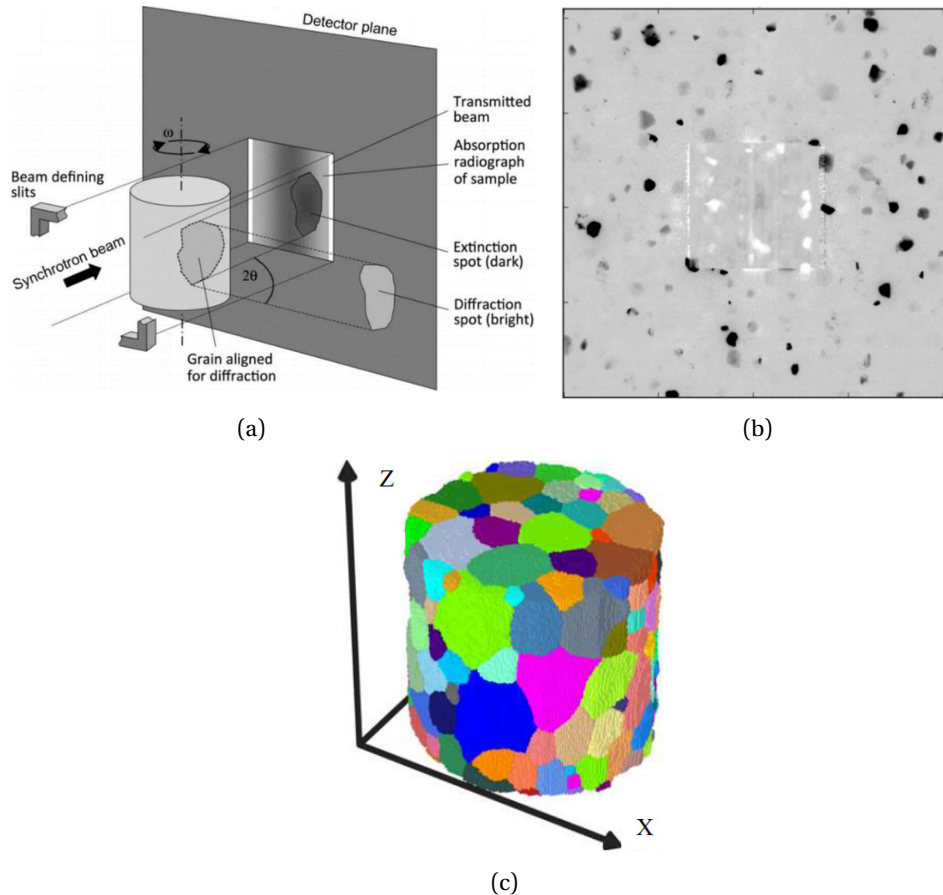


FIGURE 1.19 : (a) Schéma du dispositif de DCT, (b) image du détecteur de DCT pour une position ω sur un échantillon de CuAlBe et (c) exemple d'une reconstruction d'un CuAlBe par DCT [56].

La seconde méthode (DCT) est aussi très coûteuse en temps et moyen puisqu'elle nécessite communément l'utilisation d'un synchrotron. Depuis peu, des appareils de laboratoire de DCT ont été développés et ont fait leur preuves pour certains cas d'utilisation [60]. La DCT n'est pas destructrice, ce qui permet notamment la réalisation d'expériences in-situ après avoir imagé la microstructure initiale. Cependant, elle est limitée par la présence de macles dans le matériau, nécessite des grains avec une faible désorientation intragranulaire ($\lesssim 5^\circ$), et relativement gros ($\gtrsim 50 \mu\text{m}$) [56]. De plus, le volume d'analyse est limité par la transmission du faisceau à travers le matériau. Classiquement, des volumes maximum de l'ordre de $500*500*500 \mu\text{m}$ sont atteignables pour les aciers [33].

Ces deux méthodes (EBSD 3D et DCT) permettent de générer des jumeaux numériques des polycristaux réels. Suite à certains post-traitements, ces jumeaux numériques peuvent être utilisés dans des calculs FFT (sans maillage préalable) ou éléments finis (avec maillage préalable).

Génération d'agrégat polycristallin numérique

Les limitations liées aux méthodes d'EBSD 3D et de DCT ne permettent pas toujours d'avoir accès à un jumeau numérique du polycristal. Dans ces cas, il est nécessaire de générer un polycristal par voie numérique.

La génération de polycristaux numériques est souvent basée sur des algorithmes de type Voronoi. Cette approche consiste à un pavage de l'espace par un ensemble discret de

points, appelés "germes". Les cellules, ou grains dans notre cas, correspondent à l'ensemble des points de l'espace plus proches de ce germe que d'un autre. Cette méthode permet de découper l'espace en un ensemble de polyèdres. Elle est implémentée dans plusieurs logiciels, dont *Neper* [172], celui utilisé dans la thèse.

Le choix de la position des germes permet de contrôler les tailles, morphologies et agencement des grains. Deux paradigmes permettent de choisir ces positions :

- **les méthodes déterministes**, pour lesquelles la position et l'arrangement des grains sont fixés par l'utilisateur. Dans ce cas, une microstructure numérique proche de la microstructure réelle peut être atteinte. Cependant, la connaissance du centre de masse de chacun des grains doit être connu (ou supposé) afin de le faire correspondre à celui des germes. Cette méthode est particulièrement bien adaptée pour obtenir une microstructure numérique à partir de données issues de 3DXRD³. L'avantage de cette méthode réside dans la possibilité de décrire de façon bijective une microstructure réelle. Ainsi, des comparaisons entre réponses numériques et expérimentales à l'échelle des grains peuvent être réalisées [56]. Au contraire, le désavantage principal de cette approche est qu'elle ne permet de générer qu'une seule morphologie de microstructure numérique pour imager une microstructure réelle.
- **les méthodes statistiques**, pour lesquelles les positions des germes sont optimisées de façon à garantir le meilleur accord entre des données statistiques expérimentales et numériques (par exemple, la taille ou la sphéricité des grains). Ces méthodes permettent de représenter de façon statistique une microstructure réelle. Ainsi, elles sont particulièrement adaptées pour générer plusieurs microstructures numériques à partir de mêmes données expérimentales. Cet avantage permet de multiplier les calculs, avec des microstructures numériques différentes mais toujours représentatives d'une même microstructure réelle, afin d'augmenter la représentativité de la réponse numérique. Cette approche est couramment utilisée pour l'étude des effets de microstructures en fatigue [74], [87]. Le désavantage principal de cette méthode est qu'elle ne permet pas de comparer les réponses grains à grains entre simulation numérique et données expérimentales locales.

Calcul explicite sur agrégat polycristallin numérique

Les microstructures numériques sont maillées afin de permettre la résolution de calculs par la méthode des éléments finis. Le maillage de telles microstructures ne montre pas de spécificités. Dans le cadre de cette thèse, il est réalisé via le module de maillage de *Neper* [172], lui-même basé sur *Gmsh* [67]. Les calculs sont réalisés via le logiciel *Z-set*. La description de ceux-ci sera réalisée dans une partie dédiée.

1.5.1.4 Simulation numérique en fatigue

La méthodologie de calcul présentée ci-dessus est couramment utilisée dans la littérature pour étudier l'influence de la microstructure polycristalline sur le comportement en fatigue des métaux. Elle permet notamment de prédire la dispersion du comportement en fatigue d'un alliage en prenant en compte la variabilité de la microstructure [87]. Par ailleurs, elle est aussi particulièrement bien adaptée pour prédire les zones d'amorçage de fissure de fatigue au sein de la microstructure.

Ces prédictions sont basées sur l'utilisation d'un paramètre indicateur de fatigue (*Fatigue*

³La 3DXRD donne accès à l'orientation et à la position des centres de masse des grains. Cette méthode sera décrite dans la suite du chapitre.

Indicator Parameter, FIP) exprimé à partir d'un critère de fatigue à l'échelle mésoscopique (échelle des grains). Hor et al. [87] ont montré que les critères macroscopiques ne sont pas conservatifs à l'échelle des grains, d'où la nécessité d'utiliser des critères dits mésoscopiques.

De façon générale, on considère qu'il y a amorçage de fissure de fatigue lorsque la valeur de ce FIP (en un point, ou en moyenne sur un volume donné) est supérieure à une valeur seuil. Il existe de nombreuses façon de formuler les critères à l'échelle mésoscopique en se basant sur des approches plan critique ou énergétiques. Une revue conjointement écrite par McDowell et Dunne rassemble les principaux critères sensibles à la microstructure [126].

Il existe aussi plusieurs manières de comparer la valeur de ces critères à la valeur du seuil. Une comparaison peut être effectuée en chaque point du maillage, en valeur moyenne sur un grain ou bien en valeur moyenne sur un ensemble de grains. Sont alors différenciées les approches locales (comparaison en chaque point, ou en chaque grain) et les approches non-locales (moyenne du critère sur un ensemble de grains). Généralement, les approches locales sont trop conservatrices, notamment en présence de fortes hétérogénéités des champs de contrainte puisqu'elles ne prennent pas en compte les effets de gradient, bénéfique pour la résistance en fatigue [74]. Enfin, des approches probabilistes, basées sur la théorie des valeur extrêmes, permettent de s'affranchir de tels choix et montrent des résultats très satisfaisants [87], [103], [138].

En ayant une connaissance fine de la microstructure à l'échelle du polycristal il est donc possible de déterminer la moyenne et la variabilité de la résistance en fatigue d'un matériau par simulation numérique.

1.5.2 Diffraction et grands instruments

Dans cette thèse, le terme de *grands instruments* est souvent utilisé par opposition aux équipements de laboratoire. Il regroupe les réacteurs à neutrons et les sources synchrotron. Ces instruments scientifiques peuvent renseigner sur des informations innaccessibles par des moyens conventionnels de mesure. Ils sont notamment d'une grande utilité pour la compréhension du comportement micro-mécanique des matériaux [167], [171], [202]. C'est dans ce cadre qu'ils ont été utilisé dans la thèse.

1.5.2.1 Principe de diffraction : Loi de Bragg

La diffraction, qu'elle soit des rayons X ou des neutrons, est basée sur la loi de Bragg [20] (Eq. 1.22 et figure 1.20) :

$$2d_{hkl} \sin(\theta) = n\lambda \quad (1.22)$$

avec d_{hkl} la distance inter-atomique des plans $\{hkl\}$, θ le demi-angle entre le faisceau incident (k_i) et le faisceau diffracté (k_d), λ la longueur d'onde du rayonnement et n l'ordre de diffraction ($n \in \mathbb{N}^*$). Le vecteur de diffraction ($\underline{Q}$) est défini comme étant la bissectrice des faisceaux incidents et diffractés. $\underline{Q}$ est normal aux plans diffractants. Un cristal est dit en condition de diffraction lorsqu'il est orienté tel que la normale aux plans $\{hkl\}$ soit colinéaire à $\underline{Q}$. La figure 1.20 apporte une vision géométrique de l'équation de Bragg pour un cristal en condition de diffraction.

En fonction de la technique de diffraction utilisée, le volume analysé est différent. Le tableau 1.12 rassemble les ordres de grandeurs de volume analysé pour la diffraction des rayons X en laboratoire, la diffraction des rayons X de haute énergie (synchrotron) et la diffraction de neutrons. Il montre que l'accès aux grands instruments permet de sonder des volumes bien

plus importants que la diffraction de laboratoire. En conséquence, les informations ainsi acquises ont une valeur statistique bien plus importante. De plus, l'information provient uniquement de l'extrême surface en diffraction de laboratoire, et il a été montré, que le comportement des grains en volume est souvent différent de celui des grains de surface [202].

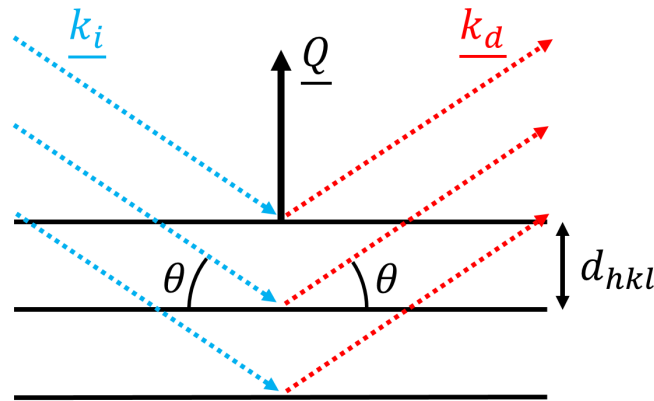


FIGURE 1.20 : Illustration géométrique de la loi de Bragg (Eq. 1.22)

Technique utilisée	Volume analysé
Diffraction des RX de laboratoire	$\approx 2 \text{ cm} * 2 \text{ cm} * 1 \mu\text{m}$
Diffraction des RX de synchrotron	$\approx 500 \mu\text{m} * 500 \mu\text{m} * 500 \mu\text{m}$
diffraction de neutrons	$\approx 4 \text{ cm} * 4 \text{ cm} * 4 \text{ cm}$

TABEAU 1.12 : Ordre de grandeur du volume analysé par les différentes techniques de diffraction pour les aciers.

1.5.2.2 Diffraction de neutrons

La diffraction de neutrons est une technique de caractérisation des matériaux cristallins utilisant comme faisceau incident un flux de neutrons. Ces neutrons peuvent être produits par fission nucléaire de noyaux atomiques lourds (dans un réacteur nucléaire) ou par bombardements d'une cible par des protons hautement énergétiques (dans un accélérateur de particules).

Dans le cadre de la thèse, les neutrons proviennent d'un réacteur à haut flux de neutrons dédié à la recherche, l'Institut Laue Langevin (ILL), à Grenoble. Cet instrument de recherche international, en service depuis 1971, produit actuellement les faisceaux de neutrons les plus intenses au monde.

L'avantage principal des neutrons réside dans leur grande longueur de pénétration dans les matériaux, y compris métalliques. Des épaisseurs de plusieurs centimètres de métal peuvent être traversées. Les volumes d'analyses sont donc centimétriques, ce qui a deux avantages considérables pour l'étude du comportement mécanique des matériaux :

- Premièrement, des éprouvettes macroscopiques (pour des chargements in-situ) ou des pièces industrielles peuvent directement être analysées par diffraction de neutrons. Ceci permet s'affranchir des questions de représentativité des essais (pour des chargements in-situ) ou d'effet d'échelle souvent délicates en mécanique.

- Le second avantage réside dans la représentativité des mesures. Le volume d'analyse est supérieur de plusieurs ordres de grandeur à la taille des objets diffractants (les grains). En conséquence, les pics de diffraction correspondent à une réponse moyennée sur un très grand nombre de grains et ont donc une valeur statistique forte.

Les expériences réalisées pour cette thèse l'ont été sur la ligne de faisceau SALSA [187] dédiée à la mesure des déformations cristallines. Une description précise du set-up utilisé est disponible au chapitre 5. Les paragraphes suivants ont uniquement vocation à décrire le formalisme permettant la détermination des déformations par diffraction de neutrons.

La distance inter-réticulaire des plans (hkl) dans l'état de référence est définie par d_{hkl}^0 . En fonction de la mesure réalisée, cette distance peut correspondre à un état libre de contrainte ou seulement un état de référence. La déformation des plans (hkl) est simplement calculée par rapport à cet état de référence (Eq. 1.23).

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \quad (1.23)$$

En différenciant la loi de Bragg, on obtient ε_{hkl} en fonction de l'angle de diffraction θ (Eq. 1.24) :

$$\varepsilon_{hkl} = -\cot(\theta_{hkl}^0) \Delta\theta_{hkl} \text{ avec } \Delta\theta_{hkl} = \theta_{hkl} - \theta_{hkl}^0 \quad (1.24)$$

En utilisant cette méthode, la déformation ε_{hkl} normale aux plans (hkl) (=colinéaire à $\underline{Q}$) est accessible par la mesure de l'angle de diffraction θ_{hkl} .

L'angle de diffraction correspond à la valeur moyenne du pic de diffraction expérimental. Pour accéder à cette valeur, le pic expérimental est modélisé par une gaussienne, une lorentzienne ou encore une courbe de Pseudo-Voigt de paramètre η . L'angle de diffraction peut alors être mesuré comme correspondant au maximum du pic, à son centre, ou encore au centre de la largeur à mi-hauteur. La largeur à mi-hauteur (FWMH, de l'anglais *full width maximum height*) du pic θ_{hkl} donne une indication sur l'hétérogénéité des distance inter-réticulaires des plans (hkl).

Lors d'expériences sur un polycristal, la déformation calculée à partir de θ_{hkl} correspond à la moyenne des déformations de chaque grains en condition de diffraction. La largeur à mi-hauteur donne une indication sur l'hétérogénéité intragranulaire et intergranulaire de cette déformation. Il est important de se rappeler que la déformation calculée par cette méthode est uniquement la déformation élastique selon l'axe défini par le vecteur de diffraction.

Des expériences de diffraction de neutrons avec chargement mécanique *in-situ* permettent alors de suivre cette déformation pour certains grains au cours d'un essai mécanique. De plus, l'évolution de la largeur à mi-hauteur renseigne sur l'évolution des hétérogénéités de déformation au cours d'un essai. Ces hétérogénéités de déformations peuvent, parfois, être reliées à l'activité plastique dans le matériau.

Par exemple, l'équipe de Daymond a réalisé des expériences de diffraction de neutrons *in-situ* lors de chargement de traction [40] ou de fatigue oligocyclique [101] sur un acier 316L conventionnel. Ils ont mis en évidence une différence de comportement entre familles {hkl} lors de chargement oligocyclique (voir figure 1.21). L'ouverture de la boucle $\sigma_{macro} - \varepsilon_{200}$ suggère en particulier une activité plastique plus importante pour les grains orientés {200} le long de la direction de chargement. Une expérience similaire est réalisée dans notre étude (chapitre 5) afin de comparer les résultats obtenus sur l'acier 316L LPBF à ceux de l'acier 316L conventionnel.

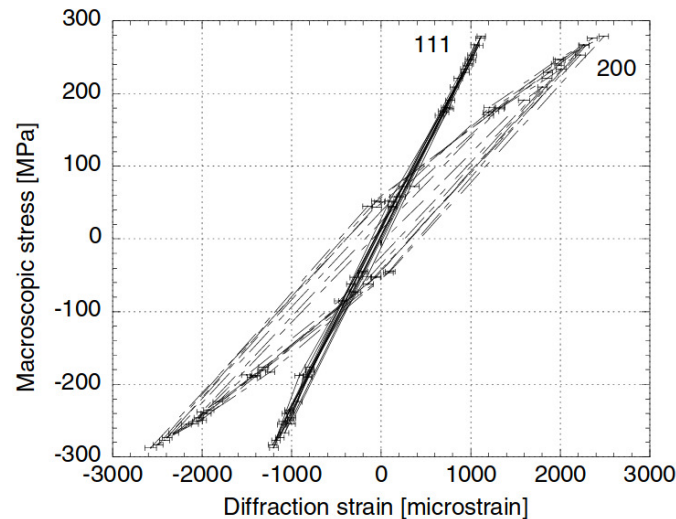


FIGURE 1.21 : Evolution des déformations élastiques des plans (111) et (200) lors d'un chargement de fatigue oligocyclique sur un acier 316L conventionnel. Obtenu par diffraction de neutrons *in-situ* [101].

Plus récemment, Li et al. [110] ont réalisé le suivi des déformations élastiques de différentes familles $\{hkl\}$ sur un acier AL6XN au cours d'un essai de fatigue à grand nombre de cycles. Ils ont pu montrer, en analysant les déformations élastiques et la largeur à mi-hauteur, que la localisation des hétérogénéités de déformation liées au chargement en fatigue est dépendante de l'orientation des grains. En particulier, les grains $\langle 001 \rangle // LD$ (LD, *loading direction*) accumuleraient plus de bandes de glissement persistantes que les autres orientations pour des chargements à faible amplitude et ceci engendrerait de forts gradients de contraintes intragranulaires. Ces résultats sont en accord avec ceux de Korsunsky et al. [101].

C'est ce type d'expérience, en fatigue oligocyclique, qui a été réalisée dans la thèse sur un acier 316L LPBF et qui sera présenté au chapitre 5.

1.5.2.3 Diffraction des rayons X de haute énergie

La diffraction des rayons X de haute énergie permet aujourd'hui la caractérisation du comportement mécanique des polycristaux à l'échelle des grains. Cette prouesse est rendue possible par l'utilisation de sources de rayonnement synchrotron.

Description du montage expérimental

Le flux de rayons X de haute énergie, appelé rayonnement synchrotron, est émis par la rotation d'électrons à une vitesse proche de celle de la lumière dans un anneau de stockage. Actuellement, les rayons X émis peuvent atteindre des énergies jusqu'à 750 keV contre seulement 8 à 20 keV en laboratoire en utilisant des tubes cathodiques en cuivre ou molybdène. Ces énergies très élevées atteintes par le rayonnement synchrotron permettent d'augmenter la profondeur de pénétration des rayons X dans les matériaux. De plus, le flux de ce rayonnement synchrotron est supérieur de plusieurs ordres de grandeur à celui des sources de laboratoires. En conséquence, le flux considérable et l'énergie élevée de ce rayonnement offrent la possibilité de caractériser le comportement mécanique des polycristaux en volume, de façon non destructive et donc d'envisager des expériences *in-situ* [132], [153].

C'est dans ce cadre qu'a été utilisé le rayonnement synchrotron dans cette thèse. Une expérience de diffraction des rayons X de haute énergie sous chargement de fatigue in-situ a été réalisée à l'ESRF, sur la ligne ID11, afin de comprendre les mécanismes de localisation de la déformation à l'échelle d'un polycristal d'acier 316L LPBF. Cette expérience et le set-up expérimental qui lui sont liés seront présentés au chapitre 5. Cette sous-partie a uniquement pour vocation à introduire les concepts liés à la méthode de diffraction des rayons X de haute énergie : la 3DXRD. Une description détaillée de la méthode est disponible dans les références [168] et [91].

La méthode de 3DXRD a été développée par H. F. Poulsen et son équipe à la fin des années 1990 [168]. Cette méthode est basée sur la diffraction des rayons X en transmission, d'où la nécessité d'utiliser un rayonnement synchrotron. La figure 1.22a illustre le montage communément utilisé pour les expériences de 3DXRD. Ce type de montage équipe différentes lignes de lumière synchrotron à travers le monde : 1-ID à l'APS (USA), F2 station à CHESS (USA), ID11 à l'ESRF (France), P07 et P21 à PetraIII (Allemagne) [249].

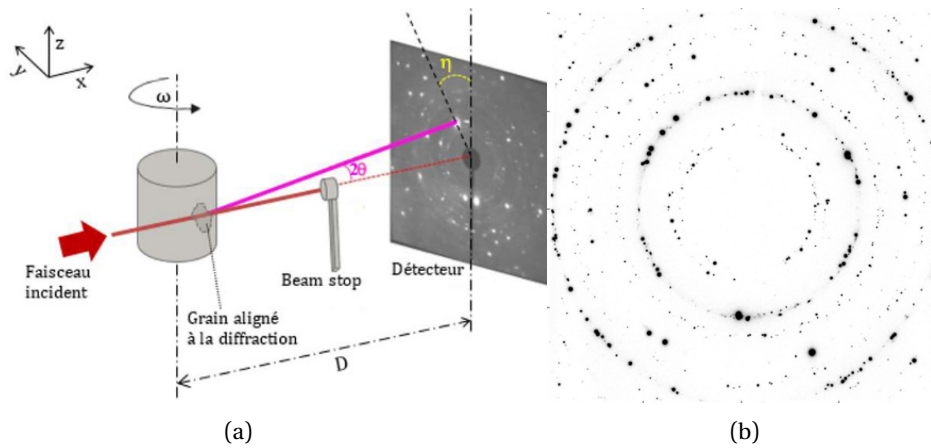


FIGURE 1.22 : (a) Illustration de la méthode de 3DXRD et (b) exemple d'une image de diffraction pour un CuAlBe [56]

L'échantillon est monté sur une plateforme rotative d'axe ω à une distance D relativement grande ($\approx 0.2 - 2$ m [56], [132], [153]) d'un détecteur 2D. Le choix d'une grande distance permet de maximiser la résolution angulaire (au détriment de la résolution spatiale). En conséquence, même de petites variations angulaires sont détectables, ce qui permet de déterminer des déformations élastiques avec une précision élevée (incertitudes de l'ordre de 10^{-4} [56], [153], [193]). Au contraire, du fait de la faible résolution spatiale (≈ 10 μm [153]), la forme des grains ne peut pas être déterminée.

Le faisceau de rayons X monochromatique de haute énergie illumine le matériau perpendiculairement à l'axe de rotation et ce sur l'ensemble de son diamètre. Une partie du faisceau est transmise sans être diffractée, ce faisceau transmis est alors arrêté par le *Beam Stop* afin de ne pas endommager le détecteur 2D.

Certains grains, en condition de diffraction, font diffracter une partie du faisceau incident. En résulte une image du grains (tâche) caractérisée par sa position sur le détecteur 2D par les deux angles : 2θ (angle radial) et η (angle azimutal). Les tâches des grains diffractant pour une même position ω forment sur le détecteur des anneaux de Debye-Scherrer (voir exemple 1.22b). Ce type d'image, appelée figure de diffraction, est enregistrée pour chaque valeur de ω séparée par un incrément de rotation $\delta\omega$ (appelé pas d'intégration). La plage de variation de ω doit être suffisamment grande pour permettre à l'ensemble des grains d'être au moins une fois en condition de diffraction. Une description précise du montage utilisé dans le cadre de cette thèse, sur la ligne ID11 de l'ESRF, sera disponible au Chapitre 5.

Exploitation des données 3DXRD

L'exploitation des données de 3DXRD permet d'avoir accès à la position du centre de masse des grains, leur orientation cristalline, leur volume relatif et leur tenseur de déformation élastique. Au contraire, la forme 3D des grains ne peut pas être déterminée. Une description détaillée de la méthode d'exploitation des données n'est pas réalisée ici puisque ce travail ne fait pas partie intégrante de la thèse mais a été réalisé par Younes El-Hachi dans le cadre d'un contrat post-doctoral.

L'exploitation des données de 3DXRD peut être divisée en trois grandes étapes :

1. **Le traitement des clichés de diffraction bruts** : soustraction du bruit de fond, segmentation et nettoyage des pics collectés.
2. **Calibration de la géométrie du diffractomètre** : détermination et prise en compte des paramètres globaux du montage (angles de tilts, coordonnées du centre du faisceau, tailles de pixel du détecteur, distance échantillon-détecteur, longueur d'onde du faisceau). Cette étape est réalisée à partir d'un calibrant dont le spectre de diffraction est bien connu (poudre de CeO_2 par exemple) et/ou par une approche numérique. Le couplage des deux approches permet de diminuer l'incertitude sur les grandeurs déterminées [56].
3. **L'indexation des pics** et l'optimisation des propriétés des grains déduites. Cette étape consiste à exprimer les paramètres du grain (position, orientation, paramètres de maille) en fonction des paramètres des pics et des paramètres globaux. A partir des paramètres de mailles des grains, les déformations élastiques peuvent être calculées par rapport à un état de référence.

1.5.3 Couplage entre grands instruments et simulation

La simulation numérique en plasticité cristalline (CPFE) offre des possibilités considérables d'investigation du comportement mécanique des métaux à l'échelle des grains. Elle souffre cependant d'un manque de comparaison expérimentale directe à ces échelles. Le couplage de la CPFE avec l'utilisation des grands instruments permet de lever ce verrou.

La diffraction de neutrons est souvent utilisée pour mesurer la distribution des déformations dans les matériaux multiphasés. Par exemple, Pokharel et al. [164] ont montré que la simulation CPFE est capable de prédire la répartition de la déformation entre les phases ferritiques et austénitiques d'un acier 304L obtenu par fabrication additive. La diffraction de neutrons a été utilisée pour alimenter le modèle (texture initiale, proportion de ferrite, densité de dislocation) mais aussi pour mesurer les déformations induites dans chaque phase au cours d'un chargement thermique *in-situ*. Le même chargement thermique a été appliqué sur un jumeau numérique. Une comparaison directe des déformations dans chaque phase calculées et mesurées est alors rendue possible, ceci permettant de valider

(ou non) le modèle utilisé. Cependant, dans cette étude la microstructure initiale utilisée n'est pas représentative de celles issues du procédé de fabrication additive. En conséquence, des hétérogénéités locales de déformations peuvent ne pas être prédites par la simulation et la rendre non adapté pour la prédiction du comportement en fatigue.

D'autre part, M.R. Daymond et son équipe [101] ont mesuré les déformations élastiques des familles $\{111\}$ et $\{200\}$ d'un acier 316L conventionnel lors d'un essai de fatigue oligocyclique. En particulier, ils ont montré une hétérogénéité des déformations élastiques et plastiques entre ces deux familles. Un bon accord, a été établi entre ces données expérimentales et des simulations réalisées par un modèle auto-cohérent. La comparaison directe entre la mesure des déformations élastiques et celles calculées à partir du modèle rend possible une détermination des paramètres du modèle à partir de ces données expérimentales. Ce type d'approche peut être étendu à des modèles de CPFE et permettrait d'augmenter la précision des prédictions du modèle.

L'utilisation de la diffraction de neutrons sous chargement mécanique *in-situ* couplée à la simulation numérique est donc un outil adéquat pour valider les paramètres de modèles numériques à l'échelle des grains. Ce type d'approche est particulièrement bien justifiée puisque les mesures de déformation élastiques sont moyennées sur un grand nombre de grains diffractants et sont donc représentatives d'un comportement moyen. Au contraire, ce n'est pas un outil adapté pour étudier les hétérogénéités de déformations entre grains de mêmes orientations. De plus, seul une composante du tenseur des déformations est accessible à la fois, ce qui rend délicat la validation des modèles pour des chargements fortement multiaxiaux. Dans ce cas, des approches plus locales, comme la 3DXRD doivent être envisagées.

La 3DXRD a été employée depuis de nombreuses années en couplage avec la simulation numérique CPFE pour étudier les effets de microstructures dans les agrégats polycristallins [1], [132], [153], [192], [193]. L'usage de la simulation numérique en CPFE sur agrégats explicites est facilité par des mesures de DCT, souvent couplées à celles de 3DXRD. En effet, la DCT permet d'obtenir un jumeau numérique de l'agrégat polycristallin réel, et ce en utilisant un montage expérimental très proche de celui de la 3DXRD (voir plus haut).

La comparaison grain à grain entre expérience (3DXRD) et simulation (CPFE) a un intérêt considérable car elle permet, contrairement à la diffraction de neutrons, d'étudier les hétérogénéités de déformations entre grains de mêmes orientations. Par exemple, Younes El-Hachi [56] a montré au cours d'une expérience de 3DXRD en traction *in-situ* que l'orientation cristallographique seule n'est pas un paramètre suffisant pour décrire le comportement super-élastique des grains austénitiques d'un CuAlBe. Le couplage entre cette expérience de 3DXRD et une simulation éléments finis a mis en lumière l'effet significatif du voisinage des grains sur les champs de contraintes intragranulaires (et donc sur leur transformation martensitique). De même, Shade et al. [193] rapportent au travers de différentes expériences de 3DXRD que l'environnement des grains joue un rôle prépondérant dans leur réponse mécanique, d'où la nécessité d'utiliser des modèles de type CPFE décrivant explicitement la microstructure plutôt que des modèles auto-cohérents.

Par ailleurs, Prithivirajan et al. [170] ont comparé la réponse de trois modèles de CPFE vis-à-vis de leurs résultats de 3DXRD. Parmi ces modèles, seuls les deux prenant en compte les macles dans l'agrégat polycristallin numérique ont prédit de façon précise la zone d'amoçage d'une fissure de fatigue observée expérimentalement. Leur conclusion a été que le rôle des macles pour leur alliage est significatif dans la localisation de la déformation. Le même type d'approche pourrait être envisagé pour identifier les paramètres d'un modèle

de plasticité cristalline.

En conclusion , la comparaison entre les données issues de 3DXRD et la modélisation CPFE apporte des informations sur les caractéristiques microstructurales influençant significativement les mécanismes de localisation de la déformation au sein d'un polycristal. De plus, elle pourrait être utilisée pour valider les paramètres des modèles de CPFE à l'échelle des grains et ainsi accroître la précision de leurs prédictions.

Un des objectifs initiaux de la thèse est d'étudier l'efficacité des critères de fatigue mésoscopiques pour un matériau issu de fabrication additive. Pour cela, après avoir réussi à générer des aciers 316L LPBF avec différentes microstructures à l'échelle du polycristal, il est envisagé d'en obtenir des jumeaux numériques par DCT. Ces jumeaux numériques pourraient alors être utilisés en simulation pour déterminer la résistance en fatigue et la variabilité de celle-ci en fonction de la microstructure. La comparaison de ces résultats numériques à des résultats d'essais de fatigue conventionnels renseignerait alors sur l'efficacité des critères mésoscopiques pour les matériaux de fabrication additive. Surtout, les mesures de 3DXRD pourraient permettre de mieux comprendre la localisation des déformations au sein du polycristal et ainsi adapter les critères pour une meilleur prédiction de la résistance en fatigue.

1.6 Conclusions du chapitre

Ce chapitre d'état de l'art avait pour vocation à présenter le champ d'étude de la thèse et introduire les différents concepts nécessaires à la compréhension de la démarche scientifique.

Tout d'abord, la problématique de la thèse a été explicitée. Pour réduire le champ d'étude de cette thèse, les choix suivants ont été définis :

1. Toutes les éprouvettes sont fabriquées verticalement pour s'affranchir de l'effet de la direction de fabrication. Le chargement lors des essais de fatigue/traction est toujours appliqué le long de la direction de fabrication.
2. Toutes les éprouvettes sont usinées et polies pour s'affranchir de l'effet de surface. Aucune stratégie de lasage adaptée à la surface, de type *contouring*, n'est donc utilisée.

Une fois ces hypothèses formulées, les objectifs de la thèse ont été listés et la démarche présentée.

Le premier objectif de la thèse consiste à la réalisation de pièces en acier 316L avec des populations de défauts et microstructures contrôlées à différentes échelles. Le lien entre les paramètres procédés, les populations de défauts, et la microstructure résultante ont été présentés. Cette revue de la littérature a montré qu'il est possible d'agir sur les populations de défauts et la microstructure à l'échelle des grains via les paramètres procédés. C'est le paradigme qui sera adopté dans le chapitre 2.

Les traitements thermiques sont souvent utilisés après fabrication de pièces par le procédé LPBF. Leur influence sur la microstructure de l'acier 316L LPBF et les conséquences sur les propriétés mécaniques quasi-statiques ont été discutées au travers de publications de la littérature. Il a été montré que les traitements thermiques affectent fortement la microstructure aux échelles fines, en particulier les cellules de micro-ségrégations, les cellules de dislocations et les nano-oxydes. En conséquence, ils les TThs sont utilisés dans la thèse comme moyen de contrôle microstructural aux échelles micro et nanométriques. Cette étude d'influence des TThs sur la microstructure, et les conséquences sur les propriétés mécaniques quasi-statiques, seront présentées au chapitre 3.

L'objectif central de la thèse est d'étudier l'influence de la microstructure de l'acier 316L LPBF sur les mécanismes de fissuration en fatigue. Le concept de fatigue des métaux a donc été introduit. Les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures en présence, ou non, de défauts géométriques ont été discutés. Le cas particulier des métaux issus du procédé LPBF a été présenté. Il a notamment été montré que la compétition défaut/microstructure pour les matériaux issus du procédé LPBF n'est pas encore totalement comprise. De plus, il n'existe pas de consensus clair concernant l'effet des TThs sur le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. C'est pourquoi une étude expérimentale de la compétition défauts/microstructure est proposée au chapitre 4. L'impact des sous-structures induites par le procédé LPBF y est particulièrement discuté.

Enfin, une des originalités de cette thèse est d'étudier la fatigue des matériaux issus de fabrication additive en s'appuyant, en partie, sur un couplage entre simulation numérique et grands instruments. Le formalisme de la simulation numérique a donc été introduit et les grands instruments présentés. Cette dernière partie du chapitre 1 insiste notamment sur l'intérêt du couplage entre simulation numérique et grands instruments, stratégie qui a été adoptée dans la thèse et qui sera présentée au chapitre 5.

CHAPITRE 2

Élaboration de pièces en acier 316L : contrôle des défauts et de la microstructure par le procédé LPBF

Les erreurs sont les portes de la découverte.

— James Joyce

Contents

2.1	Introduction	52
2.2	Fabrication des éprouvettes et méthodologies d'analyse	53
2.2.1	Moyens de production	53
2.2.2	Fabrication des échantillons	55
2.2.3	Méthodologie de caractérisation des microstructures, défauts et du comportement mécanique quasi-statique	57
2.3	Influence des paramètres procédés sur la microstructure à l'échelle du polycristal	60
2.3.1	Influence du lot de poudre	60
2.3.2	Influence de l'angle de lasage par rapport au flux d'argon	69
2.3.3	Stratégies de lasage	73
2.3.4	Géométrie des pièces	78
2.3.5	Densité d'énergie et paramètres laser	80
2.3.6	Conclusion sur les paramètres d'influence	84
2.4	Influence du procédé sur les distributions de défauts	85
2.5	Influence des défauts et de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique	89
2.5.1	Caractérisation préliminaire des réseaux cellulaires	89
2.5.2	Comportement mécanique quasi-statique	90
2.6	Conclusions du chapitre	96

2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'atteindre une compréhension assez fine du procédé pour permettre la fabrication d'éprouvettes de fatigue à population de défauts contrôlée et à microstructure choisies.

Tout d'abord, les différentes étapes de fabrication ainsi que les méthodes d'analyses utilisées sont introduites.

La seconde partie s'intéresse à l'effet des différents paramètres procédés sur la microstructure à l'échelle des grains. L'effet prépondérant de la poudre est discuté, mais aussi, l'impact des stratégies de lasage, des géométries fabriquées ou encore des paramètres énergétiques. L'objectif étant de comprendre le lien entre les différents paramètres procédés et la microstructure polycristalline résultante.

Suite à cette partie, des microstructures dites d'intérêt sont sélectionnées. Ce sont ces éprouvettes qui seront utilisées pour étudier le comportement mécanique de l'acier 316L LPBF. Leur population de défauts et les réseaux de micro-ségrégations qui constituent ces éprouvettes sont alors caractérisés.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre vise à comprendre l'influence des défauts et de la microstructure à l'échelle polycristalline sur le comportement mécanique quasi-statique de l'acier 316L LPBF. Cette analyse est réalisée pour amener des éléments de compréhension du comportement en fatigue de ces différentes nuances, présenté dans le chapitre 4.

2.2 Fabrication des éprouvettes et méthodologies d'analyse

2.2.1 Moyens de production

Avant toute fabrication de pièces en fusion laser sur lit de poudre, il est nécessaire de créer un design des dites pièces en CAO. Pour les pièces à géométries simples (cubes, cylindres, *etc.*), cette opération a directement été réalisée grâce au logiciel *Magics Materialize*. Dans le même temps, les pièces sont orientées et placées sur un plateau virtuel aux dimensions du plateau réel. C'est à cette étape que des supports peuvent être placés pour soutenir les pièces lors de la fabrication. Dans notre cas, les échantillons étant fabriqués à la verticale, l'utilisation de support n'a pas été requise. Une fois les pièces positionnées sur le plateau, les paramètres de fabrication sont ensuite fixés grâce à la surcouche *Build Processor* du logiciel. Cette surcouche permet de choisir l'ensemble des paramètres laser et stratégies de lasage qui seront utilisés pour la fabrication de chacune des pièces. Suite à ces opérations, le *Build Processor* calcule la trajectoire du laser résultante et génère un fichier de fabrication au format *.slm*. Ce fichier est ensuite transmis en local sur la machine de fusion laser sur lit de poudre.

La machine utilisée pour produire les différents échantillons est une SLM125HL (figure 2.1) de la société SLM Solutions. Elle est équipée d'un laser Nd-Yag de longueur d'onde 1070 nm. Le plateau de fabrication offre une surface de $125 \times 125 \text{ mm}^2$, et la machine peut fabriquer des pièces jusqu'à environ 100 mm de hauteur. La chambre de fabrication est illustrée en figure 2.1b. L'apport de poudre se fait grâce au recoater en fond d'image et l'étalement de celle-ci par un racleur polymère souple. Le recoater se déplace selon l'axe rouge sur l'image 2.1b.

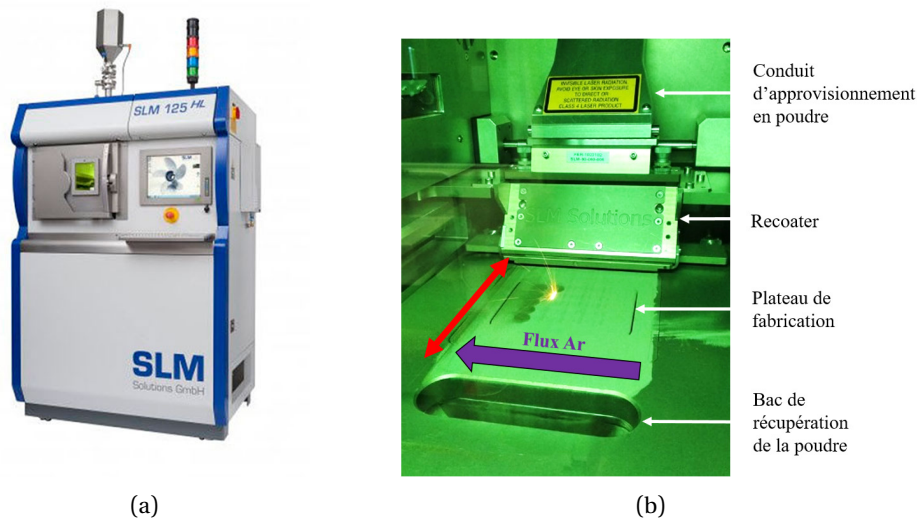


FIGURE 2.1 : (a) Machine de fusion laser sur lit de poudre SLM 125 HL, (b) Chambre de fabrication de la SLM125 HL. L'axe rouge est l'axe de mouvement du recoater.

Avant la fabrication, le plateau est préchauffé à une température de 100°C . Ceci a pour objectif d'améliorer l'accroche des premières couches au plateau. En effet, le préchauffage permet de diminuer le gradient thermique, et donc les CRs, entre le plateau et les premières couches [45].

Avant le début de la fabrication, la chambre est inertée à l'argon afin de réduire le taux d'oxygène présent dans la chambre. Une pression partielle d'oxygène trop élevée générerait une forte oxydation du bain de fusion et des pièces. Une oxydation excessive diminue la santé matière et impacte les microstructures finales. De plus, lors de la fabrication, un flux d'argon balaye la chambre comme indiqué par la flèche violette sur l'image 2.1b. Ce flux permet l'évacuation des fumées et particules générées par le métal en fusion [76].

La poudre utilisée est une poudre d'acier 316L achetée auprès de la société Höganäs. Deux lots de poudres sont distingués dans cette thèse. Leur composition chimique, donnée par le fabricant (Höganäs), est détaillée dans le tableau C1.

Ces analyses montrent des différences notamment en ce qui concerne le Nickel, le Molybdène et le Silicium. Le Nickel étant un élément fortement gammagène, ces différences de composition pourraient affecter l'équilibre des phases ou bien modifier le chemin de solidification. Par ailleurs, il est connu que le Mo participe au réseau de micro-ségrégations chimiques [99]. Or, ce réseau contribuant à la résistance mécanique de l'alliage, une diminution du taux de Mo pourrait entraîner une diminution des propriétés mécaniques [222]. Enfin, la différence de teneur en silicium pourrait affecter l'état de précipitation de l'alliage. En effet, le silicium est souvent cité dans la composition des nano-oxydes présents dans le 316L LPBF [69], [98], [184], [237].

Élément (%)	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	O	N	P	C	S
Lot 1	17.7	13.6	2.7	1.5	<0.1	0.04	0.01	<0.01	<0.01	0.002
Lot 2	17.7	11.9	2.3	1.5	0.2	0.04	0.01	<0.01	<0.01	0.004
EN-10028-7	16.5- 18.5	10.0- 13.0	2.0- 2.5	≤2.0	≤1.0	<0.1	≤0.1	≤0.045	≤0.03	≤0.015

TABLEAU 2.1 : Composition chimique (*en % massique*) des deux lots de poudres comparés à la norme EN-10028-7 [3]. Le fer est l'élément principal.

Ces deux lots de poudres ont aussi été utilisés dans le cadre de la thèse de Sabrina Ziri [256]. Elle a montré que la distribution granulométrique, la densité apparente et la coulabilité de ces deux poudres sont identiques. Ces caractéristiques physiques sont rassemblées dans le tableau 2.2.

D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	Densité (g/cm^3)	Coulabilité HALL (s)
19.3	29.2	43.1	4.5	17.5

TABLEAU 2.2 : Propriétés physiques des poudres, rapportées de [256]. D_{10} est le diamètre pour lequel 10% des poudres ont un diamètre inférieur, D_{50} est le diamètre médian, et D_{90} est le diamètre pour lequel 90% des poudres ont un diamètre inférieur.

Les poudres ont été observées au MEB afin d'analyser leurs formes et probables satellites (figure 2.2). Ces clichés révèlent que les grains de poudres sont sphériques pour les deux lots. Un certain nombre de satellites est accroché à la surface des grains de poudre. Ces images ne mettent pas en évidence une quelconque différence au niveau des formes de grains de poudre ou bien de la présence de satellites. Les tailles des poudres observées au MEB sont en accord avec celles déterminées par granulométrie laser par Ziri [256]. Des analyses supplémentaires sont présentées en partie 2.3.1 dédiée à l'effet du lot de poudre.

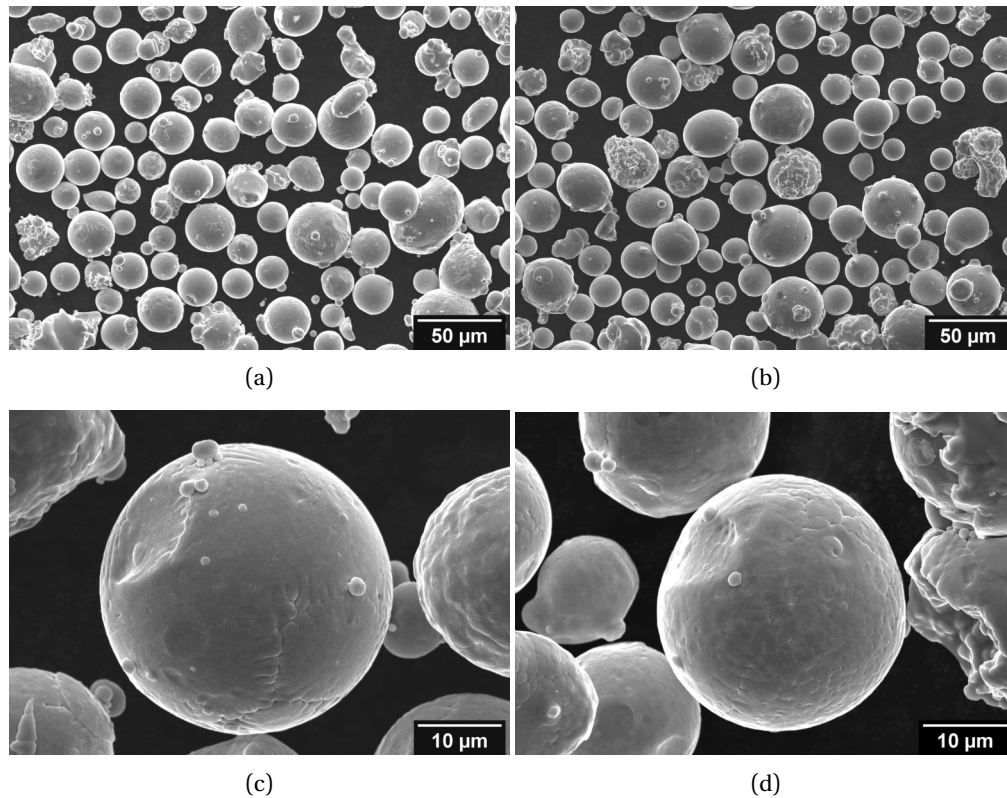


FIGURE 2.2 : Images MEB des poudres des (a)-(c) lot 1 et (b)-(d) lot 2 à différents grossissements

2.2.2 Fabrication des échantillons

Campagne	Nomination des plateaux
1	SR et Chess
2	Rot et <i>Cube</i>
3	C3
4	P1, P2, P3, P4 et <i>P5</i>

TABLEAU 2.3 : Noms des plateaux. En italique les plateaux sans éprouvettes d'essais mécaniques.

Quatre campagnes de fabrication additive ont eu lieu durant la thèse. Elles ont permis la réalisation de dix plateaux de fabrication (voir tableau 2.3). Trois types de plateaux ont été fabriqués :

1. des plateaux contenant uniquement des grands cylindres (hauteur 96 mm, diamètre 13 mm) (ex : P1)
2. des plateaux ne contenant pas de grands cylindres (ex : *Cube*)
3. des plateaux mixtes (ex : C3)

Les grands cylindres seront utilisés par la suite pour usiner les éprouvettes d'essais mécaniques (traction et fatigue). Tous les grands cylindres d'un même plateau sont fabriqués selon la même stratégie de lasage et les mêmes paramètres laser. Les autres pièces

servent au contrôle microstructural ou à l'analyse des défauts, leurs paramètres peuvent varier sur un même plateau.

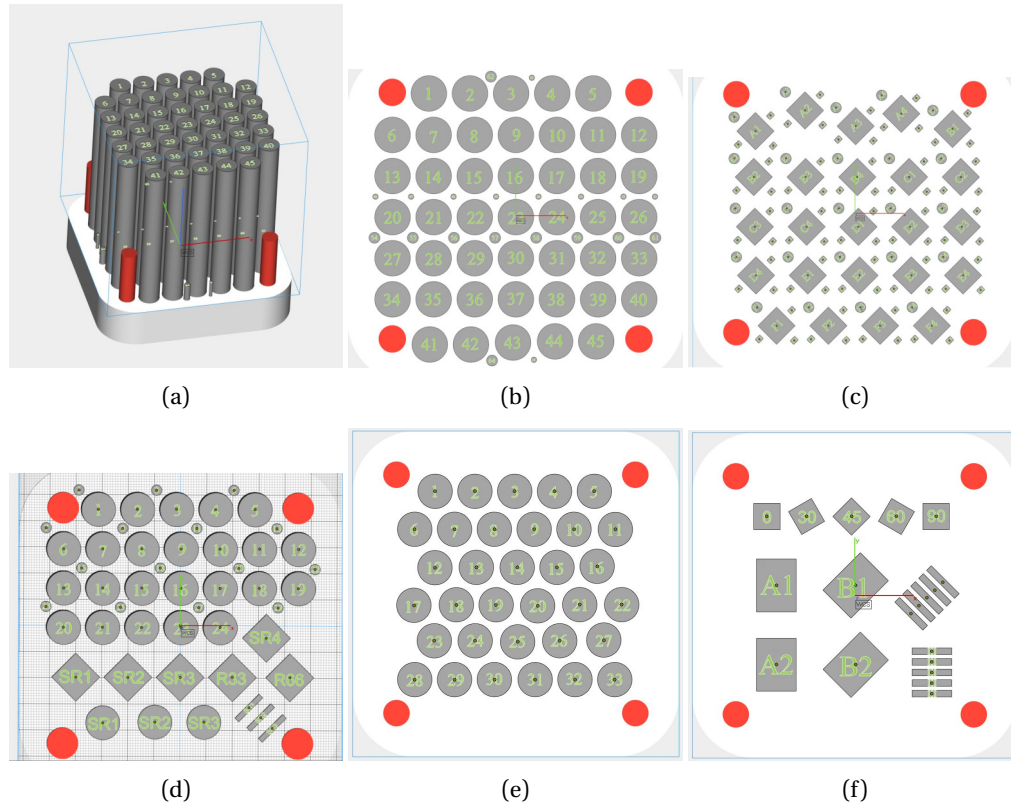


FIGURE 2.3 : Exemples de plateaux réalisés lors des différentes campagnes. (a) Vue en 3D des plateaux Chess, SR et Rot. Vue du dessus des plateaux : (b) Chess, SR et Rot, (c) Cube (d) C3, (e) P1, P2, P3, P4 et (f) P5

L'agencement des pièces sur les plateaux a varié au cours de la thèse, mais des taux de remplissage comparables ont été utilisés comme le montre la figure 2.3. Ceci a pour effet d'avoir un temps entre le lasage de deux couches successives d'une même pièce qui varie peu d'un plateau à l'autre. Ainsi, les caractéristiques microstructurales et/ou populations de défauts de pièces provenant de plusieurs plateaux différents peuvent être comparées sans induire de biais lié au plateau de provenance.

En plus des grands cylindres, de petits cylindres de diamètre 2 et/ou 4 mm et de hauteur de 10 à 20 mm ont été fabriqués sur les plateaux SR, Rot, Chess, Cube et C3. Ils permettent de caractériser les défauts par tomographie à rayons X. Sur les plateaux Cube, C3 et P5 sont positionnés des cubes, cylindres et parois fines de différentes tailles. Ceux-ci servent à étudier l'effet de différents paramètres comme la puissance/vitesse de laser, la densité d'énergie, ou encore la direction de lasage par rapport au flux d'argon.

Par soucis de clarté, deux jeux de paramètres laser sont définis dans le tableau 2.4. Ces deux paramètres laser correspondent aux deux seules utilisées pour la fabrication des grands cylindres. Elles diffèrent seulement en termes de puissance laser (P) et de vitesse de balayage du laser (v_b). En outre des paramètres de lasage, les stratégies de lasage et le type de poudre ont aussi été variés pour la fabrication des grands cylindres. Le tableau 2.5 rassemble les détails pour chaque plateau. En ce qui concerne les échantillons utilisés dans l'étude paramétrique (partie 2.3), les paramètres utilisés pour leur fabrication seront détaillés dans chaque partie.

Nom	P (W)	v_b (mm/s)	t (μm)	h (μm)	D (μm)	VED_{geom} (J/mm^3)
Basse énergie	275	700	50	120	70-75	65
Haute énergie	350	400	50	120	70-75	146

TABLEAU 2.4 : Définition des deux paramètres laser utilisées pour la fabrication des grands cylindres. P est la puissance laser, v_b sa vitesse de déplacement, t est la hauteur de couche, h la distance inter-cordons et D le diamètre du laser. La densité d'énergie volumique est définie au chapitre, équation 1.1.

Nom	Paramétrie laser	Motif de lasage	Rotation du motif	Poudre
SR	Basse énergie	Aller-retour (90°/flux argon)	Non	Lot 1
Rot	Basse énergie	Aller-retour	Oui (33°)	Lot 1
Chess	Basse énergie	Damier	Oui (33°)	Lot 1
C3	Haute énergie	Aller-retour (45°/flux argon)	Non	Lot 1
P1 & P2	Basse énergie	Aller-retour (90°/flux argon)	Non	Lot 2
P3 & P4	Haute énergie	Aller-retour (45°/flux argon)	Non	Lot 2

TABLEAU 2.5 : Paramètres, stratégies et poudres utilisées pour la fabrication des grands cylindres

2.2.3 Méthodologie de caractérisation des microstructures, défauts et du comportement mécanique quasi-statique

2.2.3.1 Caractérisation volumique des défauts

L'analyse 3D des défauts de fabrication a été réalisée par tomographie à rayons X de laboratoire à l'aide du tomographe Easytom 130. Les échantillons caractérisés sont des cylindres de 4 mm de diamètre et d'une hauteur de 10 à 20 mm. Ils ont soit été fabriqués en même temps que les autres pièces sur les plateaux de fabrication, soit extraits de plus grands cylindres servant à la réalisation d'éprouvettes de fatigue. La taille de voxel utilisée est de 6.5 μm . Le volume analysé correspond au minimum à deux cylindres de 4 mm de diamètre et d'une hauteur d'environ 7 mm, soit 100 mm^3 minimum.

Les données brutes de tomographie sont tout d'abord traitées avec le logiciel *X-act* (*RX Solutions*) et des images de coupes en X, Y et Z sont reconstruites. Ces images sont ensuite importées dans un logiciel de traitement d'images (*ImageJ*). Plusieurs opérations de post-traitement (amélioration du contraste, suppression du bruit, seuillage, *etc.*) sont effectuées. Enfin, différentes informations à propos des défauts (position, taille, volume, sphéricité, diamètre de Feret, *etc.*) sont extraites via les plugins *3D-Objects Counter* et *3D-Suite*.

2.2.3.2 Analyses métallographiques

Les échantillons de métallographie ont tous suivis la même méthode de préparation. Ils ont d'abord été découpés avec une micro-tronçonneuse afin d'isoler les parties et surfaces d'intérêt. Ces échantillons ont pour la plupart été enrobés avec une résine époxy (conductrice ou non, dépendant des analyses à effectuer ensuite) afin de faciliter la manutention. Les échantillons sont polis suivant la séquence suivante : papiers SiC 400,

800, 1200, 2400, 4000, solution diamantée 3 μm , puis 1 μm . Un polissage de finition à l'aide d'une suspension de silice colloïdale (OPS) est ensuite réalisé pendant 10 min.

Les cartographies EBSD sont réalisées dans un MEB *JEOL 7100F* à l'aide du détecteur CCD *Nordlys Nano detector*. Ces analyses sont réalisées au centre de micro-caractérisation Raimond Castaing à Toulouse. La taille de pixel utilisée pour la majorité des cartographies est de 1.2 μm ¹. Les données EBSD ont été nettoyées et analysées à l'aide du logiciel *Atex* [13]. La désorientation minimale d'un joint de grain est définie égale à 10°. L'annexe B montre un exemple de l'impact du choix de ce paramètre de désorientation sur les distributions de taille de grain. Les données brutes ont toutes été nettoyées en utilisant les paramètres suivants :

- *Spikes correction* : angle de tolérance = 1.0°, nombre de voisins minimum = 7.
- *Zero solution correction* : angle de tolérance = 1.0°, nombre de voisins minimum initial = 7, correction itérative jusqu'à 4 voisins.

Afin de révéler la microstructure pour certaines observations en microscopie optique (MO) et en microscopie électronique à balayage (MEB), une attaque chimique à l'eau régale ($\text{HCl} + \text{HNO}_3$ en proportions molaires) est effectuée pendant 15 s à 1 min. Le microscope optique utilisé est un *Zeiss Axiovert A1m* tandis que les clichés MEB sont réalisés avec soit un *Leo 435 VP*, soit un *Zeiss Evo HD15*. Pour des analyses plus précises (par exemple en 2.3.1), un MEB *FEI HELIOS 600i* équipé d'un faisceau FIB (Focused Ion Beam) a été utilisé. Le FIB est un faisceau d'ions Gallium utilisé pour faire des coupes précises dans l'enceinte d'un MEB. Ce type de faisceau a par exemple permis la réalisation de lames pouvant être analysées par microscopie électronique à transmission (MET). Les analyses MET de la partie 2.3.1 ont été réalisées à l'aide d'un MET *JEOL2100F* à 200kV équipé d'un détecteur EDS (*Brucker SDD XFlash 5030*). Le MEB FIB, ainsi que le MET, sont situés au centre de micro-caractérisation Raimond Castaing à Toulouse.

Pour la détermination des diamètres de cellules de micro-ségrégations, les échantillons ont été prélevés dans des grands cylindres, à des hauteurs d'environ 80 mm de la base du plateau. La face de normale parallèle à la direction de fabrication a été polie puis attaquée avant d'être observée au MEB. Les cellules de micro-ségrégations observées en 2D forment un réseau dendritique en 3D. Ainsi, l'orientation des dendrites par rapport au plan d'observation 2D influence la morphologie et la taille des cellules. Afin d'estimer au mieux le diamètre des dendrites, le diamètre minimal des cellules a été mesuré et seules les cellules les moins allongées ont été prises en compte². Enfin, les diamètres des cellules ont été mesurés en différentes zones de l'échantillon (minimum 4 zones différentes), la moyenne des diamètres est calculée au minimum à partir de 60 diamètres. Afin de confirmer les différences observées entre l'échantillon C3 et les autres, un échantillon C3 supplémentaire a été analysé. La moyenne reportée dans le tableau 2.10 pour l'échantillon C3 est basée sur les 120 mesures réalisées sur l'ensemble des deux échantillons.

2.2.3.3 Essais mécaniques

Pour réaliser les essais de duretés Vickers, un micro-duromètre *Wilson Hardness Tukon 1202* a été utilisé. 20 indents minimum ont été réalisés sur chaque échantillon. Des essais ont été effectués avec des charges allant de 100 g à 1 kg (taille de l'indent : 30-100 μm) et aucune

¹ Sauf exception, dans ce cas la taille de pixel sera mentionnée.

² En faisant l'hypothèse de dendrites cylindriques, le diamètre minimal de la cellule correspond au diamètre de la dendrite, sauf si la dendrite ne traverse pas le plan de coupe.

variation significative de dureté n'a été observée. Une charge de 1 kg a été choisie pour l'ensemble des mesures afin de maximiser le volume d'interaction.

Une machine *Instron 5900R* 100 kN a été utilisée pour réaliser les essais de traction. La vitesse de déformation a été maintenue à $8.3 * 10^{-5} s^{-1}$ jusqu'à 0.5 % de déformation totale, puis à $1.6 * 10^{-3} s^{-1}$ jusqu'à la rupture. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre vidéo laser *AVE2 Axial Instron*. Au minimum trois essais de traction ont été réalisés pour chaque nuance et état de traitement thermique pour s'assurer de la répétabilité des résultats. Les éprouvettes de traction ont été usinées à partir des grands cylindres à l'état as-built. Le plan des éprouvettes est donné en figure 2.4.

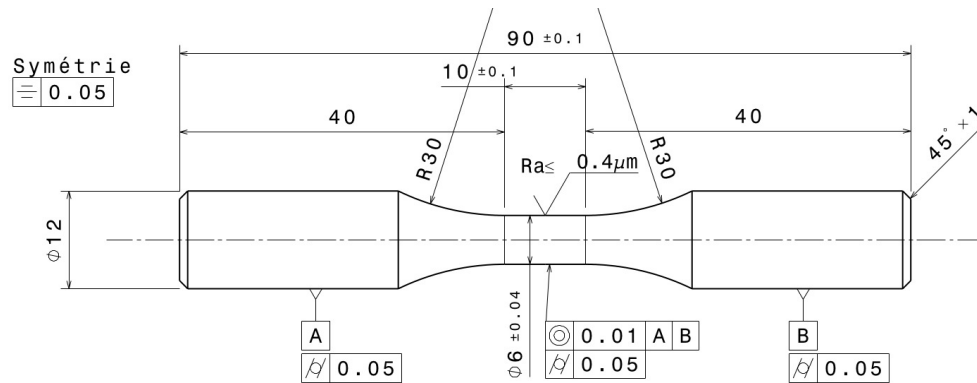


FIGURE 2.4 : Plan des éprouvettes de traction

2.3 Influence des paramètres procédés sur la microstructure à l'échelle du polycristal

Cette partie a pour objectif de quantifier l'influence des différents paramètres procédés sur les bains de fusion et la microstructure à l'échelle du polycristal.

2.3.1 Influence du lot de poudre

2.3.1.1 Microstructures polycristallines induites par les deux lots de poudre

La figure 2.5 compare la microstructure à l'échelle des grains d'échantillons fabriqués avec deux lots de poudre différents. Tout les autres paramètres sont identiques par ailleurs. Cette comparaison est faite pour une stratégie basse énergie (entre SR (2.5a) et P2 (2.5c), lasés à 90° du flux d'argon), et pour une stratégie haute énergie (entre C3N3 (2.5e) et P4 (2.5g), lasés à 45° du flux d'argon). Les mêmes effets sont visibles, à savoir un changement de texture, et une forte diminution de la taille de grains. La comparaison des bains de fusion est sans appel : ni leur forme, ni leur taille n'ont été modifiées par le changement de poudre. Ce résultat montre donc que ce sont les mécanismes de solidification qui sont affectés par le changement de poudre.

2.3.1.2 Caractérisation fine de la microstructure des poudres

Avant d'étudier les modifications de mécanismes de solidification d'une poudre à l'autre, des caractérisations fines des poudres doivent être présentées. En effet, les différences significatives de microstructure polycristalline des échantillons fabriqués avec les deux lots de poudre ne s'expliquent pas par des différences morphologiques. Ainsi, il est nécessaire d'investiguer la microstructure des poudres.

Pour cela, des grains de poudre de chaque lot ont été enrobés dans une résine époxy. Ils ont été polis selon la séquence décrite en partie 2.2.3 et attaqués à l'eau régale. L'observation de ces échantillons au MEB révèle la microstructure interne des grains de poudre (figure 2.6). Elle est organisée selon des dendrites de mêmes tailles pour les deux lots. Ce type de microstructure est classique pour des refroidissements rapides comme c'est le cas pour le procédé d'atomisation utilisé pour la fabrication des poudres [81]. La figure 2.6a révèle des particules tortueuses en surface après attaque. Ces particules sont probablement des résidus liés à l'attaque, ils ont aussi été retrouvés sur certains grains de la poudre du lot 2. Ils disparaissent après une étape de polissage léger.

Contrairement à ces particules de résidus sans intérêt particulier d'un point de vue métallographique, des petits précipités blancs sont mis en évidence par l'attaque sur la figure 2.6d. Ces précipités ont été retrouvés dans tous les grains de poudre analysés du lot 2 mais sur aucun du lot 1. En conséquence, ils sont peut-être l'élément microstructural à l'origine des modifications de mécanismes de solidification entre les poudres des deux lots. En effet, ces précipités pourraient agir comme germes dans le bain de fusion et ainsi favoriser fortement la germination au dépend de la croissance des grains.

Afin de vérifier cette hypothèse, il est nécessaire d'identifier la nature et la composition de ces précipités. Pour cela, un grain de poudre de chaque lot a été découpé par FIB afin d'y extraire une lame MET. Des images de la découpe sont disponibles en annexe C. Elles montrent déjà que des précipités sont visibles dans le grain de poudre issu du lot 2 (figure C1d) alors qu'aucun précipité n'est observable pour le grain issu du lot 1 (figure C1c).

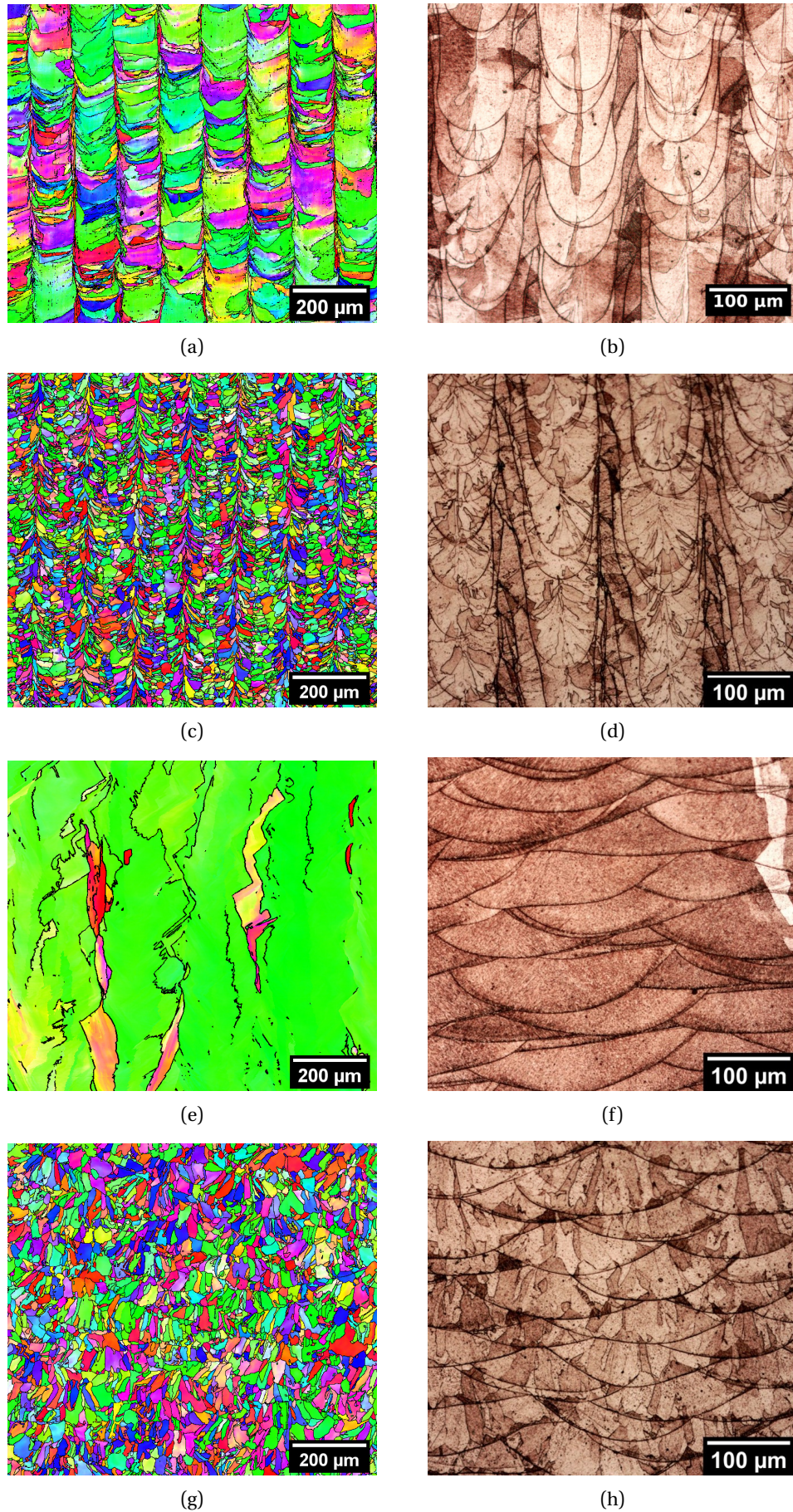


FIGURE 2.5 : Cartographies d'orientations cristallines et micrographies optiques après attaques des échantillons (a-b) SR, (c-d) P2, (e-f) C3N3, (g-h) P4

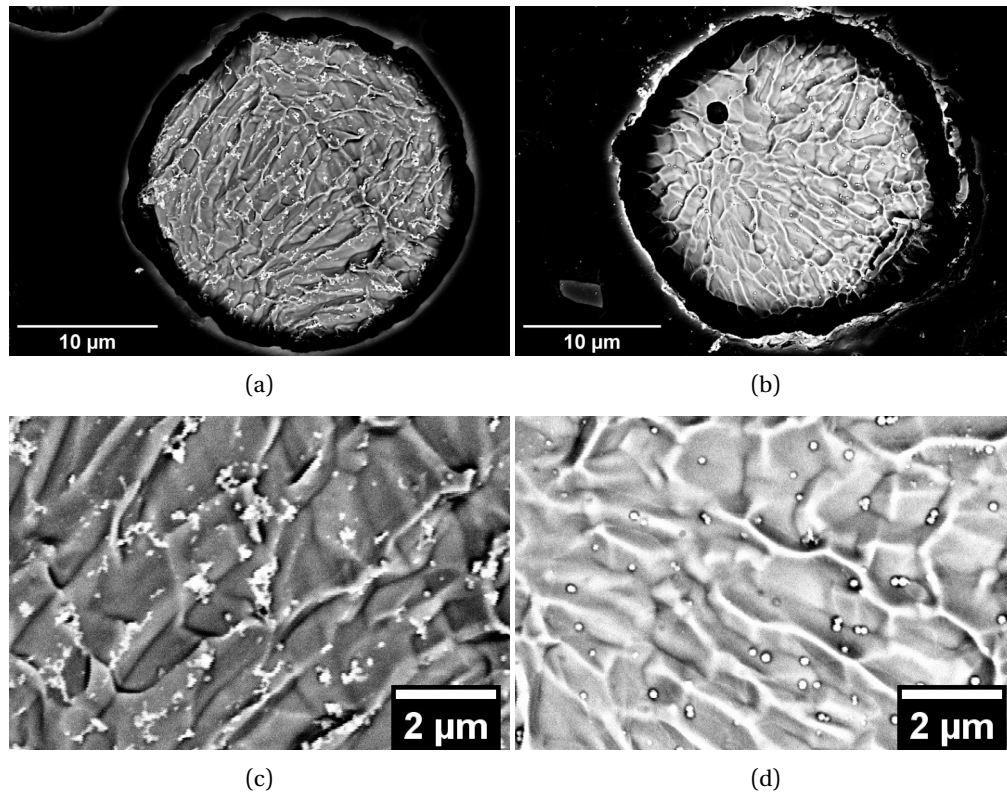


FIGURE 2.6 : Images MEB (BSE) révélant la microstructure interne d'un grain de poudre (a)-(c) du lot 1 et (b)-(d) du lot 2

La figure 2.7 rassemble les observations MET de ces deux lames. Elles révèlent le même type de microstructure, à savoir une microstructure désordonnée, typique d'un refroidissement très rapide. Cependant, des précipités nanométriques sont uniquement visibles dans la lame issue du lot 2, ceci confirmant les observations réalisées au MEB.

Ces précipités ont été finement caractérisés au MET (figure 2.8). Ils révèlent une structure cœur/coquille, sont amorphes et l'interface entre les précipités et la matrice est clairement définie. De plus, leur composition a été analysée par MET-EDS figure 2.9. Ces analyses montrent un enrichissement en Mn, Si et O par rapport à la matrice ainsi qu'un appauvrissement en Fe, Cr et Ni. Ce sont probablement des oxydes mixtes de Mn-Si.

Des mesures quantitatives de la composition des précipités ont été réalisées sur les précipités P1, P2 et P3 visibles en figure 2.9a. Pour cela, la composition chimique déterminée par EDS a été corrigée en prenant en compte l'épaisseur locale de la lame (env. 60 nm) et sa densité (env. 7.8 g/cm^3). Les éléments majeurs étant Mn, Si et O, les autres signaux provenant probablement de la matrice proche des précipités ont été soustraits du signal total. En résulte les compositions calculées en figure 2.9e. Elles confirment que ces précipités sont très probablement des oxydes mixtes $MnSiO_3$ ou bien une combinaison d'oxydes $MnO - SiO_2$.

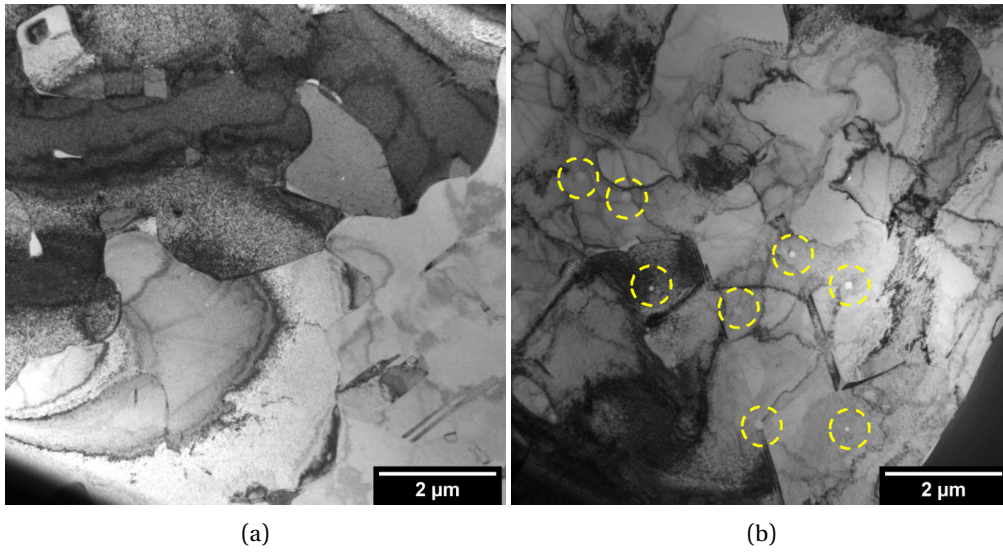


FIGURE 2.7 : Images MET à faible grossissement des lames issues de la poudre du (a) lot 1 et (b) lot 2

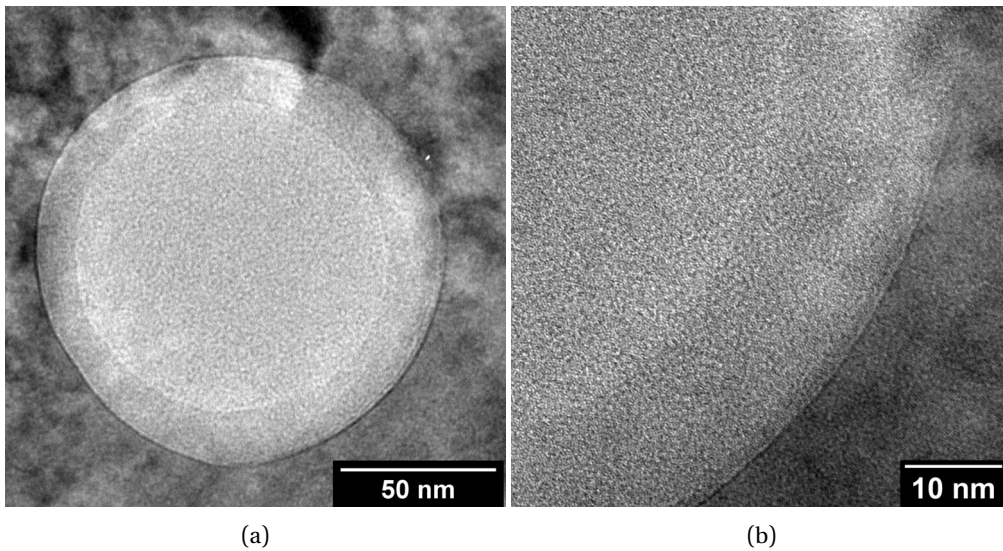


FIGURE 2.8 : Images MET à fort grossissement d'un des précipités observé dans la lame issue du lot 2. (a) Précipité entier et (b) zoom sur l'interface précipité/matrice

Dans la littérature, Yan et al. [238] suggèrent que les oxydes de type MnO sont plus probables dans les poudres d'acier 316L que des oxydes mixtes $Mn - Si$. Quant à Kim et al. [96], ils ont observé des oxydes amorphes mixtes $MnO - SiO_2$ dans des aciers à haute teneur en Mn ($\approx 18\%$). Ces oxydes combinés amorphes pourraient correspondre à la structure cœur-coquille amorphe observée figure 2.8. En effet, on peut imaginer que l'un des deux oxydes forme la coquille tandis que l'autre forme le cœur.

Par ailleurs, Oro et al. [152] ont étudié la stabilité des oxydes de Mn dans les poudres d'acier. Ils ont montré que les oxydes $MnSiO_3 - MnSiO_4$ sont bien plus stables que les MnO . De plus, ils argumentent qu'un certain nombre de conditions favorisent la formation d'oxydes mixtes $Mn - Si$ au lieu d'oxydes simples MnO et SiO_2 . Ce résultat conforte donc la possibilité d'un oxyde cœur-coquille $MnO - SiO_2$ bien que cela n'ait pas été démontré expérimentalement.

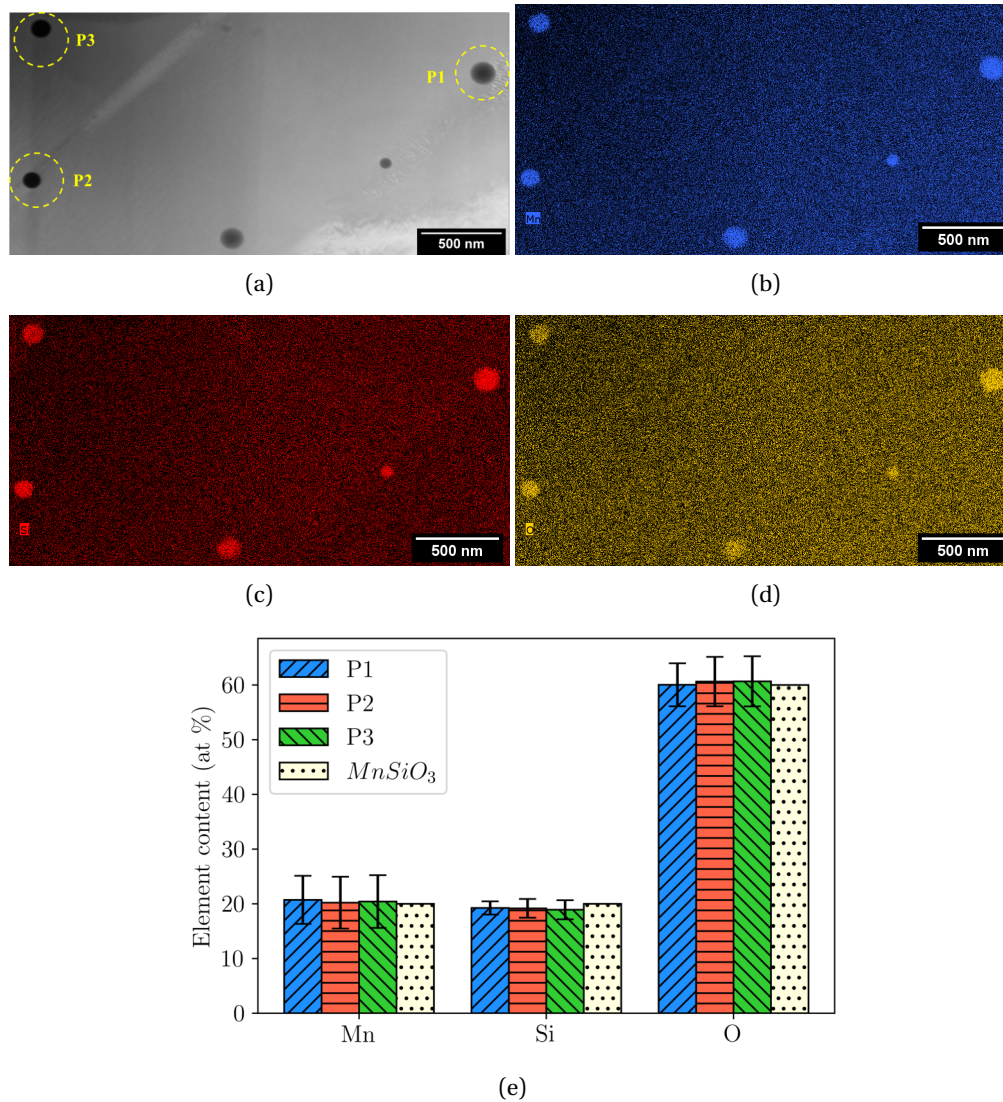


FIGURE 2.9 : Images MET montrant la composition des précipités de la poudre du lot 2. (a) Signal HAADF, (b) signal du Mn, (c) signal du Si, (d) signal de l'oxygène, (e) Comparaison des compositions atomiques des précipités P1, P2 et P3 avec la composition théorique de $MnSiO_3$

En conclusion, il est difficile de statuer sur la nature exacte de ces oxydes. Néanmoins, il est certain que ces oxydes sont mixtes $Mn - Si$ et qu'ils ont été trouvés uniquement dans la poudre du lot 2.

Finalement, la présence de ces oxydes amorphes nanométriques dans la poudre du lot 2 constitue la seule différence, avec de la composition chimique, entre les deux lots de poudre. Le rôle de ces oxydes, et de la composition chimique globale, vis-à-vis des mécanismes de solidification sera discuté dans la partie suivante.

2.3.1.3 Impact de la composition et de la microstructure des poudres sur les mécanismes de solidification

La partie précédente a permis de montrer que les seules différences entre les deux lots de poudre sont la composition chimique et la présence de nano-oxydes dans le lot 2. L'une de ces différences, ou un couplage des deux, est à l'origine de modifications significatives des

mécanismes de solidification de l'acier 316L LPBF.

Premièrement, la composition chimique détermine le chemin de solidification de l'alliage. En effet, une poudre riche en éléments alphagènes (Cr, Si, Mo, Ti, Al ...) peut promouvoir un mode de solidification commençant par la solidification de ferrite delta, qui se transforme lors du refroidissement en austénite [174]. Les germes de ferrite delta servent de germes de nucléation aux grains austénitiques et limitent alors la croissance épitaxiale. Ce mode de solidification génère donc des tailles de grains plus fines que lors d'une solidification purement austénitique.

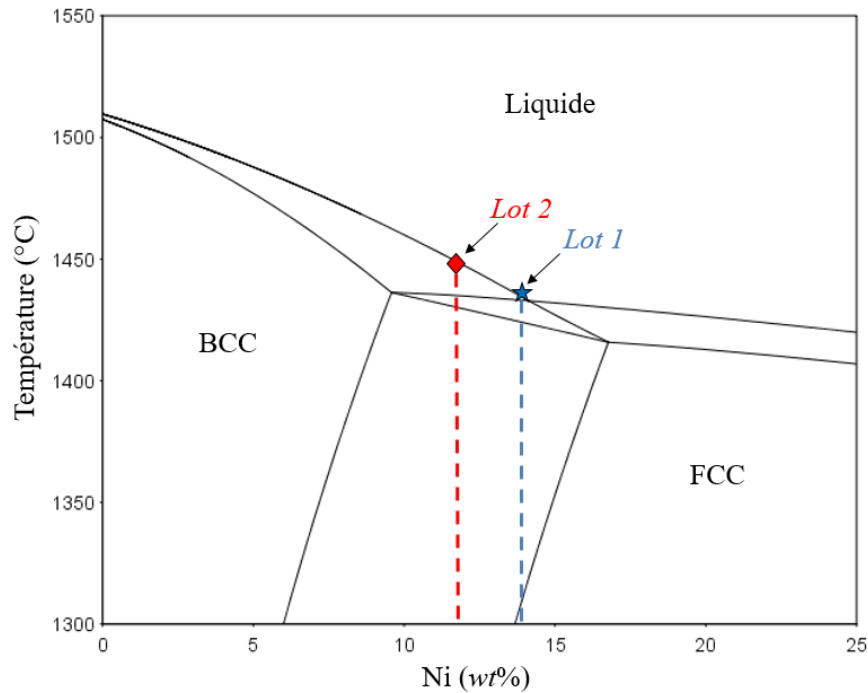


FIGURE 2.10 : Section Ni-Température du diagramme de phase calculée avec Thermocalc (TCFE12) avec les compositions chimiques des poudres. L'étoile bleue représente la poudre du Lot 1, le carré rouge celle du Lot 2.

Afin de statuer sur le chemin de solidification de notre alliage, des calculs de diagramme de phase ont été effectués avec Thermocalc (TCFE12). La figure 2.10 montre une section verticale du plan (Ni, Température). Elle révèle que l'alliage issu du lot 2 se solidifie probablement tout d'abord en ferrite avant de se transformer en austénite³. L'alliage du lot 1 est moins prompt à cette séquence de solidification.

Pour confirmer cette séquence de solidification ferrite → austénite pour la poudre du lot 2, et pour l'infirmer dans le cas de la poudre du lot 1, la sensibilité à la vitesse de solidification doit être étudiée. En effet, il est connu que la vitesse de solidification influence les modes de solidification [18], [115].

Pour cela, les teneurs en Cr et Ni équivalentes sont calculées avec les équations 2.1 et 2.2 provenant de Kotecki et al. [102] et reprises dans plusieurs publications de la littérature [115], [136]. Plusieurs formulations existent pour estimer ces teneurs équivalentes [102], [207]. Dans le cadre de la comparaison entre les poudres une seule sera utilisée puisque les tendances prédites par l'une ou l'autre sont globalement identiques. Les résultats sont

³La transformation ferrite → austénite est justifiée car seule de l'austénite a été observée à l'état as-built d'après les EBSD

rassemblés dans le tableau 2.6 et sur le diagramme en figure 2.11. Les points ont été placés à des vitesses de l'ordre de 700 mm/s, ce qui correspond à l'ordre de grandeur de la vitesse de balayage du laser. En effet, la vitesse de solidification maximale correspond à la vitesse de balayage du laser [156].

$$Ni_{eq} = \%Ni + 20\%N + 35\%C \quad (2.1)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo \quad (2.2)$$

$$\kappa = \frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} \quad (2.3)$$

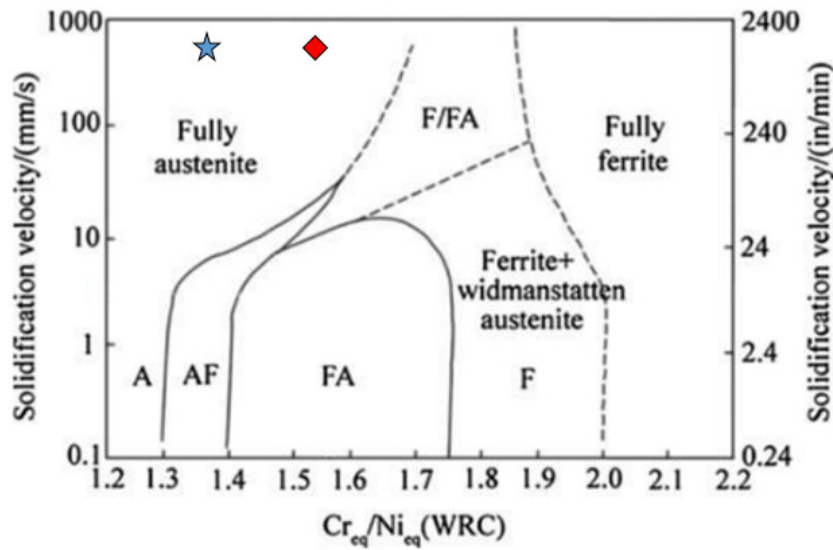


FIGURE 2.11 : (a) Effet de la vitesse de solidification et du rapport $\kappa = Cr_{eq}/Ni_{eq}$ sur le chemin de solidification des aciers austénitiques. Adapté de [115]. L'étoile bleue représente la poudre du Lot 1, le carré rouge celle du Lot 2.

L'augmentation de la vitesse de solidification augmente la probabilité d'une germination purement austénitique pour les aciers inoxydables austénitiques [18]. Ainsi, le chemin de solidification des lots de poudre 1 et 2 est prédit comme étant purement austénitique pour ces vitesses de solidification par le diagramme 2.11. Cependant, la vitesse de solidification réelle peut être bien inférieure à la vitesse de solidification maximale : elle varie théoriquement entre 0 et v , v étant la vitesse de balayage du laser [156]. Par exemple, Yang et al. [239] calculent des vitesses de solidification de l'ordre de 0.1-0.2 m/s dans la partie basse des bains de fusion⁴ pour une vitesse de balayage de 750 mm/s. Ainsi, en considérant la vitesse de solidification réelle, la probabilité d'avoir un mode de solidification en partie ferritique est accrue par rapport aux prédictions du diagramme présenté en figure 2.11.

Pour trancher sur l'influence du mode de solidification sur la microstructure finale, une comparaison avec la littérature a été menée. Le rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} , noté κ , est calculé pour 14 poudres de la littérature. Cette comparaison à la littérature montre que la poudre du lot 1 a un rapport proche de celui de nombreuses études, alors que celui de la poudre du lot 2 est un des plus élevés. Seule la poudre issue de l'étude de Gray et al. [71] a un rapport aussi élevé. En outre, dans cette étude une microstructure à grains fins et équiaxes, similaire à

⁴La seule partie non-refondue d'une couche à l'autre

celle correspondant à la poudre du lot 2, a été rapportée. Ce résultat suggère qu'un ratio κ élevé (>1.6) pourrait engendrer une microstructure du type de celle de P2.

Poudre	Cr_{eq}	Ni_{eq}	$\kappa = Cr_{eq}/Ni_{eq}$
Lot 1	20.4	13.8	1.48
Lot 2	20.0	12.1	1.66
Voisin et al. [222]	18.9	14.6	1.30
Gray et al. [71]	23.1	13.9	1.66
Mower et al. [140]	19.3	15.2	1.27
Monier et al. (1) [136]	20.0	14.9	1.34
Monier et al. (2) [136]	19.6	12.7	1.55
Dryepondt et al. [54]	19.5	12.4	1.58
Byun et al. [21]	19.5	12.5	1.56
Kurzynowski et al. [105]	19.5	12.9	1.51
Godec et al. [69]	20.5	15.7	1.31
Andreau [6]	20.0	15.1	1.32
Chniouel (1) [38]	19.6	14.1	1.39
Chniouel (2) [38]	19.8	13.2	1.50
Zhai et al. [245]	19.3	13.1	1.47
Yang et al. [240]	18.8	11.9	1.58

TABLEAU 2.6 : Calcul des pourcentages de Cr et Ni équivalents pour les poudres des lots 1 et 2 et pour 14 poudres de la littérature.

Cependant, des microstructures similaires ont aussi été obtenues avec des poudres moins alphas issues des études de Chniouel ($\kappa=1.50$) [38], Monier et al. ($\kappa=1.55$) [136], Dryepondt et al. ($\kappa=1.58$) [54] et Byun et al. ($\kappa=1.56$) [21]. Pour ces mêmes valeurs de rapport κ des microstructures à grains allongés, suggérant une solidification épitaxiale, ont aussi été obtenues : Kurzynowski et al. ($\kappa=1.51$) [105], Yang et al. ($\kappa=1.58$) [240] et pour la poudre du lot 1 de notre étude ($\kappa=1.48$). La valeur du ratio κ ne semble donc pas expliquer à elle seule le type de microstructure finalement obtenu. Il est tout de même intéressant de noter que les microstructures à grains fins/équiaxes sont obtenues pour des rapports toujours supérieurs à 1.5, ce qui correspond aux rapports parmi les plus élevés de la littérature. Finalement, bien que la composition chimique seule n'explique pas le raffinement microstructural observé pour les poudres du lot 2, elle semble y participer.

Les nano-oxydes jouent donc probablement un rôle vis à vis du raffinement microstructural. Ils pourraient agir comme des inoculants permettant la germination des grains. Cette méthode d'inoculation par des précipités nanométriques est couramment utilisée pour permettre une diminution des tailles de grains et l'obtention d'une microstructure moins anisotrope dans les aciers de fonderie [151]. Pour les mêmes raisons, elle a aussi, plus récemment, été utilisée en fabrication additive LPBF sur des alliages d'aluminium avec des particules de LaB_6 [208] ou encore dans des aciers ferritiques LPBF avec des particules de TiN [55]. Ainsi, des particules nanométriques, comme le sont les nano-oxydes de $Mn - Si$, peuvent favoriser les mécanismes de germination et donc être à l'origine de microstructures du type de celles obtenues avec le lot 2.

Cependant, Aziz Chniouel [38] a obtenu des microstructures colonnaires avec une poudre

contenant des nano-oxydes. Ainsi, la seule présence des nano-oxydes n'explique pas le raffinement microstructural obtenu. Il est donc probable que ce soit l'action combinée des nano-oxydes et de la composition alphagène qui soit à l'origine de la formation de grains équiaxes. En effet, des précipités nanométriques peuvent ne pas servir de sites de nucléation lors d'une solidification purement austénitique, mais être à l'origine de germinations hétérogènes dans le cas de germes primaires ferritiques. La possibilité de germination hétérogène à partir de nano-précipités dépend de la composition chimique locale autour des précipités ainsi que de la compatibilité des réseaux cristallins entre les précipités et les germes de solidification [198]. Par exemple, Zhuo et al. [254] ont montré que la précipitation de ferrite intragranulaire peut être favorisée par la présence d'une zone appauvrie en Mn autour de précipités nanométriques Mn-Ti-O.

Cette hypothèse de couplage entre nano-précipités et composition chimique pourrait expliquer la controverse avec les résultats d'Aziz Chniouel [38]. En effet, la composition chimique de la poudre Trumpf utilisée dans sa thèse présente, certes, des nano-précipités mais a un rapport κ égal seulement à 1.39 (voir Chniouel (1) dans le tableau 2.6). Avec ce rapport, le mode de solidification étant purement austénitique (voir 2.23), il ne permet de germination hétérogène à partir des nano-précipités. Il est donc très probable que ce soit à la fois la composition fortement alphagène de la poudre du lot 2 et la présence combinée des nano-oxydes qui soient à l'origine du raffinement microstructural observé.

D'autre part, très récemment Monier et al. [136] ont attribué l'origine d'un raffinement microstructural observé entre 2 aciers 316L LPBF à un mécanisme de solidification assez peu discuté dans la littérature. D'après eux, la germination de l'acier 316L LPBF pourrait être accrue par un ordre local du liquide (*Icosahedral short range order, ISRO*). Cette structuration ISRO du liquide serait à l'origine de la microstructure relativement fine de l'acier n°2 décrit dans leur publication. Ce mécanisme serait favorisé pour des poudres contenant des faibles taux d'azote. En effet, ils observent une microstructure fine avec une poudre contenant 130 ppm d'azote et ne l'observe pas pour une poudre en contenant 900 ppm.

Dans notre cas, les deux poudres des lots 1 et 2 contiennent moins de 0.01%*m* d'azote. En conséquence, d'après [136] des microstructures fines et équiaxes devraient être obtenues avec ces deux lots. Or, la figure 2.5 montre clairement de long grains colonnaires pour les pièces fabriquées avec la poudre du lot 1. Le taux d'azote n'explique donc pas les différences de microstructures observées entre les lots 1 et 2.

De plus, les différences de tailles de grains entre les microstructures de la figure 2.5 sont bien plus importantes que les différences observées par Monier et al. [136] : un ordre de grandeur dans notre cas (voir annexe A) contre seulement une augmentation de 14 à 28 μm pour [136].

Finalement, bien qu'il ne puisse être exclu, il paraît assez peu probable que le mécanisme de solidification basé sur des germes ISRO soit le seul responsable des différences de microstructures observées entre les échantillons fabriqués avec les lots 1 et 2.

En conclusion, c'est très probablement à la fois la composition fortement alphagène de la poudre du lot 2 et la présence combinée des nano-oxydes qui sont à l'origine du raffinement microstructural observé. Le lot de poudre est le paramètre d'ordre 1 gouvernant la microstructure à l'échelle du polycristal. Il n'influence pas sur les morphologies de bains de fusion mais agit sur les mécanismes de germination.

2.3.2 Influence de l'angle de lasage par rapport au flux d'argon

2.3.2.1 Impact de l'angle de lasage sur les morphologies et positions des bains de fusion

Dans la chambre de fabrication, les fabrications sont réalisées sous flux d'argon. La première raison d'utilisation de l'argon est de permettre un inertage en oxygène de la chambre afin de réduire au maximum l'oxydation du bain de fusion. De plus, il est introduit sous la forme d'un flux qui balaye la chambre de part et d'autre du plateau (voir figure 2.1b). Ce flux sert à évacuer le nuage de fumées métalliques et les scories causés par le métal en fusion [76]. Lorsque des stratégies unidirectionnelles sans rotation entre couches sont utilisées, l'angle de lasage par rapport au flux d'argon doit être choisi. Afin de faire ce choix de manière éclairée, une étude de l'influence de cet angle de lasage sur les microstructures a été réalisée. Pour cela, différents pavés droits de même taille ont été fabriqués sur le plateau 5 (figure 2.3f). La stratégie de lasage est unidirectionnelle et sans rotation entre couches. La direction de lasage a été variée de 0° (parallèle) à 90° (perpendiculaire) par rapport au flux d'argon. Seront présentés ici les résultats pour les stratégies 0, 45 et 90° (figure 2.12). Tous les autres paramètres sont identiques et sont présentés dans le tableau 2.7.

Plateau	Poudre	P (W)	v_b (mm/s)	VED_{geom} (J/mm ³)
P5	Lot 2	300	600	83

TABLEAU 2.7 : Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie

Un élargissement des bains de fusion est notable entre la stratégie à 90° et les 2 autres stratégies (largeurs moyennes respectives : 126 μm (90°), 203 μm (45°) et 209 μm (0°)). De plus, cet élargissement est corrélé avec une diminution de la profondeur des bains de fusion (profondeurs moyennes respectives : 254 μm (90°), 82 μm (45°) et 71 μm (0°)). On note donc un régime pour lequel la profondeur est supérieure à la largeur pour la stratégie à 90°, tandis que la largeur est supérieure à la profondeur pour les deux autres stratégies. Le premier régime est proche de ce qui est nommé dans la littérature comme un régime de keyhole, alors que le second correspond à un régime de type conduction. Les bains de fusion de la dernière couche de l'échantillon à 90° le confirment : ils ont des formes de "têtes de clous" très caractéristiques du mode keyhole [6]. Les régimes de type keyhole et conduction sont des régimes de transfert de la chaleur, ce vocabulaire est issu du soudage [45]. Dans tout le manuscrit, le terme de keyhole est utilisé lorsque la profondeur du bain est supérieure à sa largeur, et le termes de conduction lorsque la largeur est supérieure à la profondeur. Cette dénomination est donc seulement géométrique, elle n'est pas directement reliée ici aux mécanismes physiques sous-jacents. Le changement de morphologie des bain s'explique dans la littérature par des modifications de l'énergie linéique apportée au bain de fusion. Par exemple, les fortes énergies linéiques ont tendance à favoriser des bains de fusion de type keyhole [45]. Ce résultat ayant été validé par de nombreuses études, il n'est pas remis en cause ici (voir chapitre 1, section 1.2.3.3).

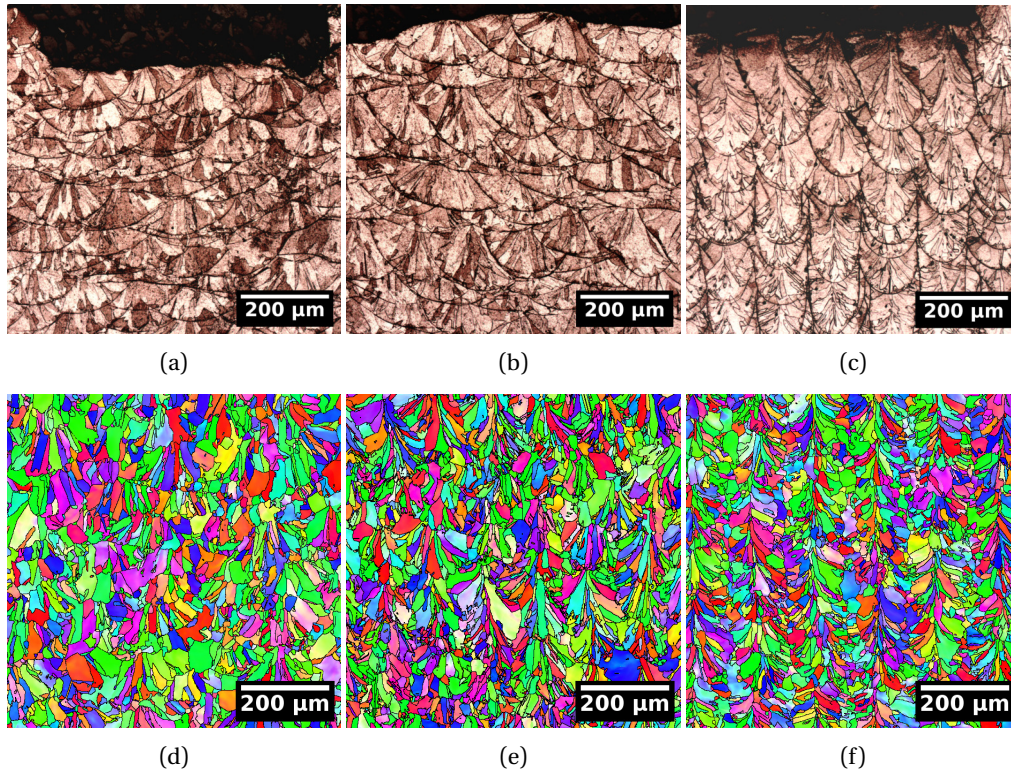


FIGURE 2.12 : Observations des bains de fusion en MO après attaque pour les échantillons lasés à (a) 0° (b) 45° et (c) 90° par rapport au flux d'argon (stratégie sans rotation entre couches). Cartographies d'orientations cristallines des échantillons lasés à (a) 0° (b) 45° et (c) 90° par rapport au flux d'argon.

Cependant, dans cette étude restreinte aux 3 cubes 0°, 45° et 90°, les mêmes paramètres procédés en tout point ont été utilisés. Il semblerait donc que l'angle de lasage par rapport au flux d'argon modifie l'énergie apportée par le laser à la poudre. Ce résultat à priori surprenant peut s'expliquer par l'interaction entre le laser et le nuage de vapeurs métalliques généré par le métal en fusion (figure 2.13).

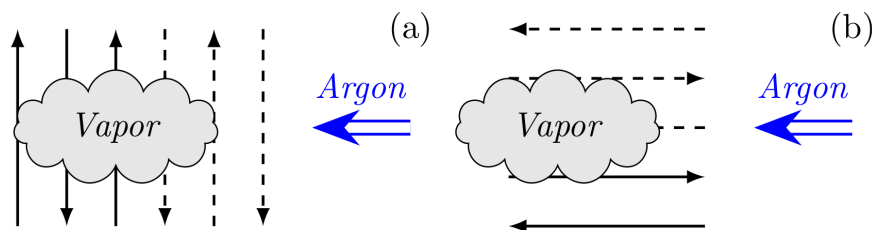


FIGURE 2.13 : Illustration de l'interaction laser/vapeur métallique dans le cas d'un lasage (a) perpendiculaire au flux d'argon (90°) et (b) parallèle au flux d'argon (0°)

Effectivement, avec un lasage perpendiculaire au flux d'argon (90°), le nuage de vapeurs métalliques interagit de façon modérée avec le laser et de manière équivalente dans un sens ou l'autre. A contrario, pour un lasage parallèle au flux d'argon, l'interaction entre le laser et le nuage de fumées métalliques est très faible (lasage dans le sens contraire du flux) ou maximale (lasage dans le sens du flux).

Or, en cas d'interaction laser/vapeurs, le laser peut être diffracté et/ou diffusé par les

vapeurs métalliques. Ceci diminue l'énergie effective pouvant être transmise au bain de fusion [116]. En conséquence, lors d'un lasage parallèle (0°) et dans le sens du flux d'argon, l'énergie effective transmise par le laser au métal en fusion est probablement bien plus faible que celle prédite. C'est de cette manière que l'angle de lasage par rapport au flux d'argon influe sur les morphologies/tailles de bains de fusion.

A noter que cet effet est probablement plus marqué à haute énergie, puisqu'une augmentation de l'énergie apportée au bain de fusion génère une plus grande quantité de fumées métalliques [116]. Ceci se vérifie sur la figure 2.19b : les échantillons lasés à 45° (ie ceux en régime "conduction") ne montrent pas d'augmentation de la profondeur de leurs bains de fusion alors même que l'énergie apportée au bain est doublée.

En plus d'une modification des morphologies, la position des bains de fusion varie avec le changement d'angle de lasage. Il apparaît que les bains de fusion sont bien mieux alignés selon la direction de fabrication avec la stratégie à 90° qu'avec les deux autres. Ceci est encore une fois vérifiable pour tous les autres échantillons présentés dans ce chapitre. Cette influence peut s'expliquer aussi par l'interaction laser/vapeur. En effet, le nuage de vapeur diffracte/diffuse le laser, il modifie son point focal [116]. En conséquence, les positions des bains de fusion sont moins régulières lorsque l'angle de lasage favorise l'interaction laser/vapeur.

En conclusion, deux résultats importants ont été démontrés dans cette partie :

1. L'angle de lasage affecte la morphologie des bains de fusion comme suit : la profondeur (resp. la largeur) du bain diminue (resp. augmente) lorsque l'angle de lasage diminue de 90° à 0° . Ce résultat s'explique par les interactions laser-vapeurs.
2. L'alignement des bains de fusion est moins régulier pour des angles de lasage favorisant l'interaction laser-vapeurs (angles de lasage $> 45^\circ$)

Ces deux conclusions, discutées ici pour le lot de poudre 2, sont confirmées par une étude menée sur le lot de poudre 1 (voir annexe D).

2.3.2.2 Impact de l'angle de lasage sur la microstructure : Cas d'une poudre favorisant la germination hétérogène (Lot 2)

La morphologie et la position des bains jouent un rôle prépondérant dans la génération de la microstructure polycristalline.

La partie précédente a permis de montrer que la régularité de la position des bains de fusion est maximale pour un lasage à 90° . Dans ce cas, la croissance épitaxiale entre les couches est favorisée comme le montrent les grains allongés selon la direction de fabrication sur la 2.12c. Ces grains croissent depuis le bas des bains de fusion, là où le gradient thermique est vertical. Pour que cette croissance épitaxiale soit permise, il faut que les bains de fusion soient le mieux possible alignés selon la verticale. Dans l'échantillon lasé à 45° on retrouve ces grains allongés, cependant, ils sont moins bien organisés car les bains de fusion ont des positions moins régulières. Enfin pour l'échantillon lasé parallèlement au flux d'argon, ces grains ne sont plus visibles.

Il est cependant difficile d'attribuer ce changement de microstructure uniquement à la position des bains de fusion. Le changement de morphologie des bains impacte aussi la distribution des gradients thermiques dans le bain de fusion. Il influence donc probablement la microstructure polycristalline finale. Ainsi il n'est pas directement possible de décorrélérer l'effet de la position de celui de la morphologie du bain de fusion.

L'impact des modifications de morphologies/positions de bains de fusion sur la microstructure est peu visible ici puisque la poudre utilisée (Lot 2) favorise la germination hétérogène (voir section 2.3.1).

2.3.2.3 Impact de l'angle de lasage sur la microstructure : Cas d'une poudre induisant une croissance épitaxiale (Lot 1)

Au contraire de la poudre du lot 2, la poudre du lot 1 favorise la croissance épitaxiale entre couches. Cette sous-partie a pour objectif d'étudier l'influence de l'angle de lasage par rapport au flux d'argon avec une poudre de ce type.

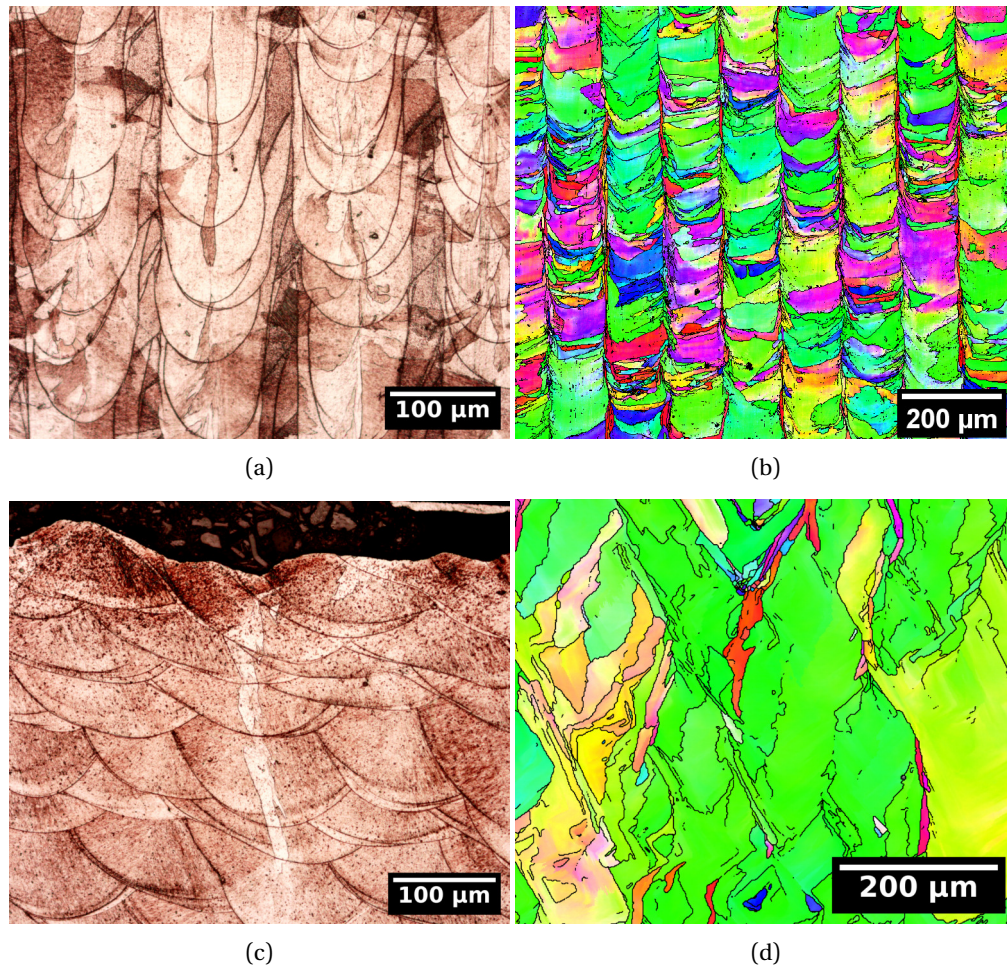


FIGURE 2.14 : Échantillons laserés à 90° du flux d'argon : Bains de fusion observés en MO après attaque pour (a) SR et (c) C3-N1. Cartographies d'orientations des grains obtenues par EBSD pour (b) SR et (d) C3-N1. Les paramètres laser utilisés pour obtenir ces deux nuances sont identiques (voir tableaux 2.5 et 2.9)

L'échantillon SR est fabriqué avec la poudre du lot 1 et un lasage unidirectionnel orienté à 90° du flux d'argon. Ses bains de fusion et sa microstructure sont observés en 2.14a et 2.14b. Les bains de fusion ont une profondeur moyenne supérieure à leur largeur (154 µm *vs* 97 µm), ils sont donc classifiés de type keyhole⁵.

En comparaison, l'échantillon C3N1 (figure 2.14c) est construit avec les mêmes paramètres

⁵Pour rappel, le terme de keyhole est employé uniquement pour signifier que la profondeur du bain est supérieure à sa largeur.

lasers mais la direction de lasage utilisée est orientée à 45° par rapport au flux d'argon. Il montre des bains de fusion dont la largeur est supérieure à la profondeur, ils sont donc classifiés de type conduction⁶. On retrouve bien que la profondeur (resp. la largeur) du bain diminue (resp. augmente) lorsque l'angle de lasage diminue de 90° à 0°.

L'échantillon SR montre une microstructure périodique selon l'axe transverse, avec une croissance épitaxiale de grains fins le long du bas des bains de fusion (visible en 2.14a). Ces grains sont orientés selon l'axe <100> parallèle à la direction de fabrication (en rouge sur l'EBSD). Entre ces grains fins, on retrouve une majorité de grains ayant une orientation préférentielle <110> parallèle à la direction de fabrication.

Dans l'échantillon C3N1, la majorité des grains sont orientés avec l'axe <110> parallèle à la direction de fabrication, aucune périodicité à cette échelle n'a été observée. Ainsi, la modification de la forme du bain de fusion influe bien sur la microstructure. En conséquence, la modification de l'angle de lasage affecte la microstructure polycristalline comme suit : l'augmentation de l'angle de lasage (de 0° à 90°) favorise la croissance périodiques de grains <100> // BD depuis le fond des bains de fusion. Ce résultat est confirmé par l'étude présentée en annexe D.

Finalement, avec la poudre du lot 1, l'angle de lasage influence la microstructure polycristalline. Effectivement, un lasage à 90° du flux d'argon génère une microstructure périodique alternant grains fins (orientés <100> // BD) et grains larges (orientés <110> // BD). Au contraire, un lasage à plus de 45° empêche la croissance épitaxiale des grains <100> ce qui génère une microstructure à gros grains orientés <110> // BD.

En conclusion, cette partie a permis de montrer que l'angle de lasage par rapport au flux d'argon influence au premier ordre la morphologie et la position des bains de fusion. En l'absence de rotation entre couches, ces modifications engendrent des conséquences sur la microstructure à l'échelle du polycristal. Ces conséquences sont atténuées pour les poudres favorisant la germination hétérogène.

2.3.3 Stratégies de lasage

2.3.3.1 Présentation des stratégies

Jusque-là a été étudiée l'influence de divers paramètres procédés avec des stratégies de lasage uniquement unidirectionnelles et sans rotation entre couches. Cette étape était nécessaire pour atteindre une certaine compréhension des mécanismes de génération de microstructure via l'analyse des bains de fusion. Cependant, industriellement, rares sont les pièces fabriquées avec des stratégies unidirectionnelles sans rotations. En effet, les stratégies sans rotation entre couches ont tendance à accentuer l'anisotropie des pièces LPBF qui est déjà un frein à leur utilisation [116].

De plus, il a déjà été prouvé que certaines stratégies de lasage permettent de réduire fortement les CRs inhérentes à ce procédé [80]. Enfin, les stratégies de lasage affectent la microstructure à l'échelle du polycristal en modifiant notamment l'agencement des bains de fusion [146]. C'est ce dernier point qui sera étudié plus en détail dans cette partie.

Pour cela, trois plateaux (Chess, Rot et SR, voir 2.5) ont été construits en utilisant la même poudre (lot 1), les mêmes paramètres laser (basse énergie, voir 2.4) mais des stratégies de lasage différentes. Ces trois stratégies sont illustrées en figure 2.15.

⁶Pour rappel, le terme de conduction est employé uniquement pour signifier que la largeur du bain est supérieure à sa profondeur.

Les cases définies par le damier de la stratégie Chess sont carrées ($2.4 \times 2.4 \text{ mm}^2$). Elles comprennent 20 vecteurs de lasage. Le recouvrement entre chaque case est de $100 \mu\text{m}$. Le remplissage du motif Chess s'effectue dans un premier temps selon une spirale de l'intérieur vers l'extérieur en lasant une case sur deux. Puis, de l'intérieur à l'extérieur en remplissant les cases non lasées au premier tour. Cette stratégie de lasage homogénéise la température sur une même couche par rapport aux stratégies Rot et SR.

Les angles de rotation des motifs Chess et Rot sont de 33° entre chaque couche. Pour la stratégie Rot uniquement, une fenêtre angulaire de $\pm 45^\circ$ est définie autour de l'axe parallèle au flux d'argon. Le lasage est interdit dans cette fenêtre. Ainsi, si les vecteurs de lasage ont une direction comprise dans cette fenêtre angulaire, une rotation supplémentaire de 33° du motif entier est effectuée.

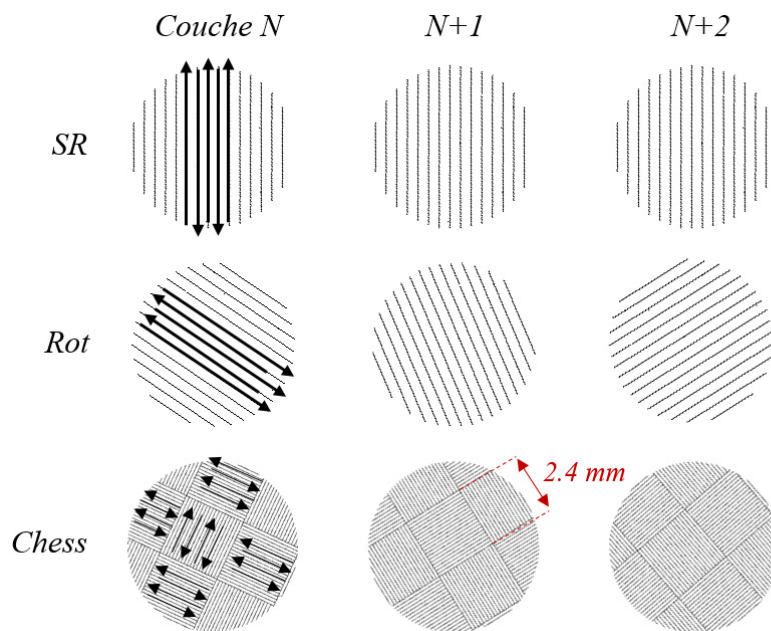


FIGURE 2.15 : Illustration des stratégies de fabrication (a) SR, (b) Rot et (c) Chess.

Les bains de fusion ont été observés en MO après attaque ⁷ et les microstructures polycristallines ont été analysées par EBSD (figure 2.16).

2.3.3.2 Impact du motif de lasage

Cette sous-partie a pour objectif d'investiguer l'impact du motif de lasage sur les bains de fusion et la microstructure résultante.

Concernant les bains de fusion, le premier constat évident est la perte d'alignement des bains selon la direction de fabrication lorsqu'une rotation est effectuée entre chaque couches. Ce résultat se vérifie sur les images des bains de fusion réalisées en microscopie optique (figures 2.16a, 2.16b et 2.16c).

⁷Pour l'échantillon SR, l'observation est faite en MO en champ sombre d'où la couleur bleue de l'image

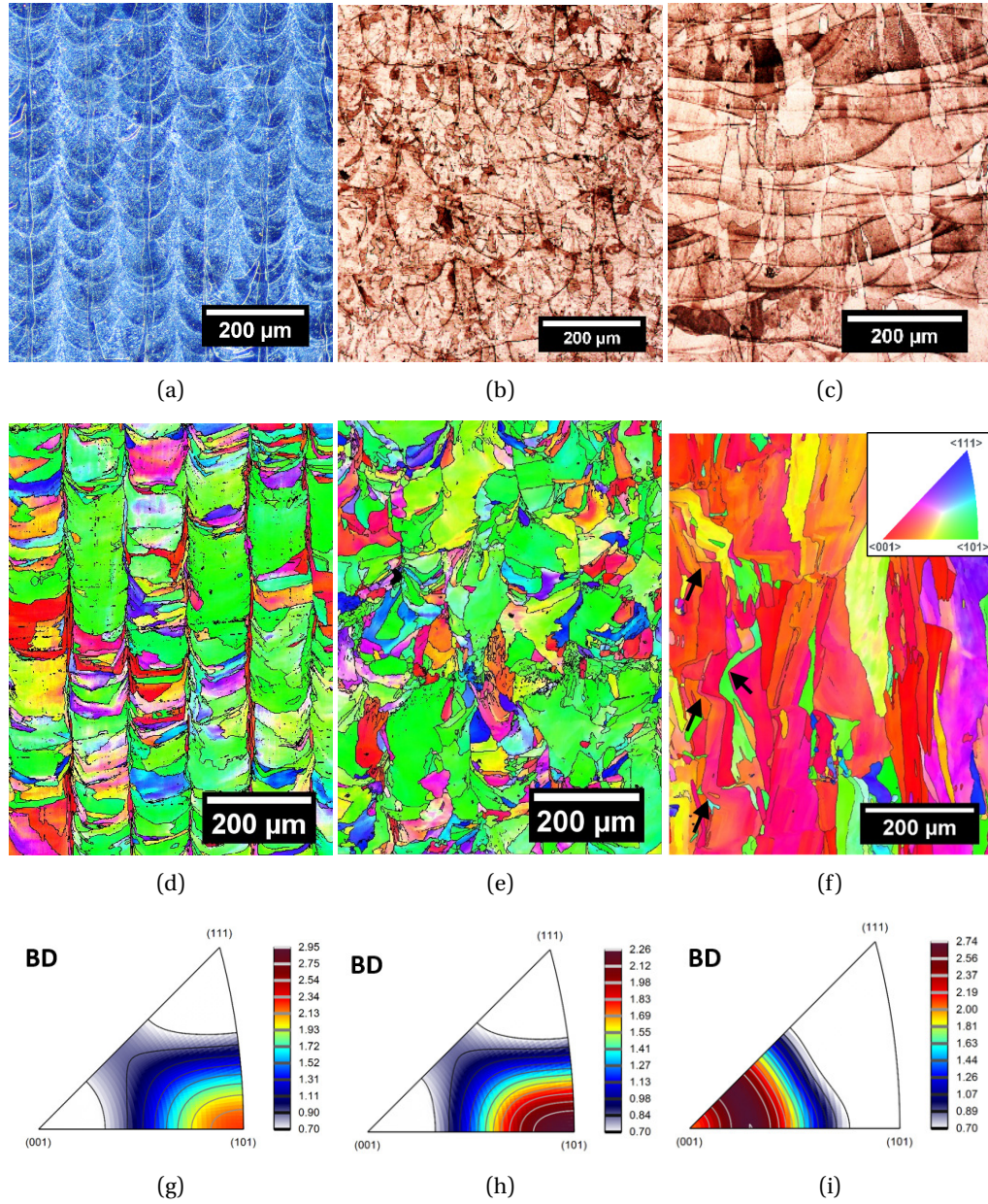


FIGURE 2.16 : Observations des bains de fusion en MO après attaque pour les échantillons (a) SR, (b) Rot et (c) Chess. Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (d) SR, (e) Rot et (f) Chess. Les flèches noires indiquent les bifurcations des grains Chess dues à la rotation entre couches. Figures de pôles inverses, orientées le long de la direction de fabrication (BD) pour les nuances (g) SR, (h) Rot et (i) Chess.

Ensuite, en comparant les images 2.16a et 2.16b avec la figure 2.16c, un élargissement des bains de fusion est visible entre les stratégies à motif de lasage unidirectionnel et la stratégie Chess. Ce résultat peut s'expliquer par la température plus homogène et globalement plus élevée avec la stratégie en îlots. En effet, Cheng et al. [35] ont démontré par une simulation thermomécanique du procédé LPBF que cette stratégie génère des températures plus élevées. De plus, il a été montré qu'une augmentation de la température moyenne d'un substrat génère des bains de fusion plus larges [31]. D'où l'augmentation de largeur des bains de fusion pour la stratégie Chess par rapport aux deux autres.

Concernant la microstructure polycristalline, les EBSD révèlent des différences notables causées par la modification des stratégies de lasage. Premièrement, entre les stratégies à motif unidirectionnel et la stratégie Chess, un changement de la forme, de la taille et de l'orientation des grains est visible. Ceci s'explique par la modification des gradients thermiques due à la modification des stratégies de lasage. En effet, les gradients thermiques locaux gouvernent les processus de solidification [146]. La stratégie Chess induit une élévation de température plus uniforme sur l'ensemble de la couche en construction [146]. En conséquence, les gradients thermiques sont uniformément orientés selon la direction de fabrication. Or, pour les métaux cfc, la croissance des grains s'effectue avec la direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à la direction du gradient de température maximal. Ainsi, la microstructure Chess arbore une orientation $\langle 100 \rangle$ parallèle à la direction de fabrication. On retrouve cette orientation le long de la direction de fabrication (BD) sur la figure de pôle inverse (figure 2.16i). Cet effet est d'autant plus marqué que l'élargissement des bains de fusion provoque un aplanissement de leur fond. Ceci permet une croissance épitaxiale des grains $\langle 100 \rangle$ d'une couche à l'autre et explique leur fort allongement selon la direction de fabrication (figure 2.17).

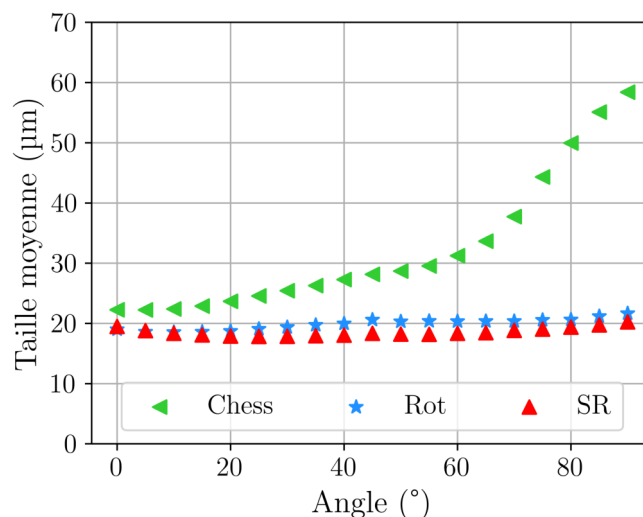


FIGURE 2.17 : Graphique montrant l'évolution de la taille de grains mesurée par la méthode des intercepts pour les échantillons SR, Rot et Chess (0° = horizontal, 90° = vertical = BD)

Enfin, la tortuosité des grains est liée à la rotation du motif entre chaque couche. Le motif tournant d'un angle de 33°, les bains ne sont pas parfaitement alignés selon la direction de fabrication. Cependant, il existe une fenêtre de décalage entre bains de fusion dans laquelle la croissance épitaxiale est tout de même permise. Dans ce cas, une bifurcation des grains est observable comme c'est le cas figure 2.16f où des points de bifurcations sont indiqués par les flèches noires.

Pour conclure sur l'effet du motif de lasage, le motif influe directement sur la morphologie (plus particulièrement l'allongement) et l'orientation des grains. Avec un lasage unidirectionnel, la texture majoritaire est $\langle 110 \rangle // \text{BD}$. Avec un lasage en damier, la texture majoritaire est $\langle 100 \rangle // \text{BD}$ et les grains ont tendances à être plus allongés selon la direction de fabrication.

2.3.3.3 Impact de la rotation entre couches

Intéressons nous maintenant à l'effet de la rotation entre couches. En comparant les micrographies des échantillons SR et Rot (figures 2.16a et 2.16b), il s'avère que la forme des bains de fusion n'est pas affectée par les rotations. Seuls leurs positions sont modifiées : en présence de rotation entre couches, ceux-ci ne sont plus alignés selon la direction de fabrication.

En ce qui concerne la microstructure polycristalline, l'orientation des grains selon l'axe de fabrication n'est pas affectée par les rotations entre couches. Ce résultat, suggéré par les figures 2.16d et 2.16e, se vérifie sur les figures de pôles inverses en figure 2.16⁸. De plus, les tailles de grains sont comparables quelque soit la direction d'observation dans ce plan (figure 2.16f).

Au contraire, la distribution, la morphologie et l'agencement des grains est modifiée. En effet, il est clairement visible sur les figures 2.16a et 2.16d que la microstructure SR est composée de grains fortement allongés et d'autres bien plus plats. Au contraire, la figure 2.16e révèle que les grains de la microstructure Rot ne montrent pas une si forte dispersion en termes d'allongement le long de la direction de fabrication. Ainsi, même si en moyenne les tailles de grains des microstructures SR et Rot sont comparables (figure 2.17), de fortes dispersions existent.

Par ailleurs, en l'absence de rotation entre couches, un arrangement périodique des grains est visible en MO après attaque (2.16a) ou bien en EBSD (2.16d). Ces observations révèlent une alternance (selon le sens transverse à la direction de lasage) de grains fins orientés $\langle 100 \rangle (//Z)$ et de grains plus larges orientés selon $\langle 110 \rangle (//Z)$. Ce motif se retrouve dans la littérature et est connu sous le nom de '*Crystallographic Lamellar Microstructure (CLM)*' [205]. Cet arrangement granulaire s'explique simplement par l'alignement périodique des bains de fusion. Les mécanismes de croissance des grains dans ce cas sont détaillés au chapitre 1, section 1.3.1.2.

La rotation du motif entre chaque couche supprime cet arrangement périodique. En effet, les bains de fusion n'étant plus régulièrement alignés selon la direction de fabrication, la croissance épitaxiale devient plus rare. En résulte une microstructure avec des grains plus tortueux, mais avec une taille moyenne de grain équivalente (2.17). Enfin, la texture du matériau est conservée, avec une texture majoritaire $\langle 110 \rangle$ selon la direction de fabrication. En effet, l'orientation préférentielle des grains est définie d'abord par les mécanismes de germination et les tout premiers stades de croissances. Or, ceux-ci sont contrôlés par le gradient thermique et la forme des bains de fusion. Le gradient thermique et les formes des bains de fusion sur une même couche ne changent pas puisque le motif de lasage est le même. Ceci explique la conservation de texture malgré les rotations du motif entre chaque couche.

Finalement, la rotation entre couches ne modifie que l'agencement des bains de fusion les uns par rapport aux autres. Les conséquences microstructurales sont que la rotation entre

⁸ Les figures de pôles inverses des autres directions sont rassemblées en annexe A

couche augmente la tortuosité des grains et empêche l'établissement d'une microstructure périodique de type CLM.

En conclusion, il a été montré que les stratégies de lasage impactent les morphologies et positions de bains de fusion. Plus particulièrement, le motif de lasage modifie les gradients thermiques globaux, la forme et l'agencement des bains de fusion. Tandis que la rotation entre couches modifie seulement l'agencement des bains de fusion. En conséquence, la rotation entre couche augmente la tortuosité des grains. Elle empêche l'établissement d'une microstructure périodique de type CLM. Le motif de lasage Chess favorise la croissance épitaxiale de grains $\langle 100 \rangle$ selon la direction de fabrication.

2.3.4 Géométrie des pièces

La géométrie des pièces peut affecter la microstructure en modifiant les conditions aux limites thermiques des pièces [226]. Cette partie vise à quantifier dans quelle mesure ces modifications peuvent être significatives. Cette étude a été menée avec la poudre du lot 1.

Trois pièces à différentes géométries ont été fabriquées sur le même plateau lors de la campagne 3 (plateau C3 2.3e). Tous les autres paramètres ont été gardés identiques : stratégie de lasage unidirectionnelle sans rotation, angle de lasage par rapport au flux d'argon de 45°, et paramétrie laser définie dans le tableau 2.8.

Plateau	Poudre	P (W)	v_b (mm/s)	$VED_{geom}(J/mm^3)$
C3	Lot 1	300	600	83

TABLEAU 2.8 : Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie

Les trois géométries fabriquées sont :

- Un parallélépipède de largeur 13 mm, longueur 13 mm et hauteur 20 mm;
- Un cylindre de diamètre 13 mm et hauteur 20 mm;
- Une paroi fine de largeur 2 mm, longueur 13 mm et hauteur 20 mm.

En comparant les microstructures polycristallines obtenues en EBSD (figure 2.18), il est possible de statuer sur l'effet de forme (en comparant le cube et le cylindre), et sur l'effet d'épaisseur (en comparant le cube et la paroi fine).

2.3.4.1 Effet de forme des pièces

Tout d'abord, en comparant les figures 2.18a et 2.18b il est clair que la modification de forme entre un pavé droit et un cylindre de mêmes dimensions n'influe pas significativement sur la microstructure polycristalline. En effet, les tailles de grains et orientations cristallines globales sont comparables. La forme cubique ou cylindrique d'une pièce n'influe pas sur sa microstructure à cœur.

2.3.4.2 Effet d'épaisseur de parois

En ce qui concerne l'effet d'épaisseur de paroi, la comparaison entre la figure 2.18c et les figures 2.18a et 2.18b rend compte d'un impact notable de l'épaisseur de paroi sur la microstructure polycristalline. En effet, un gradient de microstructure entre la paroi et le

cœur de la pièce est visible en figure 2.18c. Des orientations et tailles de grains semblables à celles retrouvées à cœur des pièces massives (pavé droit et cylindre) sont visibles sur une zone d'une largeur d'environ 500 μm au cœur de la paroi fine. La largeur effective de la paroi fine étant d'environ 1.8 mm, il est possible de conclure que la microstructure est affectée par la présence d'une surface libre jusqu'à environ 500 à 800 μm de profondeur.

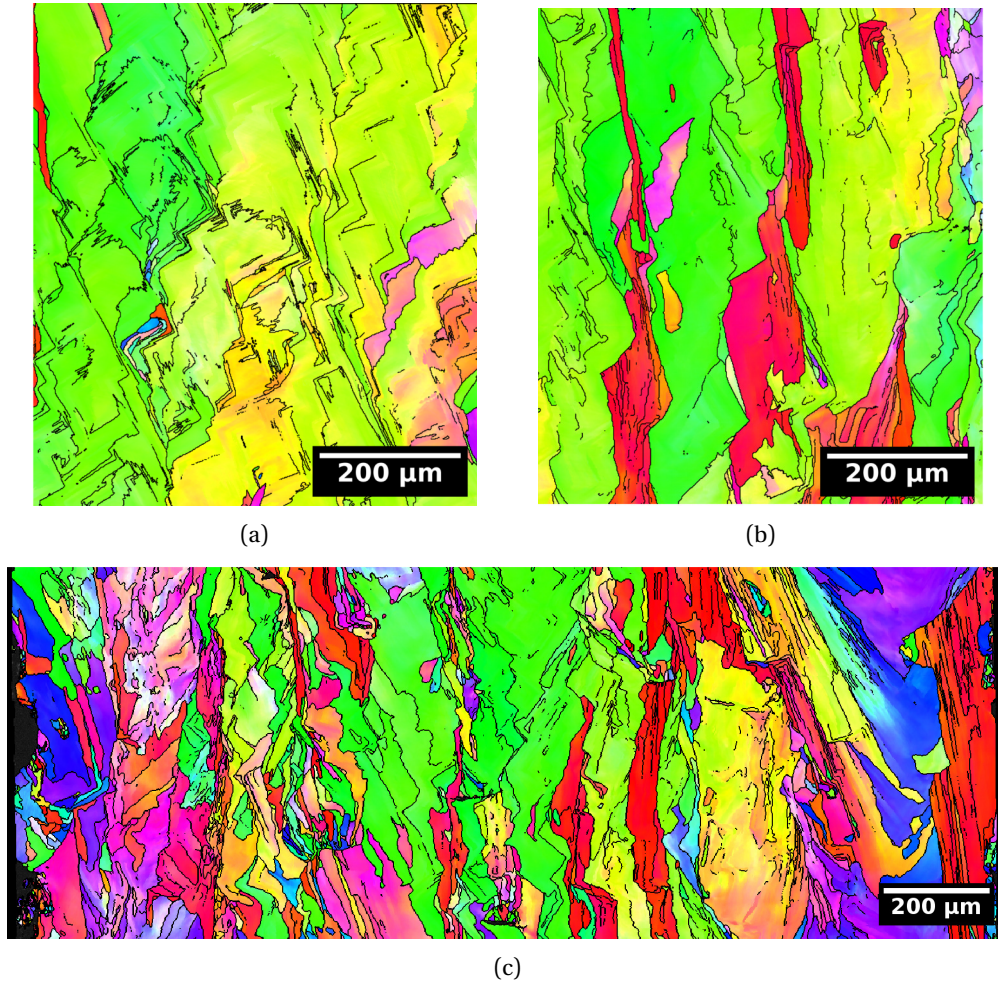


FIGURE 2.18 : Cartographies d'orientations cristallines des échantillons à géométries (a) parallélépipédique, (b) cylindrique, et (c) fine. La cartographies présentée en (c) représente la largeur totale de la paroi fine, permettant ainsi la visualisation du gradient de microstructure entre le cœur et la paroi.

Il est possible que cette longueur d'influence dépende de l'épaisseur de paroi, ou des paramètres procédés utilisés. En effet, Wang et al. [226] ont montré que la microstructure d'une paroi fine de 500 μm n'est pas homogène et est texturée $\langle 110 \rangle$ à cœur comme pour les échantillons massifs. Néanmoins, ces analyses EBSD permettent de mettre en évidence un impact des surfaces libres sur la microstructure à l'échelle du polycristal.

En conséquence, pour s'affranchir de l'effet de surface, toutes les pièces analysées le seront à cœur (> 1 mm de la surface) et toutes les pièces seront usinées sur une épaisseur > 1 mm avant les essais mécaniques.

En conclusion, la forme d'une pièce (cubique ou cylindrique) n'affecte pas la microstructure à cœur. La distance à la paroi affecte la microstructure : la microstructure peut être considérée comme homogène à partir d'une profondeur de 500 à 800 μm .

2.3.5 Densité d'énergie et paramètres laser

Les parties précédentes ont permis de montrer que :

- Le choix de la poudre influence au premier ordre la microstructure en modifiant les mécanismes de solidifications
- L'angle de lasage par rapport au flux d'argon influence au premier ordre la morphologie et la position des bains de fusion. Ces modifications ont des effets mineurs si la poudre entraîne une germination hétérogène (lot 2) mais des impacts significatifs pour des poudres favorisant la croissance épitaxiale (lot 1).
- Les stratégies de lasage modifient la forme et l'agencement des bains de fusion. Elles engendrent des modifications microstructurales majeures : les stratégies unidirectionnelles (resp. en damier) favorisent l'établissement d'une texture $\langle 110 \rangle$ // BD (resp. $\langle 100 \rangle$ // BD).
- La morphologie (cylindrique ou cubique) des pièces fabriquées n'influence pas la microstructure polycristalline à coeur. En surface (env. 500-800 μm), la microstructure est différente de celle à coeur.

Ces conclusions ont été établies pour différentes puissances et vitesses laser, elles sont donc valables sur l'ensemble de la gamme étudiée (65 à 145 J/mm^3). Néanmoins, une étude de l'influence des paramètres énergétiques est présentée ici afin d'asseoir les hypothèses précédemment formulées.

Les paramètres laser des échantillons dont la microstructure sera discutée dans cette partie sont présentés dans le tableau 2.9.

Plateau	Nom	Poudre	P (W)	v_b (mm/s)	$VED_{geom}(J/\text{mm}^3)$
Cube	A1	Lot 2	380	1000	65
Cube	B1	Lot 2	380	650	97
Cube	C1	Lot 2	380	500	127
C3	N1	Lot 1	275	700	65
C3	N2	Lot 1	300	600	83
C3	N3	Lot 1	300	500	100
C3	N4	Lot 1	350	400	145

TABLEAU 2.9 : Détail des paramètres laser utilisés pour la fabrication des échantillons étudiés dans cette partie.

2.3.5.1 Impact sur les morphologies de bains de fusion

Dans la littérature, il a déjà été montré que les morphologies de bains de fusion pilotent la génération de la microstructure polycristalline [174]. Or, la densité d'énergie est connu pour influencer les formes des bains de fusion. Par exemple, les fortes énergies linéiques ont tendance à favoriser des bains de fusion de type keyhole [45]. Il a donc été décidé d'étudier l'influence des paramètres laser (puissance, vitesse) sur les bains de fusion.

Pour caractériser plus facilement ces bains de fusion, une stratégie de lasage unidirectionnelle en aller-retour et sans rotations entre couche a été choisie. Les observations des bains de fusion sont réalisées en MO après attaque, perpendiculairement à la direction de lasage

afin de permettre la mesure de la largeur du bain. Lorsque c'est possible, les dimensions des bains sont mesurées à partir des bains de fusion de la dernière couche car ceux-ci ne sont pas refondu par un nouveau passage du laser. Les dimensions de ces bains, et en particulier leur profondeur de pénétration, sont plus proches des dimensions réelles du bain de fusion.

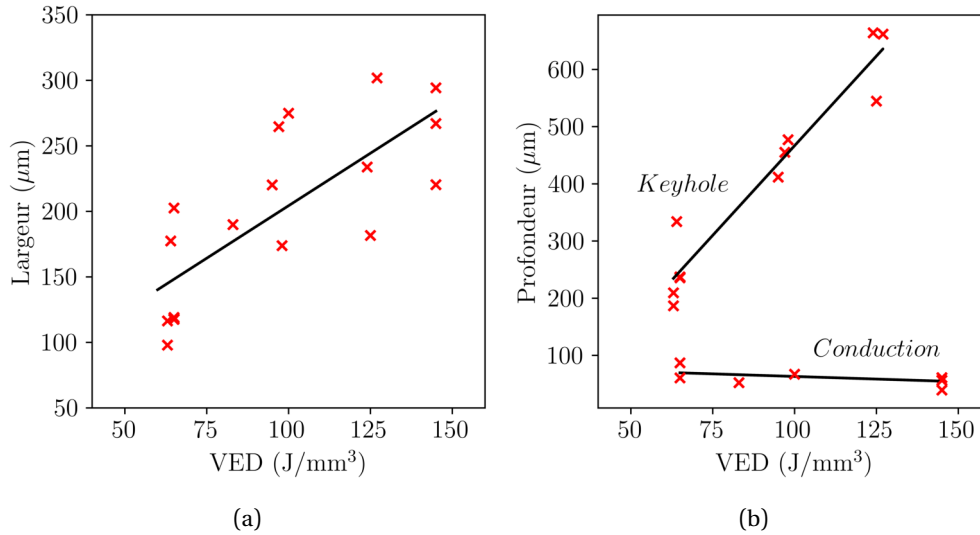


FIGURE 2.19 : (a) Évolution de la largeur des bains de fusion en fonction du VED, (b) Évolution de la profondeur des bains de fusion en fonction du VED

L'évolution des dimensions des bains de fusion a été mesurée pour les deux lots de poudre (figure 2.19). La figure 2.19a montre que la largeur des bains de fusion est directement corrélée à la densité d'énergie volumique. La distance inter-cordons et la hauteur de couche étant fixes, une corrélation directe entre l'énergie linéique (P/v) et la largeur des bains de fusion peut être établie. Ce résultat est en accord avec les données obtenues par V. Gunenthiram [76] qui a montré une évolution linéaire de la largeur des bains de fusion pour des énergies linéiques inférieures à $350 \text{ J}/\text{mm}^3$. Pour une même densité d'énergie, l'augmentation de la puissance n'est pas corrélée à la largeur des bains.

En revanche, quant à l'évolution de la profondeur des bains en fonction de la densité d'énergie, deux tendances bien distinctes sont observables. Dans un cas, la profondeur augmente avec la densité d'énergie, dans l'autre cas, la profondeur reste constante. Ces deux tendances correspondent pour l'une à un régime dans lequel la profondeur est supérieure à la largeur (type keyhole) et l'autre pour lequel la largeur est supérieure à la profondeur (type conduction). Dans la littérature, les bains de fusion de type keyhole sont obtenus pour des densités d'énergie linéique élevées alors que le mode de conduction résulte de densités d'énergie linéique plus faibles [39]. Ce constat ne se retrouve pas dans notre étude. En effet, pour des densités d'énergie identiques, des bains de fusion de type keyhole ou conduction peuvent être retrouvés en fonction des échantillons.

Ce qui différencie ces échantillons est l'angle formé par la direction de lasage et le flux d'argon. Comme montré dans la partie 2.3.2 les échantillons pour lesquels la profondeur est supérieure à la largeur sont obtenus avec des angles de lasage de 90° tandis que ceux pour lesquels la largeur est supérieure à la profondeur sont obtenus pour des angles de 45° . L'angle de lasage est donc un paramètre influant de manière plus significative que la densité d'énergie sur la profondeur des bains de fusion. A noter que les écarts sont plus marqués à densité d'énergie élevée.

2.3.5.2 Impact sur la microstructure polycristalline

L'impact de la densité d'énergie sur la microstructure polycristalline a été étudié pour les 2 lots de poudres. Dans tous les cas, les variations de structure polycristalline sont faibles.

Lorsque *profondeur* > *largeur* (type *keyhole*), avec la poudre du lot 2, malgré de fortes variations de tailles de bains de fusion, les microstructures polycristalline des échantillons A1, B1 et C1 restent très proches (figure 2.20). Ni la texture globale, ni les tailles moyennes de grains ($A1 = 8.7 \mu\text{m}$, $B1 = 9.3 \mu\text{m}$ et $C1 = 8.6 \mu\text{m}$) ne sont affectées par les modifications de tailles de bains de fusion.

La seule variation perceptible concerne l'allongement des grains. Les figures 2.20d, 2.20e et 2.20f mettent en évidence un allongement prononcé de certains grains selon la direction de fabrication. Ceux-ci forment un motif périodique car ils suivent le motif de lasage unidirectionnel. En effet, la ligne de convergence formée par les grains allongés correspond au centre des bains de fusion. Le nombre de ces grains a tendance à diminuer de A1 à B1 puis de B1 à C1. Malgré cette légère évolution, l'augmentation simultanée de la profondeur et de la largeur des bains de fusion ne modifie pas significativement la microstructure à l'échelle du polycristal. La taille du bain de fusion n'influence pas de façon significative la microstructure.

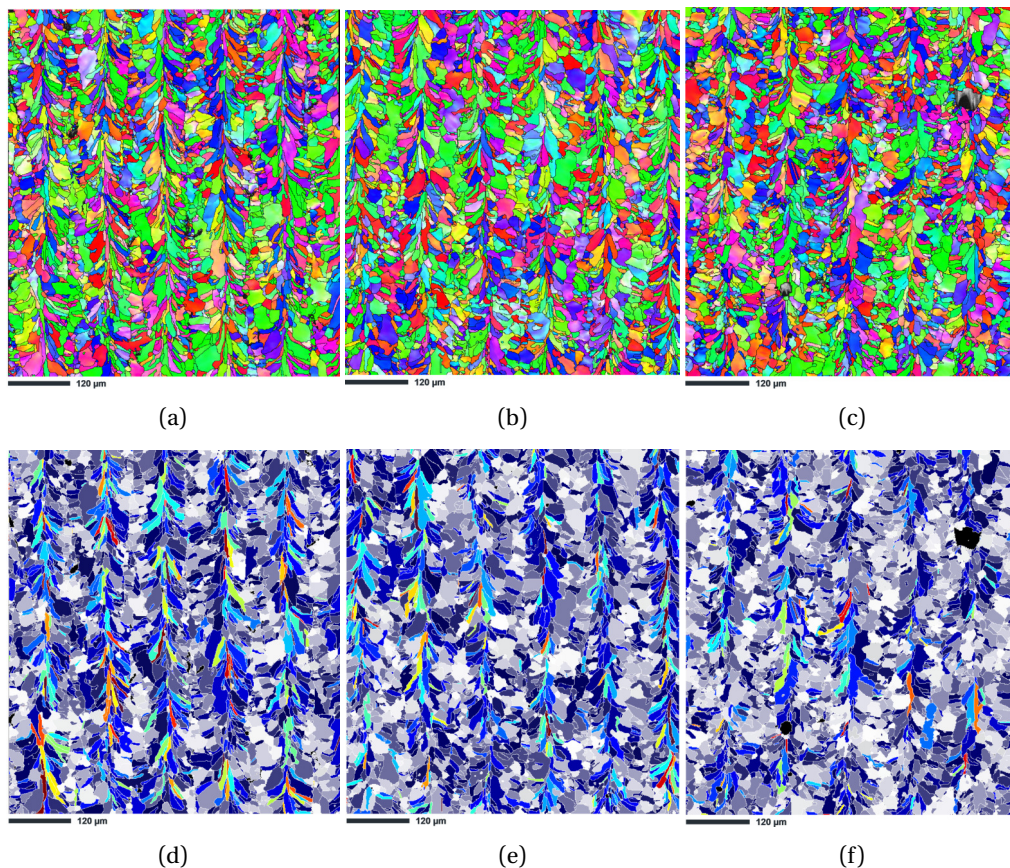


FIGURE 2.20 : Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (a) A1, (b) B1 et (c) C1. L'orientation de référence correspond à la direction de fabrication (=verticale). En (d) pour A1, (e) pour B1 et (f) pour C1, les grains sont coloriés en fonction de leur rapport d'allongement

Lorsque *largeur* > *profondeur* (type *conduction*), avec la poudre du lot 1, la largeur augmente avec le VED tandis que la profondeur reste constante (figure 2.19). Ceci n'a pas d'effets directs sur la microstructure résultante (figure 2.21). En effet, la texture globale reste très texturée quelque soit la densité d'énergie et les tailles de grains sont comparables (en moyenne : 15.5 μm pour C3-N1, 11.4 μm pour C3-N2, 25.9 μm pour C3-N3, et 25.1 μm pour C3-N4). Cependant, la taille élevée des grains par rapport à la zone d'analyse ne permet pas de conclure sur l'évolution quantitative des tailles de grains.

Finalement, comme pour les échantillons fabriqués avec la poudre du lot 2, les variations de taille de bain de fusion affectent peu la microstructure polycristalline résultante. Cette fois-ci l'explication réside dans le fait que la texture de l'échantillon construit avec la plus basse énergie (65 J/mm^3) est déjà très forte, et la taille de grain élevée. Ainsi, à l'échelle d'analyse qui est celle des cartes EBSD ($\approx 700 * 700 \mu\text{m}$) il est difficile d'augmenter plus la texture ou la taille de grain avec un apport d'énergie supplémentaire. Finalement, l'augmentation de la largeur des bains n'entraîne pas de modification microstructurale visible à cette échelle.

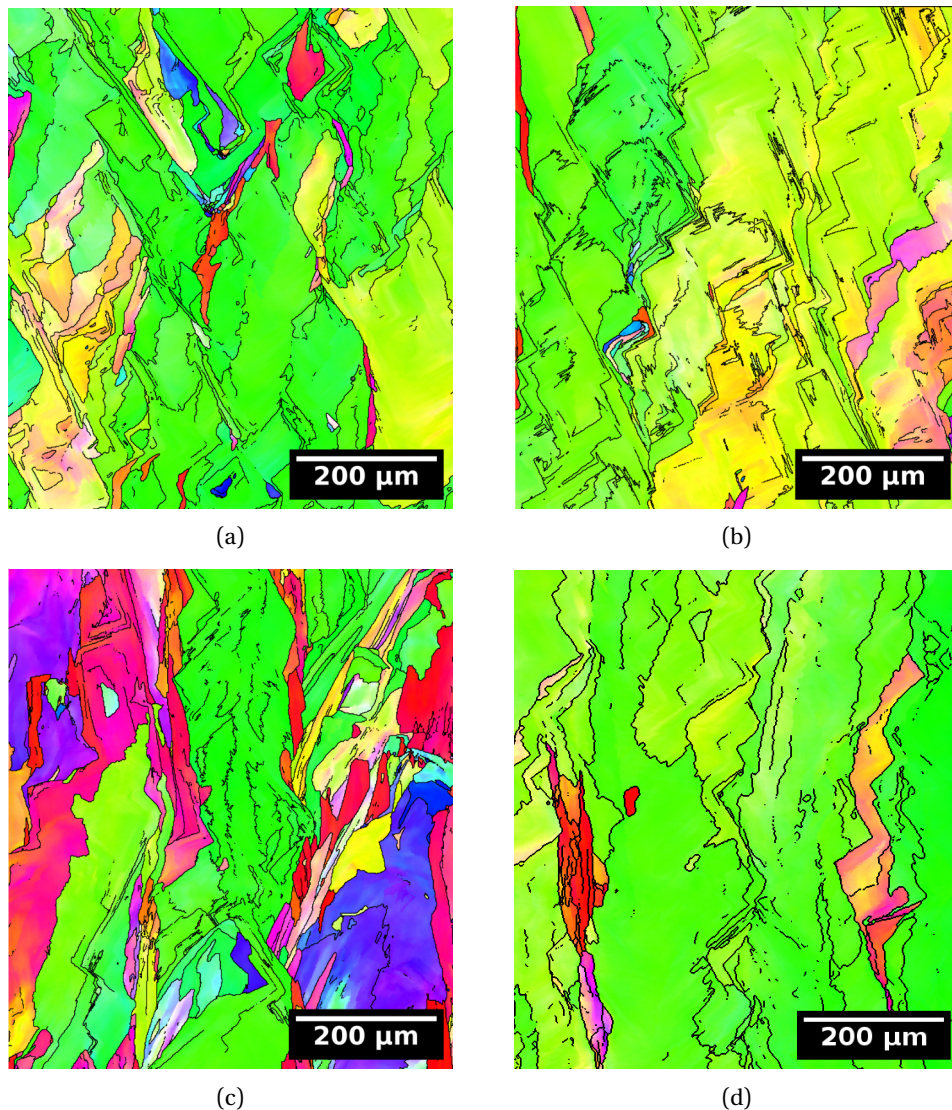


FIGURE 2.21 : Cartographies d'orientations cristallines des échantillons (a) C3-N1, (b) C3-N2, (c) C3-N3 et (d) C3-N4

Pour conclure, la densité d'énergie affecte au premier ordre la taille des bains de fusion. L'augmentation de densité d'énergie entraîne une augmentation de largeur des bains. L'évolution de la profondeur du bain dépend de l'angle de lasage : pour des angles de 45°, la profondeur n'évolue pas avec la densité d'énergie. Pour des angles de 90°, la profondeur des bains augmente avec la densité d'énergie. Néanmoins, ces modifications de longueurs caractéristiques des bains de fusion n'affectent pas significativement la microstructure.

2.3.6 Conclusion sur les paramètres d'influence

Cette partie avait pour objectif de statuer sur l'influence de différents paramètres procédés sur (1) les bains de fusion et (2) la microstructure polycristalline ainsi que les relations entre la morphologie des bains de fusion et la microstructure polycristalline. Cette étude a été menée pour apprendre à contrôler la microstructure de l'acier 316L LPBF via les paramètres procédés. Les conclusions suivantes peuvent être formulées :

1. Le choix de la poudre influence au premier ordre la microstructure en modifiant les mécanismes de solidifications. Les bains de fusion ne sont pas affectés par le choix de la poudre. L'annexe D confirme ces résultats.
2. L'angle de lasage par rapport au flux d'argon influence au premier ordre la morphologie et la position des bains de fusion. Ces modifications ont des effets mineurs sur la microstructure si la poudre entraîne une germination hétérogène (lot 2) mais des impacts significatifs pour des poudres favorisant la croissance épitaxiale (lot 1). La génération d'une microstructure périodique alternant les grains $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ // BD ou bien d'une microstructure très texturée $\langle 110 \rangle$ // BD peut donc être favorisé par le choix de l'angle de lasage. L'annexe D confirme ces conclusions.
3. Les stratégies de lasage modifient la forme et l'agencement des bains de fusion. En conséquences, elles engendrent des modifications microstructurales majeures : les stratégies unidirectionnelles (resp. en damier) favorisent l'établissement d'une texture $\langle 110 \rangle$ // BD (resp. $\langle 100 \rangle$ // BD).
4. La morphologie (cylindrique ou cubique) des pièces fabriquées n'influence pas la microstructure polycristalline à coeur. En surface (env. 500-800 μm), la microstructure est différente de celle à coeur.
5. La largeur des bains de fusion augmente avec la densité d'énergie. L'évolution de la profondeur des bains dépend de l'angle de lasage par rapport au flux d'argon : la profondeur est stable lorsque l'interaction laser/vapeurs est élevée (angles $\leq 45^\circ$).
6. Cette étude n'a pas révélé de modifications microstructurales majeures suite à la modification de l'énergie apportée à la poudre. La poudre favorisant la germination hétérogène (lot 2) n'est que peu affectée par ces modifications énergétiques. L'échelle d'observation utilisée n'a pas permis de révéler d'effet du VED sur la taille des grains et la texture des échantillons fabriqués avec la poudre favorisant la croissance épitaxiale (lot 1).

2.4 Influence du procédé sur les distributions de défauts

La section précédente a permis de montrer qu'un certain contrôle de la microstructure peut être atteint grâce à la maîtrise du procédé LPBF. En effet, en jouant notamment sur les stratégies de lasage et le type de poudre utilisé, des microstructures plus ou moins organisées à l'échelle des grains, ou des microstructures à différentes orientations cristallographiques préférentielles peuvent être obtenues. Cette maîtrise maintenant acquise va permettre d'étudier dans les chapitres suivants l'influence de la microstructure polycristalline sur le comportement en fatigue. Les microstructures polycristallines des éprouvettes retenues sont rassemblées en figure 2.22. Par soucis de clarté, les éprouvettes provenant des plateaux P1 et P2 seront toutes nommées P2, celles de plateaux P3 et P4 seront toutes nommées P4. Celles du plateau C3 seront nommées C3.

Les changements de microstructures obtenus en agissant sur les paramètres du procédé sont souvent accompagnés par une modification des distributions de défauts. Ces défauts sont très critiques pour les chargements en fatigue et peuvent conduire à l'initiation de fissures de fatigue, masquant ainsi les effets de microstructures que nous voulons étudier. Les populations de défauts des paramètres d'intérêt, celles dont la microstructure est présentée en figure 2.22 et dont les détails de fabrication sont donnés en annexe A, ont donc été caractérisées.

Les populations de défauts ont été étudiées par tomographie à rayons X selon la méthode décrite en 2.2.3. Afin de séparer les manques de fusion des porosités gazeuses, la sphéricité des défauts, notée S_{ph} , a été calculée selon l'équation 2.4 avec S_{eq} la surface d'une sphère de volume équivalent au volume (V) du défaut et A la surface réelle du défaut. En effet, les manques de fusion ont tendance à être allongés dans au moins une des directions perpendiculaire à la direction de fabrication tandis que les porosités gazeuses sont plutôt sphériques.

$$S_{ph} = \frac{S_{eq}}{A} = \frac{\pi^{1/3}(6V)^{2/3}}{A} \quad (2.4)$$

La figure 2.23 rassemble les distributions du diamètre de Feret des défauts en fonction de leur sphéricité. Elle met en avant deux types de distributions bien distinctes : les éprouvettes P4 (a), C3 (b) et Chess (c) d'un côté et les P2 (d), SR (e) et Rot (f) de l'autre. Les premières d'entre elles ont des défauts d'une taille plus importante que les secondes.

En ce qui concerne la sphéricité, il n'y a que la paramétrie Rot pour laquelle tous les défauts ont une sphéricité relativement élevée (>0.5). Ceci indique que ces défauts sont des porosités gazeuses et non pas des manques de fusion. Les autres lots d'éprouvettes contiennent donc tous à la fois une population de défauts de manques de fusion (sphéricité faible, <0.5) et de porosités gazeuses (sphéricité élevée, >0.5). La taille de ces manques de fusion varie d'une paramétrie à l'autre. Effectivement, les défauts des éprouvettes SR et P2 ont des tailles relativement faibles (Feret $< 300 \mu m$) en comparaison aux défauts des éprouvettes P4, C3 et Chess.

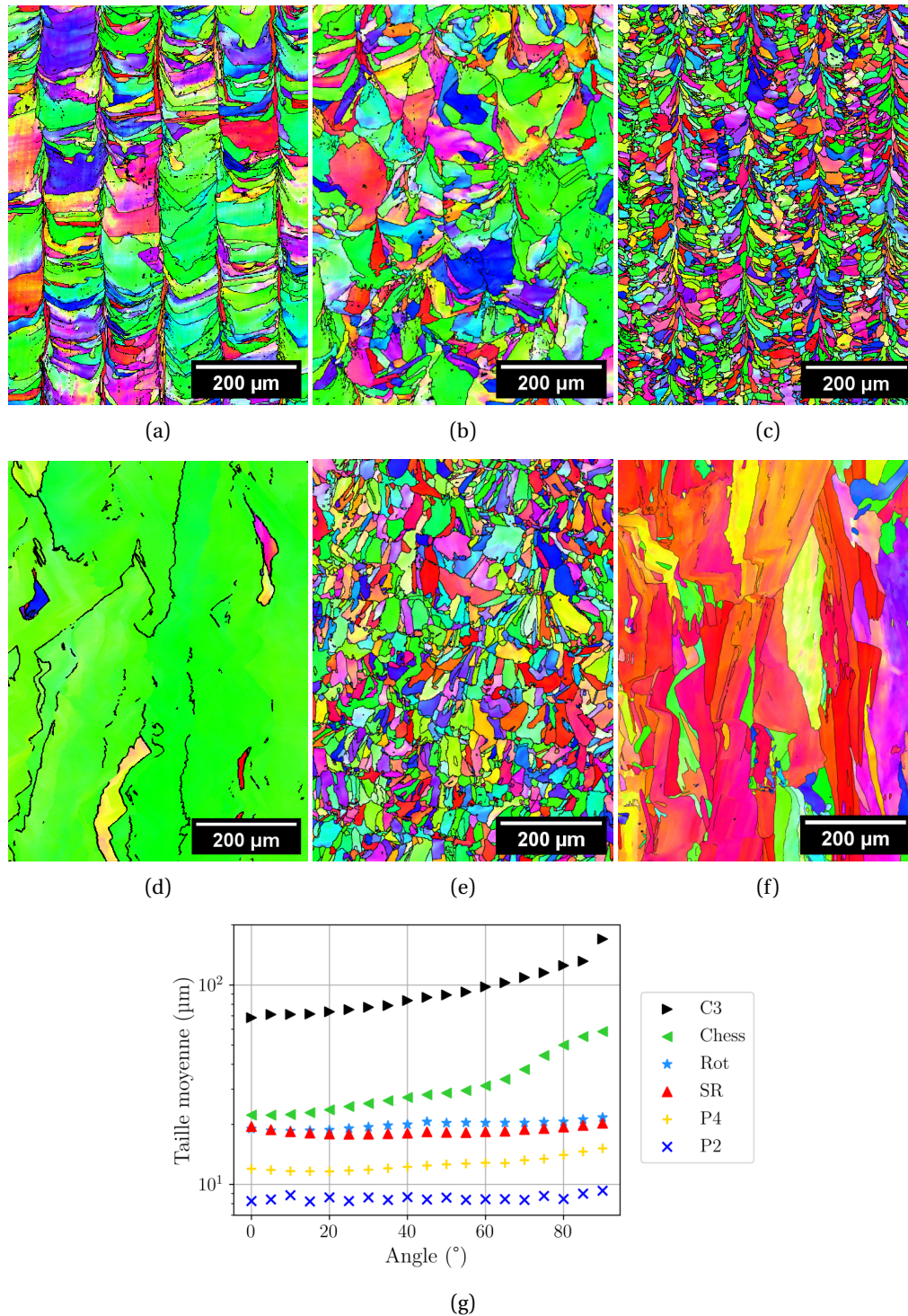


FIGURE 2.22 : Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) Rot, (c) P2, (d) C3, (e) P4 et (f) Chess. Des cartographies plus grandes sont disponibles en annexe A. D'autres plans d'analyses sont aussi disponibles. La figure (g) montre l'évolution de la taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0° = horizontal, 90° = vertical = BD)

L'origine des manques de fusion varie entre les lots d'éprouvettes. En effet, pour la stratégie Chess, il semblerait que les manques de fusion soient dus à un manque de recouvrement entre les îlots de lasage. Pour les éprouvettes P4 et C3 ce sont les bains de fusion qui ne sont probablement pas assez profonds, occasionnant ainsi des manques de fusion entre couches de fabrication. Enfin, pour les stratégies SR et P2, des manques de fusion plus petits sont observés, ils sont dus à un manque de recouvrement entre les cordons de lasage. En effet, sur les faciès de rupture, ces manques de fusion sont visibles et leur direction correspond à la direction de lasage.

Ces observations sont en accord avec les variations de forme/taille des bains de fusion précédemment commentées. Par exemple, la figure 2.19a montre que la largeur des bains de fusion est minimale à faible énergie, favorisant l'apparition de manque de fusion entre cordons de lasage comme c'est le cas pour les éprouvettes SR et P2.

Les populations de défauts seront analysées plus en détail dans le chapitre 4 au regard du comportement en fatigue des différents lots d'éprouvettes. De plus, la distribution de taille des défauts est disponible en annexe A pour chaque lot d'éprouvette.

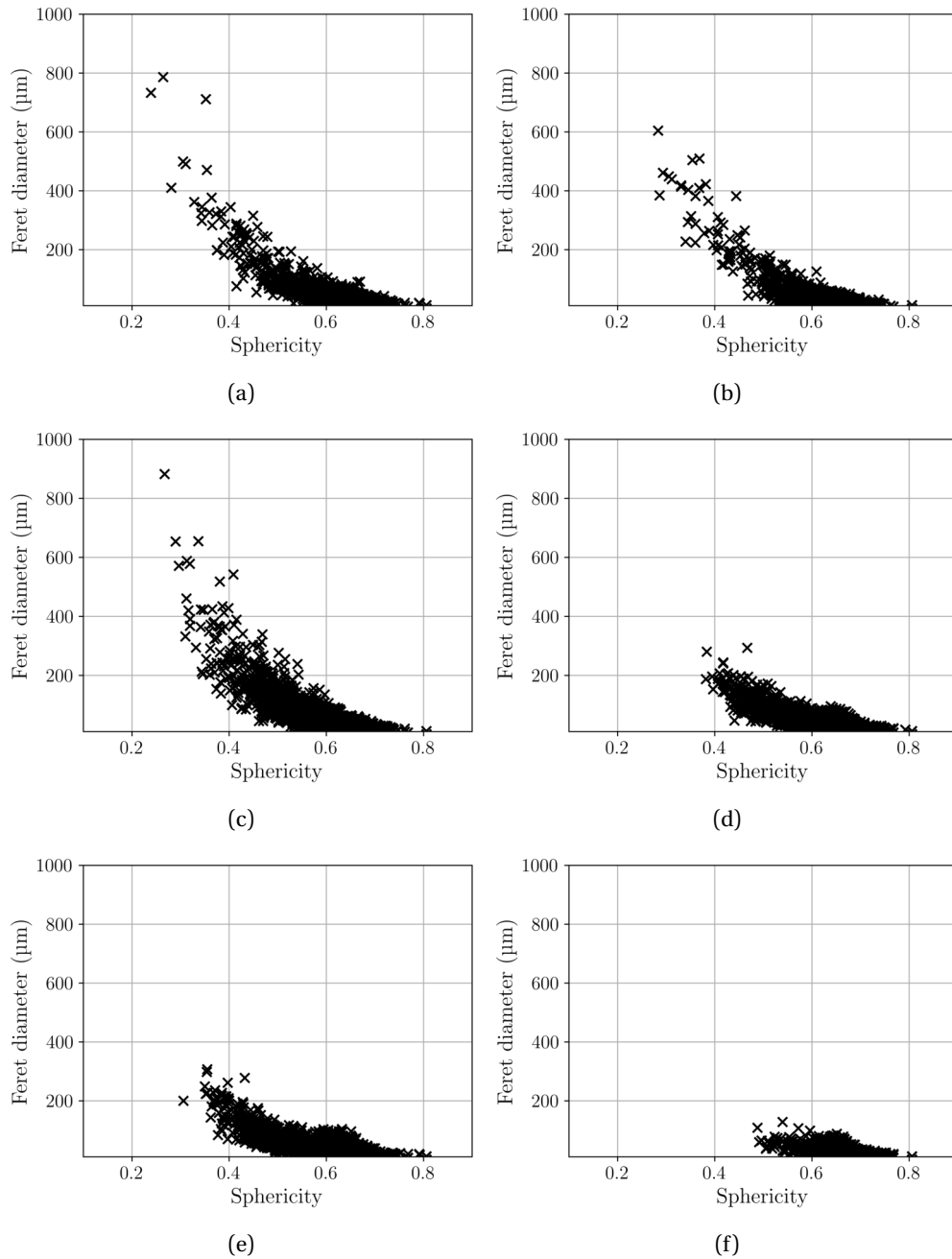


FIGURE 2.23 : Distribution de défauts des éprouvettes (a) P3/P4, (b) C3N3, (c) Chess, (d) P1/P2, (e) SR et (f) Rot

2.5 Influence des défauts et de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique

2.5.1 Caractérisation préliminaire des réseaux cellulaires

Avant de commenter les effets des défauts et de la microstructure (à l'échelle du polycristal) sur le comportement mécanique quasi-statique il convient de vérifier que les éprouvettes sont identiques en tous points par ailleurs. Trois échelles microstructurales sont communément répertoriées pour l'acier 316L LPBF : l'échelle du polycristal, celle des réseaux cellulaires (micro-ségrégations / dislocations), et celle des nano-précipités. L'étude des nano-précipités pour chacun des 6 lots d'éprouvettes est trop coûteuse pour être réalisée. Nous ferons donc l'hypothèse, à priori, que leurs populations ne sont pas très différentes entre les différents lots.

En ce qui concerne les réseaux de micro-ségrégations/dislocations, la taille des cellules qui les composent a été mesurée au MEB après attaque pour chacun des 6 lots après TTh de détentionnement (650° C - 2 h) (figure 2.24 et tableau 2.10). La méthode de mesure est détaillée en partie méthode, section 2.2.3.2. La comparaison entre les différents lots est réalisée dans cet état car c'est celui avec lequel les essais de fatigue seront réalisés. Le tableau 2.10 montre que les diamètres des cellules sont identiques entre les différents lots, sauf pour C3 pour lequel les diamètres cellulaires sont environ 200 nm supérieurs.

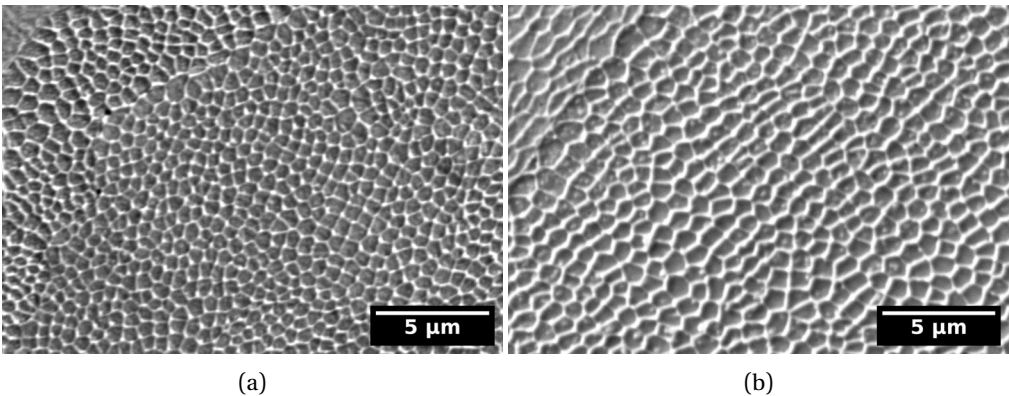


FIGURE 2.24 : Exemples de cellules de micro-ségrégations observées après attaque au MEB pour les lots (a) P4 et (b) C3

Lot	SR	Rot	Chess	C3	P2	P4
Diamètre moyen (µm)	0.44	0.44	0.38	0.61	0.45	0.42
	±0.03	±0.04	±0.08	±0.02	±0.09	±0.02

TABEAU 2.10 : Diamètre moyen des cellules de micro-ségrégations des 6 lots (état 650° C - 2 h)

Le diamètre des cellules est classiquement relié à la vitesse de solidification et donc, en première approximation, à la vitesse du laser [100], [224] : plus la vitesse de lasage est élevée, plus les cellules sont fines. Cependant, ce résultat ne semble pas s'appliquer ici puisque les paramétries des lots C3 et P4 sont identiques alors que les tailles de cellules sont différentes. De même, la vitesse de lasage de P2 (700 mm/s) est supérieure à celle de P4 (400 mm/s) et

les cellules ont des tailles comparables. Ainsi, sur la gamme de vitesse étudiée, la vitesse n'influe pas sur la taille des cellules.

De plus, la taille des cellules est un paramètre probablement multi-factoriel qui nécessite des analyses supplémentaires afin d'être débattue. L'origine des différences de taille de cellule entre C3 et les autres échantillons n'a pas été investiguée. Néanmoins, ces mesures étaient nécessaires afin de pouvoir discuter du lien microstructure-comportement mécanique dans la suite du manuscrit.

2.5.2 Comportement mécanique quasi-statique

2.5.2.1 Essais de dureté

Des essais de dureté ont été réalisés afin de caractériser l'influence de la microstructure et des défauts sur le comportement mécanique quasi-statique des 6 lots d'intérêt. La méthode est détaillée en section 2.2.3.3. La figure 2.25 rassemble les résultats sous forme de graphique à barres.

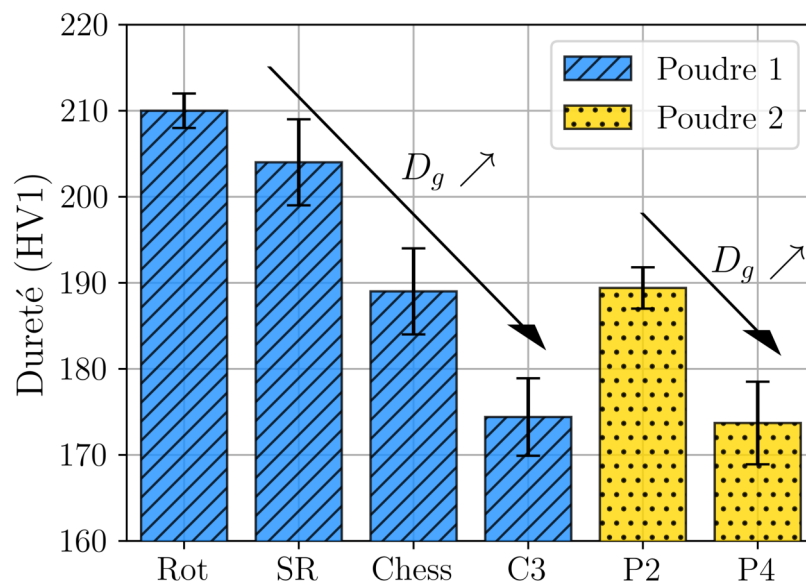


FIGURE 2.25 : Résultats des essais dureté. D_g symbolise la taille de grains.

Tout d'abord, les valeurs de dureté oscillent en fonction des échantillons entre 175 et 210 HV1. Ces valeurs correspondent avec la littérature bien qu'elles soient parmi les plus basses : 281-267 HV0.2 pour [224], 235 HV0.1 pour [226], 175-230 HV0.2 pour [199] et 200HV0.5 pour [2]. La dureté est souvent reliée, d'une part, à la taille des grains via des relations de type Hall-Petch [199], et d'autre part, à la taille des cellules de dislocations [223]. De plus, les défauts sont connus pour réduire drastiquement la dureté pour des taux de défauts conséquents (>1%) [37].

Dans notre cas, seuls les échantillons Chess ont des taux de porosités supérieurs à 1% (2% d'après la tomographie). Dans ce cas, la diminution de la dureté due aux défauts et prédite par Cherry et al. [37] est seulement de l'ordre de 10 HV : cet écart reste faible au vu des incertitudes de mesures. De plus, en faisant une hypothèse de distribution homogène des défauts dans le volume, on peut calculer la probabilité de présence d'un défaut dans le volume sollicité par l'indent de dureté. Statistiquement, 0.08 défauts sont présents dans le volume sollicité par l'indent. Cette valeur, bien qu'hypothétique, reste très inférieure

à l'unité et suggère donc que les défauts n'interagissent que faiblement avec l'indent de dureté. Finalement, les différences de dureté entre les échantillons Chess et les autres sont plus probablement dues à des différences microstructurales qu'aux populations de défauts.

Cependant, dans notre cas, ni la taille de grains, ni la taille des cellules n'expliquent les variations observées pour l'ensemble des échantillons. En effet, la taille des grains de C3 est supérieure de plus d'un ordre de grandeur à celle des grains de P4 et pourtant aucune différence en dureté n'a été mesurée. D'autre part, des duretés différentes sont observables entre Rot et P4 alors que la taille des cellules est identique. La composition chimique de la poudre vient probablement perturber ces corrélations : les variations du taux de Mo peuvent influencer sur l'intensité du réseau de micro-ségrégations, et les différences de compositions chimiques des autres éléments peuvent modifier la contribution au durcissement par solution solide.

En différenciant les échantillons en fonction de leur poudre d'origine (voir légende 2.25), un effet de taille de grains se dessine. En effet, la dureté semble inversement corrélée à la taille de grains comme prédit par des relations de type Hall-Petch [199]. Aucune corrélation quantitative ne sera réalisée puisque pour les microstructures à grains fortement allongés (Chess, C3) le paramètre de taille de grains est fortement dépendant de la direction. Or, les contraintes induites par l'indent n'étant pas uniaxiales il est difficile de définir une taille de grains pertinente. Pour conclure, ces essais pourtant simples et rapides permettent de retrouver que pour des tailles de cellules constantes, la dureté de l'acier 316L LPBF varie de façon inverse à la taille de grains. La composition chimique joue un rôle vis-à-vis du comportement en dureté puisque les duretés des échantillons fabriqués avec des poudres différentes ne peuvent pas être corrélées aux mêmes tailles de grains.

2.5.2.2 Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur les 6 lots d'éprouvettes d'intérêt à l'état as-built et les résultats sont résumés par un graphique à barres en figure 2.26.

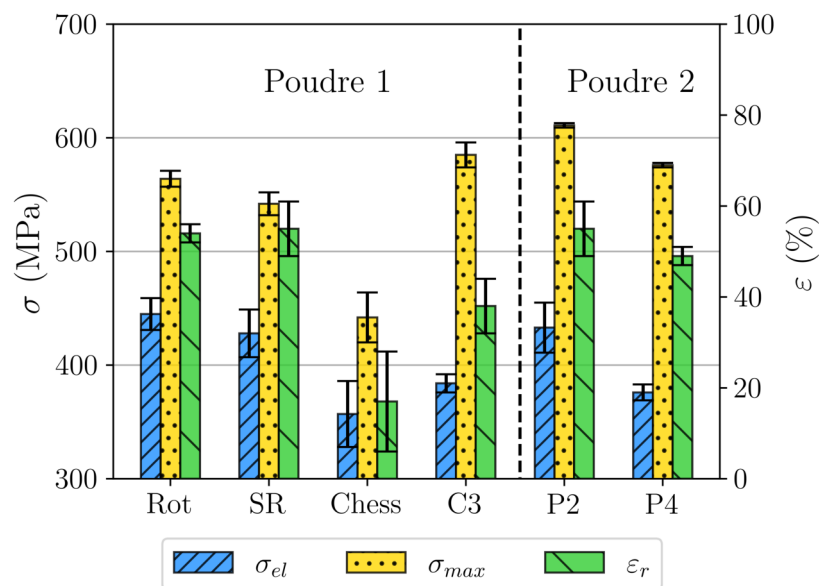


FIGURE 2.26 : Propriétés moyennes en traction monotone uniaxiale des différents lots d'éprouvettes. σ_{el} représente la limite d'élasticité conventionnelle, σ_{max} la contrainte maximale et ε_r l'allongement à rupture.

La figure 2.26 révèle que, à l'état as-built, pour les 6 lots d'éprouvettes étudiés, les limites d'élasticités sont comprises entre 360 et 450 MPa, les résistances maximum entre 440 et 610 MPa et enfin les allongements à rupture entre 15 et 55%. Ces résultats sont globalement en adéquation avec la littérature (voir chapitre 1, tableau 1.4). Plus précisément, σ_{el} et σ_{max} sont parmi les plus faibles alors que les valeurs d'allongement à rupture ε_r sont parmi les plus élevées. Globalement, les résistances à la traction de nos éprouvettes sont donc plus faibles mais montrent une meilleure ductilité que dans la littérature.

Les propriétés en traction peuvent être influencées par : (1) les populations de défauts, (2) la microstructure à l'échelle du polycristal et (3) la microstructure aux échelles inférieures.

Effet des défauts

Les éprouvettes Chess, C3 et P4 contiennent beaucoup de défauts de manque de fusion dont le diamètre de Feret est supérieur à 200 μm (figure 2.23). Ces défauts affectent le comportement en traction en réduisant la surface réelle portante et en concentrant localement les contraintes. A cause de la réduction de surface portante, les limites d'élasticités de Chess, C3 et P4 sont inférieures à celles de SR, Rot et P2. Cet effet est quantifié pour les éprouvettes Chess en figure 2.27b.

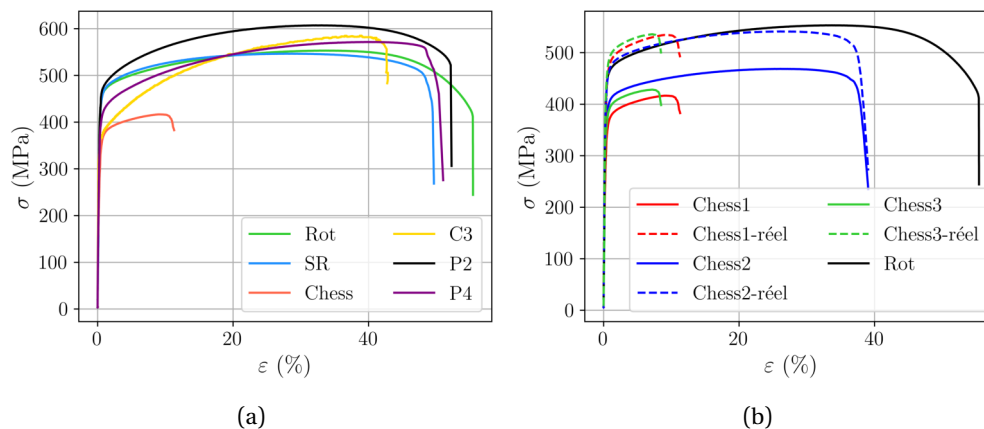


FIGURE 2.27 : Courbes d'essais de traction (a) d'une éprouvette de chaque lot, et (b) des 3 éprouvettes Chess. Les courbes Chess-réel correspondent aux contraintes recalculées en tenant en compte de la surface occupée par les défauts dans le plan de rupture

Les faciès de rupture de ces éprouvettes ont été observés après essais (figure 2.28). Ils montrent de nombreux défauts de manques de fusion. La surface occupée par ces défauts a été estimée par analyse d'image à environ 16%, 25% et 28% pour les 3 essais réalisés. Ces densités surfaciques de défauts sont bien supérieures à la densité volumique de défaut déterminée par tomographie à rayons X, et ce pour deux raisons principales :

- Premièrement, la tomographie à rayons X sous-estime la densité de défauts en présence de manques de fusion. En effet, ces défauts relativement plans peuvent ne pas être détectés par tomographie à rayons X de laboratoire si leur épaisseur est inférieure à quelques voxels (1 voxel = 6.5 m^3).
- Par ailleurs, le calcul de la densité surfacique de défaut à partir des faciès de rupture sur-estime la densité réelle. En effet, les fissures se propagent communément selon plusieurs couches de fabrication à différentes hauteurs, privilégiant les couches contenant le plus de défauts. Ainsi, une analyse surfacique depuis la verticale sur-estime la population de défaut réelle en prenant en compte des défauts situés à

des hauteurs différentes.

En prenant en compte la réduction de surface portante induite par la présence de défauts, la contrainte réelle a été recalculée et tracée sur la figure 2.27b. Les contraintes recalculées sont au même niveau que celles des éprouvettes avec très peu de défauts (Rot). En conclusion, les faibles limites d'élasticités en traction déterminées pour les éprouvettes Chess sont uniquement dues à la réduction de surface induite par les défauts. Cette analyse quantitative confirme donc l'impact des défauts sur la limite d'élasticité, et explique pourquoi les limites d'élasticité de Chess, C3 et P4 sont inférieures.

De plus, l'allongement à rupture est diminué en présence de défauts comme montré par S. Ziri [256]. En effet, les défauts agissent comme des concentrateurs de contraintes et accélèrent la fissuration. Ceci explique les allongements à rupture globalement inférieurs pour C3, P4 et Chess.

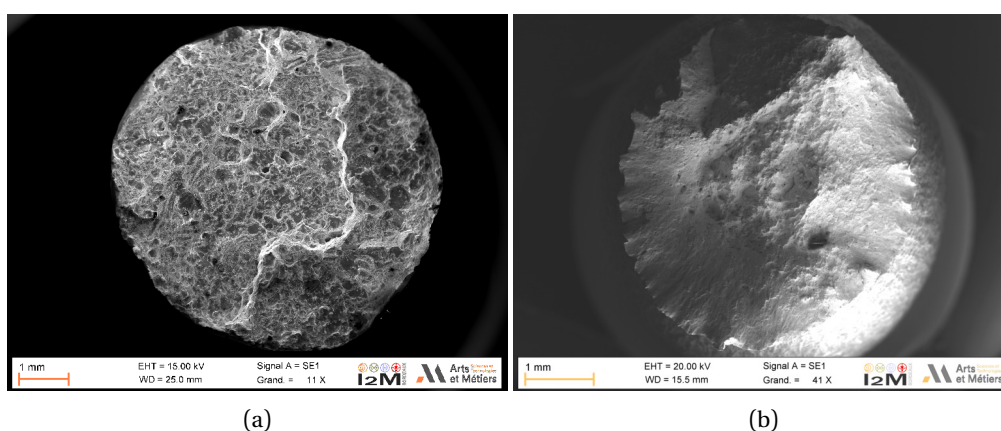


FIGURE 2.28 : Exemple de faciès de rupture en traction monotone d'éprouvettes (a) Chess montrant de nombreux manques de fusion et (b) d'une éprouvette Rot montrant une rupture ductile

Les défauts empêchent de statuer sur l'influence des différentes échelles de la microstructure de C3, P4 et Chess sur le comportement en traction. En outre, les tailles de cellules étant identiques pour Rot, SR et P2, l'analyse de l'impact de ce paramètre sur le comportement en traction n'est pas possible. En revanche, l'effet de la microstructure polycristalline peut être discuté.

Effet de microstructure polycristalline

Les comportements en traction des lots Rot et SR sont semblables (figures 2.26 et 2.27a). Ce résultat montre que ni la morphologie, ni l'agencement des grains, qui diffèrent tous deux entre ces deux microstructures, n'ont d'impact significatif sur le comportement en traction. Ce dernier est gouverné, en l'absence de nombreux défauts, plus par la taille ou l'orientation des grains [29]. Or, les tailles moyennes et orientations des grains de SR et Rot sont semblables, d'où des propriétés en traction proches.

Par ailleurs, les éprouvettes du lot P2 montrent une limite d'élasticité et un allongement à rupture comparables à ceux de Rot/SR, mais une résistance maximale environ 50 MPa supérieure. Cette différence n'est probablement pas liée à la taille de grains puisque cette dernière influe surtout sur la limite d'élasticité, via des relations de type Hall-Petch, et non pas sur la résistance maximale. La texture ou la composition chimique pourraient expliquer ces différences de résistance maximale. Puisque la limite d'élasticité et l'allongement à rupture de P2 sont comparables à ceux de Rot/SR, et que la résistance maximale est

supérieure, la capacité d'écrouissage monotone de P2 se trouve supérieure à celles de Rot/SR.

Cette capacité d'écrouissage supérieure est parfois attribuée dans la littérature à des mécanismes de déformation plastique par maclage (Effet TWIP : *TW*inning *I*nduced *P*lasticity). Ces mécanismes permettent de larges déformations plastiques et augmentent fortement la ductilité de l'alliage [155]. Ils sont favorisés (au détriment du glissement plastique) pour des textures et compositions chimiques particulières.

En effet, les mécanismes de maclage sont dominants pour des valeurs de fautes d'empilement (*Stacking Fault Energy*, SFE) faibles. Or, une teneur élevée en azote réduit fortement les valeurs de SFE, promouvant le maclage [155]. Dans le cas de nos alliages, les teneurs en azote sont relativement faibles puisque d'une part la poudre est atomisée à l'argon et d'autre part les fabrications se déroulent sous atmosphère d'argon. La composition chimique des alliages étudiés ne favorise donc pas d'effet TWIP.

Par ailleurs, les mécanismes de maclage sont favorisés pour des orientations cristallines particulières : les grains orientés $\langle 111 \rangle$ // à l'axe de traction sont les plus favorables au maclage [194]. Cependant, ces orientations ne sont pas particulièrement représentées dans la microstructure P2. L'effet TWIP n'est donc pas favorisé par l'orientation cristallines de P2.

En conclusion, bien que déjà observé pour des aciers 316L LPBF [104], [155], [226], la microstructure et la composition chimique de P2 ne favorisent pas cet effet. Il est donc très probable qu'il n'ait pas lieu. Néanmoins, il demeure que la résistance maximale en traction du lot P2 demeure supérieure à celles des lots SR et Rot.

Lien avec le procédé : Impact des stratégies de lasage

L'analyse des faciès de rupture révèle des différences de comportement liées aux stratégies de lasage. La figure 2.29 rassemble les faciès des éprouvettes de traction Rot, SR et Chess pour lesquelles seule la stratégie de lasage a été variée. Les éprouvettes SR et Rot montrent des faciès elliptiques, caractéristiques d'une anisotropie des déformations dans le plan perpendiculaire à la direction de chargement. Cette anisotropie est quantifiée par le rapport entre le grand axe et le petit axe du faciès : A_r . Plus A_r est faible et plus l'anisotropie est marquée. $A_r = 1$ correspond à une isotropie parfaite. L'anisotropie est plus marquée pour SR ($A_r = 0.79$) que pour Rot ($A_r = 0.86$). Les éprouvettes Chess révèlent un comportement isotrope ($A_r = 0.97$).

Les éprouvettes SR se déforment davantage perpendiculairement à la direction de lasage. Cela montre que la stratégie de lasage unidirectionnelle sans rotations entre couches induit une anisotropie marquée dans le plan.

En ce qui concerne les éprouvettes Rot, malgré la présence de rotation entre couches, une anisotropie reste observable. La direction de déformation préférentielle coïncide avec la fenêtre angulaire de scan interdit. Pour rappel, afin d'éviter une trop forte interaction laser - nuage de fumée, le constructeur préconise de ne pas laser selon une fenêtre angulaire définie à $\pm 45^\circ$ du flux d'argon. Le fait de ne pas laser selon ces directions induit alors une anisotropie de comportement. Comme pour les éprouvettes SR, c'est le long de la direction la plus éloignée de la direction de scan moyenne que la déformation est la plus marquée.

Enfin, le motif de lasage en échiquier (Chess) n'est pas soumis à la fenêtre de scan interdit du fait des faibles longueurs de vecteurs de scan. En conséquence, les vecteurs de scan sont orientés dans toutes les directions et aucune anisotropie de comportement n'est induite par la stratégie. Il faut aussi noter que la présence de nombreux défauts pourrait aussi participer

à la diminution de l'anisotropie de comportement.

En conclusion, les stratégies de lasage unidirectionnelles sans rotation entre couches induisent une anisotropie de comportement marquée. La direction de déformation préférentielle est orientée à 90° de la direction de scan. La rotation du motif diminue l'intensité de l'anisotropie sans complètement la supprimer, et ce à cause de la présence d'une fenêtre angulaire de scan interdit. Enfin, le motif de lasage en échiquier permet de supprimer l'anisotropie de comportement.

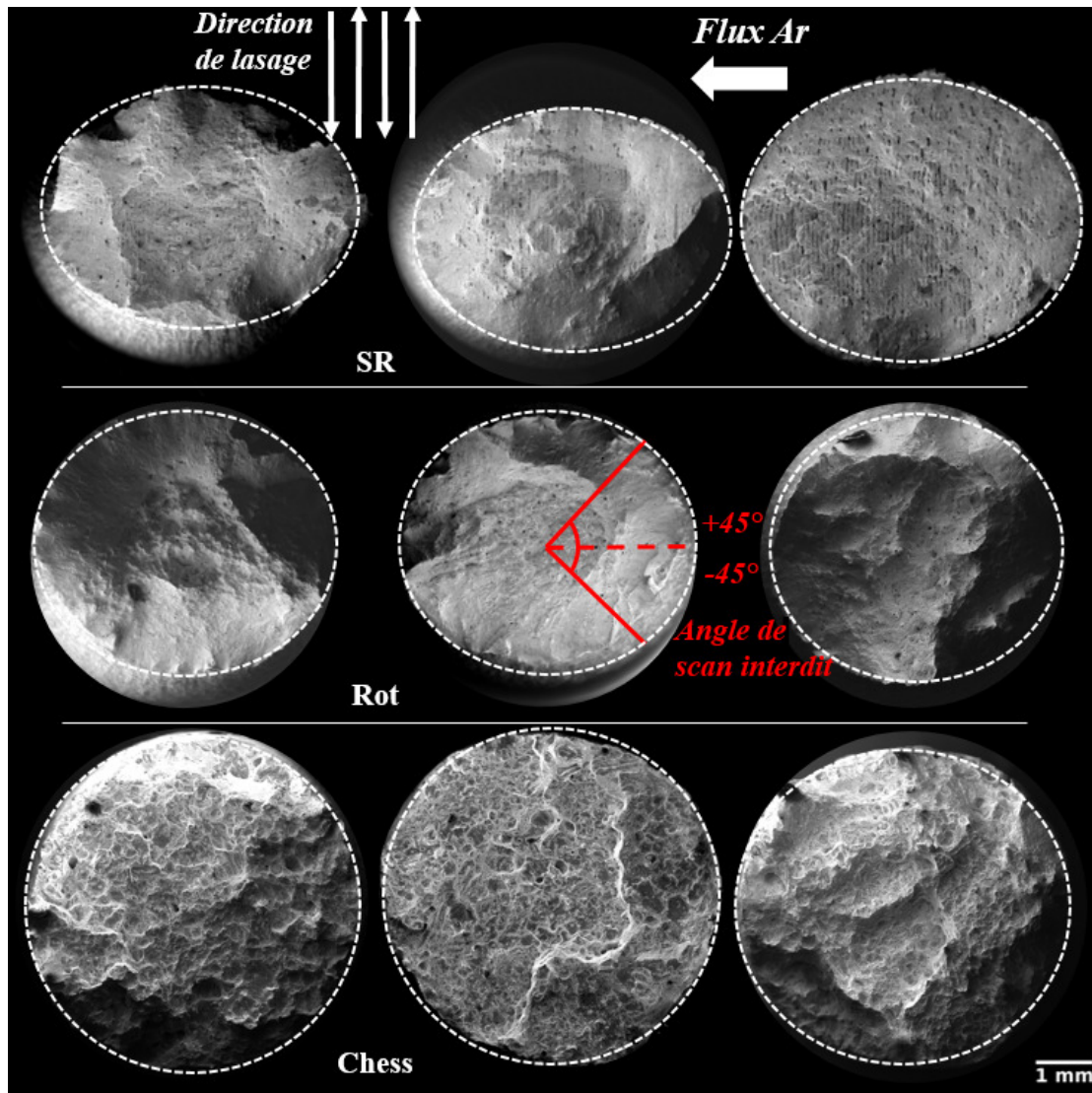


FIGURE 2.29 : Faciès de rupture des éprouvettes SR, Rot et Chess observés au MEB.

2.6 Conclusions du chapitre

L'objectif de ce chapitre était d'atteindre une compréhension suffisante du procédé LPBF pour fabriquer des éprouvettes de fatigue en acier 316L LPBF avec des microstructures et populations de défauts contrôlées. En effet, la problématique principale de cette thèse réside dans la compréhension des interactions défauts/microstructures en fatigue pour l'acier 316L LPBF et non pas dans la compréhension fine du lien procédé/matériau.

Néanmoins, une certaine compréhension du procédé a été acquise et présentée dans ce chapitre. Il a été montré que, au premier ordre, c'est la composition chimique de la poudre qui contrôle la microstructure à l'échelle du polycristal. Cette découverte a permis de fabriquer des éprouvettes de fatigue en acier 316L LPBF avec une microstructure fine et équiaxe, et sans gros manques de fusion.

D'autre part, les études préliminaires présentées dans ce chapitre ont mis en évidence le rôle de la stratégie de lasage sur la microstructure à l'échelle du polycristal. En particulier, pour des stratégies unidirectionnelles sans rotations entre couches, l'angle par rapport au flux d'argon a une importance significative sur la microstructure générée. De plus, les essais de traction révèlent que ces stratégies unidirectionnelles favorise une anisotropie de comportement.

Enfin, les propriétés en dureté et en traction obtenues pour les six lots d'éprouvettes d'intérêt sélectionnés ne varient pas de façon très significative d'une microstructure à l'autre. Ceci pourrait s'expliquer par des tailles de cellules de micro-ségrégations relativement proches. L'effet de ces réseaux cellulaires sur le comportement mécanique quasi-statique sera étudié dans le chapitre 3 grâce à une analyse d'influence des TThs sur la microstructure de l'acier 316L LPBF.

CHAPITRE 3

Les traitements thermiques de l'acier 316L LPBF : un outil de contrôle microstructural

La patience est amère, mais son fruit est doux.

— Jean-Jacques Rousseau

Contents

3.1	Introduction	98
3.2	Matériaux et méthodes expérimentales	99
3.2.1	Matériaux	99
3.2.2	Traitements thermiques	99
3.2.3	Microscopie	100
3.2.4	Détermination des densités de dislocations	100
3.2.5	Détermination des contraintes résiduelles (CR)	101
3.3	Influence des TThs sur les CRs	102
3.4	Influence des TThs à l'échelle polycristalline	104
3.4.1	Impact sur les grains	104
3.4.2	Impact sur les traces de lasage	106
3.5	Influence des TThs à l'échelle micrométrique	107
3.5.1	État de précipitation	107
3.5.2	Évolution des structures de dislocations	113
3.6	Influence des TThs à l'échelle nanométrique	119
3.6.1	Description des analyses et résultats	119
3.6.2	Évolution de taille des nano-oxydes	119
3.6.3	Évolution de forme des nano-oxydes	121
3.6.4	Évolution de structure cristalline des nano-oxydes	121
3.6.5	Évolution chimique des nano-oxydes	122
3.6.6	Conclusion sur l'évolution des nano-oxydes	126
3.7	Influence des différentes échelles de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique	127
3.7.1	Évolution de la dureté en fonction de la température de TTh	127
3.7.2	Comportement en traction	129
3.8	Conclusions du chapitre	136

3.1 Introduction

Le chapitre précédent a mis en évidence que le procédé LPBF est particulièrement adapté à la maîtrise des microstructures à l'échelle des grains. Aussi, il a été montré que malgré des paramètres procédés variés, et des microstructures polycristallines résultantes très différentes, les réseaux de micro-ségrégations sont comparables d'un lot d'éprouvettes à l'autre.

Afin d'étudier l'influence des ces réseaux sur le comportement en fatigue, un moyen de contrôle de ceux-ci doit être trouvé. Pour cela, une campagne de TThs a été mise en place. L'objectif étant de caractériser l'influence des TThs sur la microstructure aux différentes échelles (polycristalline, micrométrique et nanométrique). Le but ultime est de trouver des TThs qui permettront d'étudier l'influence des réseaux de micro-ségrégations/dislocations sur le comportement en fatigue dans le chapitre 4.

Tout d'abord, le lot sur lequel porte cette étude est rappelé, la méthodologie de traitement est introduite et les méthodes d'analyses spécifiques à ce chapitre sont exposées.

L'influence des TThs sur les CRs macroscopiques est ensuite déterminée. Cette courte partie permet de définir un traitement de détentionnement utile pour s'affranchir de l'effet des CRs sur le comportement mécanique, en particulier en fatigue.

Les trois parties suivantes traitent de l'impact des TThs respectivement aux échelles polycristallines, micrométriques et nanométriques. Ces parties permettent de déterminer de façon précise l'influence des TThs sur la microstructure de l'acier 316L LPBF pour des traitements allant de 500 à 1200°C.

Enfin, les conséquences des divers changements microstructuraux observés dans les parties précédentes sur le comportement mécanique quasi-statique sont exposées dans la dernière partie. Une attention particulière est portée à l'analyse du lien entre microstructure et comportement mécanique.

3.2 Matériaux et méthodes expérimentales

La microstructure de l'acier 316L LPBF à l'état as-built est présentée dans le chapitre 1, section 1.3.1.2. En particulier, la figure 1.10 extraite de [229] résume les principales caractéristiques de la microstructure aux différentes échelles. Ce chapitre a pour but de présenter les évolutions de ces différentes caractéristiques en fonction de la température de TTh, et les conséquences sur les propriétés mécaniques quasi-statiques. Cette partie présente les méthodes utilisées pour atteindre cet objectif.

3.2.1 Matériaux

Les éprouvettes du plateau Chess ont été utilisées dans cette étude pour comprendre l'effet des TThs sur les évolutions microstructurales à différentes échelles. Les données liées à la fabrication, la microstructure et les défauts de ces éprouvettes sont rassemblées en annexe A. La dureté post-TThs a été évaluée pour ce lot afin de statuer sur l'impact des modifications de microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique.

En raison du nombre de défauts élevé contenus dans les éprouvettes Chess, l'impact des TThs sur les propriétés en traction a été caractérisé sur le lot de matière Rot (voir annexe A pour rappel des principales caractéristiques des différents lots d'éprouvettes). Ce choix a été conduit afin d'éviter que les nombreux défauts contenus dans les éprouvettes Chess ne viennent perturber l'analyse du lien entre la microstructure post-TTh et le comportement mécanique. Le lot Rot montre des tailles caractéristiques de défauts relativement faibles et est donc bien plus adapté à cette étude. Une étude de l'influence de la microstructure initiale sur l'effet des TThs sur la microstructure est disponible en annexe D. Elle montre que les conclusions formulées pour la microstructure Chess à propos de l'influence des TThs sur la microstructure sont applicables à la microstructure Rot.

3.2.2 Traitements thermiques

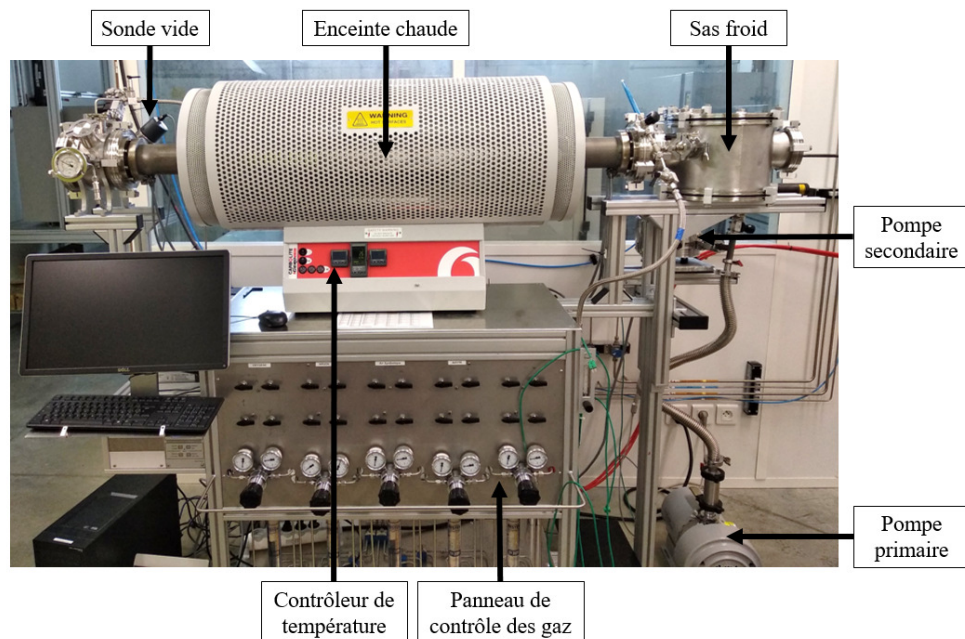


FIGURE 3.1 : Photographie du four utilisé

Les TThs ont été réalisés sous vide secondaire dans un four du CIRIMAT (figure 3.1). Les échantillons sont tout d'abord installés dans un sas froid. L'enceinte totale du four est alors mise sous vide, puis, les échantillons sont insérés dans la partie chaude du four lorsque la température de traitement est stable et le vide inférieur à 5.10^{-5} mbar. La durée de traitement est de 2 heures (sauf exception), plus un refroidissement lent jusqu'à l'ambiante, sous vide, dans l'enceinte du four.

3.2.3 Microscopie

Les techniques de préparation métallographique et de caractérisation de la microstructure par MO, MEB, EBSD, et MET ont été présentées dans le chapitre 2 (section 2.2.3).

Lors des analyses MET, la diffraction des électrons a été utilisée afin de caractériser la structure de certaines phases. Pour cela, dans un cas les clichés de diffraction ont été enregistrés avec un diaphragme de 150 nm, dans l'autre, ils ont été générés à partir d'une transformée de Fourier (FFT) des images obtenues en haute résolution (mode HRTEM). Tous les clichés de diffraction ont été indexés avec le logiciel de simulation de diffraction CaRline Crystallography [19]. La détermination des tailles de cellules de dislocation a été réalisée toujours en considérant le diamètre minimal des cellules, comme ce fut le cas pour les cellules de micro-ségrégations (voir chapitre 2, section 2.2.3.2). Les joints de cellules ayant des épaisseurs non nulles, le diamètre est mesuré depuis le milieu des joints de cellules.

A partir des données EBSD, une estimation des taux de recristallisation après TThs est réalisée dans ce chapitre. En se basant sur la méthode développée par De Sonis et al. [51], un grain est considéré comme recristallisé lorsque sa désorientation intragranulaire moyenne θ_{moy} est inférieure à 1° . La fraction surfacique de grains recristallisés est donc définie par :

$$f_{RX} = \frac{S_{\theta_{moy} < 1^\circ}}{S_{tot}} \quad (3.1)$$

avec $S_{\theta_{moy} < 1^\circ}$ la surface occupée par les grains dont $\theta_{moy} < 1^\circ$, et S_{tot} la surface totale de la cartographie EBSD. Cependant, des grains à l'état as-built peuvent montrer des désorientations inférieures à 1° sans toutefois être recristallisés. La fraction réelle de grains recristallisés est donc définie par :

$$f_{RX}^{vraie} = \frac{f_{RX} - f_{RX}^{AB}}{1 - f_{RX}^{AB}} \quad (3.2)$$

avec f_{RX}^{AB} la fraction de grains dont $\theta_{moy} < 1^\circ$ à l'état as-built.

3.2.4 Détermination des densités de dislocations

Pour estimer les densités de dislocation de certains échantillons, des mesures de diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre D8 Bruker Discover équipé d'une source au cuivre. Dans l'analyse des clichés de diffraction, afin de déconvoluer la contribution de l'instrument de celle de l'échantillon, des mesures DRX ont été réalisées sur une poudre étalon de LaB_6 fournie par le National Institute of Standards and Technology (NIST). Cette poudre étalon possède des cristallites de grande taille et ne présente pas de microdéformations. Ensuite, les échantillons d'intérêt en acier 316L ont été mesurés selon un montage $\theta - \theta$, sur une plage 2θ allant de 20 à 120° , avec un pas de 0.05° et 8 secondes d'acquisition par point. Les échantillons d'intérêt ont été découpés à partir de cylindres (hauteur 96 mm, diamètre 13 mm) obtenus par fabrication additive (voir chapitre 2, section

2.2.2, dénomination *grands cylindres*). La surface analysée est parallèle à la direction de fabrication (voir figure 3.2) et coupe le cylindre selon un diamètre. Ainsi la surface a une largeur égale au diamètre des cylindres (13 mm) et une hauteur d'environ 2 cm. La séquence de polissage utilisée est la même que celle pour les observations métallographiques incluant une finition à l'OPS. Les données issues des mesures DRX ont été analysées avec le logiciel Topas selon la méthode d'affinement Rietveld [177], puis, les microdéformations et tailles de cristallites ont été calculées avec la méthode de Williamson et Hall [231].

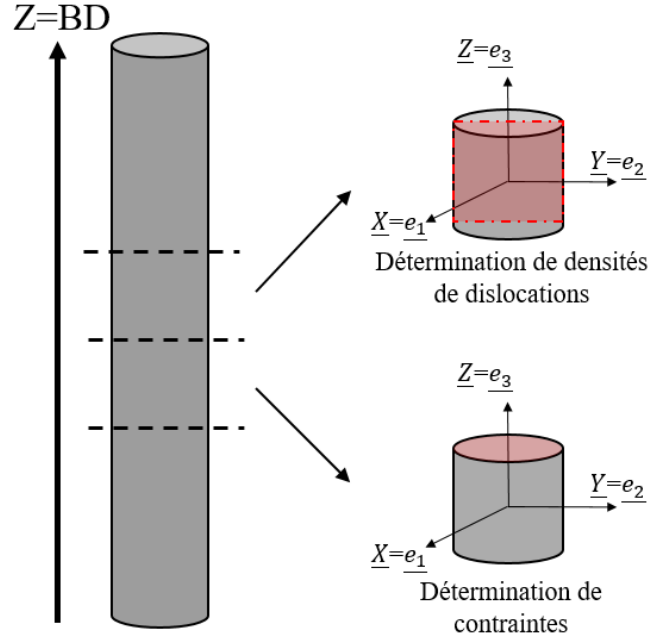


FIGURE 3.2 : Schéma de découpe pour la détermination des densités de dislocations et des contraintes par DRX. Le plan coloré en rouge correspond au plan de mesure. La mesure est réalisée au centre du plan.

3.2.5 Détermination des contraintes résiduelles (CR)

Par ailleurs, une détermination des CRs a été effectuée par diffraction des rayons X. Un diffractomètre spécialisé pour ce type de mesure, le *X-RAYBOT XRD system* est utilisé. Il est équipé d'une source au manganèse ($\lambda = 2.1019 \text{ \AA}$). Les échantillons analysés proviennent de deux cylindres *Chess* (hauteur 96 mm, diamètre 13 mm) coupés en petits cylindres d'une hauteur d'environ 15 mm. Les mesures DRX sont réalisées sur la surface de normale parallèle à la direction de fabrication (voir figure 3.2). Les surfaces ont été polies suivant la séquence détaillée au chapitre 2 (section 2.2.3.2). Les contraintes ainsi déterminées correspondent donc aux déformations résiduelles inhérentes au procédé LPBF mais aussi à celles générées lors de la découpe et du polissage. Les déformations résiduelles ont été mesurées selon le pic de la famille de plans $\{311\}$ diffractant en $2\theta \approx 152^\circ$. La valeur 2θ a été déterminée en considérant le barycentre centré du pic. Ensuite, les CRs ont été calculées en utilisant la loi des $\sin^2(\psi)$ en considérant un état de contrainte triaxial avec l'hypothèse de contraintes planes ($\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ pour $i \neq j$ et $\sigma_{33} = 0$) en considérant les constantes radiocristallographiques $S_1 \{311\} = -1.47 \text{ GPa}^{-1}$ et $S_2 \{311\} = 12.82 \text{ GPa}^{-1}$ [118]. Par cette méthode, ce sont les contraintes macroscopiques (CR d'ordre 1) qui sont déterminées. Ces contraintes sont à l'échelle de la pièce. Il peut aussi exister aussi des hétérogénéités de contraintes intergranulaires (CR d'ordre 2) ou intragranulaire (CR d'ordre 3) dont la détermination est basée sur d'autres méthodes.

3.3 Influence des TThs sur les CRs

Industriellement, les TThs sont souvent utilisés en post-fabrication afin d'éliminer les fortes CRs inhérentes au procédé LPBF [45], [117]. Cette partie traite de l'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la température de TTh utilisée. Le but est de déterminer à partir de quelle température les CRs sont fortement réduites.

L'objectif de ces analyses n'est pas de déterminer l'état de contrainte à l'état as-built, mais de comprendre l'évolution des CRs en fonction des TThs et de la microstructure. Pour déterminer les CRs à l'état as-built, des mesures sur échantillons non découpés et non polis auraient du être réalisées. Cependant, ce type de mesure est entaché d'une forte incertitude à cause de la courbure des échantillons et de la forte rugosité. C'est pourquoi il a été choisi de réaliser des mesures sur échantillons découpés et polis.

Les CRs ont été déterminées sur l'ensemble des petits cylindres avant TThs. Aucune variation significative de contrainte n'a été mise en évidence en fonction de la hauteur de prélèvement des petits cylindres. De plus, comme attendu au vu de la géométrie cylindrique des échantillons, les contraintes σ_{11} et σ_{22} sont égales pour chaque échantillon relativement aux incertitudes de mesure. Sur la figure 3.3, le point tracé à 0°C correspond à la moyenne des contraintes σ_{11} et σ_{22} sur l'ensemble des échantillons à l'état as-built. Ce point sert de référence par rapport aux états traités. Sa valeur ne correspond pas à l'état de contrainte as-built, mais à un état de contrainte obtenu sur un échantillon as-built après découpe et après polissage. En effet, la découpe et le polissage redistribuent les contraintes résiduelles. Dans la suite du manuscrit, par éviter une lourdeur inutile, cette valeur référence est tout de même appelée valeur à l'état as-built.

La figure 3.3 illustre l'effet des TThs sur les CRs en fonction de la température de TTh. Il est intéressant de remarquer que le cisaillement σ_{12} est proche de zéro quelque soit l'état de TTh. Concernant les contraintes σ_{11} et σ_{22} , la figure 3.3 met en évidence qu'un TTh de 2 h à 500°C n'est pas suffisant pour relaxer l'ensemble des CRs. En effet, une diminution de l'ordre de seulement 20% est observable.

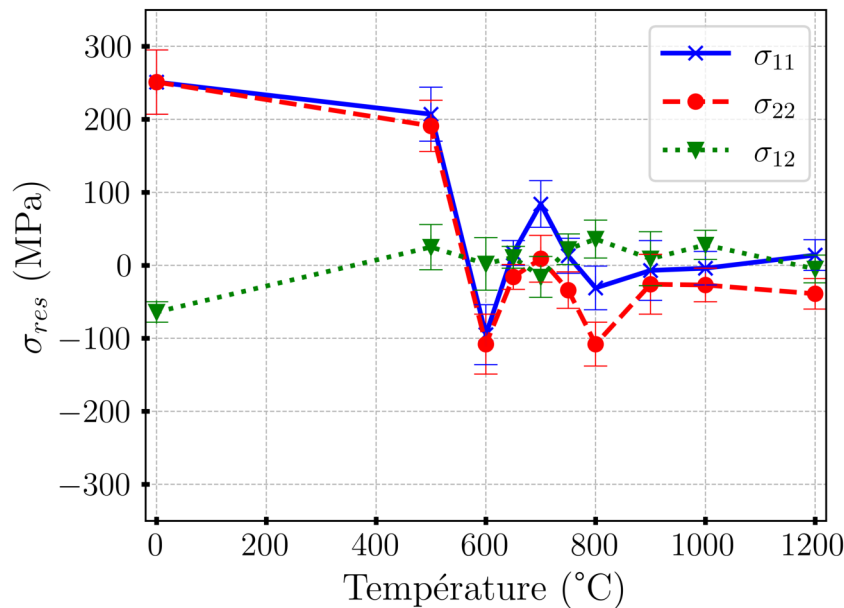


FIGURE 3.3 : Évolution des CRs en fonction de la température de TTh

Ensuite, l'augmentation de la température entre 500 et 650°C réduit fortement l'intensité des CRs pour atteindre un état de contrainte quasi-nul. Enfin, des TThs à des températures allant jusqu'à 1200°C donnent des résultats similaires à un TTh à 650°C en termes de CRs.

Cette diminution des CRs entre l'état as-built et 650°C a déjà été observée dans la littérature. Cruz et al. [42] l'attribuent à une décroissance de la densité de dislocation. Pourtant, la densité de dislocation est plutôt considérée comme étant représentative de l'état de CR d'ordre 2, *ie* les contraintes microscopiques. D'ailleurs, notre étude montrera dans la suite du manuscrit que la densité de dislocation mesurée par DRX reste stable de l'état as-built à 650°C (voir figure 3.15b) alors que les CRs d'ordre 1 diminuent fortement (voir 3.3). Ceci montrant bien que les CRs d'ordre 1, déterminée par la méthode des $\sin^2(\psi)$, ne sont pas directement corrélées à la densité de dislocation. Cette dernière est plutôt représentative des CRs d'ordre 2.

Effectivement, bien que les contraintes macroscopiques (CR d'ordre 1) soient quasi-nulles après des traitements à des températures supérieures ou égales à 650°C, il a été montré que l'acier 316L LPBF possède un état de contrainte microscopique (CR d'ordre 2 et/ou 3) non nul même après des TThs à haute température. Par exemple, Kong et al. [99] n'ont pas obtenu de diminution significative des distorsions locales (approximées par la mesure du *Kernel Average Misorientation (KAM)* en EBSD) pour des TThs de 2 h à 1050°C. Cependant, une forte décroissance de cette grandeur a été mesurée pour un TTh à 1200°C. D'autre part, une autre étude montre une chute des déformations locales après un traitement d'1h à 1100°C [194]. Ces différents résultats mettent en évidence que des températures très élevées (>1000°C) sont nécessaires afin de relaxer les déformations locales pour les microstructures LPBF.

En conclusion, les TThs permettent de diminuer l'état de contrainte macroscopique (ordre 1) des pièces fabriquées en acier 316L LPBF grâce à des TThs autour de 600-650°C. Cette diminution est difficilement imputable directement à des modifications microstructurales. Il a notamment été montré que l'évolution des CRs d'ordre 1 n'est pas directement reliée à l'évolution des densités de dislocations. Une comparaison de nos résultats avec la littérature montre que les traitements suffisants pour réduire de façon importante les CRs d'ordre 1 ne sont pas suffisants pour diminuer les déformations à l'échelle de la microstructure.

Pour statuer sur la possibilité d'utiliser de tels traitements en tant que traitements de détentionnement, il est maintenant nécessaire d'étudier la microstructure post-TTh. En effet, pour rappel, un traitement de détentionnement a pour objectif de supprimer la majeure partie des CRs d'ordre 1 tout en conservant une microstructure la plus proche possible de l'état as-built.

3.4 Influence des TThs à l'échelle polycristalline

3.4.1 Impact sur les grains

Comme le montre la figure 3.4, les TThs de 2h de 500 à 1200°C n'ont pas de conséquences majeures sur la microstructure à l'échelle des grains. En effet, ces images MEB après attaque montrent des tailles, morphologies et agencement de grains comparables entre les différentes images et proches de ceux de l'état as-built (voir annexe A pour comparaison à l'état as-built). Aucune recristallisation n'est donc observée pour les éprouvettes Chess même après un TTh de 2h à 1200 °C. Afin de confirmer cette observation, des analyses EBSD ont été réalisées sur le matériau Chess après un TTh à 1200°C (figure 3.5).

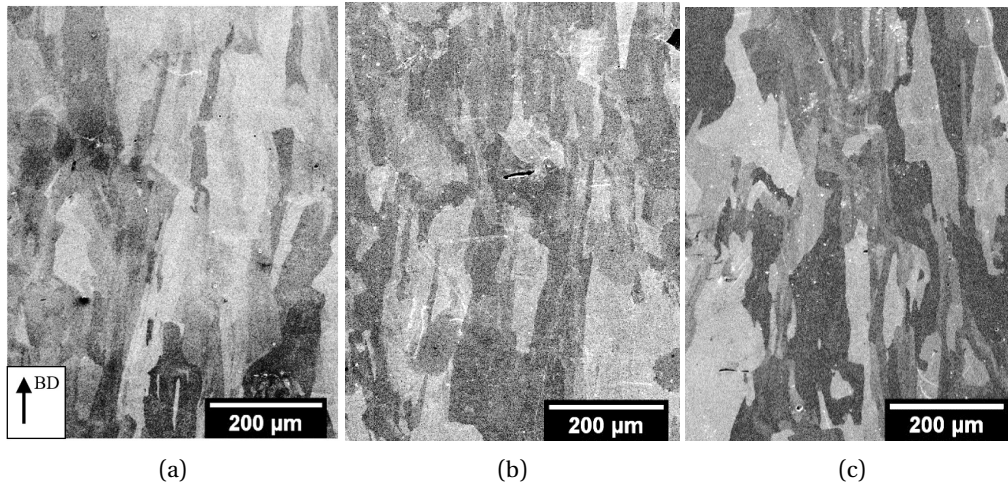


FIGURE 3.4 : Observation au MEB après attaque des morphologies de bain de fusion des échantillons traités thermiquement à (a) 650°C, (b) 800°C et (c) 1200°C

La figure 3.5a révèle que les orientations du matériau Chess sont proches de celles de l'état as-built (majorité de grains $\langle 100 \rangle // BD$). De plus, des désorientations internes restent visibles dans les grains. Enfin, aucune macles n'est observable dans le matériau analysé. Or les processus de recristallisation sont connus pour supprimer la majorité des désorientations internes et sont accompagnés d'un maillage pour l'acier 316L LPBF [51], [186]. Les trois observations précédemment citées vont donc à l'encontre d'une hypothèse soutenant la recristallisation.

Afin de quantifier cette absence de recristallisation, la cartographie de désorientation interne des grains a été tracée en figure 3.5b. Sur celle-ci, les grains dont la désorientation interne moyenne θ_{moy} est supérieure à 1° sont coloriés en rouge, sinon en bleu. La fraction de grains dont $\theta_{moy} < 1^\circ$ est de 3.8 %, alors qu'elle a été mesurée à 4.3 % à l'état as-built. En conséquence, la fraction réelle de grains recristallisés f_{RX}^{vraie} , défini dans la partie méthodes 3.2, est égale à zéro. En se basant sur ces mesures de désorientations internes en EBSD, l'absence de recristallisation pour le matériau Chess après un TTh de 2 heures à 1200°C est confirmée.

Dans la littérature, Salman et al. [186] ont observé un début de grossissement des grains dès 1000°C et une recristallisation complète à 1400°C. Kong et al. [98], ont montré que les joints de grains sont stables jusque 1050°C inclus, mais qu'une recristallisation survient pour des TThs de 1200°C. Enfin, [210] ont mentionné un début de recristallisation pour des TThs à 1100°C.

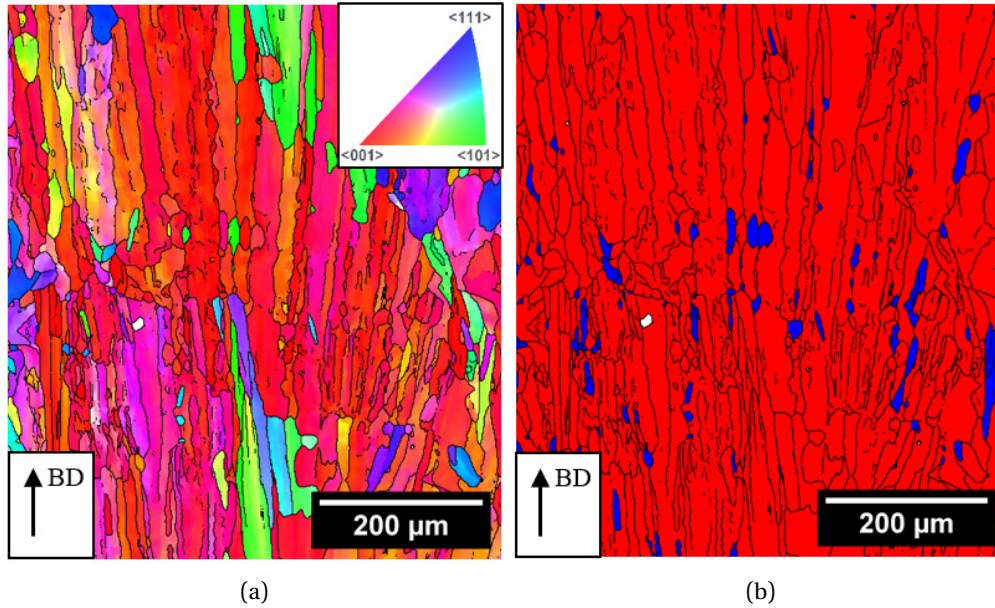


FIGURE 3.5 : (a) Cartographie EBSD d'un échantillon Chess traité à 1200°C. En (b), les grains sont colorés en fonction de leur désorientation intragranulaire moyenne θ_{moy} . Pour $\theta_{moy} < 1^\circ$, ils sont bleus, sinon rouges.

Des différences de température de recristallisation existent donc entre plusieurs études de la littérature et la nôtre. Elles sont probablement dues aux compositions chimiques des poudres qui varient d'une étude à l'autre. En effet, Voisin et al. [222] ont rassemblé les compositions chimiques de différentes poudres et pièces en acier 316L obtenues en LPBF. Ils ont montré une large dispersion de composition. Par exemple, le pourcentage massique de Cr peut varier de plus de 4%, et celui de Mn passer de 0.2 à 2% entre les différentes études. Des variations si importantes de composition chimique impactent forcément les propriétés de la microstructure. Par exemple, le nombre et la nature des nano-précipités sont affectés par le taux d'oxygène dans l'acier [241]. Or, ces nano-précipités ralentissent les mouvements de joints de grains par des mécanismes de type *Zenner-pinning* [237]. Ainsi, il est probable que les différences de compositions chimiques modifient les températures de recristallisation en agissant sur les distributions de nano-précipités.

D'autre part, la microstructure initiale d'un métal influence sa propension à recristalliser. Par exemple, les métaux à grains fins recristallisent à des températures inférieures de ceux à gros grains comme observé par Zhang et al. [246] pour des alliages d'aluminiums. Ceci s'explique par le fait que les joints de grains sont des sites de stockage d'énergie interne (sous la forme d'une énergie d'interface). Or c'est cette énergie interne qui est la force motrice de la recristallisation comme proposé par Alaneme et al. [5]. Ainsi, les différences de microstructure entre les études de la littérature peuvent aussi expliquer certaines différences de température de recristallisation. Ce point est confirmé par l'étude de la microstructure P2 au cours des TThs présentée en annexe E.

3.4.2 Impact sur les traces de lasage

Même si la morphologie des grains n'est pas affectée par les TThs pour l'acier *Chess*, la microstructure à l'échelle macroscopique ne demeure pour autant pas identique. En effet, les traces de lasage observées sur le plan perpendiculaire à la direction de fabrication en MO après attaque disparaissent après TTh à 800 °C (figure 3.6).

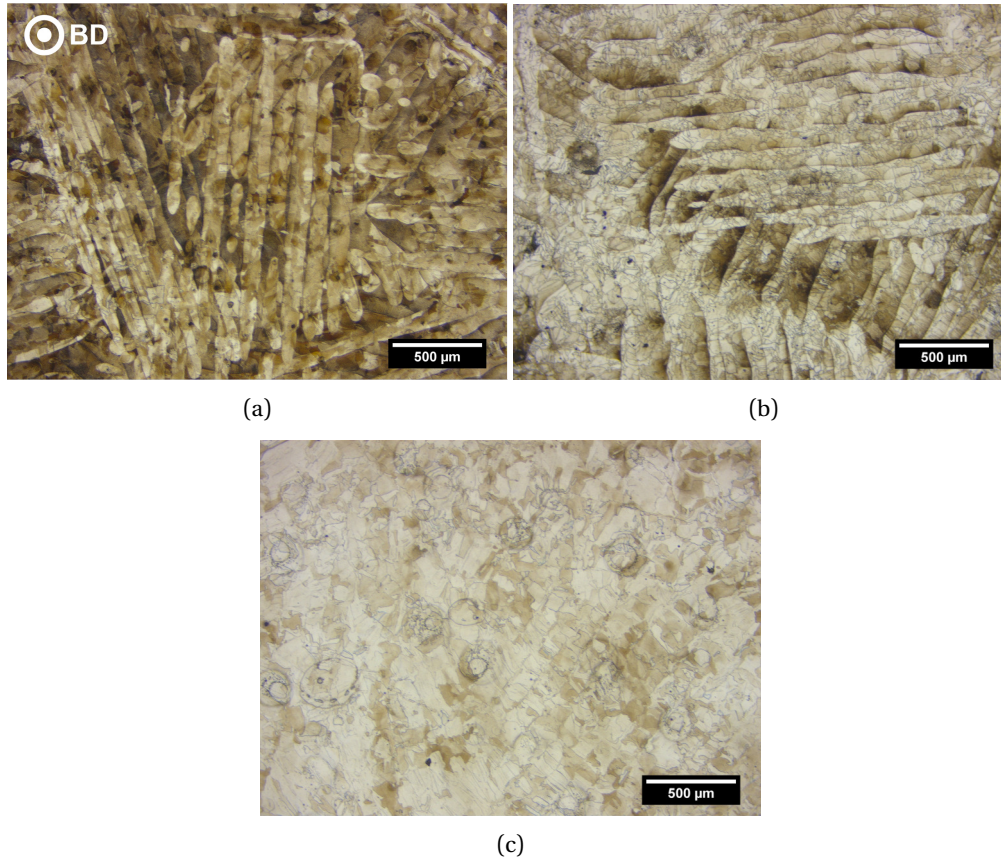


FIGURE 3.6 : Observation en MO après attaque des traces de lasage à (a) 650°C, (b) 800°C et (c) 1000°C

Les traces de lasage correspondent aux bains de fusion solidifiés. Lors de la solidification, des hétérogénéités chimiques à l'échelle du bain surviennent entre le centre du bain et ses frontières [105]. C'est cette différence de composition chimique locale qui est révélée par l'attaque chimique.

Finalement, la disparition des traces de lasage suite à l'augmentation de la température de traitement exprime donc une homogénéisation chimique locale. Elle est liée à des mécanismes de diffusion activés thermiquement [180].

3.5 Influence des TThs à l'échelle micrométrique

3.5.1 État de précipitation

3.5.1.1 Disparition des cellules de micro-ségrégations

Pour rappel, l'acier 316L LPBF possède une structure de cellules de micro-ségrégations et cellules de dislocations à l'échelle micrométrique. C'est l'évolution de ces structures et de l'état de précipitation avec les TThs qui est présentée dans cette partie.

Les cellules de micro-ségrégations sont observables au MEB après attaque chimique. En effet, les différences de composition chimique locale entre le coeur des cellules et leurs frontières permet de créer une micro-topologie via l'attaque et facilite ainsi l'observation au MEB en électrons secondaires (figure 3.7).

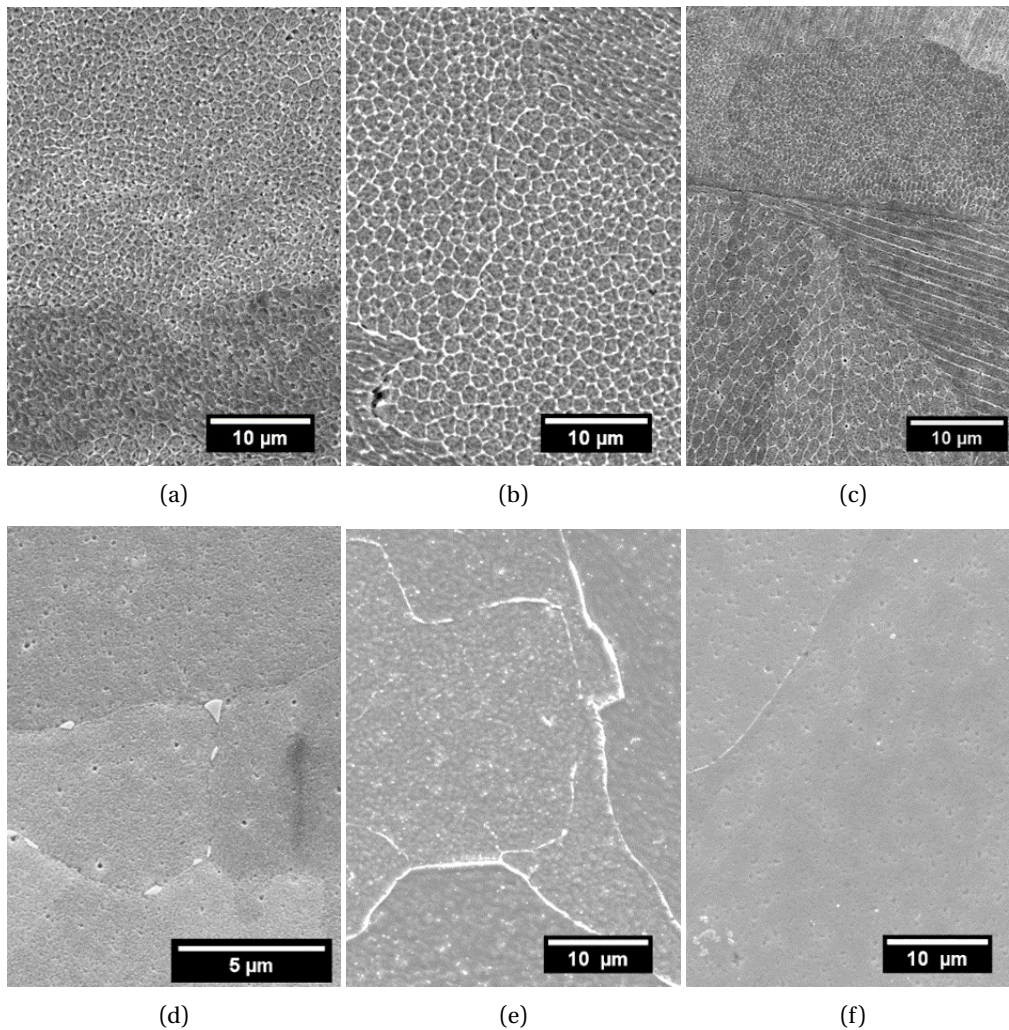


FIGURE 3.7 : Observation au MEB après attaque des cellules de micro-ségrégations à (a) l'état as-built, après TThs à (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 800°C, (e) 1000°C et (f) 1200°C

Les cellules sont présentes sur les échantillons de l'état as-built jusqu'à des traitements de 700°C environ. Dans certaines zones d'échantillons traités à 750 et 800 °C, des traces de cellules subsistent. Aucune cellule n'a été observée dans des échantillons traités à 900 °C et au-delà. Ainsi, une disparition progressive des cellules de micro-ségrégations s'opère sur

une plage de températures allant de 700 à 800°C.

Ces observations sont en bonne adéquation avec ce qui est observé dans la littérature et reporté par Voisin et al. [222]. Cependant, une large gamme de températures a été reportée concernant les températures de disparition de cellules. Cette dispersion s'explique encore une fois par des différences importantes de composition chimique entre les différentes études mais aussi par le mode d'observation des cellules. En effet, dans la littérature, les cellules de micro-ségrégations sont souvent confondues avec les cellules de dislocations. Bien que ces deux réseaux soient superposés pour l'acier 316L LPBF [98], une observation en MEB après attaque révèle les micro-ségrégations alors qu'une observation au MET permet d'observer les cellules de dislocations. La technique d'observation peut alors influencer les conclusions quant à l'évolution des réseaux cellulaires. Néanmoins, malgré ces dispersions, la majorité des études de la littérature s'accordent sur une disparition des cellules de micro-ségrégations sur un intervalle de 700 à 900 °C. Notre étude est donc globalement en accord avec la littérature sur la plage de disparition des cellules de micro-ségrégations.

Cette disparition est associée à des processus de diffusion des éléments constituant les parois cellulaires (éléments alphas, principalement Cr, Mo, Si [98]). Il est intéressant de noter que cet intervalle de température (700-800°C dans notre étude) est inférieur à celui associé à la disparition des traces de lasage observée en MO (800-1000°C) à la figure 3.6. Ceci s'explique simplement par un effet d'échelle : les bains de fusion ont des largeurs caractéristiques de l'ordre de la centaine de microns alors que les cellules ont un diamètre de l'ordre du micron. Ainsi, l'homogénéisation chimique à l'échelle des bains de fusion demande des températures plus élevées (à iso-durée de traitement) pour permettre une diffusion sur une plus grande distance.

3.5.1.2 Évolution de la précipitation intergranulaire

La disparition des cellules de micro-ségrégations est immédiatement suivie d'une précipitation intergranulaire. Celle-ci est visible au MEB à partir de 800°C (un seul petit précipité a été observé à 750°C), où des précipités commencent à coloniser les joints de grains en débutant par les points triples (figure 3.7d). Entre 800 et 900°C le taux de précipités augmente. A 1000°C les précipités colonisent de façon presque continue les joints de grains comme le montre la figure 3.7e. Enfin, entre 1000°C et 1200°C, les précipités intergranulaires disparaissent. Ces mêmes observations ont été observées sur d'autres nuances (P2 et Rot) et sont disponibles en annexe E.

Afin d'analyser la nature de ces précipités, des analyses MEB et MET complémentaires ont été réalisées. Tout d'abord, la composition chimique de ces précipités a été analysée par mesure EDS (spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie) au MEB sur un échantillon traité à 900°C (figure 3.8). Les résultats révèlent une forte teneur en Cr et Mo par rapport à la matrice (tableau 3.1). Pour rappel, les cellules de micro-ségrégations sont aussi enrichies en Cr et Mo. Or, celles-ci disparaissent simultanément à l'apparition des premiers précipités. Ainsi, il est très probable que le Cr et Mo précédemment contenus dans les micro-ségrégations aient diffusé pour former les précipités aux joints de grains. Ce processus de diffusion serait donc activé thermiquement pour des températures de l'ordre de 750 - 800°C. Cette hypothèse concorde avec l'apparition des précipités dans un premier temps au niveau de joints triples. D'ailleurs, les précipités semblent plus gros lorsqu'ils sont positionnés aux joints triples comme le montre l'image 3.7d.

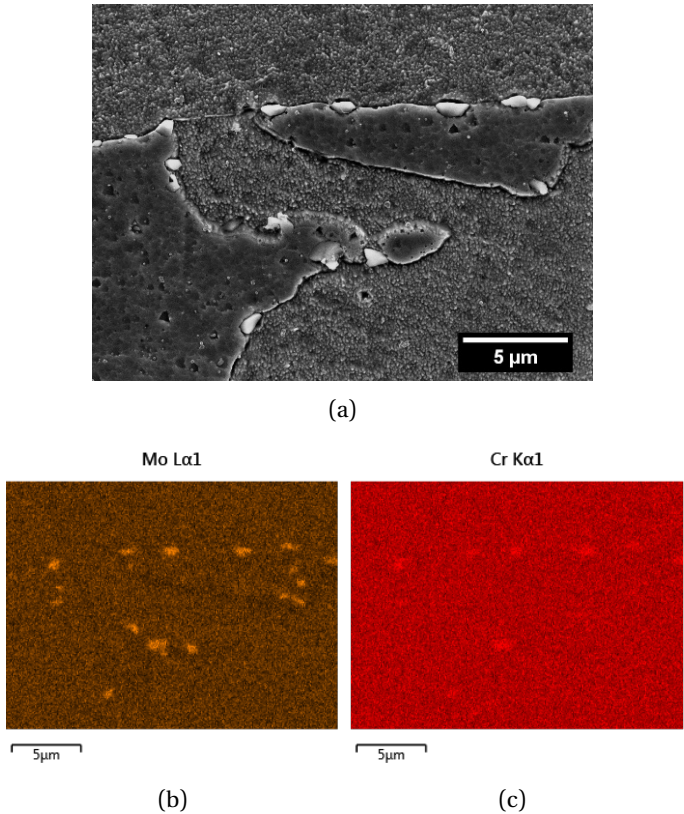


FIGURE 3.8 : Observation au MEB après attaque des précipités intergranulaires sur un échantillon traité à 900°C : (a) Image en électrons secondaires, (b) Signal de la raie $L_{\alpha 1}$ du Mo et (c) Signal de la raie $K_{\alpha 1}$ du Cr

	Cr	Mo
Composition dans la poudre (données fabricant, en %)	17.7	2.7
Composition de la matrice mesurée par EDS (%)	16.9	2.6
Composition des précipités mesurée par EDS (%)	24.6	10.0

TABLEAU 3.1 : Compositions chimiques de la matrice et des précipités mesurées par MEB-EDS et comparées à la composition de la poudre donnée par le fabricant.

Il est bien connu que les joints de grains sont des chemins préférentiels de diffusion [41]. De plus, la précipitation intergranulaire est favorisée par la diminution d'énergie interfaciale qu'elle engendre [169]. Ces deux raisons favorisent l'apparition des précipités aux joints de grains, et d'autant plus aux joints triples. De plus, elles confortent l'hypothèse d'une diffusion du Cr et du Mo via les joints de grains.

Afin de confirmer cette hypothèse diffusive, des calculs simples de diffusion ont été réalisés selon la méthode décrite par A.F. Smith [197]. La diffusion en volume et par les joints de grains a été séparée. Les coefficients de diffusion du Cr dans la phase austénitique γ ont été évalués à 800°C pour la diffusion en volume et pour la diffusion par les joints de grains. Les longueurs de diffusion pour des TThs isothermes de 2 heures ont alors été calculées comme étant de l'ordre de 0.3 μm en volume et 30 μm via les joints de grains (en considérant une épaisseur des joints de grains de 5 nm). La longueur de diffusion par les joints de grains est

de l'ordre de grandeur de la taille de grain. Ce résultat valide l'hypothèse selon laquelle le Cr et le Mo initialement présents dans les parois de cellules diffusent, principalement par les joints de grains, afin de former des précipités intergranulaires.

Pour des TThs à 1200°C, les précipités intergranulaires ne sont plus visibles aux joints de grains. De plus, la composition chimique locale a été approximée par EDS perpendiculairement à un joint de grain sur un échantillon traité à 1200°C. La figure 3.9 révèle qu'il n'y a plus aucun enrichissement (resp. appauvrissement) en Cr et Mo (resp. Fe et Ni). Toute trace de précipitation chimique a donc bel et bien disparue aux joints de grains après un TTh à 1200°C.

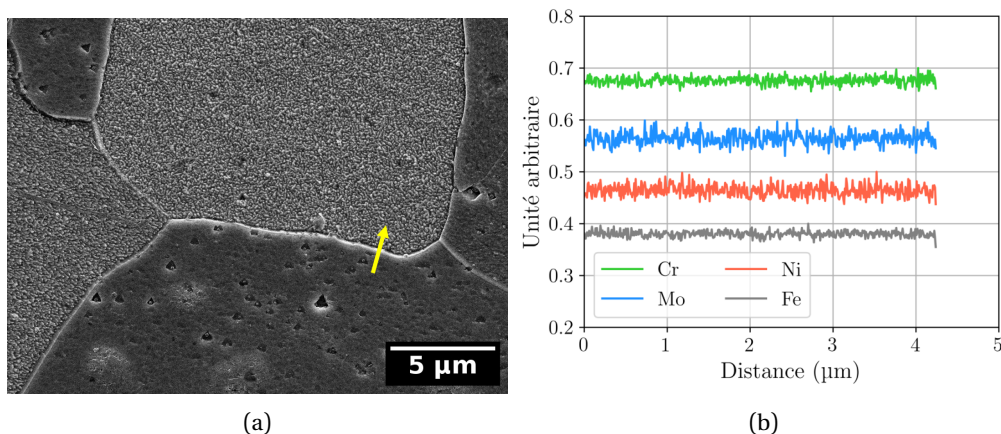


FIGURE 3.9 : Analyses MEB-EDS d'un échantillon traité à 1200°C. (a) Image en électrons secondaires et (b) Profils de composition chimique obtenus par EDS selon la flèche jaune.

3.5.1.3 Identification des précipités intergranulaires

À ces températures, la formation de nombreuses phases est thermodynamiquement permise. Une analyse via le code ThermoCalc (base de données TCFE12) confirme que des carbures $M_{23}C_6$, la phase χ ou la phase σ peuvent être obtenues à l'équilibre. Hors équilibre, le diagramme métastable présenté par Yan et al. [237] prédit une précipitation de la phase σ à 800°C. Dans la littérature, des carbures [123], la phase χ [166] et la phase σ [105] ont déjà été observées après TThs.

Afin de déterminer la nature de ces précipités, des analyses MET sur des échantillons traités à 900°C ont été réalisées (figures 3.10 et 3.21). La figure 3.10 montre la présence des précipités intergranulaires. Des analyses en EDS ont permis de confirmer la forte teneur en Cr et Mo précédemment mesurées par MEB-EDS. Un cliché de diffraction du précipité présent en figure 3.10a est présenté figure 3.10b. Il a été identifié comme correspondant à l'axe de zone [1 3 2] de la phase σ de structure ($P4_2/mnm$, $D4h14$, #136, ICSD ID102756) [163]. En conclusion des analyses chimiques et cristallographiques, les précipités intergranulaires observés entre 800°C et 1000°C sont des précipités de phase σ .

Cette identification correspond bien avec la disparition des précipités intergranulaires pour des températures de traitements supérieures à 1000°C comme observée figure 3.9. En effet, la phase sigma n'est pas stable sur cet intervalle de température comme l'ont déjà montré Sopousek et Vrestal [200] et Saeidi et al. [183].

Enfin, des calculs thermodynamiques ont été effectués en considérant uniquement la phase sigma, l'austénite et la ferrite. La teneur moyenne en Cr est de 17.7% en poids dans la poudre.

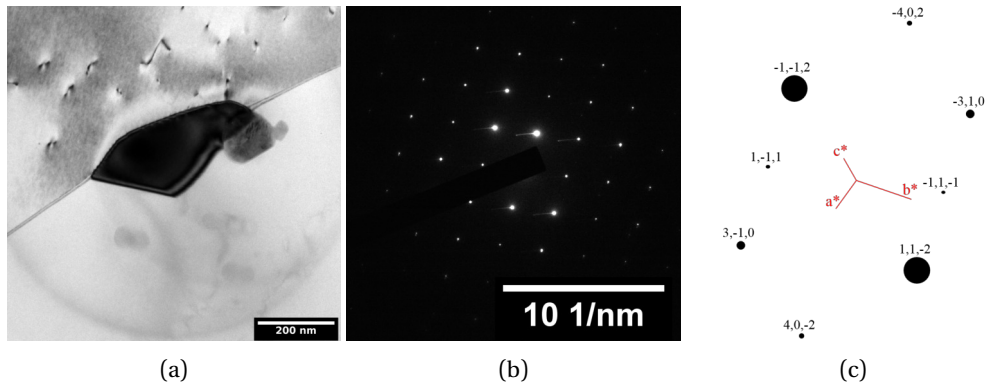


FIGURE 3.10 : Observation au MET des précipités intergranulaires sur un échantillon traité à 900°C : (a) Image en champ clair d'un précipité intergranulaire, (c) Cliché de diffraction du précipité et (d) identification du cliché de diffraction

La teneur en Cr au coeur des dendrites et dans les zones inter-dendritiques a été calculée sur la base des mesures effectuées par Sylvain Dépinoy [50], elles sont superposées sur le diagramme d'équilibre (figure 3.11).

La teneur locale en Cr aux joints de grains après la dissolution des micro-ségrégations est probablement plus élevée que celle des zones inter-dendritiques, car les joints de grains sont connus pour être un chemin de diffusion du Cr. La figure 3.11 confirme que la phase sigma est capable de précipiter entre 800°C et 1000°C pour notre composition d'alliage. De plus, elle confirme que la phase sigma disparaît aux joints de grains entre 1000°C et 1200°C, ce qui correspond aux observations MEB et MET.

Néanmoins, la phase σ précipite communément pour des temps d'exposition longs à des températures moyennes (700-900°C; durée > 100-1000 h), à partir d'îlots de ferrite δ , puis de joints triples et enfin de joints de grains [163]. Ces sites préférentiels de précipitation correspondent à la teneur élevée en Cr nécessaire à la formation de la phase σ [88]. En effet, la ferrite δ est riche en Cr et les joints de grains sont des chemins de diffusion préférentiels du Cr comme montré précédemment. Cependant, la présence de ferrite δ n'a pas été détectée ni par mesures DRX, ni par EBSD, que ce soit à l'état as-built ou après les nombreux TThs. Néanmoins ce résultat était attendu puisque ce type de ferrite n'est pas stable à température ambiante. Finalement, la teneur élevée en Cr (> 20 %) nécessaire à la formation de la phase σ est apportée par la diffusion du Cr liée à la disparition des cellules de micro-ségrégations sur le même intervalle de température.

D'après la littérature, la phase σ a une cinétique de précipitation très lente et ne devrait donc pas être observée pour des TThs de 2 h [163]. Néanmoins, Parrens et al. [154] ont montré que cette cinétique s'accélère lors d'expositions thermiques cycliques. En effet, le taux de phase σ dans un acier 310S a été mesuré comme étant bien supérieur lors d'un vieillissement cyclique comparé à une exposition continue à haute température (pour le même temps d'exposition). Les auteurs suggèrent que ce phénomène est associé aux CRs et à la présence de nombreuses dislocations (générées par les trempes successives) qui deviennent alors de nouveaux sites de germination pour la phase σ .

TCFE12: CR, FE, MN, MO, NI

N=1, P=1E5, W(NI)=0.136, W(MO)=2.7E-2, W(MN)=1.5E-2

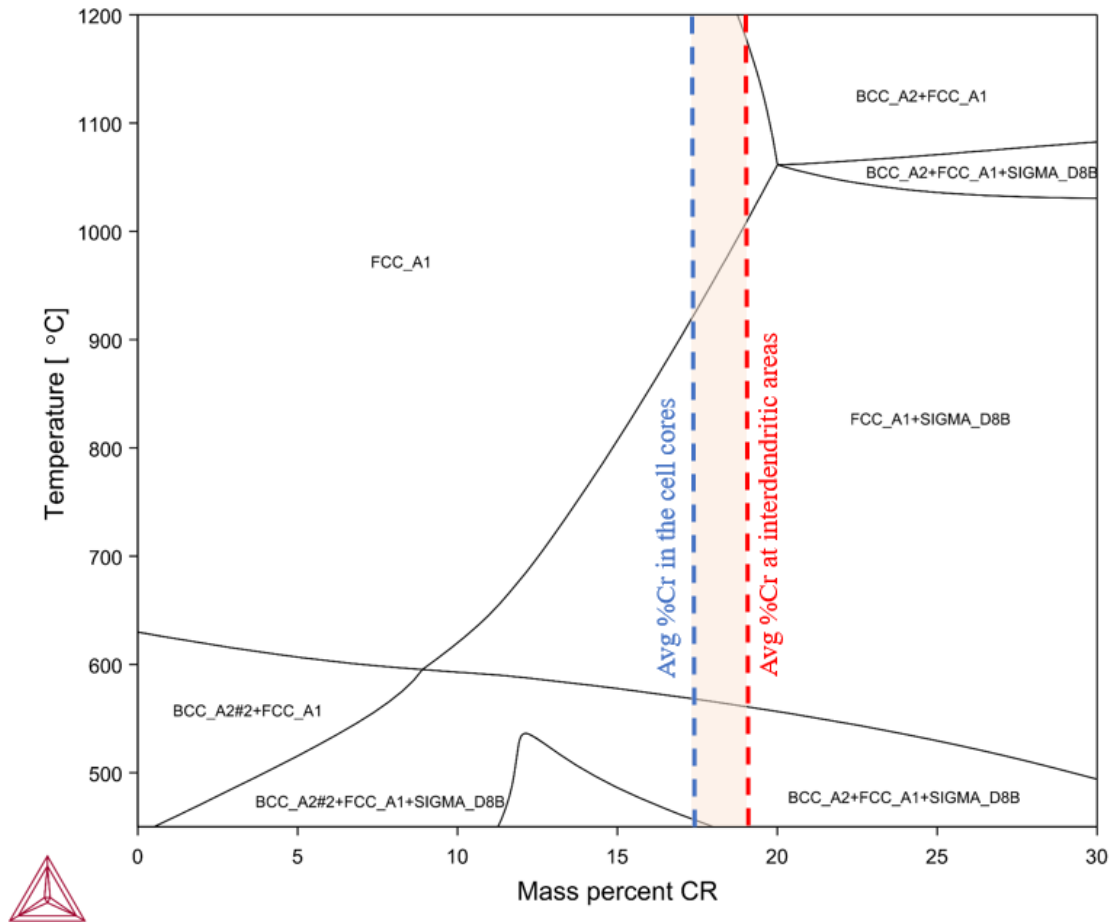


FIGURE 3.11 : Section isoplèthe Fe-Cr à 13.6% Ni, 2.7% Mo et 1.5% Mn (pourcentages massiques) en considérant seulement la phase sigma (SIGMA_D8B), l'austénite (FCC_A1) et la ferrite (BCC_A2). Ce diagramme a été obtenu avec Thermocalc TCFE12.

Un parallèle peut alors être fait avec le procédé LPBF : les passages successifs du laser ont un effet de TTh cyclique sur le matériau solidifié. Ceci engendre de fortes CRs [117] et une forte densité de dislocations [14]. Ainsi, la précipitation de phase σ est alors favorisée et permise pour des TThs de deux heures seulement à température constante pour l'acier 316L LPBF. Dans la littérature, Yin et al. [242] ont observé la précipitation de σ dans un 316L LPBF à partir de 30 min de traitement à 800°C, Chao et al. [28] après 2 heures de traitement à 800°C et Kurzynowski et al. [105] après 5 heures à cette même température.

Néanmoins, la précipitation de phase σ est assez rarement observée dans la littérature pour l'acier 316L LPBF. Ceci peut s'expliquer par la composition chimique des poudres. Effectivement, il a déjà été montré dans le chapitre précédent que celle-ci a un impact majeur sur la microstructure à l'échelle du polycristal (voir section 2.3.1). Il semblerait qu'elle joue aussi un rôle aux échelles inférieures. En effet, Hsieh et Wu [88] ont montré qu'une augmentation du taux d'azote de 0.03% à 0.14% retarde la cinétique d'apparition de la phase sigma d'un ordre de grandeur pour un acier modèle 18Cr/11Ni/2Mo (proche de la composition du 316L). Or, les poudres utilisées dans notre étude ont une teneur en azote très faible comparée à celles de la littérature. Voisin et al. [222] ont reporté les teneurs en azote de neuf poudres utilisées dans la littérature, et il s'avère que celles-ci sont au minimum trois fois

supérieures au taux d'azote de nos poudres (= 0.01%). Dans les publications rapportant un taux d'azote élevé, aucune phase σ n'a été observée après TThs. Les cinétiques d'apparition de phase sigma sont donc très probablement retardées par le taux élevé d'azote contenu dans les poudres de la littérature par rapport à la nôtre.

D'autre part, les plateaux fabriqués pendant cette thèse ont été remplis de cylindres verticaux avec un taux de remplissage élevé. Il en résulte un temps de fabrication relativement long, de l'ordre de 40h. Au contraire, dans la littérature les plateaux de fabrication ne sont pas si remplis, les pièces sont souvent moins hautes et les temps de fabrication sont donc bien plus courts. L'exposition au vieillissement thermique induit par le procédé est donc réduite. De plus, le nombre élevé de pièces présentes sur le plateau réduit les cinétiques de refroidissement. Pour résumer, les cycles thermiques subis par nos pièces sont donc globalement plus nombreux, et à des températures plus élevées que ce qui se fait classiquement dans la littérature. Ceci pourrait donc favoriser la précipitation de phase σ .

Finalement, cette partie a permis de montrer que :

1. Les structures de micro-ségrégations (resp. traces de lasage) disparaissent pour des températures de 700-800°C (resp. 800-900°C). Leur disparition est liée à des processus de diffusion chimique.
2. La phase σ précipite aux joints de grains entre 800 et 1000°C. Cette précipitation fait suite à la diffusion du Mo et Cr contenus dans les parois de cellules de micro-ségrégations. La phase σ disparaît entre 1000 et 1200°C.
3. La précipitation de σ aux joints de grains est attribuée d'une part au cyclage thermique induit par le procédé LPBF et d'autre part à la faible teneur en azote des poudres utilisées dans cette étude.

3.5.2 Évolution des structures de dislocations

3.5.2.1 Analyse directe par MET

Les structures de dislocations ont été étudiées par MET en champ clair pour des échantillons à l'état as-built, et après des TThs à 500, 650, 900 et 1200°C.

Les structures de dislocations restent visibles jusqu'à 900°C mais plus du tout après 1200°C. Ce résultat est en accord avec la littérature, dans laquelle la plupart des intervalles proposés pour la disparition des cellules se recoupent entre 800 et 900°C [222]. Cependant, de très larges variations peuvent être relevées : un début de disparition a été rapporté dès 400°C [30] alors que d'autres auteurs reportent l'existence de cellules après des TThs de 1200°C [237]. Cette dispersion sous-entend qu'il n'existe pas de température critique exacte, mais bien un intervalle de températures sur lequel les cellules tendent à disparaître. Cette hypothèse a récemment été confirmée par Kong et al. [98].

De plus, la dispersion des résultats peut encore une fois être reliée aux différences de compositions des alliages étudiés, mais aussi dans ce cas particulier à la méthode d'observation des cellules. En effet, du fait de la concordance des réseaux de cellules de dislocations et de cellules de micro-ségrégations, ces deux réseaux sont très souvent confondus. L'évolution des cellules est donc parfois étudiée par MEB après attaque (qui révèle le réseau de micro-ségrégations) comme dans les travaux de Salman et al. [185] ou bien par analyse MET (qui révèle les cellules de dislocations) comme dans la publication de Voisin et al. [222]. Ainsi, la technique d'observation étant différente, et surtout, la nature des

réseaux étudiés étant différente (réseau de dislocations, ou réseau de micro-ségrégations chimiques), cette confusion tend à augmenter l'intervalle de dispersion des températures critiques pour les cellules. De plus, l'inter-dépendance entre ces deux réseaux reste toujours sujet à débat [14], [50], [222]

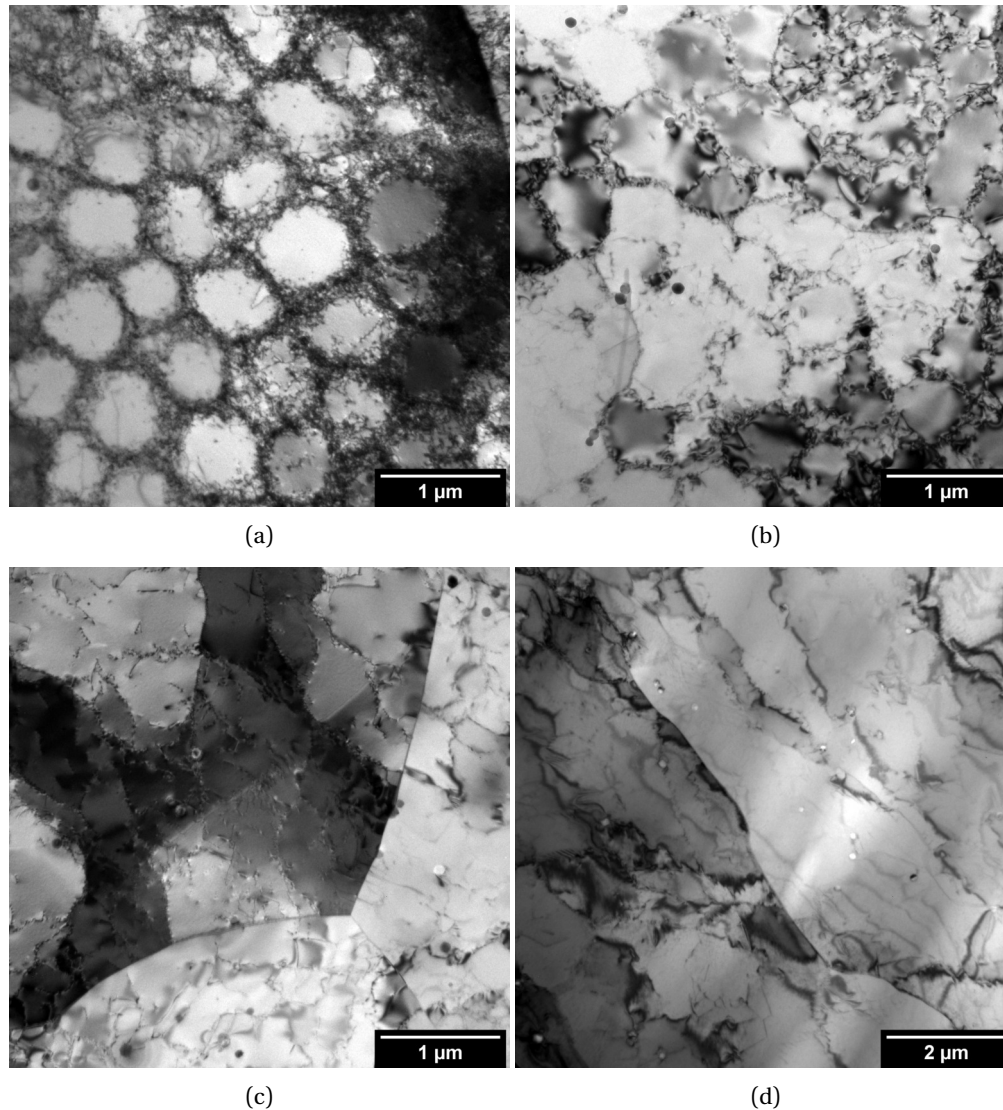


FIGURE 3.12 : Images MET en champ clair montrant les structures de dislocations après TThs à (a) 500°C, (b) 650°C, 900°C et 1200°C

La taille moyenne des cellules de dislocations a été calculée à partir des images MET (voir méthode en section 3.2.3). Les résultats sont rassemblés dans le tableau 3.2. Une augmentation de la taille des cellules est notable entre l'état as-built et l'état TTh 500°C ($\approx +40\%$). Ensuite, le diamètre des cellules reste constant jusqu'à 900°C ($=0.57 \mu\text{m}$ en moyenne). Cette taille correspond bien à celle reportée par Chen et al. [30] même si des variations existent notamment après TThs. Par ailleurs, Salman et al. [185] rapportent une taille de $0.52 \mu\text{m}$ à l'état as-built et une taille de $0.94 \mu\text{m}$ après un TTh à 600°C. Bien que les valeurs obtenues dans cette étude soient différentes des nôtres (ceci étant imputable à la technique de mesure : MEB après attaque pour Salman et al. [185], MET dans notre cas), l'augmentation du diamètre des cellules sur des intervalles de températures similaires se retrouve dans nos deux études.

TTh	As-built	500°C	650°C	900°C
Diamètre des cellules de dislocations (μm)	0.42 ± 0.04	0.60 ± 0.02	0.55 ± 0.03	0.57 ± 0.05

TABLEAU 3.2 : Évolution de taille des cellules de dislocations avec la température de TTh

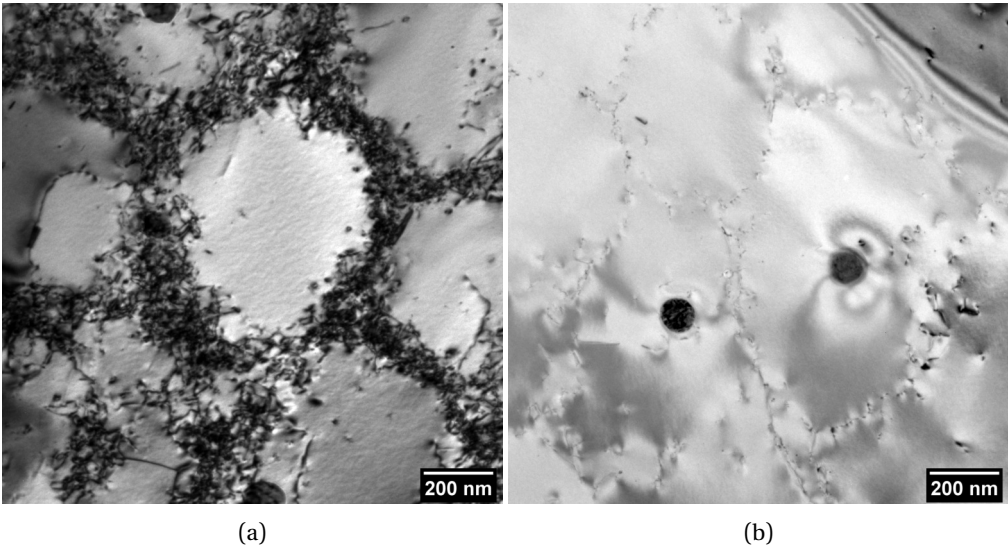


FIGURE 3.13 : Images MET en champ clair montrant des cellules de dislocations (a) à parois épaisses (TTh 500°C), et à (b) parois fines (TTh 650°C)

Les cellules de dislocations sont moins visibles au MET après un TTh à 650°C qu'à 500°C ou à l'état as-built (figure 3.13). Ceci peut directement être relié au nombre de dislocations présentes dans les parois de cellules, ce qui affecte leur largeur et donc leur visibilité. En effet, à l'état as-built et après un traitement à 500°C, les parois sont épaisses ($\approx 100\text{-}200\text{ nm}$) alors qu'elles sont beaucoup plus fines après des TThs à 650°C ($\approx 10\text{-}20\text{ nm}$). Cette observation confirme le travail réalisé par Voisin et al. [222].

Cependant, une observation des cellules de dislocations au MET n'est pas suffisante pour conclure sur l'évolution des densités de dislocation (globale ou dans les parois par exemple). En effet, les images MET peuvent être trompeuses car l'orientation du cristal et l'épaisseur de la lame perturbent l'observation des dislocations en champ clair. En effet, bien que les lames soient toutes d'épaisseurs comprises entre 50 et 150 μm , celles qui ont des épaisseurs supérieures à 100 μm vont paraître avoir beaucoup plus de dislocations que celles dont l'épaisseur est plus fine. La figure 3.14 prouve que l'épaisseur de la lame (et l'orientation locale du cristal) affecte fortement la visibilité des structures de dislocations.

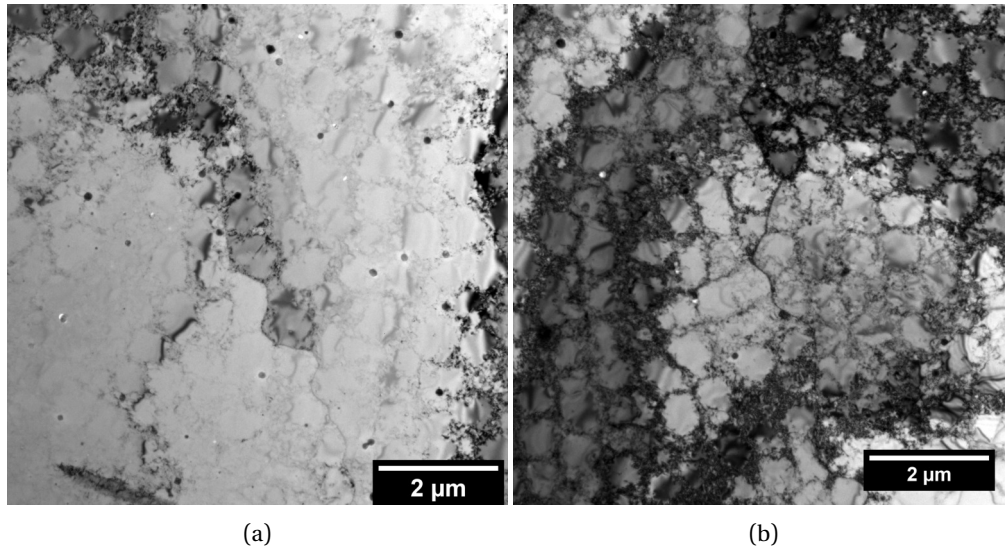


FIGURE 3.14 : Images MET en champ clair obtenues sur une même lame MET traitée à 500°C. L'image (a) révèle peu les dislocations alors qu'elles sont très bien visibles sur l'image (b). L'image (b) est réalisée dans une zone épaisse ($\gtrsim 100$ nm) alors que l'image (a) est obtenue proche de l'extrémité de la lame, donc dans une zone fine ($\lesssim 50$ nm).

3.5.2.2 Détermination indirecte par DRX

Afin de confirmer ou non les observations MET, la densité de dislocation a été calculée pour les différents états de TThs grâce à des mesures par DRX (figure 3.15).

En suivant la méthode de Williamson & Hall [231], l'évolution des tailles de cristallites et des microdéformations après TThs a été déterminée figure 3.15b. De plus, le paramètre de maille correspondant à chaque état de TTh a été calculé par affinement Rietveld [177]. A partir de ces données, la densité de dislocation a pu être calculée selon la formule proposée par Williamson & Smallman et rappelée dans [139] :

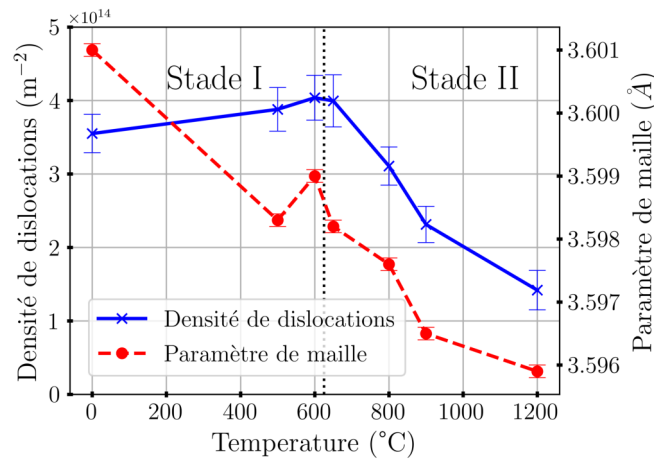
$$\rho = \frac{2\sqrt{3}\varepsilon}{Db} \quad (3.3)$$

avec D la taille de cristallite (nm), ε les microdéformations et b le vecteur de burger ($b = a/\sqrt{2}$ pour les structures CFC avec a le paramètre de maille). La figure 3.15a ne montre pas de variation significative du paramètre de maille. Concernant la taille des cristallites, qui correspond à la taille des domaines diffractants, elle subit une diminution quasi linéaire, passant d'environ 100 à 70 nm (-30%) (figure 3.15b). Cependant, cette taille peut être difficilement reliée à une taille caractéristique de la microstructure.

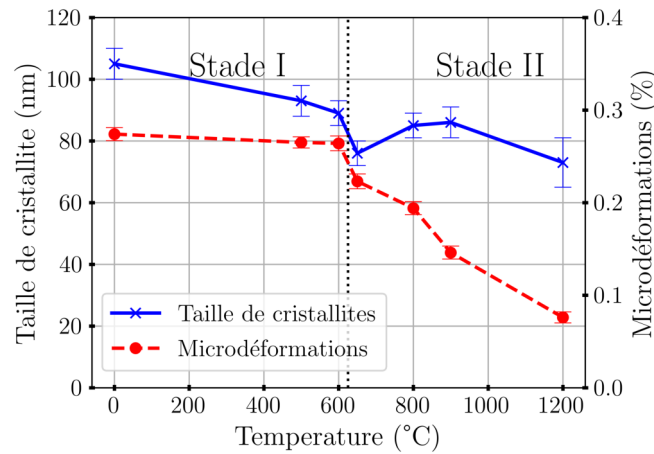
D'autre part, les microdéformations, correspondant quant à elles aux déformations élastiques des domaines diffractants, montrent clairement deux régimes d'évolution distincts : un premier stade avant 650°C où les microdéformations sont stables autour de 0.28%, puis une forte décroissance (-70%) jusqu'à 1200°C. Cette évolution s'explique par la dynamique des populations et structures de dislocations. En effet, les dislocations génèrent un champ de déformation élastique dans leur proche voisinage et c'est l'intensité et/ou le nombre de ces champs qui transparait à travers les microdéformations. Ainsi, la stabilité des microdéformations avant 650°C suggère une stabilité des populations de dislocations dans le matériau pour ces températures. La diminution progressive (linéaire) des microdéformations sur l'intervalle [650-1200°C] correspond probablement à la disparition progressive du réseau de dislocations.

Cependant, afin d'interpréter de manière plus quantitative l'évolution des populations de dislocations, la densité de dislocation a été estimée par la formule présentée en Eq. 3.3. Son évolution a été tracée en figure 3.15a et montre les deux mêmes régimes que pour les microdéformations.

Ainsi, les conclusions faites suite à l'observation des images MET doivent être nuancées : le déclin de densité de dislocation dans les parois de cellules entre 500 et 650°C ne transparaît pas à travers la densité de dislocation. Il est donc probable que les observations MET aient été biaisées par des différences d'épaisseurs de lames et/ou d'orientations cristallines locales menant à une visibilité altérée des dislocations à l'état TTh 650°C. Malgré cela, la diminution forte des densités de dislocations entre 650 et 1200°C est en accord avec les observations MET sur cet intervalle.



(a)



(b)

FIGURE 3.15 : Évolution en fonction de la température de TTh des (a) densités de dislocation et du paramètre de maille, et (b) microdéformations et tailles de cristallites

L'avantage de discuter les résultats en termes de densité de dislocation (par rapport aux microdéformations), est que cette grandeur permet une comparaison des données avec la littérature pour des densités déterminées par d'autres moyens d'analyses que la DRX. Par exemple, Bertsch et al. [14] ont calculé des densités de dislocations comparables aux nôtres à l'état as-built (10^{14} m^{-2}) en utilisant la méthode des interceptes sur des images MET.

D'autres publications ont rapporté des densités supérieures ($10^{15} m^{-2}$ [201]) ou inférieures ($10^{13} m^{-2}$ [69]). Les données issues de la littérature confirment donc nos mesures à l'état as-built.

En outre, la diminution globale de la densité de dislocation avec les TThs est aussi confirmée par Godec et al. [69] qui ont déterminé par analyse EBSD une densité de dislocation de $10^{13} m^{-2}$ à l'état as-built et $7.10^{12} m^{-2}$ après recristallisation. Cependant, une hypothèse forte liée à la détermination d'une densité de dislocation à partir de données EBSD est que les dislocations soient de type GND (*Geometrically Necessary Dislocation*). Or, des études récentes montrent que ce n'est pas le cas pour la majorité des dislocations de l'acier 316L LPBF [50], [70]. Ainsi, la méthode d'estimation de densité de dislocation à partir de données EBSD n'est pas adaptée pour rendre compte de la réalité physique.

Au contraire, les densités calculées à partir de données de DRX semblent être plus adaptées au cas de l'acier 316L LPBF. Ces données couvrant l'ensemble de la gamme de traitement [as-built à 1200°C], elles confirment les évolutions rapportées en MET.

Finalement, en comparant les évolutions de structures et densités de dislocations respectivement analysées par MET et DRX, les tendances suivantes peuvent être conclues :

- Avant 600°C, il n'y a pas de variations dans les structures et densités de dislocations. Les cellules présentent des parois larges à forte densité de dislocation.
- Entre 600 et 900°C, l'épaisseur de paroi des cellules diminue de façon significative, entraînant une chute de la densité de dislocation globale.
- Au-delà de 900°C, il n'y a plus de structure cellulaire continue à grande échelle. Les restes du réseau de dislocation disparaissent avec l'augmentation de la température.

3.6 Influence des TThs à l'échelle nanométrique

3.6.1 Description des analyses et résultats

Comme décrit dans le chapitre 1 partie 1.3.1.2, l'acier 316L LPBF est constitué de précipités nanométriques à l'état as-built. Ils sont globalement sphériques, ont des diamètres compris entre quelques nanomètres et quelques centaines de nanomètres et sont généralement identifiés comme étant des oxydes riches en Mn et Si. Leur cristallinité reste débattue dans la littérature puisque de nombreux auteurs les considèrent comme étant amorphes à l'état as-built [28], [72], [105], [184], [242] alors que des études récentes montrent la présence d'une structure cristalline [237].

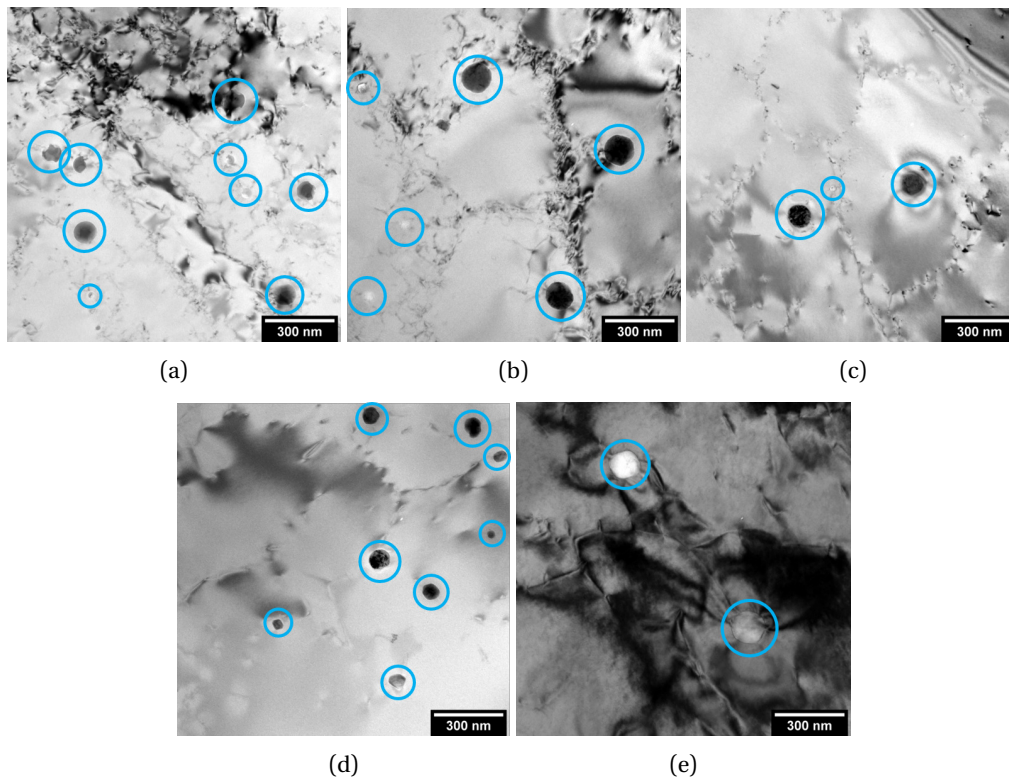


FIGURE 3.16 : Images MET en champ clair montrant les précipités nanométriques aux états de TThs (a) As-built, (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 900°C et (e) 1200°C

Des analyses MET ont été réalisées sur des lames extraites d'échantillons à l'état as-built et traités à 500, 650, 900 et 1200°C. A titre d'exemple une image réalisée sur chaque échantillon est disponible en figure 3.16. Sur ces images, les nano-oxydes ont été entourés en bleu pour une meilleure visibilité.

3.6.2 Évolution de taille des nano-oxydes

En moyennant sur l'ensemble des données récoltées, le pourcentage surfacique que représentent les précipités est estimé proche de 1%. Il est probable qu'il soit légèrement surestimé, en effet, l'objectif de cette étude MET étant la caractérisation des précipités, les clichés ont été réalisés dans des zones contenant probablement plus que la moyenne. Néanmoins, l'évolution de la densité en nombre de précipités a été tracée en figure 3.17. On suppose que les analyses ont été réalisées de la même manière peu importe la température

de TTh et que donc leur évolution relative est fidèle à la réalité. La densité en nombre est maximale à l'état as-built et reste globalement stable ensuite.

Contrairement à la fraction surfacique de précipités, l'évolution de leur diamètre peut être considérée quantitativement juste car le diamètre ne dépend pas de la taille de la zone analysée, ni du grandissement utilisé. Alors que la taille moyenne des précipités reste relativement contenue jusqu'à 650°C (+52% comparativement à l'état as-built), elle augmente fortement ensuite pour atteindre 115 nm après un TTh à 1200°C (+570% comparativement à l'état as-built) (voir figure 3.17).

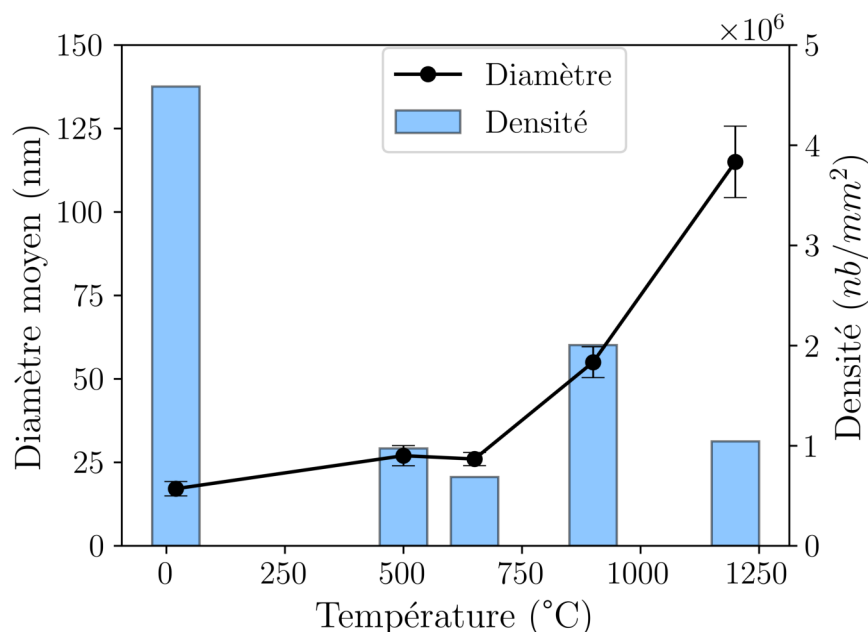


FIGURE 3.17 : Évolution du diamètre moyen et de la densité en nombre des nano-oxydes avec la température de TTh.

Cette forte augmentation de taille a lieu sur des plages de températures où des processus de diffusion ont été mis en évidence à des échelles supérieures (voir section 3.5). Il est donc très probable qu'une diffusion chimique s'opère entre précipités favorisant la croissance des gros précipités au détriment des plus petits. Ce mécanisme, de type *Ostwald ripening* [9], s'explique assez simplement en considérant que la disparition des petits précipités au profit des gros permet une minimisation de la surface d'interface et donc une minimisation de l'énergie interne du matériau.

Des résultats similaires existent dans la littérature [48], [216]. En particulier, Deng et al. [48] montrent un grossissement des nano-précipités pour des TThs supérieurs à 900°C et une diminution de la densité de ces derniers. Ils attribuent aussi ce phénomène à un mécanisme de type *Ostwald ripening*.

Des analyses quantitatives en volume par diffusion des rayons X aux petits angles (*Small Angle X-Ray Scattering*, SAXS) au synchrotron ont été réalisées en fin de thèse sur les lignes de synchrotron SWING à SOLEIL et ID02 à l'ESRF. Les résultats sont prometteurs, mais à ce jour, ils n'ont pas encore été complètement analysés.

3.6.3 Évolution de forme des nano-oxydes

L'évolution des formes des précipités est tracée en figure 3.18c. Deux formes différentes ont été rapportées, des formes sphériques et des formes prismatiques (figure 3.18). Tous les précipités observés sont sphériques à l'état brut. Une majorité des précipités l'est aussi après un TTh à basse température (500°C). A 650°C, les précipités sphériques et prismatiques ont été trouvés en proportions égales. Enfin, après des TThs à températures élevées (900°C et 1200°C), les précipités prismatiques deviennent majoritaires. Une prismatisation graduelle des nano-précipités est donc observée entre l'état as-built et 1200°C. Cette évolution morphologique est liée à un changement de structure cristalline comme suggéré par Yan et al. [237] et expliqué dans la partie suivante.

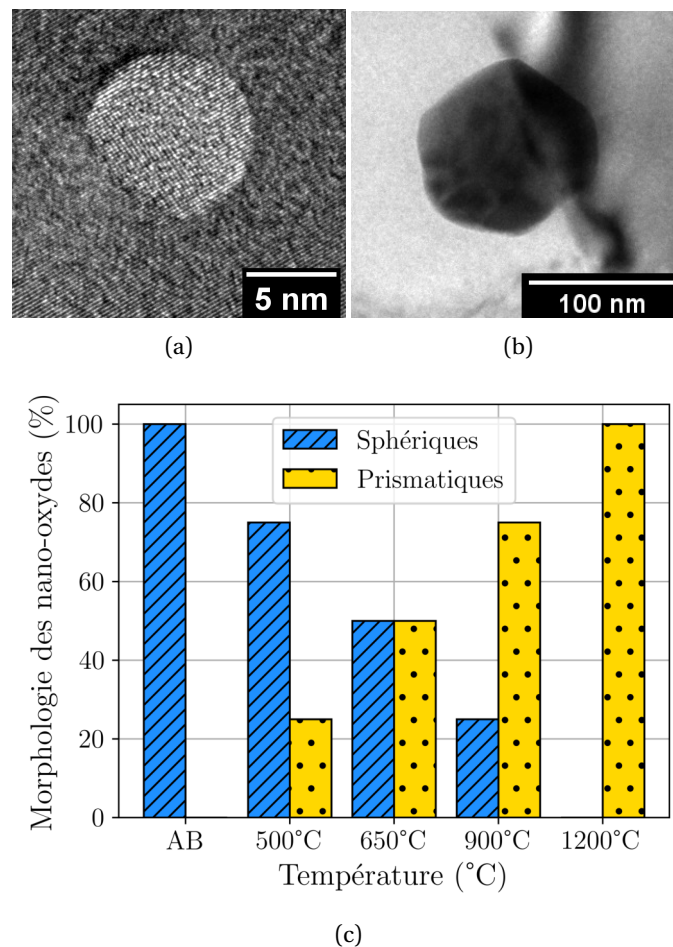


FIGURE 3.18 : Exemples de nano-oxydes observés au MET à (a) l'état as-built (forme sphérique) et (b) après TTh à 900°C (forme prismatique) et (c) évolution moyenne de la morphologie des précipités

3.6.4 Évolution de structure cristalline des nano-oxydes

La structure des nano-oxydes à l'état as-built est toujours sujet à débat dans la littérature puisque de nombreux auteurs les considèrent comme étant amorphes à l'état as-built [28], [72], [105], [184], [242] alors que des études récentes montrent la présence d'une structure cristalline [237].

Du fait de la faible taille des précipités sphériques à basse température, la détermination de leur structure par diffraction n'a pas été concluante. Néanmoins, des clichés en

MET haute-résolution (HR-TEM, voir figure 3.18a) montrent la présence d'une structure cristalline contrairement à de nombreuses publications dans lesquelles les précipités sont considérés comme étant amorphes [28], [72], [105], [184], [242]. La structure cristalline de nos précipités sphériques pourrait correspondre à celle identifiée par Yan et al. [237], à savoir une structure métastable de type rhodonite.

Pour les précipités prismatiques, des clichés de diffraction ont été réalisés dans le MET. Ils ont permis d'identifier la structure cristalline de plusieurs de ces précipités comme étant une structure cubique $Fd-3m$ (# 227). Les distances inter-atomiques de cette structure correspondent à celles des oxydes $MnAl_2O_4$ de type spinel (ICSD ID 252228).

Il est donc probable que les précipités sphériques (de structure rhodonite d'après [237] et [49]) subissent une transformation de phase rhodonite $\rightarrow$ spinel sous l'effet de la température. En se basant sur des travaux de la littérature [237], ce changement de structure explique le changement de morphologie des nano-oxydes. Ainsi, l'étude de la morphologie des nano-oxydes (voir figure 3.18c) permet de statuer sur l'évolution de la transformation rhodonite $\rightarrow$ spinel : cette transformation n'a pas lieu à une même température pour tous les nano-oxydes. Au contraire, elle s'opère sur l'ensemble de la gamme de température étudiée (voir figure 3.18c).

Ces observations expérimentales sont en bonne adéquation avec celles rapportées par Yan et al. [237]. En effet, ils ont montré que les nano-oxydes de type rhodonite se transforment en nano-oxydes de type spinel $MnCr_2O_4$ entre l'état as-built et 1200°C. Cette étude confirme donc nos observations, mais surtout, nos données apportent des informations supplémentaires sur l'état cristallin des précipités aux températures intermédiaires (500, 650 et 900°C).

Pour résumer, la solidification rapide de l'acier 316L LPBF empêche la formation de la phase spinel stable et promeut donc l'apparition d'une phase métastable (rhodonite). Cette phase se forme plus facilement lors d'une solidification rapide grâce à sa faible énergie interfaciale notamment comparée à la structure spinel [237]. Cependant, la structure spinel est bien plus stable thermodynamiquement comme prédit par le diagramme de phase stable présenté dans la référence [237]. Ainsi, l'apport d'énergie via les TThs permet d'opérer la transformation de phase rhodonite $\rightarrow$ spinel. Cette transformation se caractérise par un changement de morphologie des précipités : sphérique $\rightarrow$ prismatique.

A ce stade, en se basant sur nos observations et la littérature, les hypothèses suivantes peuvent être formulées :

- Les nano-oxydes à basse température sont des nano-oxydes de structure rhodonite $MnSiO_3$
- A haute température, ceux-ci se transforment en nano-oxydes $MnAl_2O_4$ (phase correspondant à la diffraction) ou $MnCr_2O_4$ (phase identifiée par [237] et [49])

Afin de les confirmer, des analyses de composition des nano-oxydes ont été réalisées par MET-EDS.

3.6.5 Évolution chimique des nano-oxydes

Les compositions de dix précipités à l'état brut, quatre après TTh à 500°C, huit après TTh à 650°C, quatre après TTh à 900°C et enfin quatre après TTh à 1200°C ont été analysées par MET-EDS. Une analyse quantitative de la composition des nano-précipités n'a pas

été possible. Cependant, la présence de certains éléments dans les nano-oxydes a pu être sondée (voir figure 3.19).

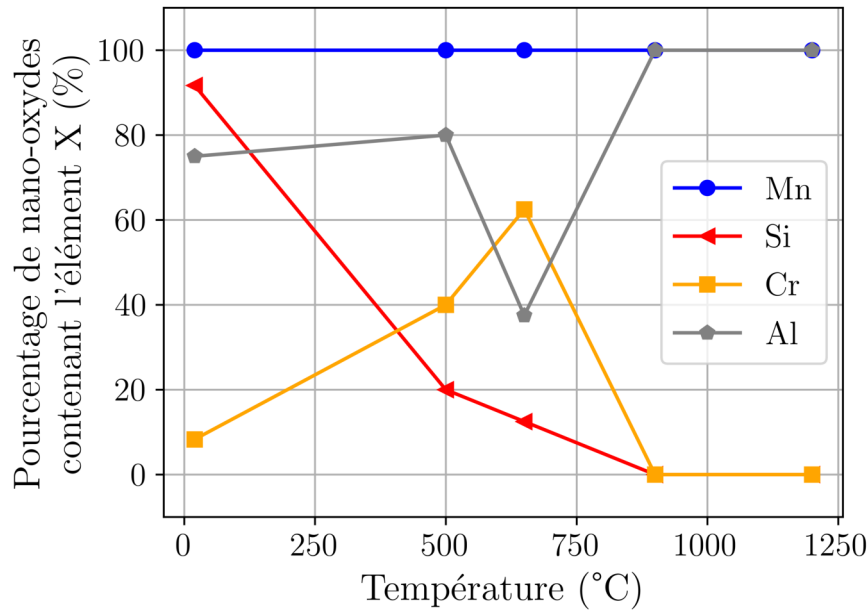


FIGURE 3.19 : Évolution du pourcentage de nano-oxydes contenant les éléments Mn, Si, Al et Cr

Tous les précipités ayant fait l'objet de mesures EDS ont montré un signal attestant la présence de Mn, et ce pour toute température de TTh. Cette première observation est en accord avec les nombreuses études de la littérature sur ce sujet [69], [99], [201], [222], [237]. Elle est aussi en accord avec les hypothèses d'identification des nano-oxydes formulées plus haut.

La majorité des nano-oxydes à l'état as-built contiennent du silicium. Ensuite, le pourcentage de nano-oxydes en contenant diminue fortement avec l'augmentation de la température de TTh. Cette évolution confirme l'hypothèse de transformation de $MnSiO_3$ en $MnAl_2O_4$ ou $MnCr_2O_4$ sous l'effet de la température.

Afin de trancher sur la présence de $MnAl_2O_4$ ou $MnCr_2O_4$, les teneurs en Cr et Al ont été analysées. La majorité des nano-oxydes contiennent de l'aluminium aux états AB et 500°C, seulement 40% en contiennent à 650°C et la totalité des nano-oxydes observés en contiennent au-delà de 900 °C. L'évolution du pourcentage de nano-oxydes contenant du Cr est globalement inversée à celui de l'aluminium.

Au premier abord, il est étonnant de trouver de l'aluminium dans les nano-oxydes alors que les poudres d'acier 316L utilisées n'en contiennent pas. Cet élément ne peut donc venir que d'une contamination du matériau lors de la fabrication. Cette présence d'aluminium explique pourquoi des nano-oxydes $MnAl_2O_4$ ont été identifiés par diffraction dans notre matériau alors que ce sont majoritairement des oxydes de chrome $MnCr_2O_4$ qui sont rapportés dans la littérature [49], [237]. En effet, les oxydes d'aluminium sont thermodynamiquement plus stables que ceux de chrome comme prédit par le diagramme d'Ellingham [215]. Ainsi, en présence d'aluminium ce sont ces oxydes qui se forment préférentiellement en dépit de ceux de Cr.

Par ailleurs, la présence d'aluminium (ou de Cr) dans des nano-oxydes aux états AB et 500°C n'est pas compatible, *à priori*, avec la supposition de nano-oxydes $MnSiO_3$ comme

identifiés par Yan et al. [237] et confirmés par Deng et al. [49]. Une hypothèse pouvant expliquer cette controverse est que les nano-oxydes soient multiphasés, avec une phase rhodonite $MnSiO_3$ et une phase contenant de l'aluminium ou du chrome. Cette hypothèse est soutenue par les observations de nano-oxydes montrant un certain contraste en champ clair dans leur structure (voir figure 3.20). Une partie de ces oxydes semble être cristallisée et l'autre partie apparaît comme amorphe. Cette structure biphasée pourrait expliquer la présence de chrome ou d'aluminium dans les précipités même à l'état as-built.

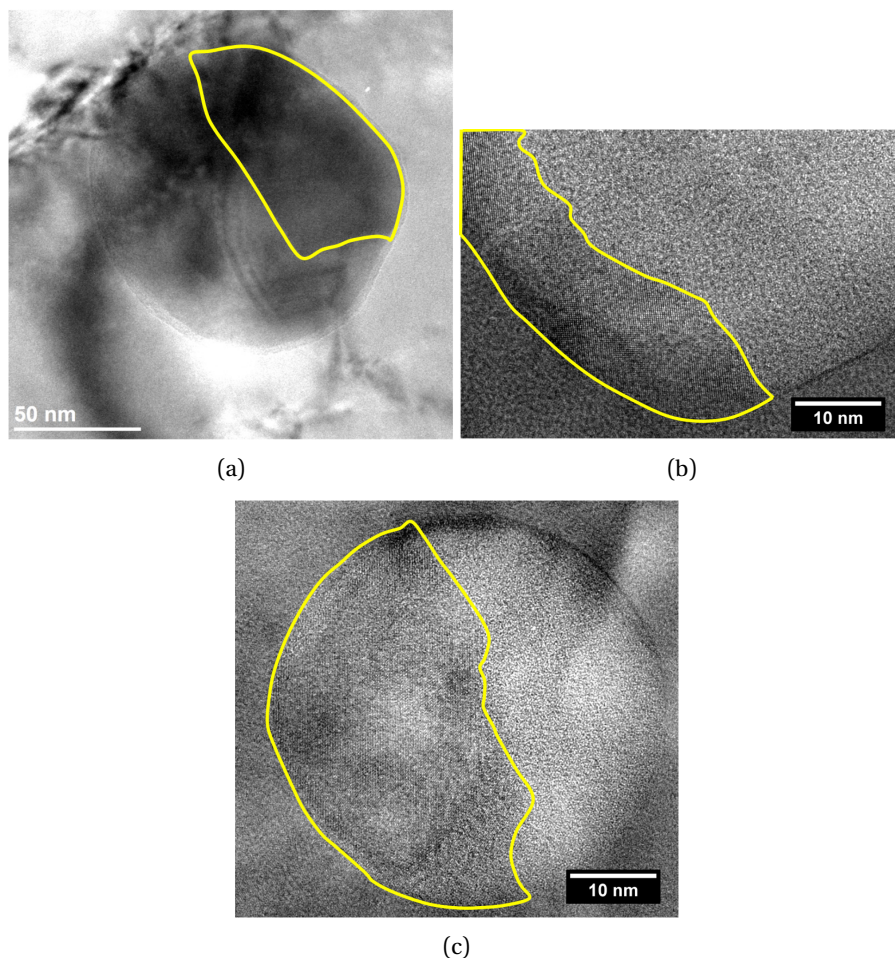


FIGURE 3.20 : Images MET-HR en champ clair de nano-oxydes multiphasés à l'état as-built. La phase cristalline de l'oxyde est entouré en jaune sur les images.

Aux hautes températures (900 et 1200°C), la totalité des nano-oxydes observés sont riches en Al et Mn. La figure 3.21 illustre ces observations. Les mesures de composition confirment donc les données issues de diffraction, et permettent d'établir que les nano-oxydes sont de type $MnAl_2O_4$ à haute température.

Le fait que la totalité des oxydes observés à haute température soient de type $MnAl_2O_4$ et non pas $MnCr_2O_4$ s'explique par la différence de stabilité entre les oxydes d'aluminium et ceux de chrome. En effet, comme évoqué précédemment, les oxydes d'aluminium sont thermodynamiquement plus stables que ceux de chrome (voir le diagramme d'Ellingham en référence [215]). Or, à haute température, le matériau évolue vers les configurations métallurgiques les plus stables thermodynamiquement. C'est pourquoi les oxydes d'aluminium sont majoritaires après les TThs $\geq 900^\circ\text{C}$.

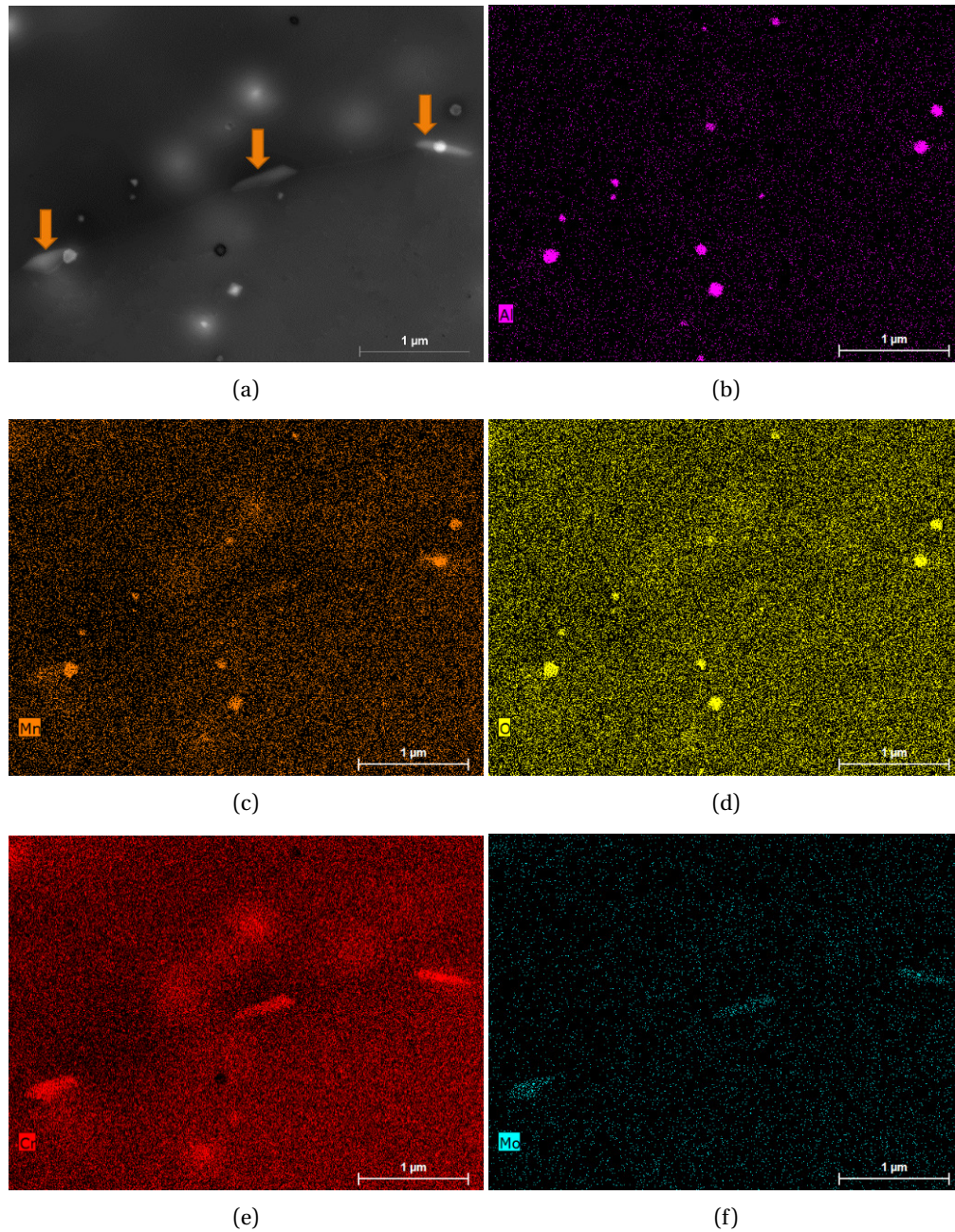


FIGURE 3.21 : Cartographies de composition chimiques élémentaires obtenues par MET-EDS sur un échantillon traité thermiquement à 900°C. L'image (a) correspond à l'image du détecteur HAADF. Les autres images correspondent aux signaux EDS des éléments (b) Al, (c) Mn, (d) O, (e) Cr, et (f) Mo. Les flèches oranges montrent des précipités de phase σ intergranulaire.

3.6.6 Conclusion sur l'évolution des nano-oxydes

En couplant les diverses données de taille, morphologie, structure cristalline et composition des précipités, et en se basant sur la littérature existante, il est possible d'établir les conclusions suivantes :

- A l'état AB, les nano-oxydes sont riches en Mn, Si et Al. Ils sont constitués (au moins partiellement) d'une phase $MnSiO_3$ de structure cristalline rhodonite.
- A haute température ($\geq 900^\circ\text{C}$), les nano-oxydes ont été identifiés comme étant des précipités $MnAl_2O_4$ de structure spinel. Ils contrastent avec les nano-oxydes $MnCr_2O_4$ identifiés par Yan et al. [237] et Deng et al. [49] en raison de la présence d'aluminium dans le matériau étudié.
- La transformation des nano-oxydes $MnSiO_3$ de structure rhodonite en $MnAl_2O_4$ de structure spinel s'accompagne d'une modification morphologique des précipités, passant d'une forme sphérique à une forme prismatique. Le suivi de cette transformation a permis de montrer qu'elle s'effectue de façon continue sur la plage de température étudiée.
- Les nano-oxydes grossissent avec l'augmentation de la température de TTh. Ce grossissement se manifeste essentiellement pour des températures supérieures à 650°C .

3.7 Influence des différentes échelles de la microstructure sur le comportement mécanique quasi-statique

Les essais de dureté et traction ont été réalisés selon la même méthodologie que celle présentée dans le chapitre 2 (voir section 2.2.3.3).

3.7.1 Évolution de la dureté en fonction de la température de TTh

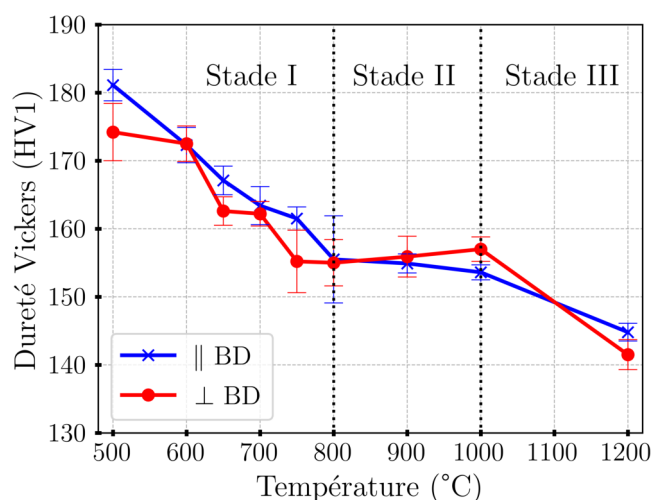


FIGURE 3.22 : Évolution de la dureté en fonction de la température de TTh

Aucune différence de dureté n'a été notée entre les sections parallèles ou perpendiculaires à la direction de lasage, pourtant, les grains sont bien plus allongés selon la direction de lasage pour cette nuance (nuance Chess, voir annexe A). Néanmoins, cela supporte l'hypothèse que le volume plastifié par l'indent est suffisamment grand pour que la réponse soit représentative du comportement global du matériau.

A l'état as-built, la dureté a été mesurée à 178 ± 2 HV (moyenne calculée sur les sections parallèles et perpendiculaires à la direction de lasage). La dureté est stable de l'état as-built à 500°C (Stade 0), elle diminue linéairement sur la plage 500-800°C (Stade I), ensuite elle atteint un plateau (Stade II) entre 800 et 1000°C pour enfin diminuer encore entre 1000 et 1200°C (Stade III).

Ces évolutions de dureté peuvent être expliquées par diverses contributions microstructurales aux différentes échelles. A l'échelle macroscopique, aucune évolution notable des tailles de grains n'a été observée. La contribution des joints de grains (par un effet Hall-Petch) ne participe donc pas à l'évolution la dureté.

Au contraire, aux échelles micro et nanoscopiques des évolutions significatives de la microstructure ont été observées. Les paragraphes suivants proposent une évaluation de leur contribution.

Les cellules de dislocations sont connues pour contribuer fortement aux mécanismes de durcissement de l'acier 316L LPBF. En particulier, les parois de cellules sont des obstacles aux mouvements de dislocations [72], [98]. Il existe deux méthodes pour évaluer leur contribution :

- **Par une loi de Hall-Petch**, en considérant les parois de cellules comme des joints de grains [69], [226]. Cependant, cette approche a récemment été critiquée en raison que les cellules sont faiblement désorientées les unes par rapport aux autres ($< 0.5-1^\circ$ [50]) alors que la loi de Hall-Petch suppose des joints de grains fortement désorientés ($>15^\circ$). De plus, des contres-exemples montrent que des limites d'élasticités équivalentes peuvent être obtenues pour des tailles de cellules significativement différentes [50].
- **Par une loi de Taylor**, en se basant sur la densité de dislocation du matériau. C'est cette approche qui sera retenue ici.

La loi de Taylor suivante est donc utilisée pour évaluer la contribution des dislocations au durcissement de l'alliage :

$$\sigma = M\alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (3.4)$$

avec M le facteur de Taylor (3.6), α une constante expérimentale (0.23), G le module de cisaillement (75 GPa, calculé à partir des résultats d'essais de traction, en faisant l'hypothèse d'un comportement isotrope), b le vecteur de Burger (nm, calculé à partir du paramètre de maille expérimental), et ρ la densité de dislocation (m^{-2} , calculé précédemment en partie 3.5.2).

Outre les cellules de dislocations, les cellules de micro-ségrégations évoluent avec les TThs. En particulier, elles disparaissent entre 650 et 800°C. Cependant, il n'existe pas de formule analytique permettant d'estimer la contribution de telles structures. De plus, il paraît très délicat de séparer la contribution de ce réseau de celui formé par les dislocations puisque des interactions entre les deux réseaux existent vraisemblablement [50]. Ainsi, nous faisons l'hypothèse, forte, que la contribution du réseau de micro-ségrégation est incluse dans celle calculée pour le réseau de dislocation.

Par ailleurs, la disparition des micro-ségrégations autour de 750-800°C est accompagnée par la précipitation de phase sigma aux joints de grains. Cette phase est stable aux joints de grains entre 800 et 1000°C. Cependant, les mécanismes de déformation de l'acier 316L LPBF étant majoritairement du glissement intragranulaire, la phase sigma intergranulaire ne participe probablement pas au durcissement de l'alliage. De plus, la taille des précipités de phase σ est de l'ordre du micromètre, et donc leur contribution au durcissement par des mécanismes de contournement serait très faible (voir ci-après). La contribution de la phase σ au durcissement ne sera donc pas évaluée.

Enfin, à l'échelle nanométrique, la taille des nano-oxydes ainsi que leur composition, structure et morphologie évoluent. L'évolution de la composition, la structure et la morphologie ne sont pas prises en compte dans la contribution au durcissement. Au contraire, la taille moyenne des précipités est utilisée pour calculer leur contribution au durcissement de l'alliage. Deux mécanismes expliquent l'effet de particules durcissantes :

- **Le cisaillement de Friedel** : les particules sont cisailées par les dislocations en mouvement. La contribution au durcissement évolue en $\sqrt{\text{rayon}}$ de la particule. Les particules de très faibles tailles (quelques nanomètres) et cohérentes avec la matrice sont concernées par ce mode de déformation. Dans le cas de l'acier 316L LPBF, les nano-oxydes montrent une interface marquée avec la matrice, ce qui suggère qu'ils ne sont pas cohérents. Il est donc peu probable que ce mode de déformation des nano-oxydes se manifeste pour l'acier 316L LPBF. Afin de le vérifier, des caractérisations MET après sollicitations mécaniques seraient nécessaires. Elles n'ont malheureusement pas pu être réalisées par faute de temps.

- **Le contournement d'Orowan** : les particules sont contournées par les dislocations en mouvement. Ce mode d'interaction dislocation/précipité est favorisé pour des particules dures, non cohérentes, et de tailles plus élevées que pour le cisaillement. La contribution au comportement mécanique évolue en $1/\text{rayon}$. C'est ce mode de déformation qui sera retenu pour calculer la contribution des nano-oxydes.

La loi d'Orowan est utilisée pour calculer la contribution des nano-oxydes au durcissement de l'acier 316L LPBF :

$$\sigma = \frac{Gb}{L} \text{ avec } L = R\sqrt{\frac{2\pi}{3f_p}} \quad (3.5)$$

avec G le module de cisaillement de la matrice, b le vecteur de Burgers, L la distance entre particules. L est calculé en faisant l'hypothèse d'une distribution homogène de nano-oxydes dans le matériau avec f_p qui correspond à la fraction de précipités et R leur rayon moyen.

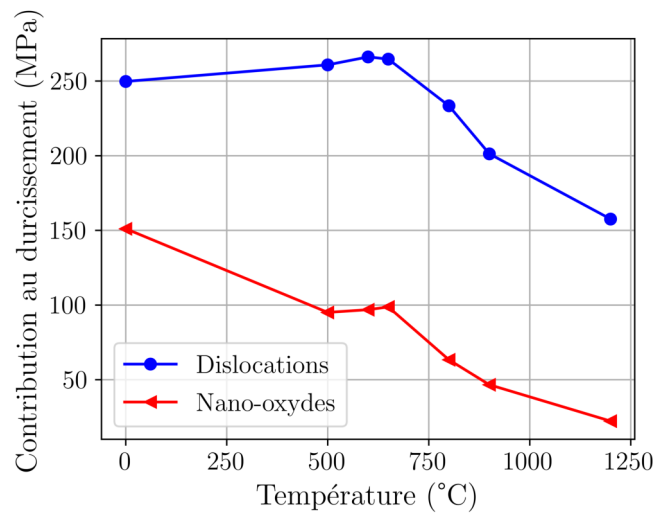


FIGURE 3.23 : Évolution des contributions au durcissement des dislocations (loi de Taylor) et des nano-oxydes (loi d'Orowan)

La figure 3.23 rassemble les contributions des dislocations et des nano-oxydes en fonction de la température de TTh. Elle montre l'importance significative des dislocations au durcissement de l'alliage comparé à l'effet des nano-oxydes. Globalement, l'effet durcissant lié aux dislocations et celui lié aux nano-oxydes diminue avec l'augmentation de la température, ce qui est en accord avec les mesures de dureté. Cependant, ces approximations simplistes ne permettent pas de décrire de façon correcte les trois stades d'évolution observés en dureté. En particulier, la diminution de la dureté entre 500 et 650°C ainsi que le plateau entre 800 et 1000°C restent inexpliqués.

3.7.2 Comportement en traction

3.7.2.1 Description des résultats

La figure 3.24 rassemble les résultats d'essais de traction. La méthodologie pour les obtenir est détaillée au chapitre 2 en section 2.2.3.3. Trois essais ont été réalisés pour chaque température de TTh, seule une courbe par essai est présentée à la figure 3.24.

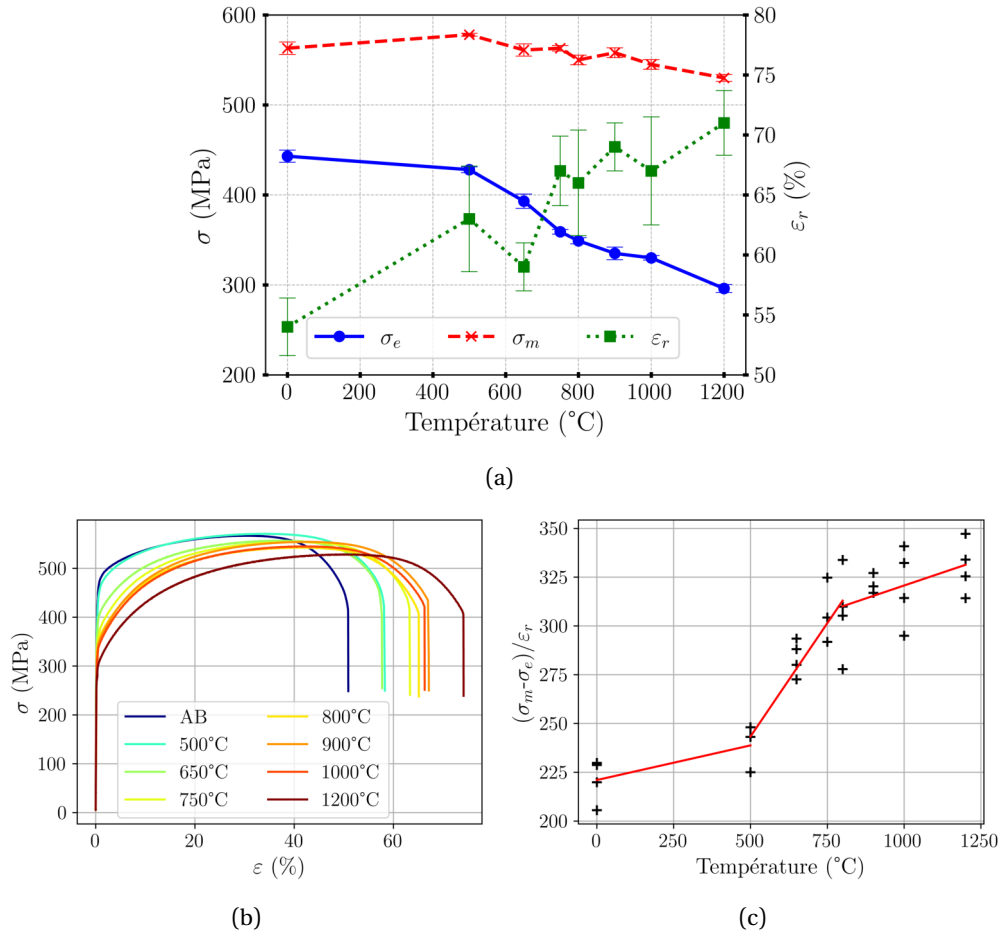


FIGURE 3.24 : (a) Évolution des propriétés en traction, (b) courbes associées et (c) évolution d'un paramètre simplifié d'écrouissage en fonction de la température de TTh.

La limite d'élasticité (σ_e , calculée à 0.2% de déformation) décroît fortement (-31%), alors que la résistance maximale (σ_m) diminue légèrement (-6%) et l'élongation à rupture (ε_r) augmente de 33% entre l'état as-built et l'état TTh 1200°C. Ces évolutions reflètent une diminution de la résistance ainsi qu'une augmentation de la ductilité avec les TThs comme suggéré par la diminution de dureté et les calculs de contribution au durcissement réalisés précédemment.

Plus précisément, entre l'état as-built et 500°C, a lieu une augmentation de l'élongation à rupture de 16% sans une diminution significative des résistances mécaniques (σ_e -4%, σ_m +3%). Cet état de TTh correspond au meilleur compromis résistance/ductilité obtenu dans cette étude.

Entre l'état as-built et 1200°C, la limite d'élasticité décroît de plus de 30% alors que la résistance maximale ne diminue que de 6%. En conséquence, le ratio σ_e/σ_m décroît linéairement de 0.79 à l'état as-built à 0.56 à 1200°C. Des valeurs élevées (>0.7) de ce ratio sont typiques des matériaux fabriqués par LPBF en raison des fortes densités de dislocations qu'ils contiennent à l'état as-built. En résulte des capacités d'écrouissage assez faibles. Le déclin de ce rapport montre que le taux d'écrouissage augmente avec la température comme démontré par Voisin et al. [222].

Dans notre cas, afin d'estimer l'évolution de l'écrouissage, le paramètre n définie par l'équation 3.6, a été calculé pour chaque essai de traction et tracé sur la figure 3.24c.

$$n = \frac{\sigma_m - \sigma_e}{\varepsilon_r} \quad (3.6)$$

Trois tendances distinctes ont été identifiées :

1. Entre l'état as-built et 500°C, l'écrouissage est faible. Le TTh à 500°C ne modifie pas de façon significative les capacités d'écrouissage. Ceci est en accord avec l'évolution des cellules de dislocations : aucune évolution de la densité de dislocation (déterminée par DRX, ou observée dans les parois de cellules au MET) n'a été notée.
2. Entre 600 et 800°C, les capacités d'écrouissage augmentent fortement. Cette évolution correspond à la disparition du réseau de cellules de dislocations, et plus précisément, à la forte diminution des densités de dislocations dans les parois de cellules.
3. Entre 900 et 1200°C, les capacités d'écrouissage augmentent modérément. Seules quelques dislocations subsistent dans la microstructure, leur disparition permet d'accroître de façon légère les capacités d'écrouissage.

Finalement, à cause de la forte densité de dislocations (particulièrement dans les parois de cellules), l'acier 316L LPBF possède une faible capacité d'écrouissage à l'état as-built. Au contraire, après des TThs à haute température la densité de dislocation initiale est faible. En conséquence, de nombreuses dislocations peuvent être générées pour accommoder la déformation au cours de l'essai de traction. Ce mécanisme physique se traduit alors par des capacités d'écrouissages supérieures permettant d'atteindre des résistances maximales comparables à celles de l'état as-built.

3.7.2.2 Impact des différentes échelles de la microstructure

Sur la résistance mécanique

Pour les mêmes raisons que la dureté, la limite d'élasticité peut être reliée aux variations de tailles de nano-oxydes et de densités de dislocations (figure 3.25a). La figure 3.25b montre que la contribution des dislocation est majoritaire (55% à 75%) et que celle des nano-oxydes représente environ 35% à l'état AB et seulement 10% après un TTh à 1200°C. La somme de ces deux contributions représente plus de 80% de la limite d'élasticité pour des TThs inférieurs à 900°C. Par voie de conséquence, le durcissement lié au joints de grains (effet Hall-Petch) ou le durcissement par solution solide ne représentent que 20% (au maximum) de la limite d'élasticité pour l'alliage 316L LPBF pour des TThs inférieurs à 900°C.

Pour des températures supérieures, l'accord entre les prédictions des modèles et la limite d'élasticité diminue fortement. Deux hypothèses peuvent expliquer ces différences :

- Les modèles de Taylor et/ou Orowan ne décrivent pas de façon correcte la contribution des dislocations et/ou nano-oxydes sur cette gamme de température. Au delà de 800-900°C, l'agencement des dislocations en un réseau cellulaire disparaît, et les dislocations restantes s'organisent de manière plus désordonnées. Leur contribution au durcissement est très probablement modifiée.
- Une autre spécificité microstructurale de l'acier 316L LPBF joue un rôle durcissant au delà de 800°C. L'annexe E montre que les tailles de grains sont stables ou grossissent légèrement, leur contribution au comportement mécanique est donc globalement constante (voir diminue légèrement). Ce n'est donc pas cet élément microstructural qui apporte un durcissement supplémentaire sur la gamme 900-1200°C. La remise en solution des précipités de phase sigma au-delà de 1000°C pourrait accroître le

durcissement par solution solide et ainsi contribuer à durcir davantage l'alliage. Cependant, cette hypothèse ne peut pas être vérifiée pour le moment.

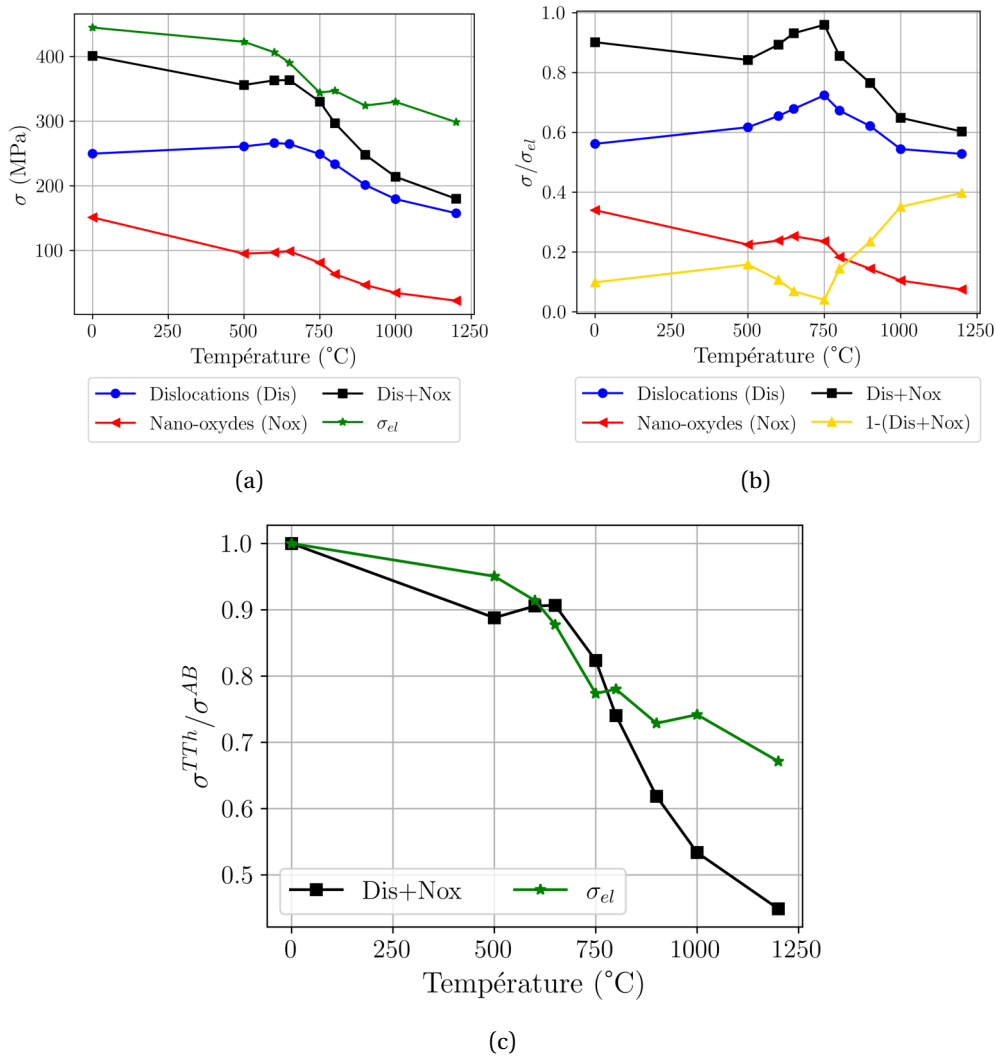


FIGURE 3.25 : (a) Estimation de la contribution des nano-oxydes (Nox) et dislocations (Dis) au durcissement de l'alliage, (b) évolution des contributions des nano-oxydes et dislocations à la limite d'élasticité σ_{el} et (c) évolution des contributions microstructurales à la limite d'élasticité par rapport à l'état as-built. $Dis+Nox$ représente la somme des contributions des nano-oxydes et des dislocations. $1-(Dis+Nox)$ est le complément à la somme par rapport à la limite d'élasticité.

Au-delà des valeurs absolues des contributions, c'est l'évolution de la limite d'élasticité qui est bien prédite par la somme des contributions des nano-oxydes et des dislocations sur la gamme [0-800°C] (figure 3.25c). Encore une fois, au delà de 800°C les modèles prédisent une forte diminution de la limite d'élasticité qui n'est pas observée expérimentalement. La figure 3.25c met en lumière le fait que soit (1) les modèles sont trop simplistes, soit (2) une autre spécificité microstructurale joue un rôle important sur cette gamme de température.

Dans la littérature, au-delà de 1000°C, [180] et [222] attribuent la diminution finale de limite d'élasticité à un phénomène de recristallisation. Or, aucune recristallisation n'a été observée dans notre cas (voir annexe E) et les modèles de Taylor et Orowan prédisent une forte diminution de la limite d'élasticité entre 1000 et 1200°C. La perte finale de limite d'élasticité est donc plutôt, pour notre alliage, liée à deux phénomènes : la disparition totale des dislocations induites par le procédé et le grossissement des nano-oxydes.

Sur l'allongement à rupture

L'allongement à rupture augmente de façon plutôt linéaire entre l'état AB et 1200°C. Pourtant, une précipitation intergranulaire de phase sigma a été observée entre 800 et 1000°C. Cette phase, lorsqu'elle est située aux joints de grains, est connue pour avoir un effet fragilisant sur les aciers inoxydables conventionnels [88]. Aucune diminution d'allongement à rupture n'a pourtant été observée dans notre étude.

Dans la littérature, Chao et al. [28] ont aussi observé la précipitation de phase σ pour des TThs à 800°C sur un acier 316L LPBF. Dans leur étude, cette précipitation, bien que faible (0.11% en volume) est associée à une forte diminution de la déformation à rupture. Dans leur cas, l'acier 316L LPBF ne semble donc pas être moins sensible à la fragilisation par la phase sigma que son homologue forgé.

Cependant, ces observations ne correspondent pas au comportement reporté en figure 3.24 pour notre alliage. La taille et les positions des phases sigma semblent pourtant être comparables entre notre étude et celle de Chao et al. [28]. Dans notre cas, le taux de phase sigma n'a pas été précisément quantifié, mais il est inférieur à 2% puisque cette phase n'a pas pu être détectée par DRX (diffractogrammes disponibles en annexe F).

Les résultats présentés en figure 3.24 montrent donc que la phase σ , même intergranulaire, n'est pas forcément néfaste à l'allongement à rupture de l'acier 316L LPBF.

3.7.2.3 Impact des TThs sur l'anisotropie de l'acier 316L LPBF

Pour finir, dans le chapitre 2 des faciès de rupture elliptiques avaient été relevés pour les éprouvettes SR et Rot après essais de traction (voir 2.5.2.2). Cette anisotropie de comportement est attribuée aux directions de lasage préférentielles utilisées pendant la fabrication.

Il est intéressant de noter que cette anisotropie est conservée après les TThs pour les éprouvettes Rot et ce sur l'ensemble de la gamme de température étudiée (figure 3.26). En effet, le rapport entre le petit et grand axe des périmètres des faciès est reporté sur les images. Ce rapport est une façon d'estimer la caractéristique anisotrope de la déformation dans le plan. Aucune évolution significative avec la température de TTh n'est relevée. Les TThs ne permettent donc pas de réduire l'anisotropie de comportement en traction de l'acier 316L LPBF.

De plus, ce résultat renseigne sur l'origine microstructurale de l'anisotropie. Les structures de micro-ségrégations et dislocations disparaissent avec les TThs supérieurs à 800°C. Or l'intensité de l'anisotropie de comportement ne varie pas avec la température. Elle n'est donc pas induite par ces structures. Il est bien plus probable que son origine s'explique par les orientations cristallographiques particulières des microstructures SR et Rot, elles-mêmes induites par les directions préférentielles de lasage.

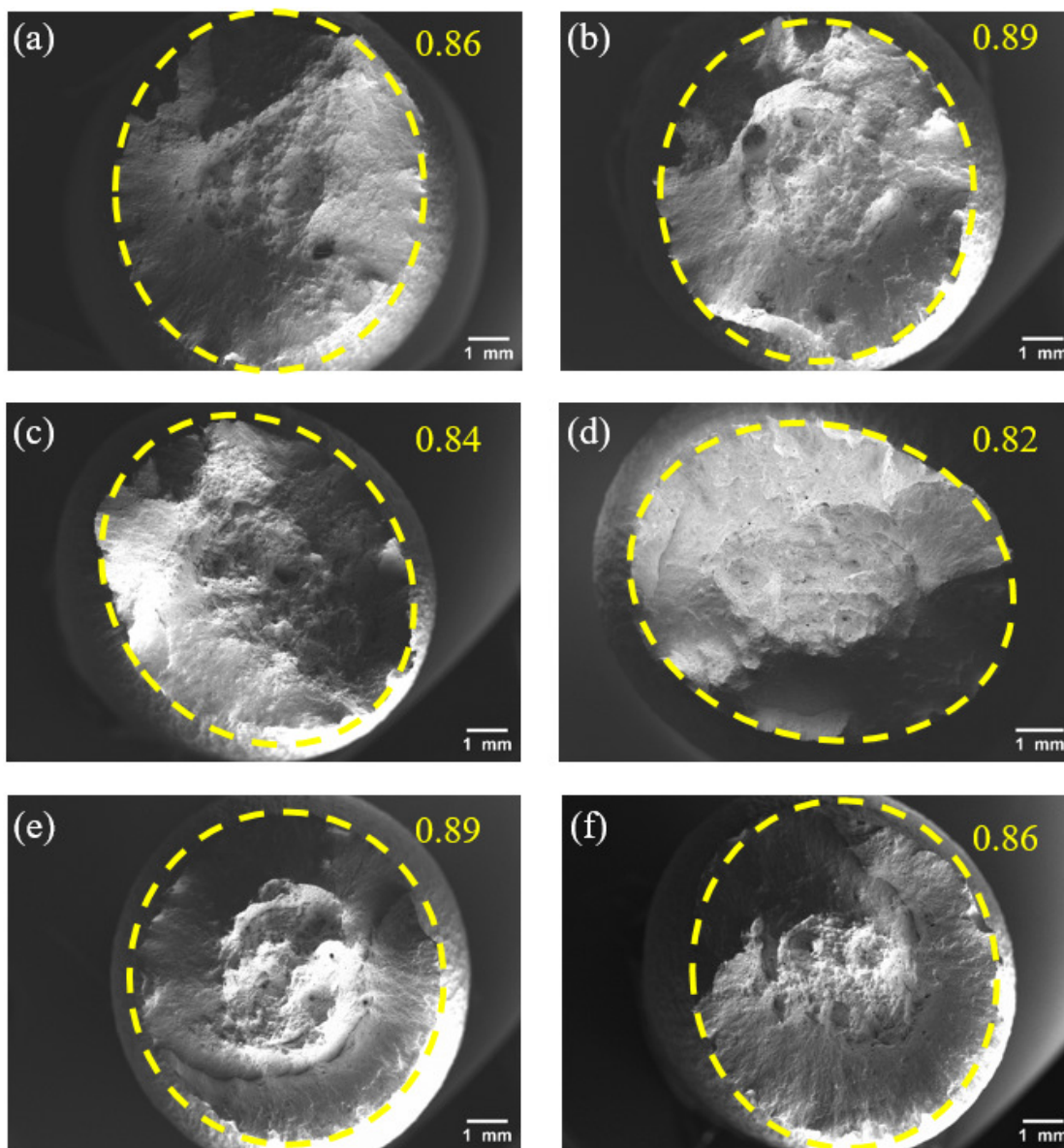


FIGURE 3.26 : Faciès de rupture des éprouvettes Rot à différents états de TThs : (a) AB, (b) 650°C, (c) 800°C, (d) 900°C, (e) 1000°C et (f) 1200°C. Le périmètre du faciès est repassé par les pointillés jaunes. L'indice écrit en jaune correspond au rapport entre le grand et le petit axe du faciès (A_r). Il caractérise l'anisotropie.

3.7.2.4 Conclusion sur l'impact des TThs sur le comportement mécanique de l'acier 316L LPBF

Finalement, cette partie consacrée au comportement mécanique de l'acier 316L LPBF a permis de montrer que :

- Le meilleur compromis résistance mécanique/ductilité est obtenu après un TTh de 500°C.
- Les structures de dislocations et/ou de micro-ségrégations sont majoritairement à l'origine des propriétés en traction élevées de l'acier 316L LPBF. Leur disparition est compensée par une augmentation des capacités d'écrouissage. Cette augmentation permet de conserver des résistances maximales élevées même après des TThs à haute température.
- La contribution des nano-oxydes à la limite d'élasticité diminue avec l'augmentation de la température.
- La phase σ n'a pas forcément un rôle néfaste sur l'allongement à rupture pour l'acier 316L LPBF.
- L'anisotropie de comportement induite par les stratégies de lasage n'est pas supprimée malgré des TThs à haute température. Ce résultat montre que cette anisotropie est causée par les grains, et très probablement leur orientation.

3.8 Conclusions du chapitre

Le but de ce chapitre était tout d'abord de trouver un TTh capable de relaxer la majeure partie des CRs tout en conservant le plus possible les caractéristiques de la microstructure as-built. Le TTh à 650°C est un bon compromis et sera donc utilisé pour traiter les éprouvettes de fatigue. Ensuite, devant les possibilités de contrôle microstructural aux échelles fines offertes par les TThs, une étude approfondie des effets des TThs sur la microstructure aux différentes échelles a été menée. En résulte les conclusions suivantes :

1. A l'échelle macroscopique

- La structure polycristalline (*ie* la taille et morphologie des grains) de l'acier 316L LPBF est stable sur la gamme de températures allant de l'état as-built à 1200°C. Cette stabilité accrue est associée à la présence de nano-oxydes qui ralentissent les mouvements de joints de grains via des mécanismes de type Zenner-pinning.
- Les marques de lasage disparaissent entre 800 et 1000°C. Leur disparition est liée à des processus de diffusion chimique se retrouvant aux échelles inférieures.

2. A l'échelle microscopique

- Les micro-ségrégations de Cr/Mo disparaissent aux alentours de 750°C. Leur disparition est intrinsèquement liée aux processus de diffusion qui sont activés sur ces gammes de températures. Ils entraînent la précipitation de phase σ aux joints de grains.
- Jusque-là, la précipitation de phase sigma n'était pas admise pour des TThs de seulement 2 heures. La présence de cette phase a été prouvée par identification chimique et cristallographique. Elle est liée au faible taux d'azote de la poudre utilisée. Avec l'augmentation de la température, la phase σ se dissout dans la matrice entre 1000 et 1200°C.
- Les cellules de dislocations grossissent entre 500 et 650°C. Ensuite, à partir de 600°C la densité de dislocations dans les parois cellulaires décroît. Il n'y a pas de température exacte de disparition du réseau cellulaire de dislocations mais plutôt une forte diminution de son intensité entre 600 et 900°C.

Un schéma récapitulatif des évolutions à l'échelle microscopique est disponible en figure 3.27.

3. A l'échelle nanoscopique

- La taille des nano-précipités, indépendamment de leur nature, augmente avec la température de traitement.
- Les nano-oxydes sont majoritairement de structure métastable rhodonite $MnSiO_3$ à l'état as-built. Ils sont de structure stable spinel $MnAl_2O_4$ après TThs à haute température. Cette transformation s'effectue de façon graduelle sur la gamme de TTh observée (500-1200°C) et est accompagnée d'un changement de forme des précipités (sphérique $\rightarrow$ prismatique).

Les évolutions de la microstructure aux échelles microscopiques et nanoscopiques ont été reliées au comportement mécanique quasi-statique (dureté et traction). Les principales

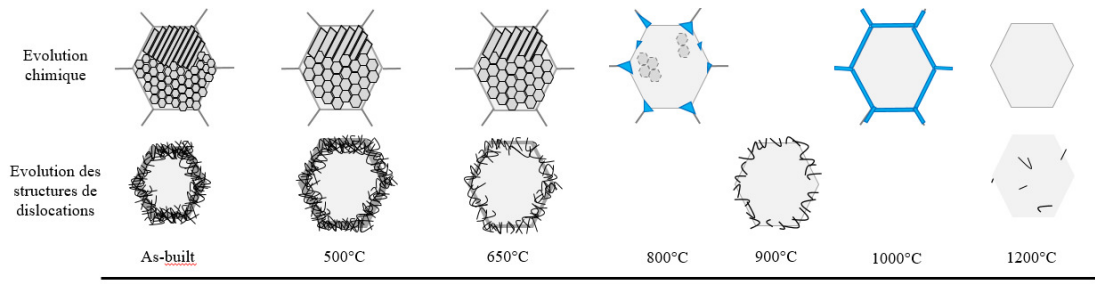


FIGURE 3.27 : Schéma récapitulant les évolutions chimiques et des structures de dislocations avec les TThs

conclusions suivantes peuvent être formulées :

- Le meilleur compromis résistance mécanique/ductilité est obtenu après un TTh de 500°C.
- Les structures de dislocations et/ou de micro-ségrégations sont majoritairement à l'origine des propriétés en traction élevées de l'acier 316L LPBF. Leur disparition est compensée par une augmentation des capacités d'écrouissage. Cette augmentation permet de conserver des résistances maximales élevées même après des TThs à haute température.
- La contribution des nano-oxydes à la limite d'élasticité diminue avec l'augmentation de la température.
- La phase σ n'a pas forcément un rôle néfaste sur l'allongement à rupture pour l'acier 316L LPBF.
- L'anisotropie de comportement induite par les stratégies de lasage n'est pas supprimée malgré des TThs à haute température. Ce résultat montre que cette anisotropie est causée par les grains, et très probablement leur orientation.

Cette étude a donc permis d'obtenir des éprouvettes avec différentes microstructures aux échelles microscopiques et nanoscopiques, qui induisent des modifications de propriétés macroscopiques. Le chapitre suivant sera l'occasion d'étudier l'effet des spécificités des microstructures de fabrication additive à différentes échelles sur le comportement en fatigue.

CHAPITRE 4

Comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF : effet des défauts et différentes échelles de la microstructure

*C'est une drôle de question, d'ailleurs, tu fais quoi dans la vie? Vous l'a-t-on déjà posée?
C'est une question qui vous donne la réelle impression que le seul fait de vivre ne suffit pas.*
— Romain Gary

Contents

4.1	Introduction	140
4.2	Matériaux et méthodes	141
4.2.1	Nuances retenues pour l'étude du comportement en fatigue	141
4.2.2	Présentation des essais	141
4.3	Comportement en fatigue oligocyclique	147
4.3.1	Impact des défauts	147
4.3.2	Impact de la microstructure polycristalline	151
4.3.3	Impact des traitements thermiques	152
4.3.4	Conclusion sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L LPBF	155
4.4	Impact des défauts sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles	156
4.4.1	Impact des gros manques de fusion	156
4.4.2	Impact des défauts de taille comparable à la taille des grains	165
4.5	Impact de la microstructure sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles en l'absence de gros défauts	171
4.5.1	Impact de la microstructure polycristalline et de la composition chimique	171
4.5.2	Impact des sous-structures induites par le procédé LPBF	178
4.6	Conclusions du chapitre	183

4.1 Introduction

Les chapitres 2 et 3 ont permis de sélectionner des lots d'éprouvettes utiles pour l'étude du comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF.

Plus précisément, dans le chapitre 2, le procédé LPBF a été utilisé pour fabriquer des éprouvettes montrant des microstructures et populations de défauts très variées à l'échelle du polycristal. Le comportement en fatigue de ces éprouvettes sera étudié dans le chapitre 4 afin de statuer sur l'influence des tailles de défauts vis-à-vis de différentes caractéristiques de la microstructure.

Le chapitre 3 a permis d'acquérir de nombreuses connaissances sur les évolutions microstructurales et les propriétés mécaniques quasi-statiques de l'acier 316L LPBF après TThs. Cette étude est étendue dans le chapitre 4 au comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF après TThs. Le but est d'identifier le rôle des différentes échelles de la microstructure vis-à-vis du comportement en fatigue.

L'objectif global de ce chapitre est de comprendre quelles sont les influences respectives des défauts, des grains et des réseaux de cellules de micro-ségrégations et/ou dislocations sur le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. Pour cela, une première partie présente les matériaux et méthodes utilisés. Ensuite, les résultats des essais réalisés dans le cadre de la fatigue oligocyclique sont présentés. Enfin, la partie principale de ce chapitre concerne l'étude du comportement en fatigue à grand nombre de cycles ainsi que l'analyse des mécanismes d'endommagement associés.

4.2 Matériaux et méthodes

4.2.1 Nuances retenues pour l'étude du comportement en fatigue

Dans ce chapitre des éprouvettes SR, Rot, P2, Chess, C3 et P4 seront utilisées pour étudier le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. Toutes ces éprouvettes seront utilisées à l'état détentionné (*ie* après TTh à 650°C). La figure 4.1 rappelle les microstructures polycristallines de ces différentes nuances.

De plus, des éprouvettes P2 à l'état as-built, traitées à 900°C et 1200°C sont utilisées pour étudier l'influence des TThs en l'absence de gros défauts. Des éprouvettes Chess traitées à 900°C sont utilisées pour étudier l'influence de TTh en présence de gros défauts. Le tableau 4.1 résume les états étudiés (au moins une fois dans le chapitre) des différentes éprouvettes. Le détail des populations de défauts, des microstructures aux différentes échelles ainsi que des propriétés mécaniques quasi-statiques des différentes éprouvettes est rappelé en annexe A.

		As-built	650°C	900°C	1200°C
Eprouvettes sans "gros" manques de fusion	SR		X		
	Rot		X		
	P2	X	X	X	X
Eprouvettes à "gros" manques de fusion	Chess		X	X	
	C3		X		
	P4		X		

TABLEAU 4.1 : États de traitements thermiques étudiés pour les différentes éprouvettes. Une croix symbolise que des éprouvettes de cet état sont étudiées à un moment du chapitre 4.

4.2.2 Présentation des essais

4.2.2.1 Fatigue oligocyclique

L'objectif de ces essais est double. D'une part, déterminer le comportement mécanique élastoplastique macroscopique de l'acier 316L LPBF lorsqu'il est soumis à une sollicitation cyclique afin d'identifier un modèle de comportement cyclique qui alimentera les simulations numériques. D'autre part, statuer sur l'effet des défauts et différences microstructurales à différentes échelles sur le comportement en fatigue à faible nombre de cycles.

Les éprouvettes utilisées sont les mêmes que pour les essais de traction (voir figure 4.2), à savoir des éprouvettes cylindriques à section circulaire de diamètre 6 mm et de longueur utile de 10 mm. Elles sont polies jusqu'à un état poli-miroir afin de s'affranchir de l'influence de l'état de surface. La séquence de polissage est la même que celle utilisée pour les analyses métallographiques, à savoir : papiers SiC 400, 800, 1200, 2400, 4000, solution diamantée 3 µm, puis 1 µm. Le polissage est réalisé à l'aide d'un tour de précision *Proxxon FD 150E*.

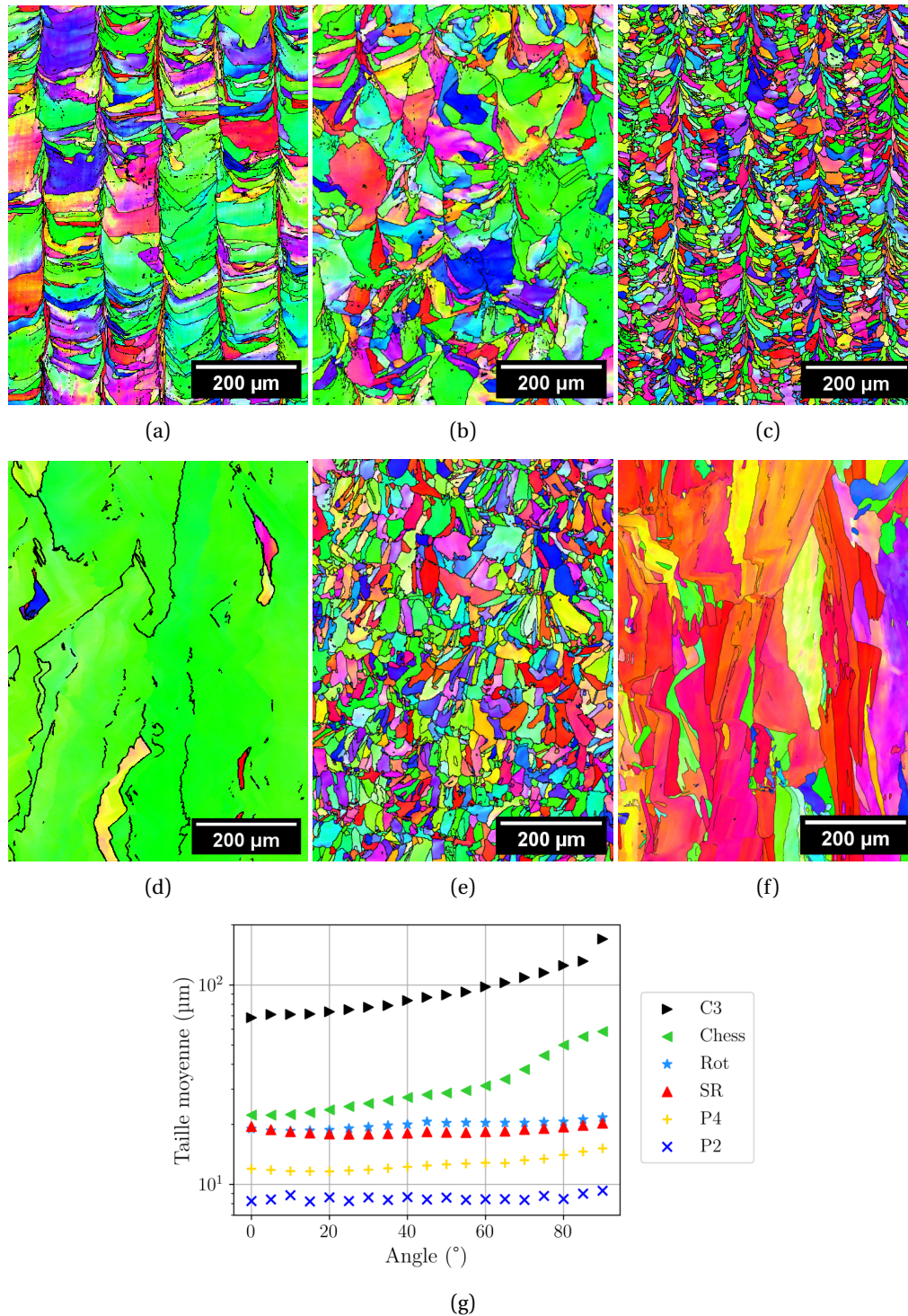


FIGURE 4.1 : Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) Rot, (c) P2, (d) C3, (e) P4 et (f) Chess. Des cartographies plus grandes sont disponibles en annexe A. D'autres plans d'analyses sont aussi disponibles. La figure (g) montre l'évolution de la taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0° = horizontal, 90° = vertical = BD)

Les essais sont effectués en traction/compression uni-axiale ($R = -1$) sur une machine servo-hydraulique *MTS Série 809 Axial/Torsional Test System* [141] équipée d'une cellule de charge de 10 kN (classe 0.5). Cette machine est située à l'I2M de Bordeaux. La déformation de la zone utile est mesurée par un extensomètre à couteaux ($l_0=10$ mm) et différents niveaux de déformation totale ont été imposés : 0.3 %, 0.5 % et 0.8 %. Le signal est triangulaire et des fréquences de sollicitation entre 0.5 et 2 Hz ont été testées. Aucune différence de comportement cyclique n'a été notée. Ainsi, la plupart des essais sont conduits à une fréquence de 1 Hz.

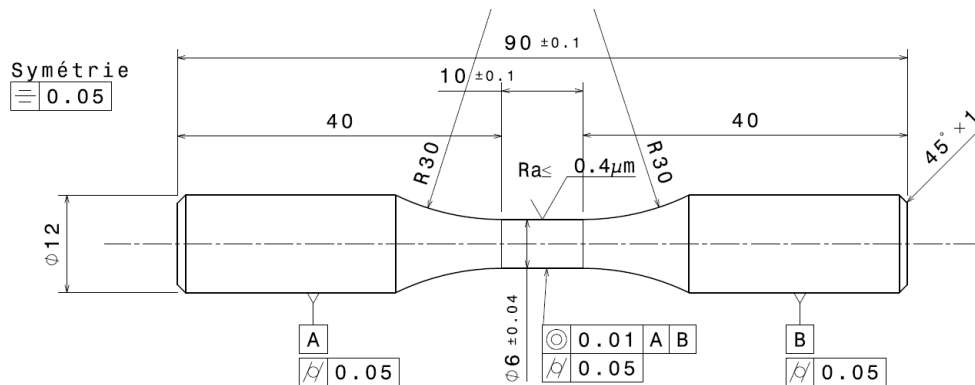


FIGURE 4.2 : Plan de l'éprouvette de traction et/ou fatigue sans méplat.

4.2.2.2 Fatigue à grand nombre de cycles

Essais classiques

L'objectif de ces essais est de déterminer la résistance en fatigue HCF de l'acier 316L LPBF pour différentes conditions d'élaboration et/ou de traitements thermiques. A travers cela, l'influence des défauts, des structures polycristallines et des échelles de microstructures inférieures sur la résistance en fatigue sera étudiée.

Les essais HCF ont été réalisés à l'air, en traction/compression uni-axiale ($R = -1$), à force imposée suivant un signal sinusoïdal, à une fréquence de 25 Hz sur la même machine que celle utilisée pour les essais oligocycliques. La température d'une éprouvette a été mesurée ponctuellement pendant un essai grâce à un thermomètre laser et une variation maximale de 5°C a été relevée. Une sollicitation à 25 Hz n'induit donc pas d'auto-échauffement pouvant modifier le comportement élastoplastique de l'acier. Les essais sont conduits jusqu'à rupture de l'éprouvette ou sont arrêtés à 10^6 cycles. Les éprouvettes non rompues après 10^6 cycles sont observées au MEB puis sont réutilisées à une contrainte plus élevée de 20 MPa; la réponse de ce type d'éprouvettes sera analysée séparément et appelée *éprouvettes reprises*. Elles ne sont pas indiquées sur les graphiques pour ne pas induire de confusion avec les essais menés sur éprouvettes saines.

Deux types d'éprouvettes ont été utilisés :

1. Des éprouvettes de fatigue classiques : les mêmes éprouvettes que pour les essais de fatigue oligocyclique et de traction (figure 4.2).
2. Des éprouvettes contenant un méplat (petite entaille cylindrique) au niveau de la zone utile (figure 4.3).

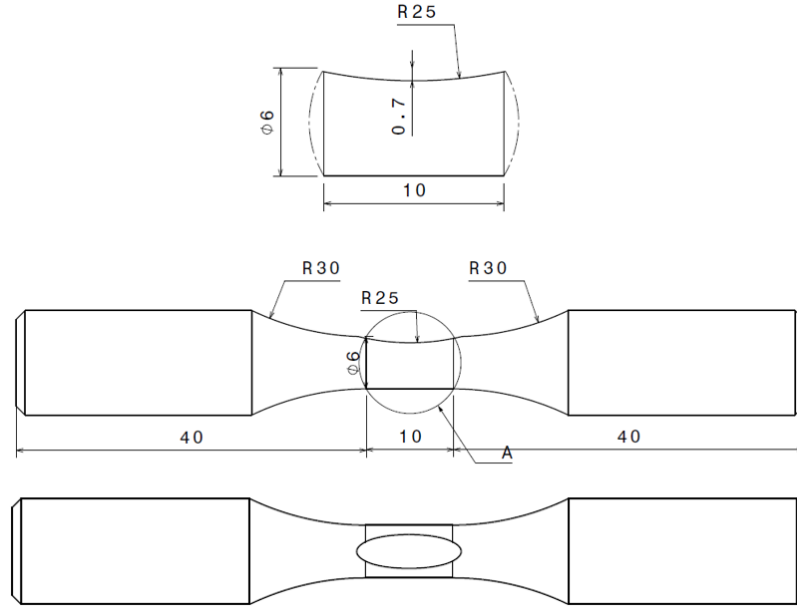


FIGURE 4.3 : Plan de l'éprouvette à méplat

Les éprouvettes avec et sans méplat sont toutes polies jusqu'à un état poli-miroir (voir séquence en section 4.2.2.1). Le polissage des éprouvettes sans méplat est effectué à l'aide d'un tour de précision tandis que celui des éprouvettes à méplat est effectué à la main.

Les éprouvettes à méplat ont été pensées afin de diminuer les risques d'amorçage de fissures de fatigue à partir de défauts [4]. En effet, en réduisant le volume sollicité grâce à une concentration de contrainte induite par le méplat, la probabilité de présence d'un défaut critique est plus faible. Un amorçage à partir de caractéristiques microstructurales (bandes de glissement, précipités, macles, *etc.*) est donc favorisé. De plus, la forme du méplat facilite les observations des éprouvettes après essais et permet une analyse fine de la microstructure post-mortem.

Une simulation numérique par éléments finis a été réalisée afin de déterminer l'état de contrainte induit par le méplat. Pour cela, l'éprouvette a été maillée sous Gmsh et la simulation numérique réalisée avec le logiciel Z-set. Un comportement élastique isotrope ($E = 194$ GPa, $\nu = 0.284$) a été associé au matériau et un chargement monotone en traction uni-axiale appliqué. L'hypothèse d'élasticité est validée puisque les essais de fatigue à grand nombre de cycles seront conduits à des contraintes inférieures à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. Le niveau de plasticité développé reste faible et ne modifie donc pas drastiquement les niveaux de contrainte en fond de méplat.

Les calculs ont permis de déterminer le facteur de concentration de contrainte, nommé K_{cc} , en tout point du méplat (figure 4.4). Dans notre cas, ce facteur est défini comme étant le rapport entre la contrainte locale au niveau d'un élément du maillage et la contrainte maximale d'une éprouvette sans méplat¹. Après chaque essai, les éprouvettes sont analysées afin de déterminer la zone exacte d'amorçage de la fissure et calculer la contrainte locale correspondante (en fonction de la position exacte de l'amorçage). En l'absence de fissure, la contrainte est évaluée en considérant la valeur de K_{cc} maximale, ie $K_{cc}^{max} = 1,4$.

¹ $\sigma_{sans-méplat} = F/S$, avec F la force appliquée, et S la section d'une éprouvette sans méplat

L'évolution de la contrainte en fonction de la profondeur sous le méplat est analysée en figures 4.4a (plan XY) et 4.4b (plan ZY) via l'analyse du paramètre K_{cc} . Elles montrent une diminution maximum du K_{cc} de l'ordre de 30% entre la surface et le coeur de l'éprouvette, soit un gradient de l'ordre de 25 MPa/mm pour une contrainte maximale de 200 MPa. La présence de ce gradient, pourrait diminuer la vitesse de propagation des fissures de fatigue et ainsi augmenter le nombre de cycles à rupture.

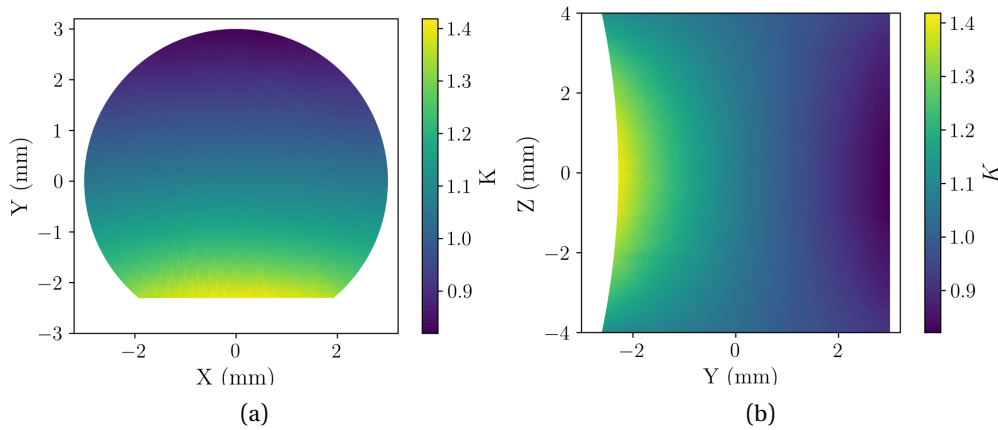


FIGURE 4.4 : Résultats de la simulation numérique illustrant la valeur du facteur de concentration de contrainte en tout point selon des coupes (a) XY et (b) YZ.

Une analyse préliminaire à notre étude est présentée dans les paragraphes suivants afin de statuer sur l'effet du méplat sur la résistance en fatigue. Pour cela, des essais de fatigue ont été conduits sur deux lots d'éprouvettes contenant des populations de manques de fusion très différentes. Les éprouvettes SR contiennent peu de défauts et ceux-ci sont petits alors que les éprouvettes Chess contiennent de nombreux et larges manques de fusion (voir 2.4). Quelle que soit le lot d'éprouvettes étudié, le méplat n'a pas d'effet significatif sur la durée de vie (figure 4.5).

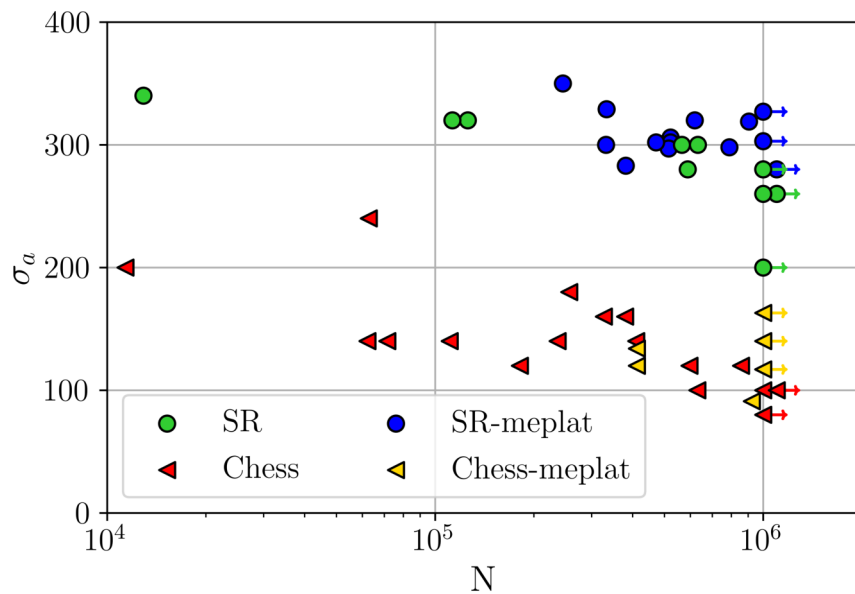


FIGURE 4.5 : Comparaison de l'effet du méplat sur la durée de vie en fatigue pour des lots d'éprouvettes avec peu (SR) ou beaucoup (Chess) de défauts

Pour les éprouvettes SR, une très légère amélioration de la durée de vie en fatigue (à iso-contrainte) se dessine. Ce résultat pourrait être la manifestation de l'effet de gradient induit par le méplat. Cependant, cet effet restant négligeable au vu de la dispersion des résultats, les points des éprouvettes SR avec et sans méplat seront confondus par la suite.

Concernant les éprouvettes contenant de nombreux manques de fusion (Chess), les 3 éprouvettes avec méplat rompues sont noyées dans le nuage de points des éprouvettes sans méplats. Seules les éprouvettes ayant atteint 10^6 cycles semblent indiquer une légère amélioration de la résistance en fatigue liée au méplat. Ceci s'explique assez simplement par la plus faible taille du volume sollicité par le méplat que lors de l'utilisation d'une éprouvette non entaillée. En effet, le volume dans lequel la contrainte correspond à plus de 80% de la contrainte imposée dans une éprouvette sans méplat correspond seulement à 27% du volume sollicité pour une éprouvette sans méplat. La présence du méplat réduit donc la probabilité de présence d'un défaut critique à une contrainte donnée. Cependant, en considérant à la fois les éprouvettes rompues et celles ayant atteint 10^6 cycles, l'effet du méplat reste faible en comparaison à la dispersion des résultats. Ainsi, les résultats des éprouvettes Chess avec et sans méplat seront confondus dans la suite de l'analyse.

Finalement, une comparaison entre éprouvettes du même lot avec et sans méplat ne montre pas de différences en termes de durée de vie une fois la contrainte locale corrigée. Outre le fait que les résultats d'éprouvettes avec et sans méplat puissent être comparés, ce résultat suggère deux conclusions :

- Soit le gradient de contrainte entre la surface et le coeur est trop faible pour avoir un effet significatif sur la durée de vie
- Soit la part de propagation dans la durée de vie totale est trop faible pour avoir un effet significatif sur celle-ci. Autrement dit, même si la vitesse de propagation est réduite via l'effet de gradient, cette réduction n'impacte que marginalement la durée de vie totale puisque la phase de propagation représente seulement 10-20% de la durée de vie en fatigue HCF [12].

En conclusion, le méplat permet d'obtenir une légère concentration de contraintes sans impacter significativement la durée de vie totale des éprouvettes (une fois la contrainte locale reconsidérée).

Essais interrompus

Des essais de fatigue HCF interrompus ont été réalisés afin d'étudier les cinétiques d'apparition des bandes de glissement persistantes. Toutes les caractéristiques de ces essais sont identiques à celles des essais HCF dits "classiques" présentés précédemment. Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes à méplat pour faciliter l'observation des bandes de glissement. La seule différence réside dans l'interruption des essais après un certain nombre de cycles pour permettre l'observation du méplat au MEB. Plus précisément, les éprouvettes sont tout d'abord observées au MEB avant essai. Elles sont ensuite montées dans la machine de fatigue, subissent un chargement de fatigue, l'essai est arrêté, elles sont démontées puis observées au MEB. Cette opération est répétée jusqu'à rupture de l'éprouvette.

Ces essais étant fortement chronophages, ils n'ont été réalisés que pour comparer des éprouvettes bien précises. En particulier, l'effet des TThs a été étudié en comparant les évolutions d'éprouvettes P2 à différents états de TThs. D'autre part, l'effet de la microstructure polycristalline a été étudié en comparant les évolutions d'éprouvettes SR et P2 (état 650°C).

4.3 Comportement en fatigue oligocyclique

Cette première partie est dédiée à la fatigue oligocyclique (ou *Low Cycle Fatigue*, LCF) de l'acier 316L LPBF. Ces essais ont deux objectifs :

1. Étudier l'influence des défauts, de la microstructure polycristalline et des sous-structures induites par le procédé sur le comportement en fatigue oligocyclique
2. Générer des données expérimentales pour optimiser la loi matériau utilisée en simulation numérique (voir chapitre 5)

Dans un premier temps, l'impact des défauts de manques de fusion sur la durée de vie en fatigue oligocyclique est discuté. Ensuite, le comportement cyclique et son évolution au regard des caractéristiques microstructurales sont étudiés. Dans cette partie, le comportement des éprouvettes Chess n'est pas étudié.

4.3.1 Impact des défauts

4.3.1.1 Sur la durée de vie en fatigue oligocyclique

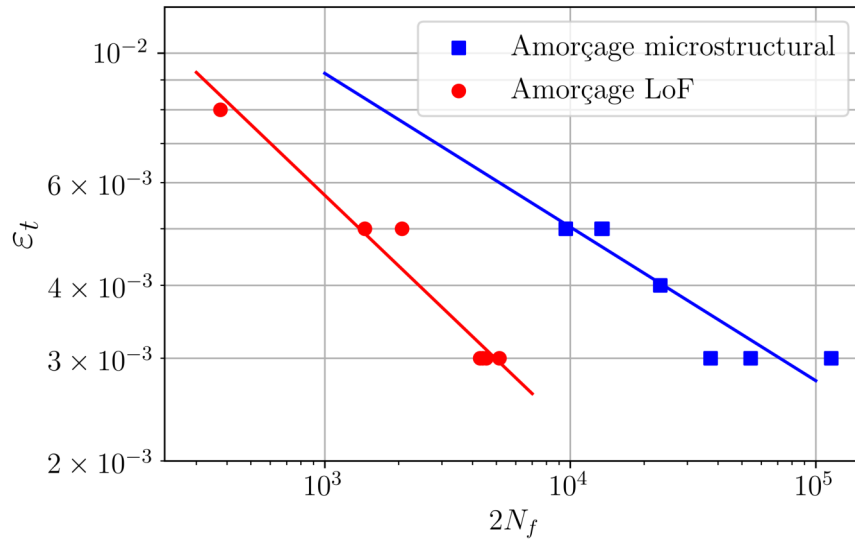
Tout d'abord, la durée de vie totale en fatigue oligocyclique est étudiée. Afin de comparer les données obtenues en fonction des mécanismes d'amorçage, les surfaces de rupture ont été systématiquement observées au MEB. Les résultats d'essais ont été regroupés par mécanisme, essentiellement, amorçage sur microstructure et sur manque de fusion (figure 4.6a). L'analyse des faciès de rupture révèle des amorçages multiples indépendamment du mécanisme d'amorçage (figures 4.6b et 4.6c), caractéristiques de la fatigue oligocyclique pour l'acier 316L LPBF ([34], [243]).

Comme le montre la figure 4.6, la présence de gros manques de fusion réduit la durée de vie en fatigue oligocyclique pour l'acier 316L. Les manques de fusion ont deux rôles néfastes sur le comportement en fatigue : ils réduisent la section portante et donc augmentent la contrainte moyenne et ils concentrent localement les contraintes et déformations. On observe une différence de durée de vie d'un ordre de grandeur entre les deux populations d'éprouvettes. Ainsi, la déformation plastique cumulée nécessaire à l'amorçage et la propagation d'une fissure de fatigue est plus élevée en l'absence de gros défauts. Ce résultat est vraie indépendamment de la microstructure puisque les points du graphique 4.6a proviennent de différentes nuances.

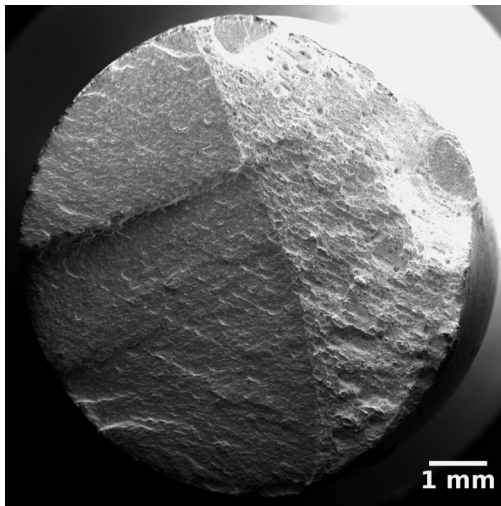
Plus précisément, l'effet des défauts sur la durée de vie est d'autant plus marqué que la déformation imposée est faible. Autrement dit, les défauts réduisent la durée de vie de façon plus conséquente à faible niveau de contrainte.

4.3.1.2 Sur le comportement cyclique de l'acier 316L LPBF

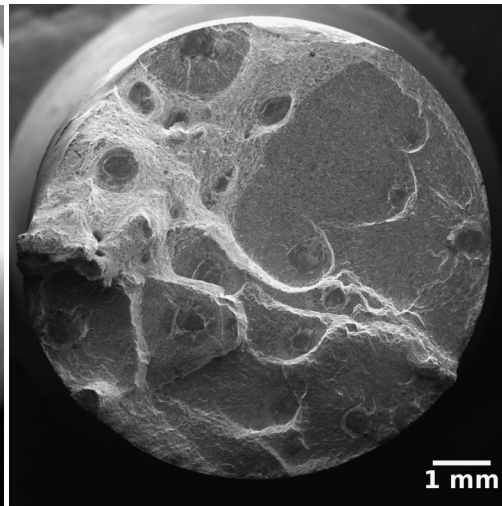
La figure 4.7 rassemble les boucles $\sigma - \varepsilon$ à mi-durée de vie des éprouvettes C3, P4, SR et P2 pour des niveaux de sollicitations de $\varepsilon_t = \pm 0.3\%$ (figures 4.7a et 4.7a) et $\varepsilon_t = \pm 0.5\%$ (figures 4.7c et 4.7d). Pour les deux niveaux de sollicitations considérés, le comportement des éprouvettes C3 et P4 (contenant de larges manques de fusion) est proche de celui des éprouvettes SR (ne contenant pas de larges manques de fusion). En conséquence, les larges manques de fusion n'ont pas d'impact significatif sur le comportement à mi-durée de vie.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.6 : (a) Évolution du nombre de cycles à rupture en fonction de la déformation totale imposée, (b) Exemple d'un faciès de rupture d'une éprouvette n'ayant pas amorcé sur un manque de fusion (bleu sur le graphique), et (c) Exemple d'un faciès de rupture d'une éprouvette ayant rompu à partir de manque de fusion.

Cependant, la partie précédente a montré que la durée de vie des éprouvettes à défauts (C3,P4) est bien moindre que celle des éprouvettes sans défauts (P2,SR). Le cycle à mi-durée de vie ne correspond donc pas au même nombre de cycles dans les deux cas. Par exemple, pour $\varepsilon_t = \pm 0.3\%$ (figures 4.7a et 4.7a), les cycles de mi-durée de vie des éprouvettes C3 et P4 sont respectivement les cycles 1288 et 2180 contre les cycles 10206 et 13557 pour P2 et SR. Il faut donc s'intéresser à l'évolution de la réponse en fatigue oligocyclique de ces différentes éprouvettes pour poursuivre l'étude de l'impact des défauts.

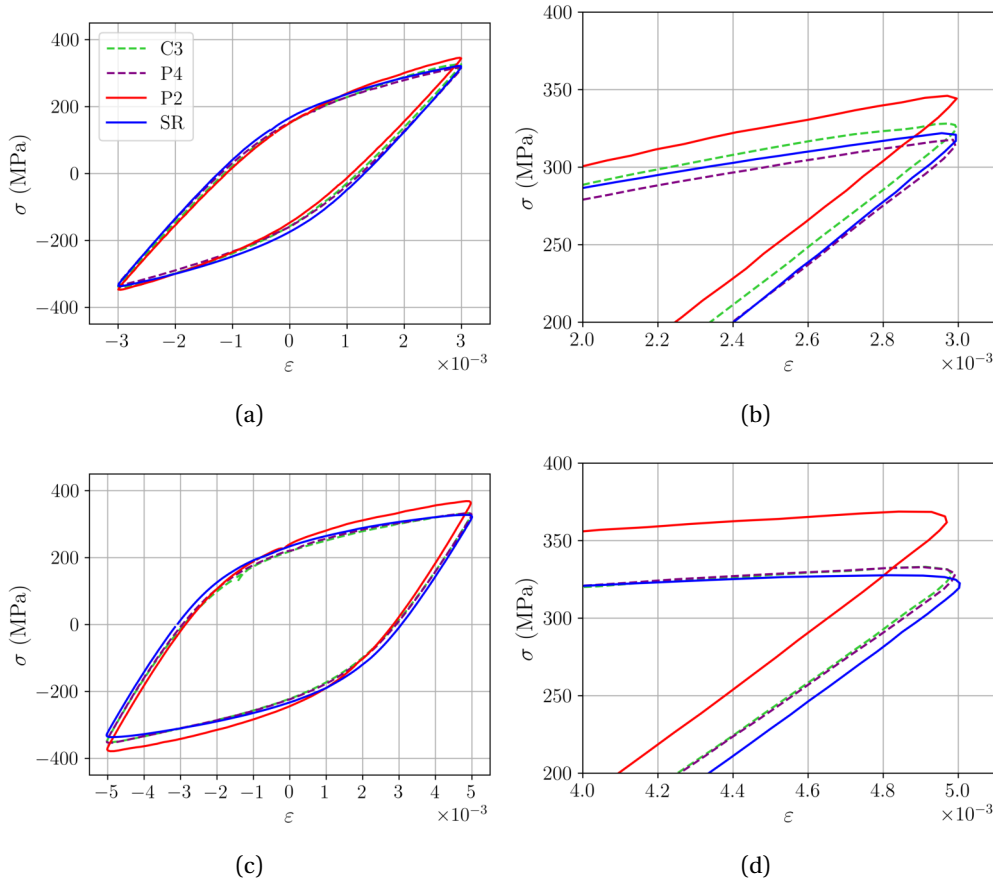


FIGURE 4.7 : Boucles $\sigma - \varepsilon$ de fatigue oligocyclique à demi-vie pour : (a) $\varepsilon_t = \pm 0.3\%$, (b) zoom de la figure (a), (c) $\varepsilon_t = \pm 0.5\%$ et (d) zoom de la figure (c). Les traits en tirets représentent les éprouvettes contenant de larges manques de fusion.

4.3.1.3 Sur l'évolution du comportement cyclique de l'acier 316L LPBF

La figure 4.8 montre l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ pour les éprouvettes C3, P4, P2 et SR.

Tout d'abord, un pic de durcissement est atteint globalement pour le même nombre de cycles (≈ 30 cycles) pour toutes les éprouvettes, qu'elles contiennent de larges défauts (C3, P4) ou non (P2, SR). Ce durcissement n'est pas observable pour l'éprouvette du lot C3, mais ceci est uniquement dû à un problème de contrôle de la déformation par la machine de fatigue (consigne en déformation $< \pm 0.3\%$ sur les 50 premiers cycles).

Le durcissement observé est de l'ordre de 15 MPa pour toutes les éprouvettes². La présence de larges manques de fusion ne modifie pas l'amplitude et la cinétique du durcissement. Dans la littérature, pour l'acier 316L LPBF aucun durcissement n'est communément observé [34], [243]. Ceci étant expliqué par la forte densité de dislocation dans les éprouvettes à l'état as-built. Dans notre cas, les densités de dislocations ont été déterminées expérimentalement et sont situées parmi les valeurs les plus faibles de la littérature (voir 3.5.2). De plus, le TTh de détentionnement à 650°C réalisé sur nos éprouvettes avant essais oligocycliques réduit aussi, légèrement, les densités de dislocations (voir 3.15a). Ainsi le

²Excepté pour C3, mais c'est uniquement dû à un problème d'asservissement

matériau n'étant pas saturé en dislocations, des sources de dislocations peuvent s'activer sous l'effet de la déformation et donc induire un léger durcissement lors des premiers cycles.

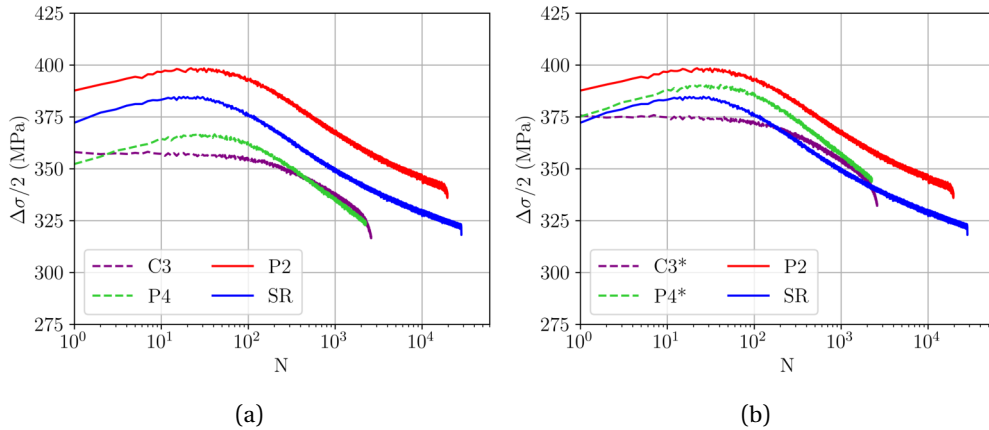


FIGURE 4.8 : (a) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (b) avec la prise en compte de la surface portante réelle pour C3 et P4. Les traits en tirets représentent les éprouvettes contenant de larges manques de fusion.

Ensuite, l'amplitude de contrainte suit une décroissance logarithmique de l'ordre de 25 MPa/décades pour toutes les éprouvettes. La présence de larges manques de fusion ne modifie pas la cinétique d'adoucissement. Étant donné les plus grandes durées de vie observées pour les éprouvettes sans gros manques de fusion (P2, SR), leur adoucissement total ($=\sigma_{max} - \sigma_{rupture}$) est plus prononcé que pour les éprouvettes à défauts (P4, C3). L'amplitude de l'adoucissement est donc diminuée par la présence des larges manques de fusion dans les éprouvettes C3 et P4. Yu et al. [243] attribuent cet adoucissement aux mouvements des dislocations : ces dernières se décrochent des parois cellulaires sous l'effet de la contrainte et se déplacent sous la forme de glissement planaire, d'où l'adoucissement. D'autres auteurs attribuent l'adoucissement à une augmentation des tailles de cellules de dislocations, ou encore à une évolution des orientations cristallographiques lors du chargement [34]. Cependant, cette dernière hypothèse ne semble pas confirmée par nos résultats puisque les taux d'adoucissement sont semblables pour des orientations cristallographiques très différentes (entre C3 et P4 par exemple). Ainsi, il est bien plus probable que l'adoucissement soit une conséquence de l'évolution des structures et de la densité de dislocations au cours du cyclage.

Enfin, à iso-durée de vie, les contraintes atteintes par les éprouvettes sans défauts (P2, SR) sont supérieures à celles des éprouvettes à manques de fusion (C3, P4). Comme cela a été démontré pour les essais de traction dans le chapitre 2 avec les éprouvettes Chess (section 2.5.2.2), les différences de contraintes observées entre les éprouvettes contenant et ne contenant pas de larges manques de fusion sont dues à la réduction de surface portante induite par les manques de fusion. La densité surfacique de défauts de l'éprouvette P4 utilisée pour cet essai est de l'ordre de 6% (image du faciès en figure 4.6c) tandis qu'elle est de 5% pour l'éprouvette C3. L'amplitude de contrainte a été corrigée par la surface portante réelle pour ces deux éprouvettes et les courbes résultantes sont affichées en figure 4.8b. Cette figure montre que, une fois la surface portante réelle considérée, les niveaux d'amplitudes de contraintes des éprouvettes contenant de larges manques de fusion sont équivalents à ceux des éprouvettes n'en contenant pas.

Pour résumer l'influence des défauts, les conclusions suivantes peuvent être formulées :

- Les larges manques de fusion ne modifient ni l'amplitude ni la cinétique du durcissement observé sur les premiers cycles du chargement.
- Ils ne modifient pas non plus la cinétique de l'adoucissement observé ensuite.
- En revanche, à cause d'une durée de vie totale plus faible, leur présence réduit l'amplitude de l'adoucissement.
- Enfin, l'amplitude de contrainte à iso-durée de vie est réduite par la présence de larges manques de fusion. Cet effet s'explique simplement par une réduction de la surface portante.

4.3.2 Impact de la microstructure polycristalline

Après avoir étudié l'impact des défauts, cette partie s'attelle à analyser l'effet de la microstructure à l'échelle du polycristal sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L LPBF. L'impact de la microstructure polycristalline est discuté en comparant d'une part les réponses des éprouvettes C3 et P4 entre elles et d'autre part les éprouvettes P2 et SR entre elles. La première comparaison renseigne sur l'effet de la microstructure polycristalline en présence de défauts et la seconde sur le même effet mais en l'absence de défauts.

Malheureusement, les éprouvettes P2 et SR (resp. C3 et P4) ne sont pas fabriquées avec la même poudre. Ainsi, l'effet de la composition chimique de la poudre ne peut pas être découlé de celui de la microstructure polycristalline.

4.3.2.1 Sur la durée de vie en fatigue oligocyclique

Le tableau 4.1 renseigne sur les durées de vie des éprouvettes C3, P4, P2 et SR utilisées pour les essais oligocycliques. Premièrement, assez peu de différences sont notables entre les éprouvettes C3 et P4. Les tendances entre les deux niveaux de déformations sont inversées, ce qui suggère que les évolutions ne sont pas significatives. Pourtant, de fortes différences d'orientations cristallines et de tailles de grains existent entre ces deux lots d'éprouvettes. Cette première comparaison montre donc que les populations de défauts gouvernent la durée de vie en fatigue oligocyclique peu importe la microstructure polycristalline.

	C3	P4	P2	SR
$\varepsilon_t = \pm 0.3\%$	$2,6 \cdot 10^3$	$4,4 \cdot 10^3$	$2,0 \cdot 10^4$	$2,7 \cdot 10^4$
$\varepsilon_t = \pm 0.5\%$	$2,5 \cdot 10^3$	$1,4 \cdot 10^3$	$5,2 \cdot 10^3$	$6,7 \cdot 10^4$

TABLEAU 4.2 : Durées de vie en fatigue oligocyclique (en nombre de cycles)

De même, en l'absence de larges manques de fusion, les durées de vie des éprouvettes SR et P2 sont relativement proches. La microstructure à l'échelle du polycristal n'induit pas de modification forte de la durée de vie. Des essais supplémentaires seraient nécessaires pour statuer sur des effets plus faibles. En effet, on observe une augmentation de la durée de vie des éprouvettes SR de l'ordre de 30% par rapport aux éprouvettes P2, mais le faible nombre d'éprouvettes ne permet pas de conclure sur des évolutions si faibles.

Finalement, la microstructure polycristalline n'a donc que peu d'effet sur la durée de vie des éprouvettes.

4.3.2.2 Sur le comportement cyclique de l'acier 316L LPBF et son évolution

La figure 4.7 montre que les contraintes maximum et minimum du cycle à mi-durée de vie de l'éprouvette P2 sont supérieures à celles de l'éprouvette SR pour les deux niveaux de déformation étudiés. De même, la figure 4.8 confirme que l'amplitude de contrainte de P2 est supérieure de 16 MPa en moyenne³ par rapport à celle de SR.

La différence de niveaux de contrainte entre SR et P2 ne s'explique pas par les populations de défauts. En effet, pour ces deux lots d'éprouvettes le taux de défauts est faible, ceux-ci ne peuvent donc pas réduire la surface portante de manière significative.

En regardant les courbes de traction (chapitre 2, 2.26), il s'avère que les limites d'élasticité des lots SR et P2 sont proches. Cependant, la résistance maximale à la traction est environ 50 MPa plus élevée pour P2 que pour SR. Elle est atteinte pour le même niveau de déformation. Par conséquent, l'écrouissage monotone est plus important pour P2 que pour SR. Les contraintes supérieures des éprouvettes P2 aux éprouvettes SR lors des essais oligocycliques sont donc probablement reliées à ces différences d'écrouissage déjà observées sur les courbes de traction. Cependant, la cause microstructurale de ces différences d'écrouissage n'est pas clairement identifiée.

Les différences d'écrouissage monotone et de comportement cyclique pourraient provenir des différences d'orientations et/ou de tailles de grains entre les lots P2 et SR. En effet, dans la littérature il a déjà été montré que la texture joue un rôle prépondérant sur les capacités d'écrouissage de l'acier 316L LPBF ([226], [104]). De plus, des différences de tailles de grains influent sur les capacités d'écrouissage en modifiant le libre parcours moyen des dislocations. A ce stade, il n'est pas possible de statuer sur la contribution de ces deux paramètres.

Enfin, la comparaison des éprouvettes C3 et P4 ne montre pas de différence de comportement significative. Pourtant, de fortes différences d'orientations cristallines et de tailles de grains existent entre ces deux lots d'éprouvettes. Ces différences sont encore plus marquées qu'entre les éprouvettes SR et P2, et malgré cela, le comportement des éprouvettes C3 et P4 est globalement identique en termes d'amplitude de contrainte 4.8 et de contraintes maximum atteintes (figure 4.7). Cette observation suggère donc que les larges manques de fusion masquent un possible effet de microstructure polycristalline.

Pour résumer, à propos de l'impact de la microstructure polycristalline, les conclusions suivantes peuvent être formulées :

- La durée de vie n'est pas affectée de façon significative par les modifications de tailles de grains et/ou des orientations cristallines
- La microstructure polycristalline n'impacte pas les cinétiques et amplitudes de durcissement et d'adoucissement
- En revanche, en l'absence de défauts, elle influe sur les niveaux de contraintes maximums (resp. minimum) atteints. Cet effet est attribué à des différences d'écrouissage entre les différentes microstructures.

4.3.3 Impact des traitements thermiques

Dans cette partie, sont comparées des éprouvettes P2 à différents états de traitement thermique : 650°C, 900°C et 1200°C. L'objectif est de comprendre l'influence de la

³Écart moyen calculé sur l'ensemble de la durée de vie

microstructure aux échelles micrométriques et nanométriques sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L LPBF. En effet, le chapitre 3 a révélé que les TThs sont particulièrement adaptés pour modifier ces échelles de microstructure.

4.3.3.1 Sur la durée de vie en fatigue oligocyclique

Premièrement, le tableau 4.3 compare la durée de vie des éprouvettes après différents TThs. L'augmentation de la température de traitement entraîne un accroissement de la durée de vie en fatigue oligocyclique. Cette augmentation est d'autant plus intense que la température de traitement est élevée (>+200% entre 650 et 1200°C contre +46% entre 650 et 900°C). L'essai sur l'éprouvette traitée à 1200°C n'a pas été mené à rupture.

	650°C	900°C	1200°C
$\varepsilon_t = \pm 0.3\%$	2, 0.10 ⁴	X	> 6, 1.10 ⁴
$\varepsilon_t = \pm 0.5\%$	5, 2.10 ³	7, 6.10 ³	X

TABLEAU 4.3 : Durées de vie en fatigue oligocyclique (en nombre de cycles). Les X représentent une absence de données.

Macroscopiquement, après TThs, la ductilité augmente tandis que la limite d'élasticité diminue (voir chapitre 2, section 2.5.2.2). En conséquence, pour une même déformation imposée⁴, la contrainte est plus faible après TThs. Autrement dit, la déformation macroscopique imposée est mieux accommodée par le matériau et, en conséquence, la durée de vie est accrue.

4.3.3.2 Sur le comportement cyclique de l'acier 316L LPBF et son évolution

Niveaux de contrainte

La figure 4.8 confirme que, pour une déformation imposée, l'augmentation de la température de TTh entraîne une diminution des contraintes maximum (resp. minimum) et donc une diminution de l'amplitude de contrainte. Cet écart de contrainte est quatre fois plus élevé après le TTh à 1200°C ($\Delta(\Delta\sigma/2) \approx 100$ MPa) plutôt qu'après celui à 900°C ($\Delta(\Delta\sigma/2) \approx 25$ MPa). Cette diminution de contrainte effective justifie l'augmentation de durée de vie.

Le durcissement de l'acier 316L LPBF est principalement expliqué par deux contributions : un durcissement lié aux dislocations, et un durcissement lié aux nano-oxydes (voir chapitre 3, section 3.7.2.2). Les diminutions de contraintes entre les états 650, 900 et 1200°C s'expliquent donc par des variations de ces contributions microstructurales.

Entre 650 et 900°C, la diminution de la contrainte effective est expliquée par un accroissement de la ductilité et une diminution de la résistance d'élasticité liés à la disparition des cellules de dislocations et/ou micro-ségrégations. En revanche, la contribution des nano-oxydes reste comparable entre ces deux états.

Entre 650 et 1200°C, une recristallisation est observée pour la nuance P2. Suite à la recristallisation, les densités de dislocations dans les grains recristallisés sont bien inférieures à celles avant recristallisation. En conséquence, le durcissement lié aux dislocations devient faible après TTh à 1200°C pour cette microstructure. De plus, la taille des nano-oxydes

⁴Suffisante pour que $\sigma > \sigma_{el}^{initial}$

augmente fortement entre 900 et 1200°C, ceci réduisant leur contribution au durcissement mécanique. Ces deux modifications microstructurales expliquent la forte diminution de contrainte après TTh à 1200°C observée lors des essais de fatigue oligocyclique.

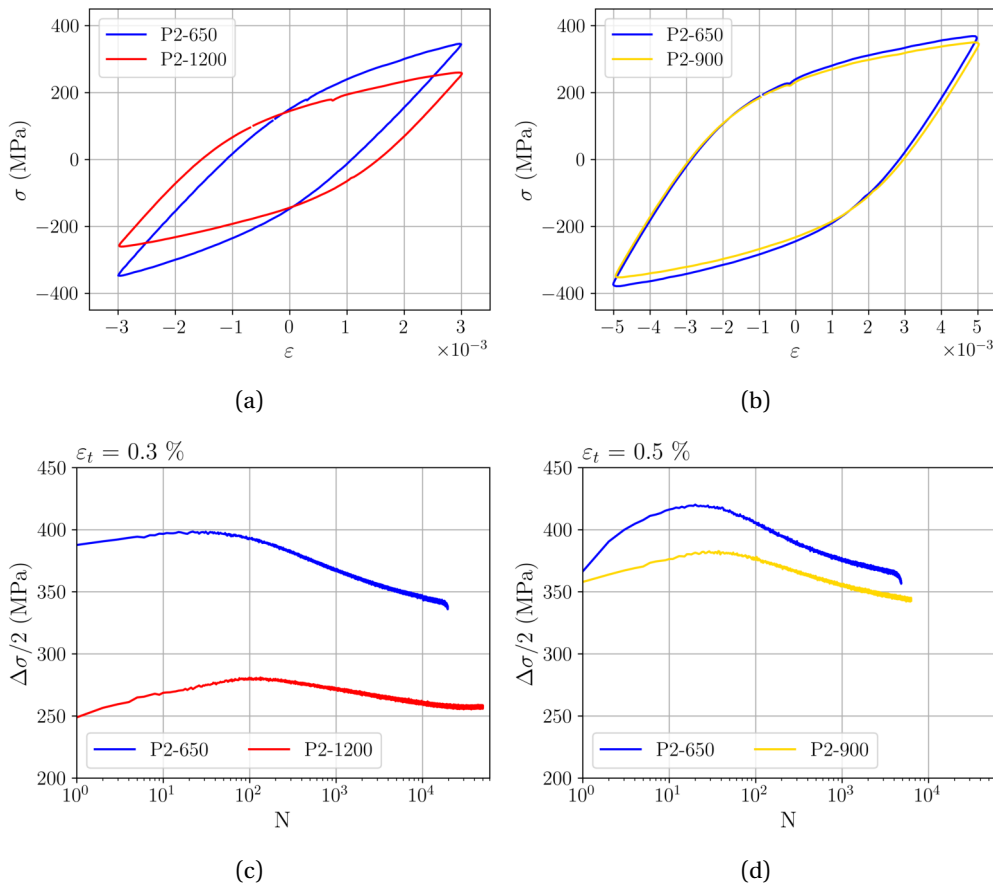


FIGURE 4.9 : Boucles $\sigma - \varepsilon$ de fatigue oligocyclique à demi-vie à pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (b) de $\pm 0.5\%$. (c) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour une déformation totale imposée de $\pm 0.3\%$ et (d) de $\pm 0.5\%$

Cinétiques et amplitudes d'adoucissement et durcissement

Assez étonnamment, le durcissement lors des premiers cycles est supérieur pour l'éprouvette traitée à 650°C comparé à celle traitée à 900°C (figure 4.9b). Au contraire, le durcissement de l'éprouvette traitée à 1200°C est plus important que celui de l'éprouvette traitée à 650°C. Dans la littérature, une diminution des densités de dislocation à l'état initial permet généralement un durcissement plus élevé lors des premiers cycles : c'est par ce mécanisme que sont notamment expliquées les différences d'amplitudes de durcissement entre acier 316L conventionnel et LPBF [34]. Les résultats de la figure 4.9 ne permettent pas de conclure quant à l'évolution du durcissement avec la température de TTh.

Concernant l'adoucissement, la cinétique d'adoucissement observée pour toutes les éprouvettes traitées à 650°C (25 MPa/décade) est conservée après TTh à 900°C. La disparition des micro-ségrégations, la précipitation de phase σ et la diminution de densité de dislocations n'affectent donc pas (ou peu) la cinétique d'adoucissement. D'après [243], l'adoucissement est principalement relié à la mise en mouvement, par glissement planaire, des dislocations bloquées aux joints de cellules. Ce résultat suggère donc que les micro-ségrégations ainsi que les phases σ n'interagissent que peu avec les dislocations.

Autrement, cette modification microstructurale marquée entre 650 et 900°C aurait modifié la cinétique d'évolution de l'adoucissement.

Enfin, la figure 4.9a montre que l'adoucissement après TTh à 1200°C est plus lent ($\approx 10\text{-}15\text{ MPa/décade}$). Bien que ce ralentissement ne puisse être expliqué, il est très probable que celui-ci soit due à la recristallisation ayant lieu entre 900 et 1200°C. L'amplitude d'adoucissement ne peut être commentée puisque l'essai n'a pas été mené à rupture.

Les évolutions des cinétiques d'adoucissement et durcissement sont observées seulement sur une éprouvette par état et par niveau de déformation. Il paraît donc délicat de conclure avec ces seules observations sur ce point. Des essais supplémentaires auraient été souhaitables afin d'investiguer plus en profondeur l'évolution du comportement cyclique en fonction des TThs, notamment pour expliquer les variations de comportement en fatigue à grand nombre de cycles (voir par la suite, section 4.5.2).

Pour résumer, à propos de l'impact des traitements thermiques, seules les conclusions suivantes peuvent être formulées :

- La durée de vie augmente significativement lorsque la température de TThs augmente
- Les niveaux de contrainte diminuent avec l'augmentation de la température de TThs. Cet effet est très marqué entre 900°C et 1200°C : il est attribué à la forte diminution de densité de dislocations (lié à la recristallisation) ainsi qu'à l'augmentation de taille des nano-oxydes. On retrouve ce résultat aussi en traction monotone (voir annexe E, section E.2)

4.3.4 Conclusion sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L LPBF

Cette première partie, avait deux objectifs : d'une part générer des données expérimentales pour optimiser la loi matériau utilisée en simulation numérique, et d'autre part, étudier l'influence des défauts, de la microstructure polycristalline et des sous-structures induites par le procédé sur le comportement en fatigue à faible nombre de cycles.

Les conclusions relatives à cette étude sont les suivantes :

- Les défauts de manques de fusion réduisent la durée de vie en fatigue oligocyclique. De plus, ils augmentent la contrainte effective dans l'éprouvette en diminuant la surface portante mais ne modifient pas les cinétiques et amplitudes de durcissement et adoucissement.
- La microstructure polycristalline n'a que peu d'effets sur le comportement en fatigue oligocyclique. Elle modifie cependant les niveaux de contraintes. Cette modification n'a pas pu être reliée à une caractéristique microstructurale des éprouvettes mais est attribuée à des différences d'écrouissages.
- La microstructure aux échelles inférieures impacte la durée de vie et les niveaux de contraintes. Lorsque la température de TTh augmente, les niveaux de contraintes diminuent et la durée de vie augmente. Ces effets sont attribués à la diminution des densités de dislocations et, entre 900 et 1200°C uniquement, à une augmentation de taille des nano-oxydes.

4.4 Impact des défauts sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles

Après avoir étudié le comportement en fatigue à faible nombre de cycles, cette partie s'intéresse naturellement au comportement à grand nombre de cycles.

4.4.1 Impact des gros manques de fusion

Les gros défauts sont définis comme des défauts dont la taille est supérieure à 100 μm . Le paramètre de taille peut être défini comme étant la racine de l'aire projetée dans le plan de contrainte maximale $\sqrt{\text{aire}}$, ou comme son diamètre de Feret D_{Ferret} ⁵.

4.4.1.1 Influence de la microstructure polycristalline

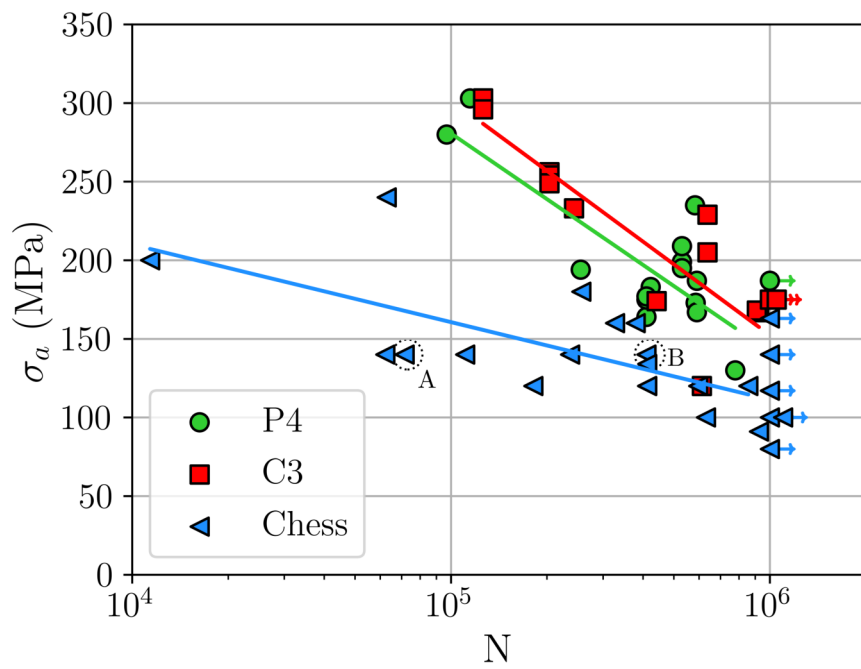
Cette partie vise à comprendre comment la taille de grains influence ou non la résistance en fatigue en présence de défauts de taille supérieure à la taille de grains. Les éprouvettes Chess, C3 et P4 uniquement sont utilisées.

Tout d'abord, comme le suggère la figure 4.10a, la présence de gros manques de fusion réduit de façon considérable la résistance en fatigue. Pour rappel, ces différentes éprouvettes montrent des microstructures très différentes à l'échelle du polycristal en termes de taille de grains, morphologie des grains et orientations cristallines (voir figure 4.1). De plus, les tailles de cellules de micro-ségrégation des éprouvettes C3 sont de tailles supérieures à celles des autres lots d'éprouvettes (env. 0.6 μm contre 0.4 μm , voir chapitre 2, section 2.5.1). Malgré ces différences microstructurales, comme le montre la figure 4.10, les durées de vie en fatigue des lots C3 et P4 sont très proches. La résistance en fatigue des éprouvettes Chess est quant à elle inférieure aux C3 et P4.

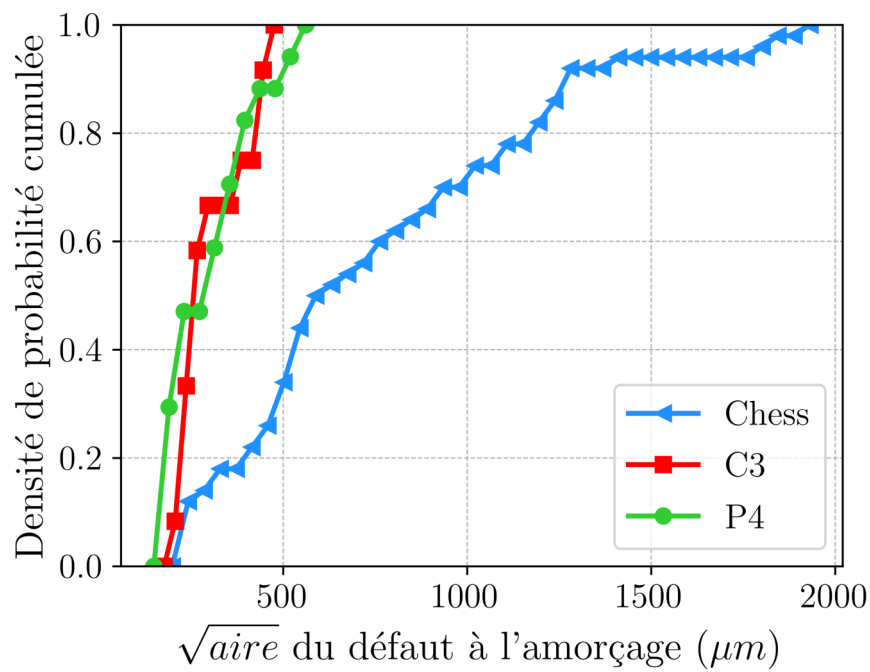
L'analyse des faciès de rupture a permis de déterminer l'origine des fissures de fatigue. Pour ces 3 lots d'éprouvettes, toutes les fissures de fatigue ont initié à partir d'un manque de fusion débouchant en surface 4.11. La taille de ces manques de fusion a été calculée en utilisant le paramètre de la $\sqrt{\text{aire}}$ du défaut dans le plan de fissuration. La probabilité cumulée⁶ de rupture en fonction de la taille des manques de fusion permet de comparer les populations de défauts à l'origine des fissures de fatigue (figure 4.10b). En effet, l'évolution des probabilités cumulées pour C3 et P4 est comparable, tout comme leur résistance en fatigue (figure 4.10a). La figure 4.10b montre que les tailles des manques de fusion à l'amorçage des fissures de fatigue sont bien plus importantes pour le lot Chess, ce qui corrèle avec leur moindre résistance en fatigue (figure 4.10a). De plus, la figure 4.11 rend bien compte de la plus forte densité de manques de fusion sur les faciès de rupture pour les éprouvettes Chess comparées aux autres. Finalement, il y a une bonne corrélation entre la distribution en taille des défauts et le comportement en fatigue. De plus, la dispersion en taille des défauts corrèle aussi avec la dispersion du comportement en fatigue.

⁵La plus grande dimension interne au défaut

⁶Aussi nommée *fonction de répartition*. C'est la fonction F_X d'une variable aléatoire X , qui à tout réel x , associe la probabilité d'obtenir une valeur inférieure ou égale : $F_X(x) = P(X \leq x)$



(a)



(b)

FIGURE 4.10 : (a) Diagramme S-N des éprouvettes contenant de gros manques de fusion et (b) analyse probabiliste de la rupture en fatigue des lots Chess, C3 et P4

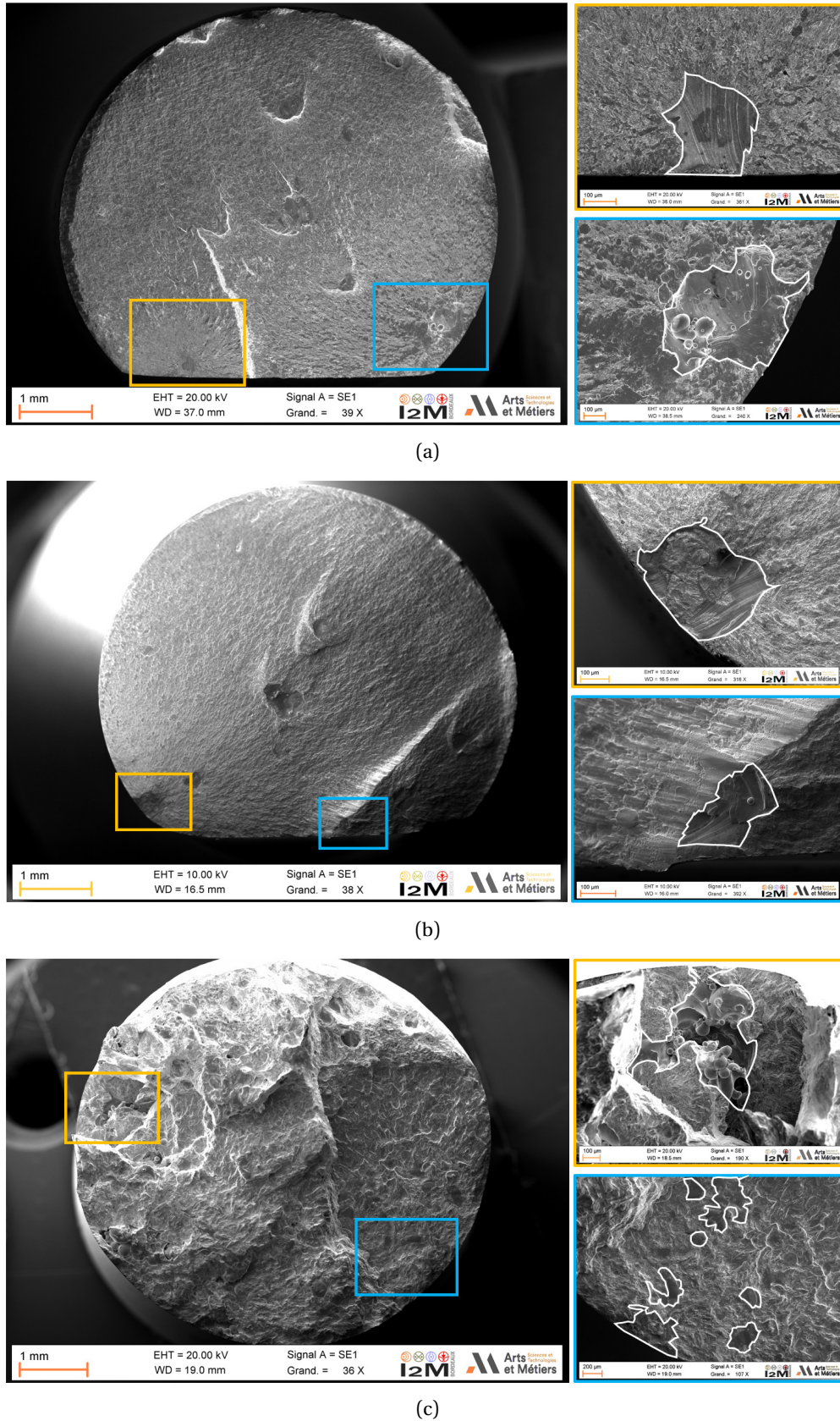


FIGURE 4.11 : Faciès de rupture observés au MEB après essais de fatigue (a) C3 - 637 000 cycles - $\sigma_{max} = 233$ MPa, (b) P4 - 590 000 cycles - $\sigma_{max} = 187$ MPa et (c) Chess - 379 000 cycles - $\sigma_{max} = 160$ MPa. Pour faciliter leur visibilité certains manques de fusion sont entourés en blanc.

En effet, les fortes différences de microstructures entre C3 et P4 n'induisent pas de différences de comportement en fatigue puisque les populations de défauts sont proches et que l'amorçage de fissure de fatigue est contrôlé par les défauts sur cette gamme de tailles. Pour des tailles de défauts dont $\sqrt{aire} > 100 \mu\text{m}$, la microstructure (taille, arrangement et orientations des grains), n'a pas un effet majeur sur le comportement en fatigue.

Pour les matériaux conventionnels, la microstructure n'a pas d'influence sur la durée de vie en fatigue lorsque la taille des défauts à l'amorçage des fissures de fatigue est bien supérieure à la taille de grains [150]. De même pour l'acier 316L LPBF, Andreau et al. [7] ainsi que Merot et al. [129] ont montré que les défauts sont critiques en fatigue lorsque leur taille est globalement supérieure à la taille moyenne des grains. On définit une taille de défaut normalisée, notée χ , comme suit :

$$\chi = \frac{\sqrt{aire_{50}}}{G_0} \text{ et } \chi_{min} = \frac{\sqrt{aire_{min}}}{G_0} \quad (4.1)$$

avec $\sqrt{aire_{50}}$ la racine de l'aire du défaut médian, $\sqrt{aire_{min}}$ la racine de l'aire du plus petit défaut et G_0 la taille moyenne des grains dans le plan de fissuration (taille à 0° dans le graphique 4.1g). Ces tailles de défauts normalisées sont rassemblées dans le tableau 4.4.

	C3	P4	Chess
χ	3.6	23.7	25.9
χ_{min}	2.6	12.4	8.9

TABLEAU 4.4 : Tailles de défaut médianes normalisées et tailles de défauts minimales normalisées par la taille de grain moyenne dans le plan de fissuration

Premièrement, tous les défauts ayant conduit à la rupture ont des tailles supérieures à la taille de grain dans le plan de fissuration ($\chi_{min} > 1$). Ce premier résultat confirme les données issues des travaux d'Andreau et al. [7] et de Merot et al. [129], qui montrent que les défauts largement supérieurs à la taille de grains sont critiques en fatigue.

D'autre part, la valeur de χ pour le lot C3 (3.6) est bien inférieure à celle du lot P4 (23.7) alors que ces deux lots montrent une résistance en fatigue équivalente. De même, les valeurs de χ sont proches pour les lots P4 et Chess alors que leur comportement en fatigue est bien différent. En conséquence de ces deux observations, nous pouvons conclure que la taille de défaut normalisée χ ne gouverne pas la résistance en fatigue. D'après les observations de la figure 4.10, la taille de défauts à l'amorçage, non normalisée, semble être bien mieux corrélée avec la résistance en fatigue. La partie suivante a pour objectif d'investiguer ce point particulier.

4.4.1.2 Rôle de la taille des défauts à l'amorçage des fissures de fatigue

Une analyse quantitative via un diagramme de Kitagawa-Takahashi à durée de vie limitée est proposée en figure 4.12. Sur ce diagramme, les points ne correspondent pas à la limite d'endurance des éprouvettes comme c'est le cas classiquement, mais leur couleur correspond au nombre de cycles à rupture.

Premièrement, on retrouve que les éprouvettes ayant la plus grande durée de vie sont celles dont la contrainte imposée est la plus basse. De plus, la dépendance de la contrainte à la taille du défaut à l'amorçage est claire. A iso-durée de vie, plus le défaut est grand, moins la

contrainte supportée est élevée. Deux modèles bien connus sont ajoutés sur le graphique afin de rendre compte de cette dépendance : le modèle de Murakami (Eq. 4.2) [144] et celui d'El-Haddad (Eq. 4.3) [57].

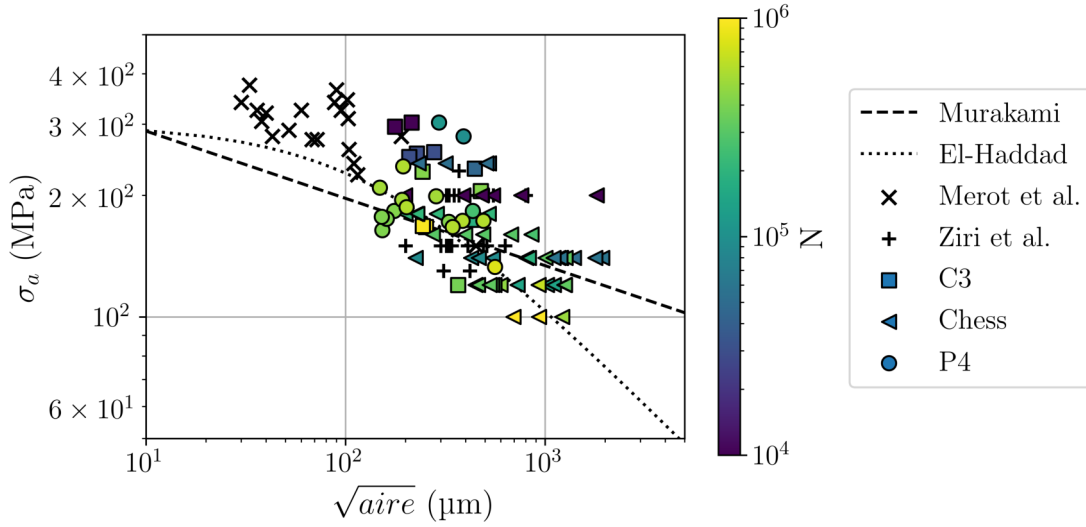


FIGURE 4.12 : Diagramme de Kitagawa-Takahashi pour les lots d'éprouvettes Chess, P4 et C3.

$$\text{Murakami : } \sigma_{D,a} = \frac{1.43 * (H_V + 120)}{\sqrt{aire}^{1/6}} \quad (4.2)$$

$$\text{El-Haddad : } \begin{cases} \sigma_{D,a} = \frac{\Delta K_{th}}{0.65 * (\pi(\sqrt{aire} + \sqrt{aire_0}))^{1/2}} \\ \sqrt{aire_0} = \frac{1}{\pi} * \left(\frac{\Delta K_{th}}{0.65 * \sigma_{D0}} \right)^2 \end{cases} \quad (4.3)$$

avec $\sigma_{D,a}$ la limite d'endurance pour un défaut de taille a . La dureté $H_V = 176 \text{ HV1}$ a été mesurée expérimentalement, elle correspond à la moyenne des duretés des échantillons Chess, P4 et C3 obtenue à partir de 20 indents par échantillons (valeurs respectives de 180, 175 et 174 HV1). La valeur $\Delta K_{th} = 4 \text{ MPa}\sqrt{m}$ a été prise dans des études semblables de la littérature [130]. $\sigma_{D0} = 300 \text{ MPa}$ est la limite de fatigue du matériau sans défaut, elle est approximée par la limite de fatigue des éprouvettes Rot⁷ dont la majorité des fissures de fatigue n'ont pas amorcé à partir de défauts (figure 4.16).

Les deux modèles, pourtant assez simples et dont les paramètres n'ont pas été optimisés pour nos données, décrivent assez bien la dépendance de la limite de fatigue à la taille des défauts à l'amorçage. Particulièrement, le modèle d'El-Haddad semble être le plus approprié, la pente de ce modèle pour les défauts supérieurs à $10^2 \mu\text{m}$ est plus forte que celle du modèle de Murakami et correspond mieux à nos données. Les résultats issus de la thèse de Ziri [256] confirment la correspondance entre taille de défauts et limite de fatigue pointée par ces modèles. De plus, Mérot et al. [130] ont obtenu des amorçages à partir de manques de fusion de tailles plus petites que ceux de notre étude et leurs données sont bien décrites par les modèles, en particulier celui d'El-Haddad.

Les dispersions de résultats s'expliquent tout d'abord par les différences de durée de vie entre éprouvettes. De plus, malgré que Mérot et al. [130] aient montré que la morphologie

⁷Lot d'éprouvettes introduit aux chapitres précédents. Leur comportement en fatigue est détaillé plus loin.

des défauts n'influe pas significativement sur la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF, il est très probable que les fortes différences de morphologie de défauts entre manques de fusion augmentent la dispersion de durée de vie en fatigue. Enfin, la distribution de distance des défauts à la surface explique aussi la dispersion des données. En effet, la distance à la surface est connue pour être un paramètre influençant fortement la durée d'amorçage des fissures de fatigue [7]. Finalement, la dispersion des données par rapport aux modèles provient de trois facteurs : (1) la durée de vie des éprouvettes, (2) la morphologie des défauts et (3) la distance des défauts à la surface.

Malgré ces dispersions, la figure 4.12 a montré un bon accord entre les résultats d'essais et les modèles. Cependant, ces modèles relient la résistance en fatigue à la taille d'un seul défaut, celui conduisant à l'amorçage d'une fissure de fatigue. Or, la probabilité d'amorçage d'un défaut dépend évidemment de la taille (et de la position) des autres défauts présents dans l'éprouvette. C'est pourquoi la partie suivante s'intéresse à l'impact de la distribution globale des défauts sur le comportement en fatigue HCF.

4.4.1.3 Impact de la distribution globale des défauts

Afin d'étudier l'impact des distributions de défauts sur le comportement en fatigue, des mesures de tomographie par rayons X ont été réalisées sur des échantillons Chess, P4 et C3 (figure 4.13).

Tout d'abord, les plus gros défauts cartographiés ont des diamètres de Feret respectifs de 882 μm , 786 μm et 604 μm . Les diamètres de Feret des défauts ayant provoqué l'amorçage de fissures de fatigue suivent la même tendance mais montrent des écarts significatifs avec la mesure en tomographie 4.5. Pour expliquer ces écarts, les densités numériques (N) et volumiques (ρ) de défauts sont calculées.

	Chess	P4	C3
Diamètre de Feret maximal en tomographie (μm)	882	786	604
Diamètre de Feret moyen des défauts à l'amorçage (μm)	1370	448	457

TABLEAU 4.5 : Comparaison des diamètres de Feret obtenus en tomographie et sur les faciès de rupture.

Premièrement, la densité numérique (N) de défauts de C3 (15 mm^{-3}) est légèrement plus élevée que celle de P4 (10 mm^{-3}). En revanche, les éprouvettes du lot C3 ont des défauts légèrement plus petits que ceux du lot P4 (quelque soit le diamètre considéré : D_{moy} , D_{50} , D_{90} , D_{99} , D_{max}). Pour rappel ces deux lots ont montré des durées de vie en fatigue très proches à iso-contrainte. Ces mesures suggèrent donc que la plus faible taille de défauts du lot C3 soit compensée par un nombre de défauts plus élevé, ce qui expliquerait finalement les durées de vie similaires entre les deux lots. On retrouve cet effet compensatoire sur la densité volumique de défauts pour laquelle les valeurs déterminées pour C3 (0.04%) et P4 (0.07%) sont très proches.

D'autre part, les densités numériques et volumiques de défauts sont bien plus élevées pour Chess (34 mm^{-3} et 0.27%) comparées aux deux autres lots. En revanche, les différences de tailles de défauts déterminées par tomographie entre Chess et les deux autres lots sont relativement faibles comparées aux différences de durées de vie en fatigue. Dans ce cas, la densité élevée de défauts du lot Chess semble donc accentuer les différences de tailles de défauts et conduire à de fortes disparités des durées de vie en fatigue entre Chess et les deux autres lots.

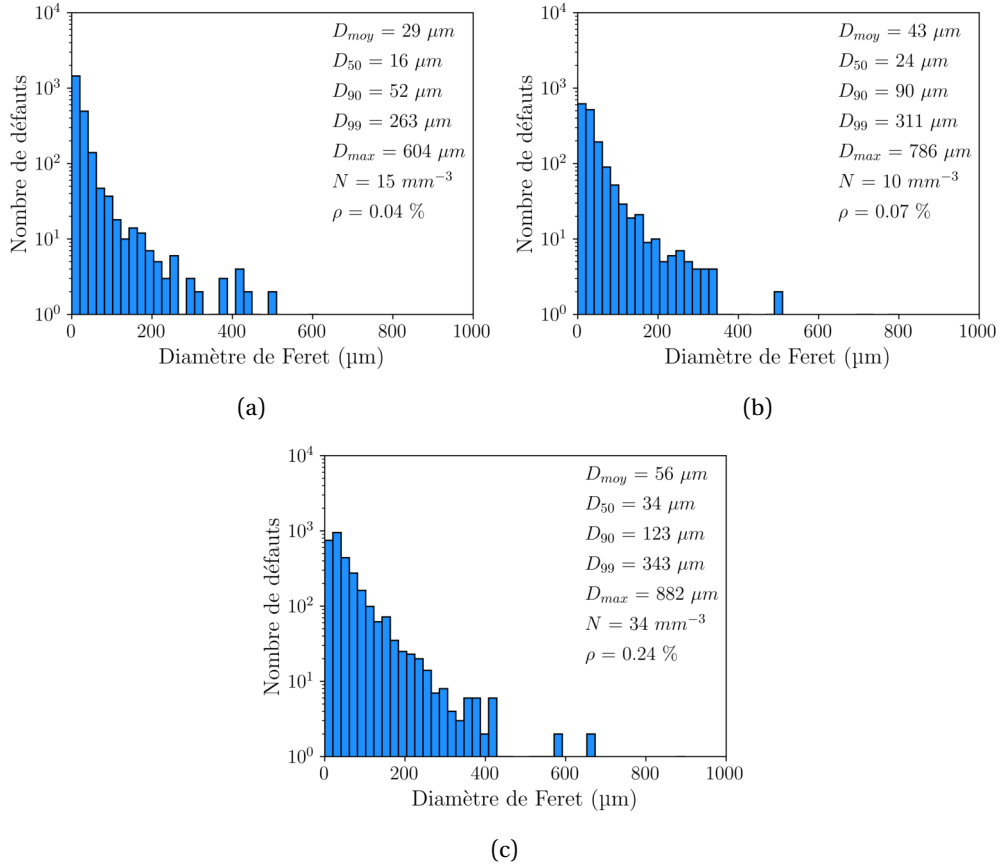


FIGURE 4.13 : Histogramme en taille (diamètre de Feret) des défauts des lots (a) C3, (b) P4 et (c) Chess. Les diamètres moyens (D_{moy}), médians (D_{50}), du dernier décile (D_{90}), du dernier centile (D_{99}), et le diamètre maximal sont indiqués. De plus, le nombre de défauts par mm^3 (N) et le taux volumique de défauts (ρ) renseignent sur la quantité totale de défauts. Ces grandeurs sont déterminées à partir des analyses par tomographie X sur des éprouvettes saines.

L'analyse des faciès de rupture (figure 4.11c) montre d'ailleurs un pourcentage de surface occupée par les défauts très élevé ($\approx 60\%$). Plusieurs plans de fissurations (provenant de différentes couches de fabrication) sont révélés sur le faciès, ce qui tend à maximiser le calcul de la surface par les défauts. Néanmoins, la bifurcation des fissures entre manques de fusion révèle une interaction entre les défauts lors de la phase de propagation. Ce résultat tend à confirmer le rôle de la densité des défauts sur la durée de vie. En conséquence, en plus de la taille des défauts, le paramètre de densité volumique semble donc jouer un rôle significatif sur la durée de vie en fatigue.

Finalement, la densité volumique de défauts réduit la durée de vie en fatigue en agissant à la fois sur les phases d'amorçage et de propagation :

1. L'augmentation de la densité de défauts diminue la surface portante de l'éprouvette ce qui a pour conséquence d'augmenter la contrainte effective.
2. L'augmentation de la densité de défauts accroît la probabilité de présence en surface d'un défaut de taille supérieure à la taille critique à une contrainte donnée. Par ce mécanisme, la phase d'amorçage est réduite.
3. L'augmentation de la densité de défauts augmente la vitesse de propagation des fissures de fatigue en permettant à la fissure de se propager de défaut en défaut. Par ce mécanisme, c'est la phase de propagation qui est réduite.

Dans le cadre des structures contenant de nombreux défauts, il est donc important de prendre en compte la distribution globale des défauts en termes de taille mais aussi de nombre et enfin de position. Des études récentes montrent l'influence de la position des défauts vis à vis de la surface de l'éprouvette [7] ou vis-à-vis des autres défauts [95].

4.4.1.4 Analyse de la dispersion du comportement en fatigue

D'après les parties précédentes, la forte dispersion de résistance en fatigue observée pour les éprouvettes du lot Chess suggère une forte dispersion de distribution de défauts. Tout d'abord, le graphique 4.10b révèle une pente plus faible pour le lot Chess comparée aux deux autres lots. Cette pente traduit l'étalement de la distribution de la $\sqrt{\text{aire}}$ des défauts à l'amorçage de fissures de fatigue. En conséquence, la figure 4.10b informe qu'il existe une forte dispersion en taille des défauts à l'amorçage de fissure de fatigue pour le lot Chess.

Pour aller plus loin, et étudier la dispersion des distributions totales de défauts (et non pas seulement des défauts à l'amorçage), des analyses de tomographie sont réalisées sur plusieurs éprouvettes Chess avant d'être soumises à un chargement en fatigue. Sont présentés ici les résultats pour deux d'entre elles.

La figure 4.14 montre les faciès de rupture ainsi que la distribution en taille des défauts des deux éprouvettes Chess annotées A et B sur le graphique 4.10b. Au même niveau de contrainte (140 MPa), l'éprouvette A a réalisé seulement 7, 1.10^4 cycles avant rupture alors que l'éprouvette B en a effectué 4, 1.10^5 .

Tout d'abord, les données issues de tomographie montrent que les défauts sont plus gros (quelque soit le diamètre considéré) dans l'éprouvette A que dans l'éprouvette B. En revanche, la densité numérique de défauts est comparable (23 mm^{-3} pour A contre 18 mm^{-3} pour B). En conséquence, la densité volumique de défauts est bien plus élevée pour l'éprouvette A ($\rho_A = 1.50 \%$) que pour l'éprouvette B ($\rho_B = 0.3 \%$).

Ces différences de populations de défauts sont en accord avec les différences de comportement en fatigue et avec l'observation des faciès de rupture. En effet, le faciès de l'éprouvette Chess A (figure 4.14c) montre bien plus de manques de fusion que celui de l'éprouvette Chess B (figure 4.14d).

Finalement, la forte dispersion de résultats observés pour les éprouvettes Chess s'explique bien par une dispersion de taille des défauts entre éprouvettes. En revanche, l'origine de cette forte dispersion en taille des défauts reste inexpliquée. Une tentative de corrélation entre la résistance en fatigue et la position des éprouvettes sur le plateau a été réalisée. Aucun lien ne peut être établi entre la position des éprouvettes sur le plateau de fabrication et leur résistance en fatigue.

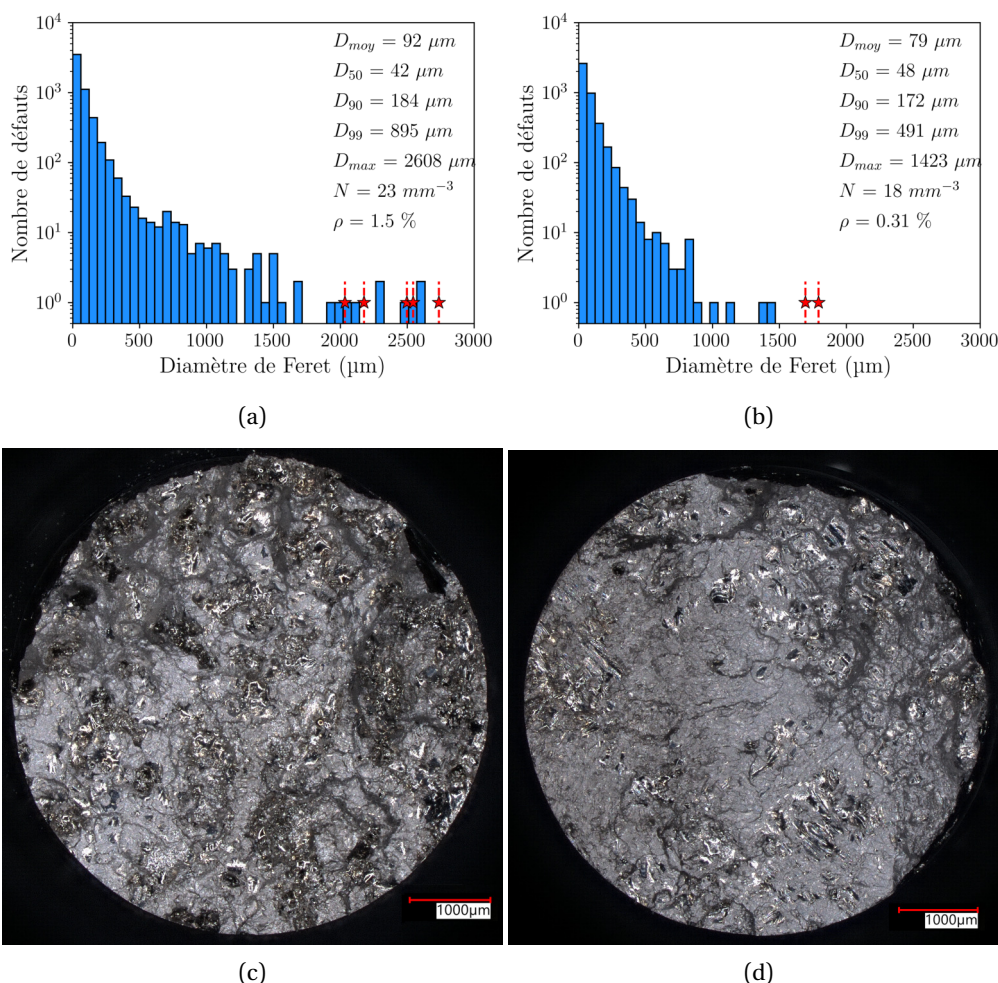


FIGURE 4.14 : Histogrammes des tailles de défauts déterminées par tomographie pour (a) l'éprouvette Chess A (7, 1.10^4 cycles - 140 MPa), (b) l'éprouvette Chess B (4, 1.10^5 cycles - 140 MPa) et faciès de rupture correspondants observés en microscopie optique pour (c) l'éprouvette A et (d) l'éprouvette B

4.4.1.5 Influence des sous-structures induites par le procédé LPBF

La partie précédente a permis de montrer que la taille de grains ou leurs orientations n'influent pas sur la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF en présence de défauts dont la taille est supérieure à la taille des grains. Cette partie a pour objectif de discuter de l'effet des sous-structures induites par le procédé (micro-ségrégations, dislocations, précipités) en présence de gros défauts.

Pour cela, des essais de fatigue ont été réalisés sur des éprouvettes à gros manques de fusion (Chess) traitées thermiquement à 900°C. Leur résistance en fatigue est comparée avec les éprouvettes Chess traitées à 650°C sur la figure 4.15a. Les défauts ayant conduit à l'amorçage de fissures de fatigue ont été mesurés et placés sur un diagramme de type Kitagawa-Takahashi 4.15b.

Premièrement, les défauts à l'amorçage des fissures de fatigue ont des tailles équivalentes comme le montre la figure 4.15b. Comme attendu, le traitement thermique à 900°C ne modifie pas les tailles de défauts.

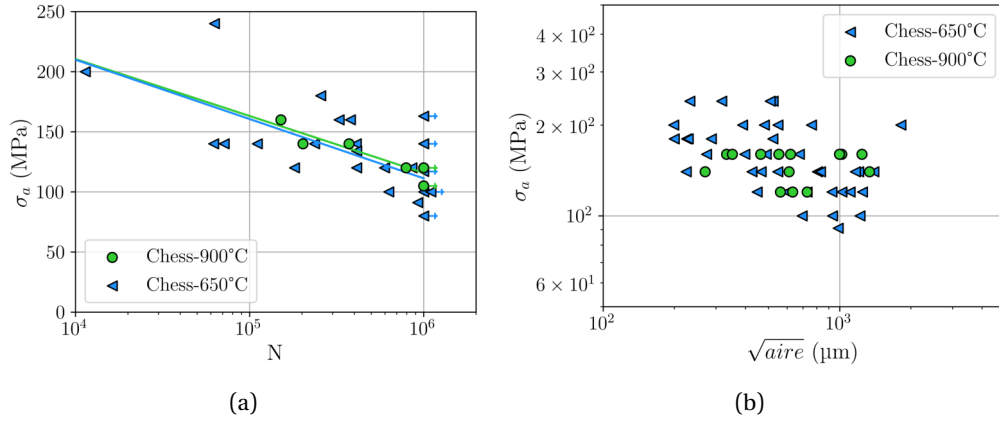


FIGURE 4.15 : (a) Diagramme S-N des éprouvettes Chess après différents TThs, (b) Diagramme de Kitagawa correspondant aux mêmes essais

Ensuite, la figure 4.15a ne révèle pas de comportement différent induit par le traitement thermique à 900°C comparé à celui à 650°C. En effet, les points des essais à 650 et 900°C se superposent parfaitement. Les différences de limites d'élasticité ($\sigma_{el}^{650C} = 390$ MPa, $\sigma_{el}^{900C} = 324$ MPa $\rightarrow \Delta\sigma_{el} = 66$ MPa) et d'allongement à rupture ($\Delta\varepsilon_r = 10$ %) causées par le traitement thermique n'ont donc pas d'impact sur la résistance en fatigue.

Surtout, entre 650 et 900°C, les cellules de micro-ségrégations disparaissent au profit de la précipitation de phase σ aux joints de grains. De plus, la densité de dislocation diminue, en particulier au niveau des joints de cellules. Ces modifications microstructurales n'influencent pas le comportement en fatigue HCF en présence de gros défauts alors qu'elles impactent le comportement quasi-statique (voir chapitre 3, section 3.7.2.2).

Ce résultat montre que le comportement en fatigue HCF reste piloté par la taille des défauts malgré des modifications microstructurales majeures à l'échelle micrométrique.

4.4.2 Impact des défauts de taille comparable à la taille des grains

La partie précédente a montré que lorsque la taille des défauts est bien supérieure à la taille des grains ($\approx \sqrt{aire} > 100$ μm), peu importe la microstructure polycristalline ou la microstructure aux échelles inférieures, la résistance en fatigue est gouvernée par la taille des défauts. Cette partie vise à étudier le cas des défauts de taille relativement proche de la taille de grains (de l'ordre de 10-30 μm). Pour cela, seront uniquement utilisés les lots d'éprouvettes SR, Rot et P2.

La figure 4.16 rassemble les résultats des essais HCF pour les éprouvettes SR, Rot et P2. Premièrement, une comparaison avec la figure 4.10b montre que l'absence de manques de fusion ($\sqrt{aire} > 100$ μm) engendre un gain significatif de résistance en fatigue par rapport aux lots Chess, C3 et P4. En effet, les limites de fatigue des lots Chess, C3 et P4 étaient comprises entre 100 et 150 MPa alors que celles de SR, Rot et P2 sont comprises entre 300 et 320 MPa, soit une augmentation de 200 à 300%.

Ensuite, les comportements des éprouvettes SR et Rot sont très proches, et ce quelque soit le niveau de sollicitation. Au contraire, le lot P2 montre une résistance en fatigue légèrement plus élevée (de l'ordre de 20 MPa sur la limite à 10⁶ cycles) que les deux autres lots.

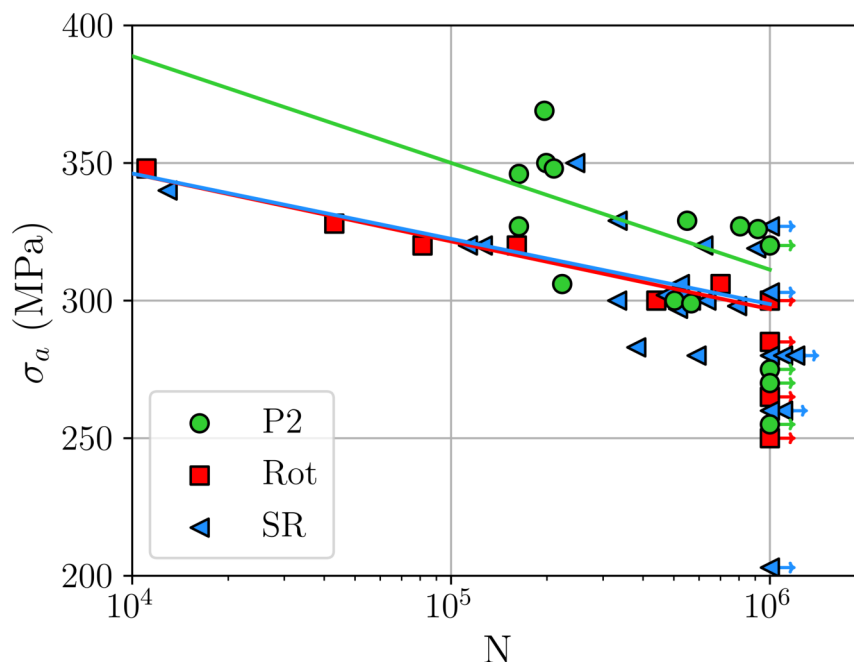


FIGURE 4.16 : Diagramme S-N des éprouvettes SR, Rot et P2

Afin de comprendre ces résultats, les faciès de rupture de chaque éprouvette ont été observés. Les mécanismes d'initiation de fissures sont détaillés ci-après bien que la cause exacte de l'amorçage soit parfois difficile à déterminer. En effet, les essais étant réalisés à $R=-1$, les deux lèvres de la fissure rentrent en contact lors du chargement en compression et écrasent parfois le faciès rendant son analyse impossible.

- Pour le lot Rot, la majorité (70 à 80%) des fissures ont été initiées à partir de bandes de glissement en surface (4.17b). Les 2 amorçages formellement identifiés à partir de défauts sont des porosités gazeuses.
- Pour le lot SR, 25 à 50% des fissures ont amorcé à partir de défauts en surface (4.17c) et 50 à 75% des fissures ont été amorcées à partir de bandes de glissements en surface (4.17d). Sur les 6 amorçages formellement identifiés à partir de défauts, 2 sont de types porosités gazeuses et 4 sont des manques de fusion.
- Pour le lot P2 (650°C), au moins 80% des fissures sont dues à un amorçage à partir d'un défaut (4.17e). Sur les 8 défauts à l'amorçage formellement identifiés, 7 sont des manques de fusion relativement fins et un seul est une porosité gazeuse. Les manques de fusion fins proviennent d'un manque de recouvrement entre bains de fusion. Un exemple est donné en figure 4.18.

Plusieurs informations intéressantes découlent de cette analyse. Premièrement, la nocivité des défauts de taille équivalente à la taille de grains est comparable à celle des bandes de glissements. En effet, pour le lot Rot, l'éprouvette ayant amorcé à partir d'une porosité gazeuse ($\sigma_a = 306$ MPa, $N_r = 7.10^5$ cycles) ne montre pas une résistance à la fatigue moindre que les autres éprouvettes. C'est aussi le cas pour le lot SR, une éprouvette ayant amorcé à partir d'un défaut ($\sigma_a = 329$ MPa, $N_r = 3,3.10^5$ cycles) montre une résistance à la fatigue supérieure à une éprouvette ayant amorcé à partir de bandes de glissements ($\sigma_a = 283$ MPa, $N_r = 3,8.10^5$ cycles).

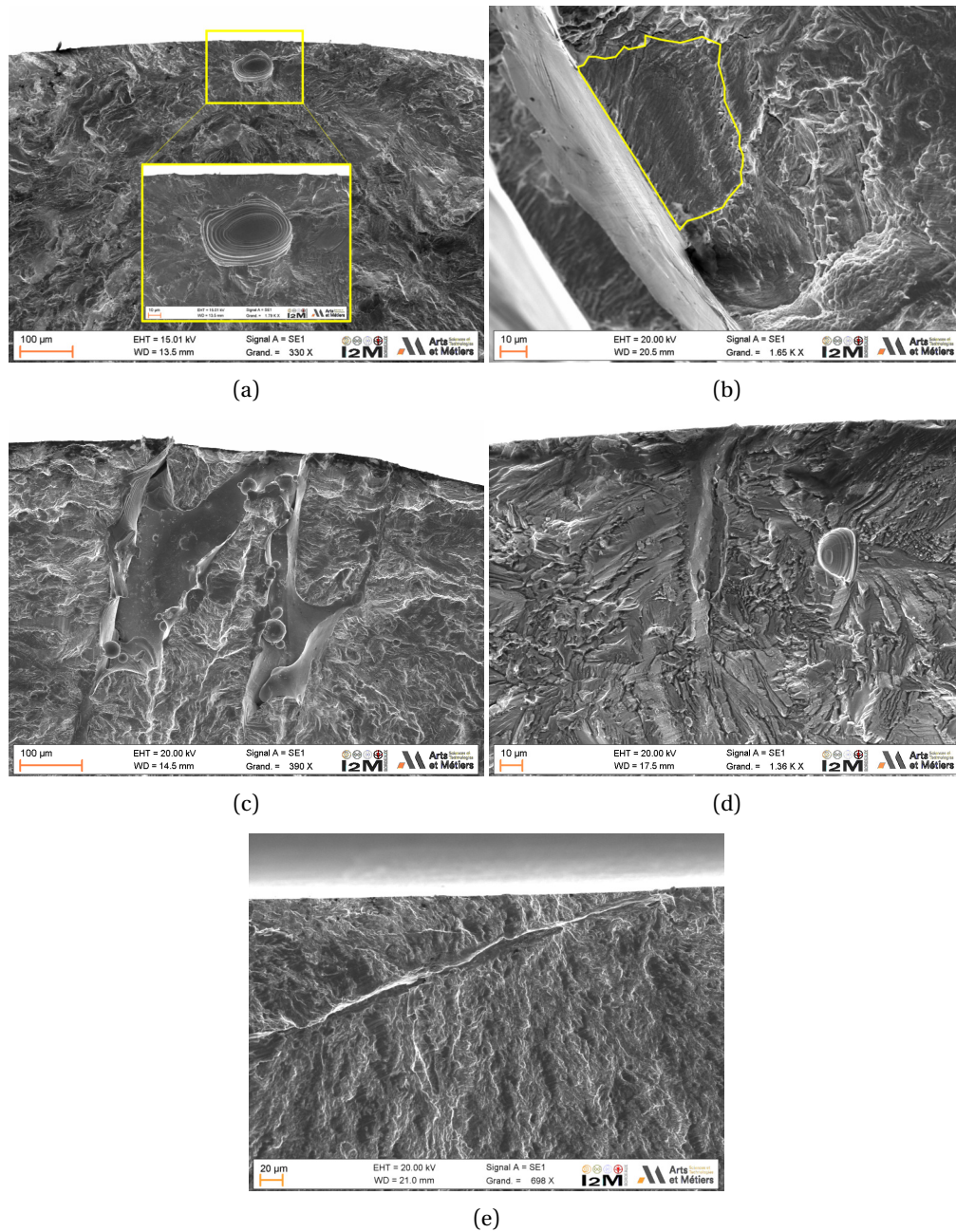


FIGURE 4.17 : Faciès de rupture observés au MEB après essais de fatigue (a) Rot - 700 000 cycles - $\sigma_{max} = 306$ MPa - Amorcage à partir d'une porosité gazeuse, (b) Rot - 43 000 cycles - $\sigma_{max} = 328$ MPa - Amorcage à partir d'un plan de glissement. La zone entourée en jaune montre le plan de glissement d'un grain, (c) SR - 13 000 cycles - $\sigma_{max} = 340$ MPa. Amorcage à partir d'un manque de fusion, (d) SR - 565 000 cycles - $\sigma_{max} = 300$ MPa - Amorcage à partir d'une caractéristique microstructurale. Le défaut présent sur l'image ne semble pas participer à l'amorçage de la fissure de fatigue. (e) P2-650°C - 211 000 cycles - $\sigma_{max} = 348$ MPa - Amorcage à partir d'un manque de fusion fin.

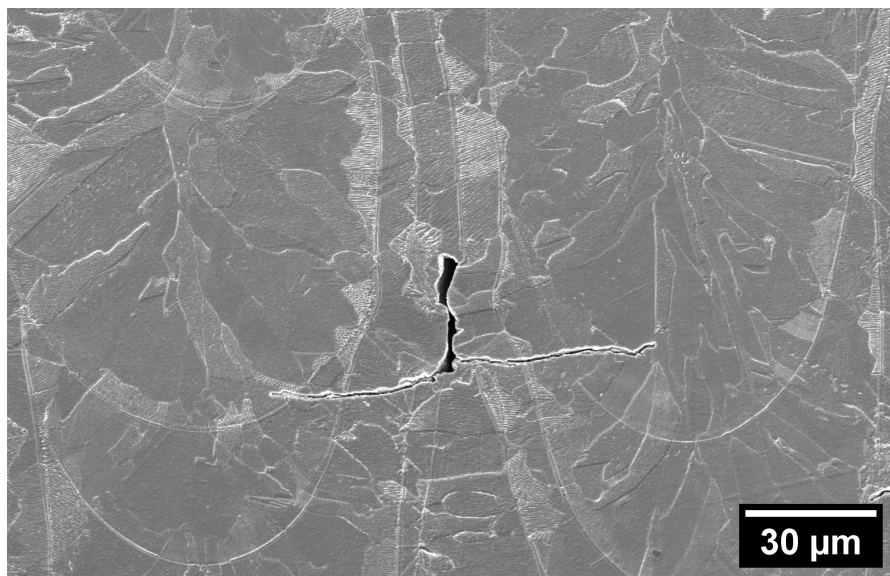


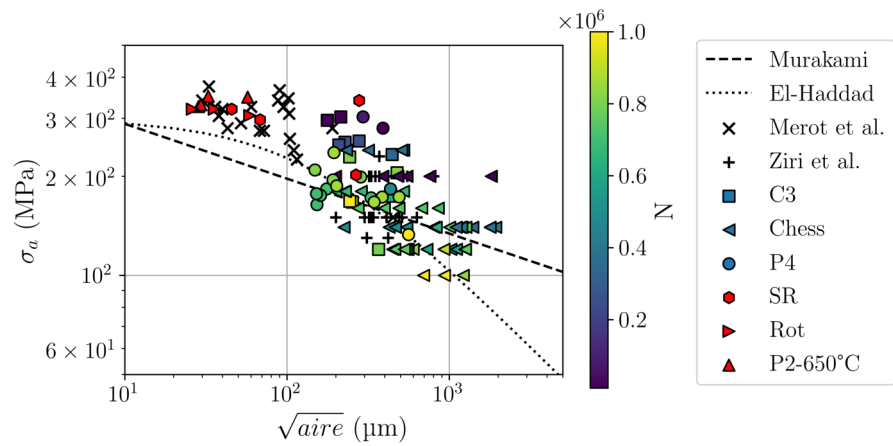
FIGURE 4.18 : Image MEB après attaque d'un défaut de manque de fusion originaire d'un manque de recouvrement entre deux bains de fusion sur une éprouvette P2 après chargement en fatigue. Deux fissures secondaires ont amorcé au niveau de ce manque de fusion.

L'utilisation de diagrammes de type Kitagawa permet d'analyser plus finement la dépendance de la résistance en fatigue à la taille des défauts. Tout d'abord, le premier diagramme 4.19a montre que les tailles de défauts ayant conduit à la fissuration pour les éprouvettes SR, Rot et P2 sont bien inférieures aux tailles des défauts analysés précédemment. Mérot et al. [130] ont obtenu des ruptures à partir de tailles de défauts similaires pour des niveaux de contrainte proches, ceci montrant le bon accord de nos données avec la littérature.

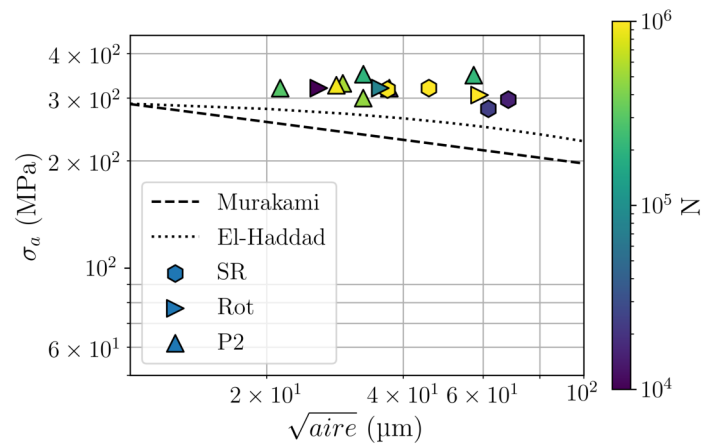
Ensuite, le diagramme tracé en figure 4.19b montre que les défauts ayant provoqué l'amorçage de fissures de fatigue pour SR, P2 et Rot pour des durées de vies équivalentes s'alignent horizontalement ⁸. La limite d'endurance ne dépend donc pas de façon significative de la $\sqrt{aire}$ des défauts dans cette gamme de tailles. Les modèles de Murakami et El-Haddad prédisent de façon correcte cette observation avec un meilleur accord expérience/modèle encore une fois pour le modèle d'El-Haddad. Les points expérimentaux sont toujours au-dessus des prévisions des modèles puisque qu'ils correspondent à des essais rompus ($N_r < 10^6$ cycles) alors que les modèles prédisent des limites d'endurance.

Ce résultat contraste avec la partie précédente dans laquelle la taille du défaut était le paramètre gouvernant la résistance en fatigue. Cependant, ici, les défauts présents dans les éprouvettes SR, Rot et P2 ont des tailles bien plus faibles, de l'ordre de 20-70 μm , et comparables aux tailles de grains (détails en annexe A). Il y a donc une forte interaction défaut/microstructure qui contraste avec les lots d'éprouvettes C3, P4 et Chess pour lesquels les tailles de défauts étaient toujours bien supérieures aux tailles de grains.

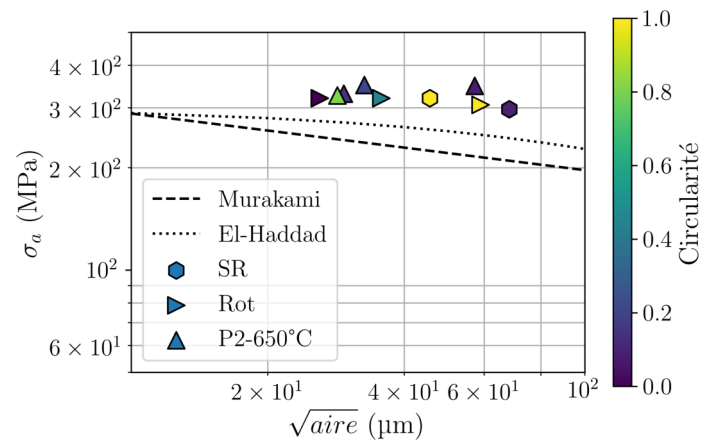
⁸Se référer au code couleur de la figure 4.19b



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.19 : (a) Diagramme de Kitagawa incluant les défauts formellement identifiés sur les éprouvettes SR, Rot et P2. Ces points apparaissent en rouge pour une meilleure visibilité par rapport aux autres points. (b) Zoom dans le diagramme de Kitagawa avec un code couleur dépendant de la durée de vie des défauts et (c) un code couleur dépendant de leur circularité.

Plus précisément, la taille des grains du lot P2 est inférieure à celle du lot SR alors que les distributions de tailles de défauts obtenues en tomographie sont semblables (voir tableau 4.6, détails en annexe A). Or, l'amorçage des fissures de fatigue à partir de défauts est plus fréquent pour la microstructure P2 que pour la microstructure SR. Le lien entre la sensibilité à la taille des défauts et la taille de grains a déjà été mis en évidence dans la littérature. Guerchais et al. [74] ont, par une méthode numérique, mis en évidence l'importance du rapport taille de grain / taille de défauts. Ce rapport est calculé au tableau 4.6. Il met en évidence que pour tous les défauts ayant provoqué la rupture, la taille du défaut est supérieure à la taille moyenne des grains dans le plan de fissuration ($\chi_{min} > 1$).

	SR	P2
Taille de grain dans le plan de fissuration (μm)	19.5	8.2
D_{50} (μm)	23	27
χ	2.6	4.0
χ_{min}	1.8	3.5

TABLEAU 4.6 : Comparaisons des tailles de grains et de défauts des lots P2 et SR. χ et χ_{min} sont définis par l'équation 4.1

De plus, le rapport médian (χ) est plus élevé pour le lot P2 que pour le lot SR, ce qui corrèle bien avec le nombre d'amorçage supérieur à partir de défauts observés pour le lot P2 en comparaison avec le lot SR ($\approx 80\%$ pour P2 contre 25-50% pour SR). Ainsi, c'est bien le rapport taille de grain / taille des défauts qui explique cette fréquence d'amorçage supérieure à partir de défauts pour le lot P2. La compétition défaut/microstructure pour l'amorçage de fissures de fatigue dépend donc des mêmes paramètres microstructuraux, à savoir le rapport taille de grain / taille de défauts, pour l'acier 316L LPBF et les aciers conventionnels [74]. En conclusion, la taille des défauts critiques (*ie* défaut conduisant à la fissuration) pour l'acier 316L LPBF est de l'ordre de la taille de grains, à savoir environ 10 μm pour le lot P2, et 20 μm pour les lots SR et Rot. Ce résultat est confirmé par Andreau et al. [7] qui ont déterminé une taille critique de 20 μm (pour un défaut de surface) pour un acier 316L LPBF ayant une taille de grain comprise entre 20 μm (plan $\perp$ BD) et 40 μm (plan $\parallel$ BD).

Enfin, pour continuer l'analyse de sensibilité aux défauts, nous nous sommes intéressés à l'effet de la morphologie de ces derniers 4.19b. Malgré le très fort allongement (*ie* très faible circularité) des manques de fusion fins, ceux-ci ne sont pas plus critiques que les porosités gazeuses comme le met en évidence le code couleur de la figure 4.19b. Ce résultat confirme les travaux réalisés par Mérot et al. montrant le très faible impact de la sphéricité des défauts sur la tenue en fatigue HCF de l'acier 316L LPBF [130].

4.5 Impact de la microstructure sur la résistance en fatigue à grand nombre de cycles en l'absence de gros défauts

4.5.1 Impact de la microstructure polycristalline et de la composition chimique

4.5.1.1 Sur la résistance en fatigue

Après avoir montré que les défauts dont la $\sqrt{aire} < 100 \mu\text{m}$ ont peu d'impact sur la résistance en fatigue, il convient de comparer les résistances en fatigue en fonction de la microstructure des éprouvettes. Les régressions logarithmiques sur la figure 4.16 soulignent deux résultats intéressants :

- Premièrement, les comportements des lots SR et Rot sont très proches. La seule différence microstructurale entre ces deux lots réside dans l'agencement et la morphologie des grains. En effet, ces microstructures ont des tailles de grains semblables ($\approx 20 \mu\text{m}$, détails en annexe A), des textures proches (voir annexe A) et, à l'échelle inférieure, des tailles de cellules de micro-ségrégation identiques ($0.44 \mu\text{m}$). En revanche, les grains sont bien plus tortueux et positionnés aléatoirement les uns vis-à-vis des autres pour la microstructure Rot que pour SR. Les résultats de la figure 4.16 montrent donc que, pour les microstructures étudiées, la morphologie des grains et leur agencement n'affecte pas le comportement en fatigue (à iso-texture et iso-taille de grains).
- Ensuite, la résistance en fatigue des éprouvettes du lot P2 est 20 à 30 MPa supérieure à celle des lots SR et Rot. Cette différence, inférieure à 10% de la limite de fatigue, s'explique par la résistance maximale en traction supérieure d'environ 50 MPa pour le lot P2 comparé à SR et Rot. En effet, Ueno et al. [213] ont remarqué qu'une augmentation de la résistance maximale en traction de 50 MPa correspond à une élévation de la limite de fatigue de l'ordre de 20 MPa pour un acier 316L conventionnel. Cette corrélation semble se vérifier pour l'acier 316L LPBF en l'absence de défauts critiques réduisant la résistance en fatigue.

4.5.1.2 Sur le glissement plastique

Néanmoins, pour tenter de relier cette amélioration de la limite de fatigue à des caractéristiques microstructurales, la cinétique d'apparition des bandes de glissement et micro-fissures a été suivie au MEB pendant un essai interrompu. Une éprouvette du lot P2 a été observée au MEB après $2,5 \cdot 10^5$, $5 \cdot 10^5$, $6,5 \cdot 10^5$, $7,5 \cdot 10^5$, $8,5 \cdot 10^5$ cycles et enfin après rupture à $9,2 \cdot 10^5$ cycles. A $2,5 \cdot 10^5$ cycles, aucune bande de glissement persistante en surface sur le méplat n'a été observée, même proche de petits défauts débouchants (figure 4.20a). Après $5 \cdot 10^5$ cycles (55% de la durée de vie totale), des premières bandes de glissement apparaissent sans présence de défaut débouchant 4.20b. Leur nombre augmente alors avec le nombre de cycles, et ce n'est qu'après 750 000 cycles que la première fissure apparaît 4.20c. Elle a initié à partir d'un défaut débouchant (diamètre de Feret apparent sur le fut $\approx 34 \mu\text{m}$). La $\sqrt{aire}$ du défaut dans le plan de fissuration a été mesurée après rupture de l'éprouvette à $28 \mu\text{m}$, ce qui corrèle avec le diamètre de Feret mesuré sur le fut. Le défaut est globalement sphérique et est donc une grosse porosité gazeuse. Cette taille de défaut est supérieure à la taille de grain moyenne dans le plan de fissuration ($\approx 8 \mu\text{m}$) ce qui explique pourquoi ce défaut a provoqué l'amorçage d'une fissure de fatigue.

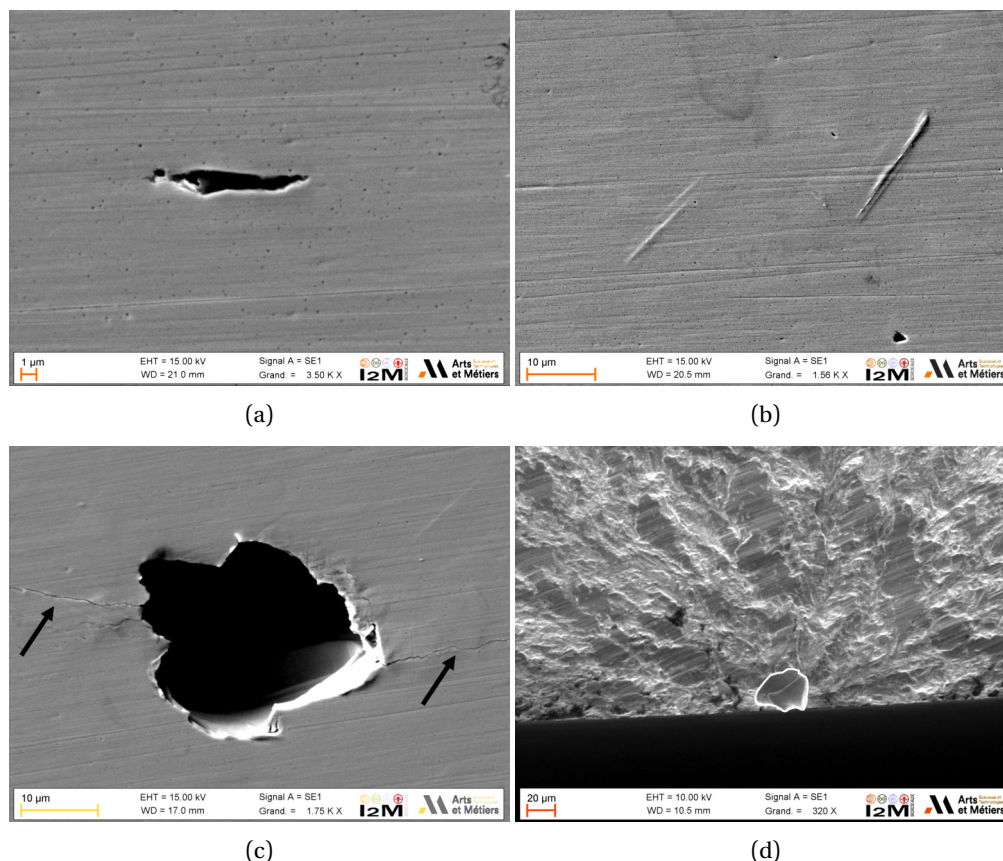


FIGURE 4.20 : Suivi au MEB de l'activité plastique en surface d'une éprouvette P2 cyclée à 330 MPa à (a) 250 000 cycles, (b) 500 000 cycles, (c) 750 000 cycles et (d) faciès de rupture observé après rupture à 916 000 cycles. Sur l'image (c), les fissures sont pointées par des flèches noires. Sur l'image (d) le manque de fusion est entouré en blanc.

D'autre part, cette analyse montre que des bandes de glissement apparaissent en surface bien avant l'apparition d'une fissure à partir d'un défaut débouchant. Les mécanismes de micro-plasticité ne sont donc pas éteints pour ces niveaux de sollicitation même si l'amorçage de fissure de fatigue provient de défauts. Cette analyse confirme les observations rapportées grâce aux diagrammes de Kitagawa, à savoir que les régimes d'amorçages à partir de défauts ou de la microstructure sont proches dans notre cas.

Enfin, un essai similaire, à la même amplitude de contrainte $\sigma_a = 330$ MPa, a été mené sur une éprouvette du lot SR afin de comparer la cinétique d'apparition des bandes de glissement en fonction de la microstructure polycristalline. Dès la première observation à $2,5 \cdot 10^5$ cycles, une fissure a été observée sur le fut de l'éprouvette (figure 4.21b). Cette fissure a conduit à la rupture après $3,3 \cdot 10^5$ cycles.

Tout d'abord, la plus faible durée de vie observée pour l'éprouvette SR ($3,3 \cdot 10^5$ cycles) comparée à celle de P2 ($9,2 \cdot 10^5$ cycles) au même niveau de chargement ($\sigma_a = 330$ MPa) corrèle tout à fait avec le diagramme S-N présenté en figure 4.16. Ensuite, dès $2,5 \cdot 10^5$ cycles, des bandes de glissement ont été observées en surface et loin de la fissure sur l'éprouvette SR. Par exemple, la figure 4.21a montre un groupe de bandes de glissement observé à 1.2 mm de la fissure.

Ces bandes ne sont donc pas causées par une sur-contrainte liée à la fissuration mais sont la conséquence d'une localisation naturelle de l'activité plastique au sein de la microstructure. De même, après seulement 3.10^5 cycles, de nombreuses bandes de glissement sont observables sur le méplat, loin de la fissure, comme le montre la figure 4.21b.

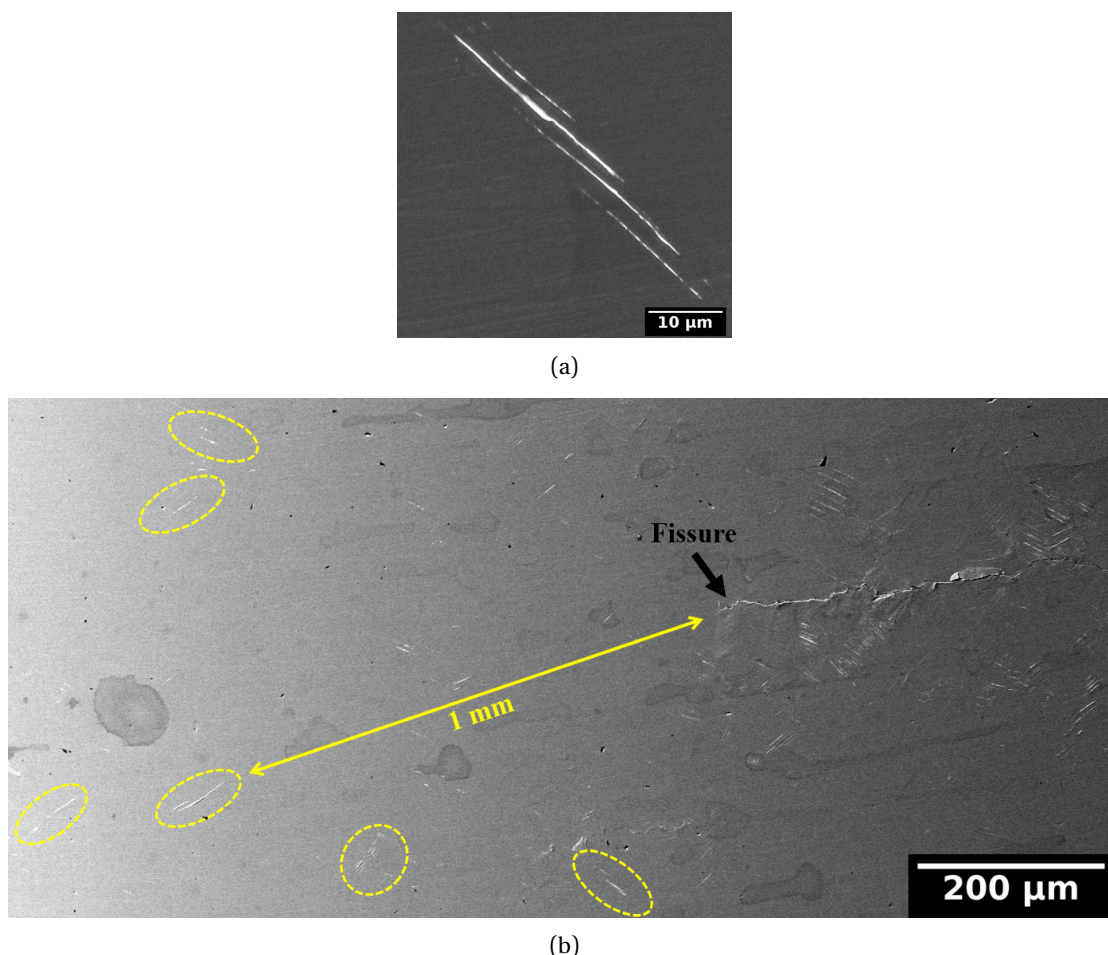


FIGURE 4.21 : Suivi au MEB de l'activité plastique en surface d'une éprouvette SR cyclée à 330 MPa. (a) Groupe de bandes de glissement observé à 1.2 mm de la fissure principale, à $2,5.10^5$ cycles, et (b) nombreux groupes de bandes de glissement entourés en jaune et observés après 3.10^5 cycles.

Au contraire, en ce qui concerne la nuance P2, la première occurrence d'une bande de glissement en surface a été observée après 5.10^5 cycles. Les bandes de glissement apparaissent donc pour un nombre de cycles plus faible pour la nuance SR. Cette différence d'activité du glissement plastique peut être reliée à la meilleure résistance en fatigue du lot P2 comparée au lot SR. En effet, malgré un amorçage à partir de défauts plus fréquent, le lot P2 montre une meilleure résistance en fatigue (voir précédemment). Grâce aux observations des bandes de glissement en surface, il est possible de conclure que la microstructure de la nuance P2 génère moins de bandes de glissement, qui sont des sites d'amorçages de fissures de fatigue, ce qui expliquerait la plus grande durabilité de cette nuance. Autrement dit, pour un même niveau de contrainte imposée, la nuance P2 a besoin de moins de glissement plastique pour accommoder la déformation. Malheureusement, il est difficile d'imputer ce résultat à une différence microstructurale en particulier.

4.5.1.3 Sur les mécanismes de fissuration

La partie précédente montre que le glissement plastique se manifeste moins pour la nuance P2, réduisant ainsi les probabilités d'amorçage à partir de bande de glissement et, par conséquent, augmentant la durée de vie. Cette partie vise à statuer sur l'impact de la microstructure polycristalline sur les mécanismes de fissuration. Pour cela, une éprouvette P2 et une éprouvette SR ont été observées en EBSD après fissuration par fatigue (figure 4.22). L'éprouvette SR a réalisé $9,5.10^5$ cycles à $\sigma_a = 330$ MPa et l'éprouvette P2 2.10^5 cycles à $\sigma_a = 370$ MPa. Le pas utilisé en EBSD est de $0.25\ \mu\text{m}$.

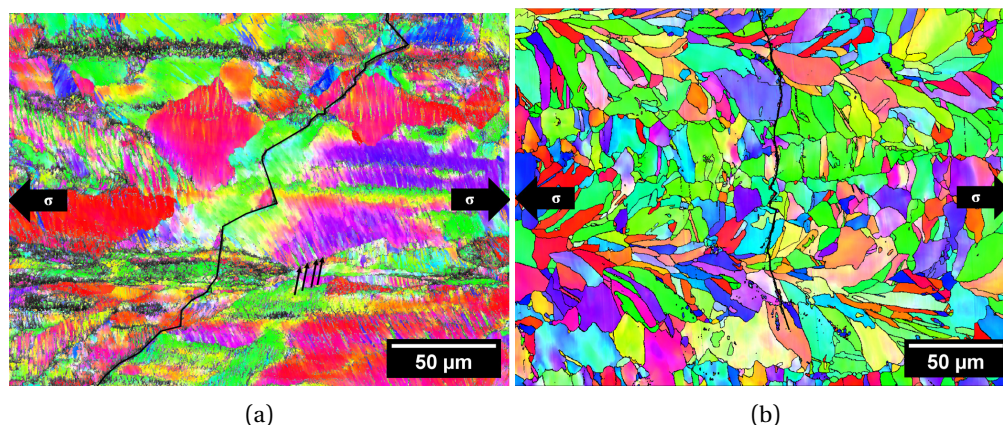


FIGURE 4.22 : Cartographies de figure de pôles inverses après fissuration en fatigue d'une éprouvette (a) SR ($9,5.10^5$ cycles, $\sigma_a = 330$ MPa) et (b) P2 (2.10^5 cycles, $\sigma_a = 370$ MPa). Le sens de chargement est horizontal (grosses flèches noires). Sur (a), des bandes de glissement en surface sont mises en valeur par les petites flèches noires.

Tout d'abord, la comparaison des figures 4.22a et 4.22b confirme les observations réalisées en partie précédente : la microstructure SR génère plus de glissement que la microstructure P2. De plus, les désorientations intragranulaires sont bien plus marquées pour la nuance SR que pour la nuance P2. La taille de grain supérieure pour la nuance SR pourrait expliquer, en partie, cette différence de désorientation interne. Du point de vue du comportement mécanique, ces observations suggèrent que les contraintes générées en pointe de fissures sont accommodées par des mécanismes de plasticité de type glissement et rotation cristalline dans le cas de la nuance SR. Au contraire, pour la nuance P2 ces mécanismes de déformation plastique ne sont pas mis en évidence par l'observation EBSD.

En conséquence, les chemins de fissurations sont différents entre les deux nuances. La fissure visible pour l'éprouvette SR montre un trajet avec de longues séquences rectilignes marquées qui correspondent aux plans de glissements (figure 4.22a). De plus, des observations réalisées sur le fut et le faciès d'une autre éprouvette SR confirment le caractère fortement cristallographique des fissures 4.23. En effet, les figures 4.23 montrent l'amorçage, puis la propagation de fissures selon des plans de glissements bien définis.

Au contraire, le trajet de fissuration des éprouvettes P2 est plus linéaire, montrant moins de zones rectilignes correspondant aux plans de glissement (figure 4.22a). La taille de grains plus faible de la nuance P2 a tendance à favoriser la planéité de la fissure puisque la propagation selon des plans de glissement est confinée dans les grains. Cependant, la taille de grain n'explique probablement pas à elle seule les différences observées.

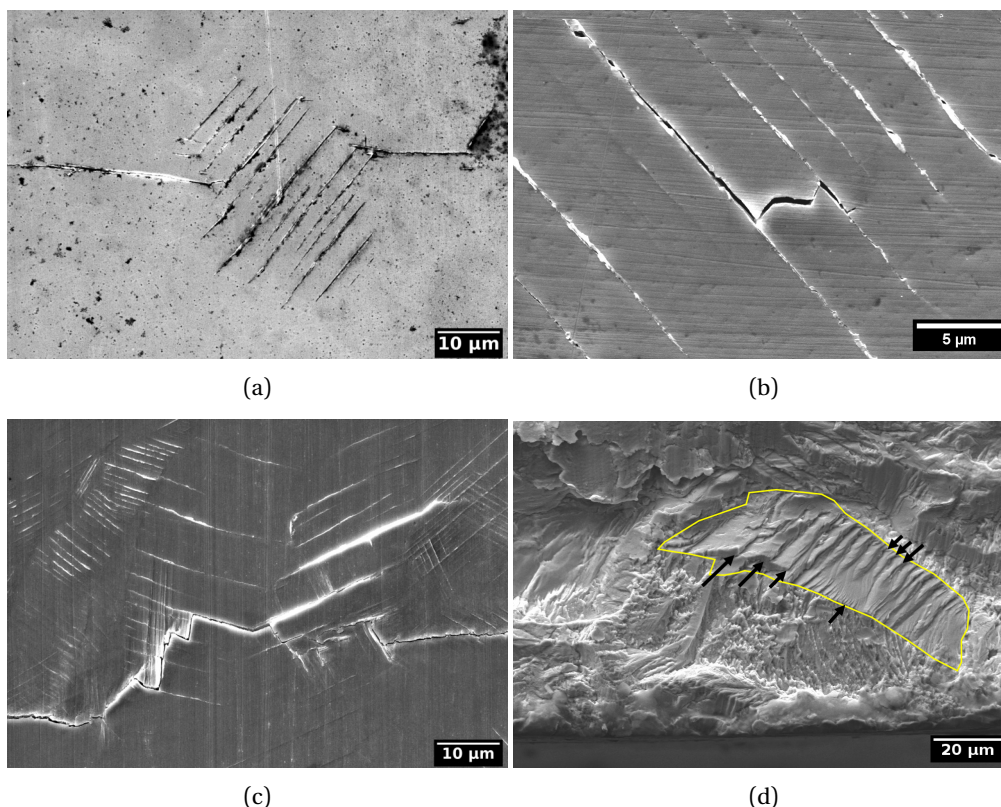


FIGURE 4.23 : (a) Groupement de bandes de glissement observé sur une éprouvette SR cyclée à $\sigma_{max}=300$ MPa pendant 1 000 000 de cycles. Ce groupement de bandes, localisé à 2.8 mm de la fissure principale, est la cause de l'amorçage des deux fissures de fatigue visibles sur l'image. En (b), une micro-fissure amorçant à partir de bandes de glissement sur une éprouvette Rot. L'image (c) montre la forte interaction entre la fissure principale d'une éprouvette SR ($\sigma_{max}=280$ MPa - 1 000 000 de cycles) et les bandes de glissements avoisinantes. L'image (d) montre un grain révélé sur le faciès de rupture et les nombreux plans de glissement (pointés par des flèches noires) émergeants à la surface de ce grain.

Les mécanismes de localisation de la plasticité semblant être différents, il est probable qu'ils affectent le comportement en fissuration. Pour comprendre l'origine des différences de comportement en fissuration, des cartographies des phases cristallines ont été réalisées (figures 4.24a et 4.24b). Celles-ci montrent que la nuance SR est uniquement composée d'austénite même après fissuration alors que de la martensite est observable proche de la fissure pour la nuance P2. Les cartographies de P2 avant chargement n'ont pas montré de martensite. De plus, la figure 4.24b montre clairement que la martensite est préférentiellement localisée proche de la fissure. En conséquence, il s'avère que la fissuration génère une transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ pour la nuance P2. En conclusion, l'activité plastique générée par la fissuration est accommodée par la nuance P2 par une transformation martensitique.

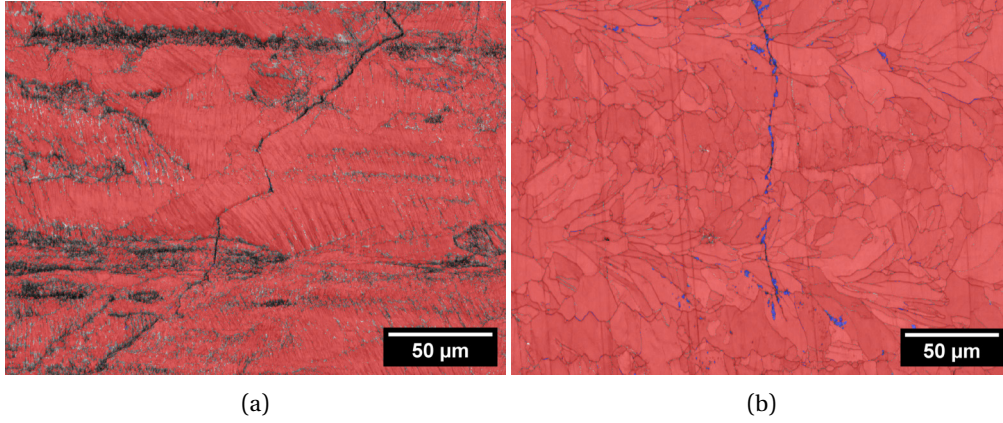


FIGURE 4.24 : Cartographies de phase des éprouvettes (a) SR ($9,5 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 330$ MPa) et (b) P2 ($2 \cdot 10^5$ cycles, $\sigma_a = 370$ MPa). Les cartographies de figure de pôle inverse sont exposées en figure 4.22. Rouge = austénite, bleu = martensite.

Le mode de déformation plastique privilégié (transformation martensitique, maclage, glissement) dépend, entre autres, de la composition chimique de l'alliage. Pour comprendre l'origine de la transformation martensitique observée pour P2, les valeurs d'énergie de fautes d'empilements (SFE) et de température $M_d(30)$ ⁹ sont respectivement calculées à partir de la composition chimique des poudres selon les formules extraites de Afkhami et al. [2] (Eq. 4.4 pour la SFE et Eq. 4.5 pour $M_d(30)$). Les valeurs pour les nuances SR et P2 sont rassemblées dans le tableau 4.7.

$$SFE = 2.2 + 1.9Ni_{wt\%} - 0.016Cr_{wt\%} + 0.77Mo_{wt\%} - 2.9Si_{wt\%} + 0.5Mn_{wt\%} + 40C_{wt\%} - 3.6N_{wt\%} \quad (4.4)$$

$$M_d(30) = 413 - 462(C_{wt\%} + N_{wt\%}) - 9.2Si_{wt\%} - 8.1Mn_{wt\%} - 13.7Cr_{wt\%} - 9.5Ni_{wt\%} - 18.5Mo_{wt\%} \quad (4.5)$$

	SR (lot 1)	P2 (lot 2)
SFE (mJ/m^2)	31	27
$M_d(30)$ ($^{\circ}C$)	-31	-9

TABLEAU 4.7 : Valeurs de SFE et de $M_d(30)$ des poudres des lots 1 (nuance SR) et 2 (nuance P2) calculées à partir des équations 4.4 pour la SFE et 4.5 pour $M_d(30)$.

Classiquement, on observe que les faibles valeurs de SFE ($< 15 \text{ mJ/m}^2$) favorisent la transformation martensitique, les SFE intermédiaires ($\approx 15-45 \text{ mJ/m}^2$) la déformation par maclage et enfin les SFE les plus élevées ($> 45 \text{ mJ/m}^2$) le glissement [135]. D'après ces données, les deux nuances d'acier 316L LPBF utilisées devraient se déformer majoritairement par maclage. Or, ce mode de transformation n'a pas été observé.

⁹Température à laquelle 50 % de l'austénite se transforme en martensite sous 30 % de déformation plastique

La composition chimique locale peut faire varier fortement les valeurs de SFE et ainsi favoriser localement un mode de déformation au détriment des autres [155]. Ces variations locales sont d'autant plus probables que l'acier 316L LPBF est connu pour avoir une microstructure fortement hétérogène, notamment via la présence de micro-ségrégations [50]. Par ailleurs, les fortes densités de dislocations favorisent la transformation martensitique [59], ce qui pourrait expliquer l'observation de martensite malgré la prédiction liée à la valeur de SFE.

Malgré que les valeurs de SFE calculées ne soient pas en accord avec le mode de déformation observé, on retrouve bien que la SFE de la nuance P2 est plus faible que celle de SR. Entre ces deux nuances, c'est donc bien P2 qui est plus susceptible de se déformer par transformation martensitique, ce qui corrèle avec les observations.

La température $M_d(30)$ a aussi été calculée, et les valeurs obtenues mènent aux mêmes conclusions. En effet, les valeurs de $M_d(30)$ sont inférieures à la température ambiante, donc ne prédisent pas une transformation martensitique. Néanmoins, le taux de déformation plastique local, en pointe de fissure, est bien supérieur à 30%. Enfin, on retrouve bien que c'est pour la nuance P2 que la transformation martensitique est plus probable que pour la nuance SR.

Finalement, bien que les valeurs de SFE et $M_d(30)$ ne prédisent pas de transformation martensitique, elles montrent que celle-ci a plus de probabilité de survenir pour la nuance P2 que pour la nuance SR.

Quelles sont les conséquences sur le comportement en fatigue? Cette transformation martensitique pourrait expliquer en partie la durée de vie supérieure constatée pour les éprouvettes P2. L'équipe de Dierk Raabe [228] a montré que la vitesse de propagation des fissures courtes en fatigue est fortement réduite (voir arrêtée) en présence de transformation martensitique en pointe de fissure. De plus, Farahani et al. [61] ont récemment confirmé que la transformation martensitique retarde la propagation de fissure. Pour rappel, malgré des défauts plus critiques au regard de la microstructure (cf tableau 4.6, $\chi_{P2} > \chi_{SR}$), la résistance à la fatigue des éprouvettes P2 est supérieure à celle des éprouvettes SR. Cette controverse pourrait donc s'expliquer par un blocage de la propagation des fissures courtes lié à une transformation martensitique en pointe de fissure. L'observation de nombreuses fissures secondaires sur les éprouvettes P2 appuie cette hypothèse (exemple en figure 4.18).

Finalement, la microstructure polycristalline a un impact modéré sur la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF. Cette partie a permis de montrer que l'agencement et la forme des grains n'ont que peu d'impact sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles. Ensuite, les comparaisons entre les éprouvettes SR et P2 ont mis en évidence des différences de mécanismes de déformation plastique. Cependant, il est vraisemblable que ces différences soient essentiellement dues aux variations de compositions chimiques entre ces nuances plutôt qu'à leur microstructure polycristalline. Des investigations supplémentaires seraient nécessaires pour statuer sur l'origine de la transformation martensitique observée pour l'éprouvette P2.

4.5.2 Impact des sous-structures induites par le procédé LPBF

Après avoir étudié l'impact des défauts, puis l'impact de la microstructure polycristalline, cette partie s'intéresse à une échelle plus fine, celle des cellules de dislocations et micro-ségrégations. Les connaissances acquises sur les traitements thermiques au chapitre 3 permettent de maîtriser la structuration de ces réseaux cellulaires. Des éprouvettes du lot P2 ont donc été traitées thermiquement à différentes températures : 650°C, 900°C et 1200°C. Leur comportement en fatigue HCF sera comparé à celui des éprouvettes à l'état as-built 4.25.

4.5.2.1 Sur la résistance en fatigue

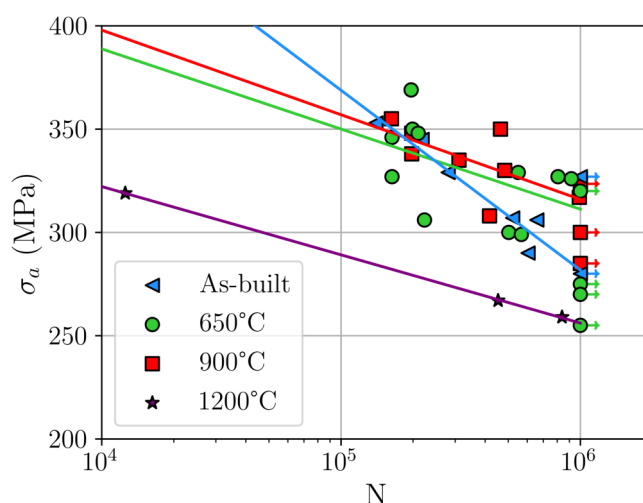


FIGURE 4.25 : Diagramme S-N des éprouvettes P2 après différents traitements thermiques

Comparaison à l'état as-built

La figure 4.25 montre que les TThs influencent le comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF. Pour commencer, comparé à l'état as-built, les états traités montrent des sensibilités au niveau de contrainte imposé différentes. En effet, la pente des régressions logarithmiques diffère entre l'état as-built et les états traités. Pour des états de contrainte élevés (≈ 350 MPa) la résistance en fatigue des états as-built, 650°C et 900°C est équivalente, par contre la limite en fatigue à 10^6 cycles est inférieure de 40 MPa pour l'état as-built comparé aux deux autres. Ce comportement a déjà été rapporté par Riemer et al. [176] qui avaient déterminé une limite de fatigue 30 MPa supérieure de l'état 650°C par rapport à un état as-built.

Une première hypothèse expliquant la plus faible résistance à la fatigue de l'état as-built à faible niveau de contrainte est liée à la transformation martensitique. Le mécanisme de transformation martensitique observé en pointe de fissure à l'état TTh 650°C est probablement affecté par les TThs. [85] rapportent que la transformation martensitique est annihilée en présence de fortes densités de dislocations et de barrières microstructurales telles que les LAGBs. Or, les densités de dislocation sont maximales à l'état as-built, ce qui suggère que la transformation martensitique en pointe de fissure est défavorisée pour cet état comparé aux autres. Ainsi, la transition fissure courte/fissure longue ne serait pas retardée par la transformation martensitique, ce qui corrèle avec les durées de vie plus faibles observées à l'état as-built pour des faibles niveaux de contrainte. Cependant, ce comportement vis-à-vis de la transformation martensitique devrait être identique à haut et bas niveau de contrainte.

L'amélioration de la limite de fatigue (comportement à bas niveau de contrainte) suite aux TThs à 650°C et 900°C par rapport à l'état as-built, s'explique plus probablement par une augmentation de la ductilité de l'alliage. En effet, par exemple entre l'état as-built et l'état 650°C, l'allongement à rupture augmente de 18% (+32% relatif). Cette augmentation de la ductilité diminue la sensibilité aux défauts et fissures courtes. Effectivement, Rigon [178] rapporte qu'à grand nombre de cycles, plus la ductilité est élevée et plus la sensibilité aux défauts est faible [178]. Cette hypothèse corrèle bien avec le fait que pour la nuance P2 la majorité des fissures de fatigue se sont amorcées à partir de manques de fusion fins. Une diminution de la sensibilité à ces manques de fusion, et par extension aux fissures courtes, augmente donc naturellement la résistance en fatigue.

D'autre part, à plus haut niveau de contrainte, les durées de vie des états as-built, traités 650°C et 900°C sont proches malgré des variations significatives des propriétés monotones. Ce résultat trouve une explication dans les évolutions du comportement cyclique. Les essais de fatigue oligocyclique après différents TThs réalisés dans le cadre de cette thèse n'ont pas permis de conclure sur ce point. Cependant, dans la littérature, [34] rapportent qu'il n'y a pas de durcissement à l'état as-built quelque soit le niveau de déformation. En comparaison, à l'état 650°C, toutes les éprouvettes testées¹⁰ montrent une phase de durcissement. Par ailleurs, [97] exposent que l'adoucissement est maximal à l'état as-built comparé à des états TThs et ce pour plusieurs niveaux de déformation imposés. Pour résumer, ces deux publications suggèrent que les TThs augmentent les capacités de durcissement tout en diminuant l'adoucissement. Ainsi, lors de sollicitations cycliques à haut niveau de contrainte, le comportement entre éprouvettes traitées et non traitées tend à s'harmoniser.

Finale, c'est l'augmentation de la ductilité de l'alliage suite aux TThs qui augmente la durée de vie en fatigue HCF alors que les évolutions du comportement cyclique expliquent un comportement similaire à plus faible nombre de cycles malgré les TThs.

Rôle de la microstructure micrométrique

La comparaison entre les états 650°C et 900°C est intéressante car elle permet de statuer sur l'influence des cellules de micro-ségrégations, de la phase sigma, et dans une moindre mesure, des cellules de dislocations.

Entre ces deux états, les pentes des régressions logarithmiques sont très proches et sont décalées de seulement quelques MPa. De plus, l'analyse des faciès de rupture montre que les fissures de fatigue proviennent toujours majoritairement de défauts même après traitement thermique à 900°C.

Tout d'abord, le mécanisme de transformation martensitique observé en pointe de fissure à l'état TTh 650°C pourrait être modifié par le TTh à 900°C. Par exemple, la disparition des micro-ségrégations entre 650 et 900°C fait varier localement les valeurs de SFE et peut ainsi affecter les mécanismes de déformation préférentiels. Cependant, la figure 4.25 suggère plutôt que le comportement est proche sur l'ensemble de la durée de vie et que donc les mécanismes sous-jacents sont inchangés entre ces deux états.

En traction monotone, une différence de limite d'élasticité d'environ 50 MPa en faveur du TTh 650°C et des allongements à rupture comparables ont été obtenus (72% à 650°C, 67% à 900°C). Ainsi, la ductilité des deux états est comparable alors que les limites d'élasticités sont différentes. Malgré la différence de limite d'élasticité, les comportements en fatigue des états 650°C et 900°C sont proches. Pourtant, l'état microstructural est bien différent : à

¹⁰Quelle que soit la microstructure ou les populations de défauts

900°C les cellules de micro-ségrégations ont disparu, les densités de dislocations sont plus faibles et des précipités de phase sigma pavent les joints de grains. Le comportement en fatigue n'est donc pas fortement affecté par ces changements microstructuraux aux échelles micrométriques.

Enfin, le traitement thermique à 1200°C réduit considérablement la résistance en fatigue de l'acier 316L LPBF (-70 MPa sur la limite de fatigue à 10^6 cycles par rapport à l'état détentionné à 650°C). En traction, par rapport à l'état 650°C, la limite d'élasticité chute de 140 MPa (-34% relatif) et l'allongement à rupture augmente de 15% (+21% relatif). Ces fortes variations de propriétés s'expliquent par des changements microstructuraux majeurs. En effet, une recristallisation partielle (voir annexe E) engendre une modification de la texture, l'apparition de macles thermiques, et une chute de la densité de dislocation dans les grains recristallisés. D'autre part, la phase σ disparaît suite à ce TTh et les nano-oxydes grossissent de façon remarquable (voir chapitre 3, section **sec:C3_nano_ccl**). Toutefois, la diminution de la résistance en fatigue ne peut pas être imputée à une de ces modifications microstructurales en particulier.

Limite d'élasticité monotone et comportement en fatigue HCF

Afin d'étudier l'effet de la limite d'élasticité monotone sur le comportement en fatigue, la figure 4.26 propose une normalisation de l'amplitude de contrainte σ_a par la limite d'élasticité correspondant à chaque état. Cette figure révèle que les comportements par rapport à la limite d'élasticité monotone sont bien différents d'un état de TTh à l'autre. Plus les éprouvettes sont traitées à haute température, plus la limite de fatigue se rapproche, voire dépasse, la limite d'élasticité monotone. En d'autres termes, bien que la limite d'élasticité monotone diminue avec la température de traitement thermique, les propriétés en fatigue restent assez stables.

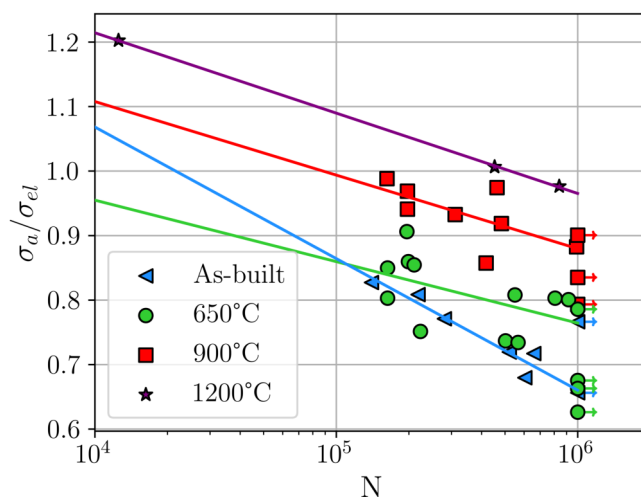


FIGURE 4.26 : Diagramme S-N des éprouvettes P2 après différents traitements thermiques normalisé par la limite d'élasticité correspondant à chaque température de traitement

Ce résultat pourrait s'expliquer par des différences d'évolution du comportement cyclique. Comme abordé précédemment, en se basant sur une analyse de la littérature [34], [97], la diminution de densité de dislocation liée aux traitements thermiques aurait tendance à augmenter l'écrouissage induit par le chargement cyclique. En conséquence, malgré des limites d'élasticités monotones différentes, après chargement en fatigue le comportement tend à s'harmoniser entre les éprouvettes traitées à différents TThs. Ceci pouvant expliquer

pourquoi les propriétés en fatigue restent stables après TThs (figure 4.26).

Par ailleurs, l'analyse de ces essais montre que la limite d'élasticité monotone n'est pas directement corrélée au comportement en fatigue à grand nombre de cycles. Comme suggéré par Ueno et al. [213], le comportement en fatigue HCF est plus souvent corrélé à la résistance mécanique maximale en traction monotone pour les matériaux ductiles.

De la même manière, l'évolution du comportement cyclique explique les propriétés en fatigue remarquables de la nuance traitée à 1200°C comparées à sa limite d'élasticité. Effectivement, malgré le très faible nombre d'éprouvettes, la limite de fatigue à 10^6 cycles semble se situer proche de la limite d'élasticité monotone. Ce comportement s'explique par un écrouissage cyclique positif prononcé, comme c'est le cas pour l'acier 316L conventionnel [34]. Cette hypothèse est soutenue par le fait que les microstructures après recristallisation de l'acier 316L LPBF et celles de l'acier 316L conventionnel sont semblables : elles montrent toutes deux des macles et une densité de dislocation relativement faible.

Finalement, il semblerait que la bonne résistance en fatigue des états traités thermiquement comparée à leur limite d'élasticité monotone s'explique par l'évolution du comportement cyclique au cours du chargement.

4.5.2.2 Sur la morphologie de l'endommagement et de la rupture

Enfin, comme évoqué précédemment, le comportement proche en fatigue HCF des nuances traitées à 650°C et 900°C suggère que les variations microstructurales entre ces deux états n'affectent pas le comportement en fatigue à grand nombre de cycles. Pour rappel, entre ces deux états, le réseau de micro-ségrégations disparaît au profit de la précipitation de phase σ . De plus, les densités de dislocations diminuent, en particulier dans les joints de cellules de dislocations. Enfin, les traces des bains de fusion disparaissent.

Afin d'étudier l'impact des réseaux de cellules et traces des bains de fusion sur la morphologie de l'endommagement, des attaques chimiques ont été réalisées après essais de fatigue sur éprouvettes SR traitées à 650°C. Les observations ont ensuite été réalisées au MEB.

Tout d'abord, la figure 4.27a montre un groupe de bandes de glissement traverser des bains de fusion sans être dévié. Pour rappel, les traces de bains de fusion sont des lieux de composition chimique légèrement différente du reste de la matrice. Cette première image illustre donc que les bandes de glissement n'interagissent pas avec les ségrégations chimiques des traces de bains de fusion. Leur disparition entre 650 et 900°C ne doit donc pas modifier la morphologie de l'endommagement, et corrèle donc bien avec la stabilité de résistance en fatigue entre ces états.

Ensuite, les images 4.27b et 4.27c illustrent que peu importe l'orientation des cellules de micro-ségrégations environnantes, les bandes de glissements les traversent sans interactions visibles. Le glissement de dislocation n'est donc pas empêché par les cellules de micro-ségrégations et cellules de dislocations malgré la présence de fortes densités de dislocations dans les parois de cellules. La disparition des cellules de micro-ségrégations, et l'atténuation du réseau de cellules de dislocations, entre 650 et 900°C ne doit donc pas modifier la morphologie de l'endommagement, et corrèle donc bien avec la stabilité de résistance en fatigue entre ces états. Cependant, ces observations n'indiquent pas que les parois cellulaires ne sont pas des obstacles au glissement des dislocations. Il n'est pas possible de conclure sur ce point avec seulement ces images. Il est possible, même probable, que les parois de cellules ralentissent le glissement de dislocations.

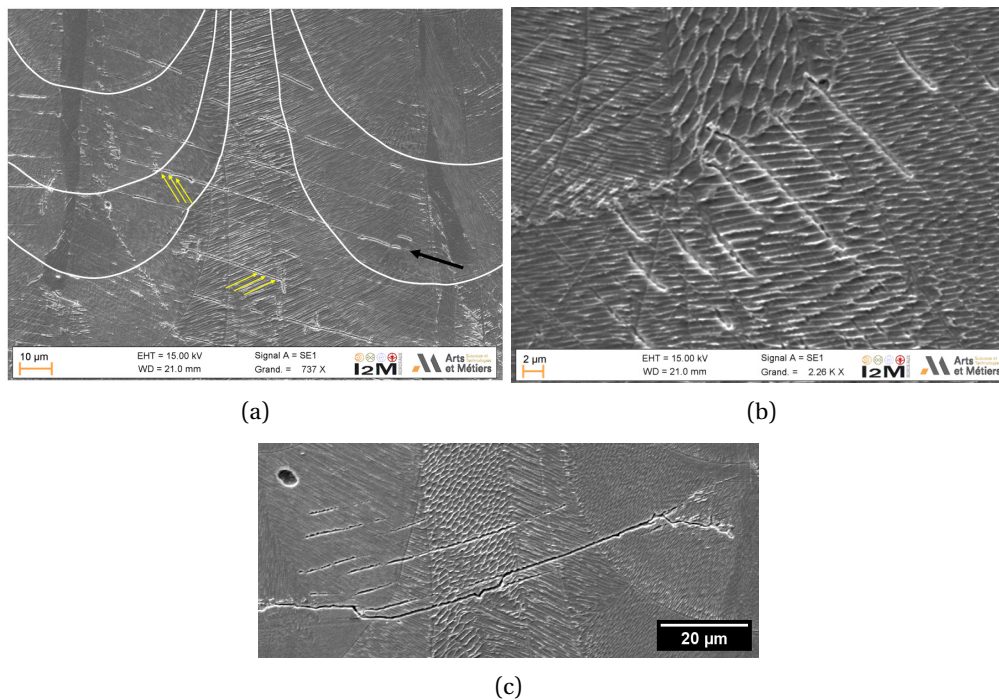


FIGURE 4.27 : Observation des fûts d'éprouvettes SR (TTh650°C) après attaque chimique montrant : (a) Des plans de glissement (flèche noire) traversant des bains de fusion (blanc) et franchissant des cellules de micro-ségrégations (orientés selon flèches jaunes). L'image (b) montre d'autres plans de glissement traversant les cellules de micro-ségrégations et l'image (c) une fissure se propageant le long d'un plan de glissement

4.6 Conclusions du chapitre

L'objectif de ce chapitre était d'analyser et comprendre l'influence des défauts et différentes échelles de la microstructure sur le comportement en fatigue de l'acier 316L.

Concernant les défauts, il a été montré que les défauts dont la $\sqrt{aire} > 100 \mu\text{m}$ réduisent de façon conséquente la durée de vie en fatigue à faible et grand nombre de cycles. De plus, en présence de ces gros défauts, la microstructure à l'échelle du polycristal ou à l'échelle micrométrique n'a strictement aucun effet sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles et ce malgré des variations microstructurales marquées.

Ensuite, il a été montré que la taille des grains est toujours un paramètre clé concernant la compétition à l'amorçage entre défauts et microstructure. En effet, la taille de défaut critique est, comme pour l'acier 316L conventionnel [74], proche de la taille des grains. Ce résultat contraste avec l'analyse du comportement mécanique quasi-statique de l'acier 316L LPBF dont les propriétés élevées sont souvent attribuées à la taille des cellules de dislocations plutôt qu'à la taille de grains [86], [180], [222].

Concernant ces cellules, il a été aussi montré qu'elles ne semblent pas avoir un effet direct sur le comportement en fatigue, elles ne modifient pas les morphologies d'endommagement. De même, la suppression des cellules de micro-ségrégations, la précipitation de phase σ et la diminution de densité de dislocations entre 650 et 900°C ne diminue pas la résistance en fatigue alors que ces modifications microstructurales impactent le comportement monotone. Cette controverse est expliquée par des différences de comportement cyclique.

Ce chapitre a permis d'étudier le comportement de l'acier 316L LPBF en fatigue à faible et grand nombre de cycles pour diverses populations de défauts et microstructures à différentes échelles. Néanmoins, les conclusions sur l'influence de la microstructure en l'absence de défauts, et notamment sur l'influence des réseaux de dislocations/ségrégations, restent incomplètes. Pour aller plus loin, le chapitre suivant a pour objectif de s'intéresser plus particulièrement aux mécanismes de localisation de la déformation au sein de la microstructure polycristalline. Pour cela, une approche originale est proposée en couplant la diffraction des neutrons et celle des rayons X à la simulation numérique.

CHAPITRE 5

Grands instruments et simulation : outils d'analyse du comportement micromécanique de l'acier 316L LPBF

Si tu n'arrives pas à penser, marche; si tu penses trop, marche; si tu penses mal, marche encore.

— Jean Giono

Contents

5.1	Introduction	186
5.2	Apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue	187
5.2.1	Objectifs de l'expérience	187
5.2.2	Conditions expérimentales	188
5.2.3	Résultats expérimentaux	193
5.2.4	Discussion sur l'impact des sous-structures issues du procédé LPBF	199
5.2.5	Couplage avec la simulation numérique	202
5.2.6	Conclusion sur l'apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue	211
5.3	Apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude du comportement en fatigue	212
5.3.1	Objectifs de l'expérience	212
5.3.2	Matériaux et méthodes	212
5.3.3	Résultats expérimentaux	222
5.3.4	Couplage avec la simulation numérique	230
5.3.5	Conclusion sur l'apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude des interactions fatigue-microstructure	236
5.4	Conclusions du chapitre	237

5.1 Introduction

Dans les chapitres précédents, une démarche expérimentale a été établie pour étudier l'effet de la microstructure héritée du procédé LPBF sur le comportement en fatigue de l'acier 316L. Utilisant le procédé (chapitre 2) et des post-traitements adaptés (chapitre 3), des matériaux à population de défauts et microstructures contrôlées ont été fabriqués. Leur comportement en fatigue, à l'échelle macroscopique, été étudié au chapitre 4.

Le chapitre 5 a pour objectif d'approfondir l'étude de l'influence de la microstructure sur le comportement micro-mécanique de l'acier 316L. Le but final étant d'apporter des clés de compréhension des mécanismes de localisation des déformations au niveau de la microstructure. Pour cela, une approche couplant simulation numérique et grands instruments est mise en place.

5.2 Apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue

5.2.1 Objectifs de l'expérience

Dans l'ensemble du manuscrit, et plus particulièrement dans ce chapitre, le terme *anisotropie* est utilisé pour décrire une différence de comportement qui dépend de l'orientation du grain considéré. Cette définition permet d'alléger la description des résultats. En revanche, elle peut différer de la définition usuellement utilisée.

L'objectif de cette expérience est de caractériser l'hétérogénéité de comportement en fatigue de différentes familles de grains constitutives de l'acier 316L LPBF. Pour le 316L conventionnel, et plus généralement pour les matériaux de structure CFC, il est connu que le comportement élastique des grains dépend de leur orientation [74], [101]. Bien que des résultats existent dans la littérature pour l'acier 316L LPBF, l'influence des sous-structures sur l'anisotropie de comportement des grains et son évolution au cours d'un chargement en fatigue n'est toujours pas bien établie. Disposant d'éprouvettes avec des sous-structures plus ou moins prononcées (grâce aux TThs, voir chapitre 3), ce lien sera investigué.

De même, disposant de microstructures très différentes à l'échelle du polycristal et avec des sous-structures comparables (grâce à la maîtrise du procédé LPBF, voir chapitre 2), l'influence du voisinage des grains diffractants sur leur réponse micro-mécanique sera aussi investiguée.

Cette expérience se limite au domaine oligocyclique de la fatigue pour lequel l'ensemble des grains subissent des déformations plastiques. Ce choix est motivé par le caractère statistique de la diffraction des neutrons. En effet, contrairement aux techniques de diffraction des rayons X, le volume sondé est centimétrique (voir chapitre 1, section 1.5.2.1) et de très nombreux grains se retrouvent simultanément en condition de diffraction. Les déformations inter-réticulaires ε_{hkl} calculées sont moyennées sur un grand nombre de grains diffractants. Or, en fatigue à grand nombre de cycles, les déformations plastiques sont spatialement localisées dans certains grains [127], [188]. Dans ce cas, la déformation est fortement hétérogène et ne peut donc pas être représentée par une mesure moyenne. Au contraire, en fatigue oligocyclique, les déformations plastiques sont généralisées, les hétérogénéités plus faibles et la moyenne réalisée par diffraction des neutrons est plus représentative du comportement réel.

Une proposition d'expérience a été déposée sur la ligne SALSA à l'ILL. L'expérience consiste en la réalisation de mesures de distances inter-réticulaires et leurs évolutions au cours d'un chargement de fatigue oligocyclique. A partir de ces mesures, les déformations élastiques et contraintes à l'échelle des grains sont calculées. La description des essais et mesures est détaillée en partie 5.2.2.2. Les essais ont été réalisés dans le cadre de la proposition n°1-02-343 pendant quatre jours en juin 2021.

5.2.2 Conditions expérimentales

5.2.2.1 Montage expérimental

L'expérience a été réalisée sur la ligne SALSA de l'ILL [203]. Cette ligne est dédiée à la mesure des déformations cristallines par diffraction des neutrons. Elle est particulièrement adaptée aux expériences *in-situ* grâce à l'hexapode situé au centre du diffractomètre et aux machines d'essais qui peuvent y être installées. Un schéma de la ligne, vue du dessus, est disponible en figure 5.1. La source est fixe et le détecteur mobile autour d'un axe centré sur l'échantillon (centre du diffractomètre).

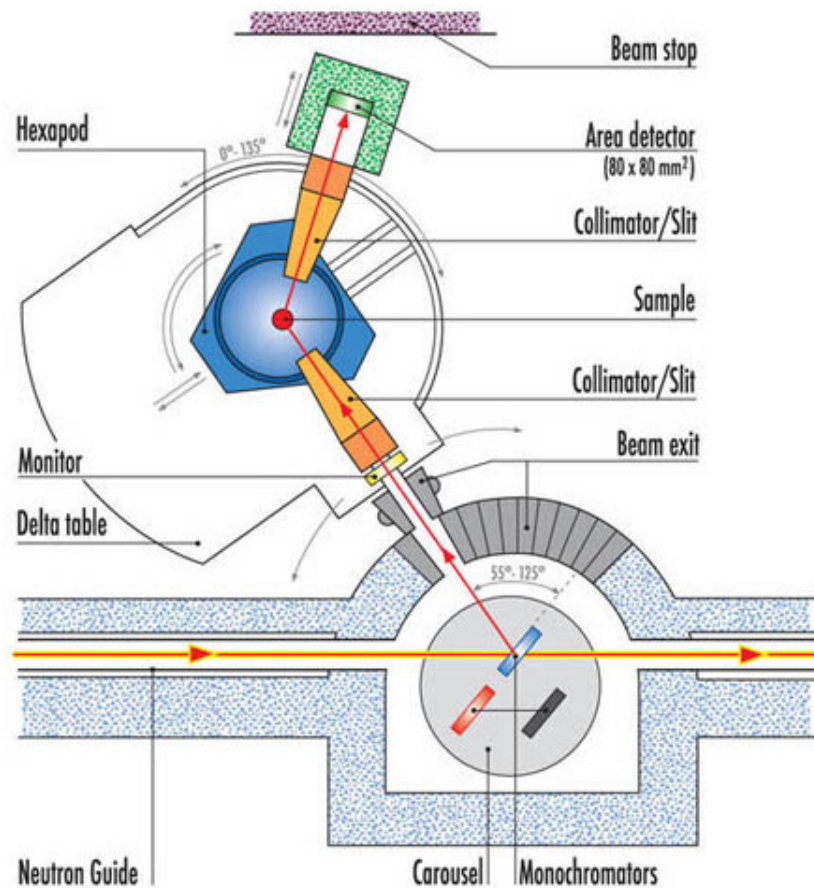


FIGURE 5.1 : Schéma (vue du dessus) de la ligne SALSA à l'ILL. Extrait du site internet de la ligne SALSA [203].

Une machine de fatigue hydraulique Instron 50 kN a été positionnée au centre du diffractomètre sur l'hexapode (voir figure 5.2a). Elle est positionnée à l'horizontal pour permettre la mesure des déformations inter-réticulaires axiales (*ie* le long de l'axe de chargement). Dans cette configuration, le vecteur de diffraction $\underline{Q}$ est colinéaire à l'axe de chargement et inclus dans le plan horizontal (voir figure 5.2b). Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes de fatigue sans méplat (décrites au chapitre 2, figure 2.4)

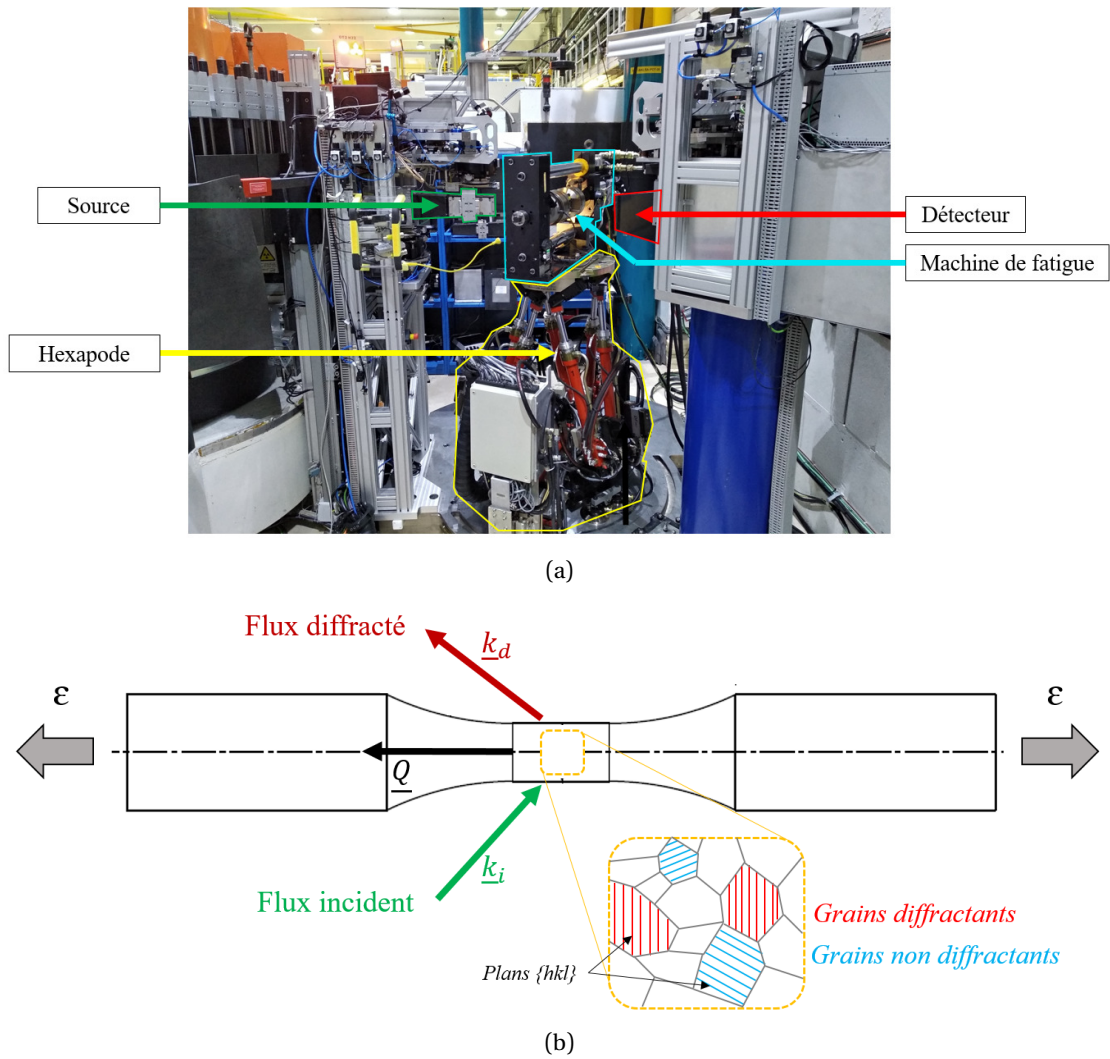


FIGURE 5.2 : (a) (b) Photo annotée du montage de fatigue *in-situ* et (c) configuration de mesure des déformations axiales.

5.2.2.2 Description de l'expérience

Paramètres d'acquisition

Les familles de plans étudiées et leurs angles de diffraction (2θ) sont rassemblés dans le tableau 5.1. La longueur d'onde utilisée est de 1.5 Å pour toutes les mesures. Elle a été choisie pour que les angles de diffraction des 4 familles de plans étudiées soient physiquement accessibles avec le détecteur. La position angulaire de la machine de fatigue Instron doit être modifiée pour permettre de placer successivement chaque famille de plan en condition de Bragg. Or, l'encombrement de la machine de fatigue ne permet pas de mesurer des angles $2\theta > 100^\circ$. La fenêtre angulaire (en 2θ) du détecteur utilisé est de l'ordre de 10° , la distance échantillon-détecteur de 125,8 cm. Le volume analysé est de $4*4*4 \text{ cm}^3$.

Plans (hkl)	(200)	(220)	(311)	(222)
Angle de diffraction 2θ ($^\circ$)	48.7	71.4	86.3	91.3

TABEAU 5.1 : Angles de diffraction 2θ des familles de plans étudiées

Le temps de comptage pour chaque position 2θ a été adapté en fonction de la texture de chaque éprouvette de façon à avoir des pics de diffraction exploitables, dans un temps raisonnable, et avec des intensités comparables pour chaque éprouvette. En effet, de façon évidente, la texture du matériau influence au premier ordre le flux de neutrons diffracté pour chaque famille (hkl). Pour la même raison, les plans (222) n'ont pas été mesurés pour les éprouvettes C3 (très texturées, voir 5.3c) à cause du trop faible signal provenant de cette famille de plans.

Matériau

Les éprouvettes suivantes ont été utilisées dans le cadre de cette expérience :

- SR TTh650°C, notée SR (cartographie EBSD de l'état as-built en figure 5.3a)
- P2 TTh650°C, notée P2-650 (cartographie EBSD de l'état as-built en figure 5.3b)
- P2 TTh900°C, notée P2-900 (cartographie EBSD de l'état as-built en figure 5.3b)
- C3 TTh650°C, notée C3 (cartographie EBSD de l'état as-built en figure 5.3c)
- P4 TTh650°C, notée P4 (cartographie EBSD de l'état as-built en figure 5.3d)

La comparaison des réponses des éprouvettes SR, P2-650, C3 et P4 renseigne sur l'effet de voisinage des grains diffractants. En effet, quelque soit la microstructure étudiée, les grains diffractants ont la même orientation selon l'axe de traction (voir schéma 5.2b). Du fait de la variation de texture, leur environnement est différent d'une microstructure à l'autre.

La comparaison des réponses des éprouvettes P2-650 et P2-900 renseigne sur l'effet des sous-structures et de la présence de phase σ . Les détails des différences microstructurales entre ces états sont résumés en annexe E.

Pour rappel, les éprouvettes C3 et P4 contiennent de nombreux et gros manques de fusion. Leur durée de vie en fatigue oligocyclique est réduite comparée à celles des éprouvettes P2 et SR.

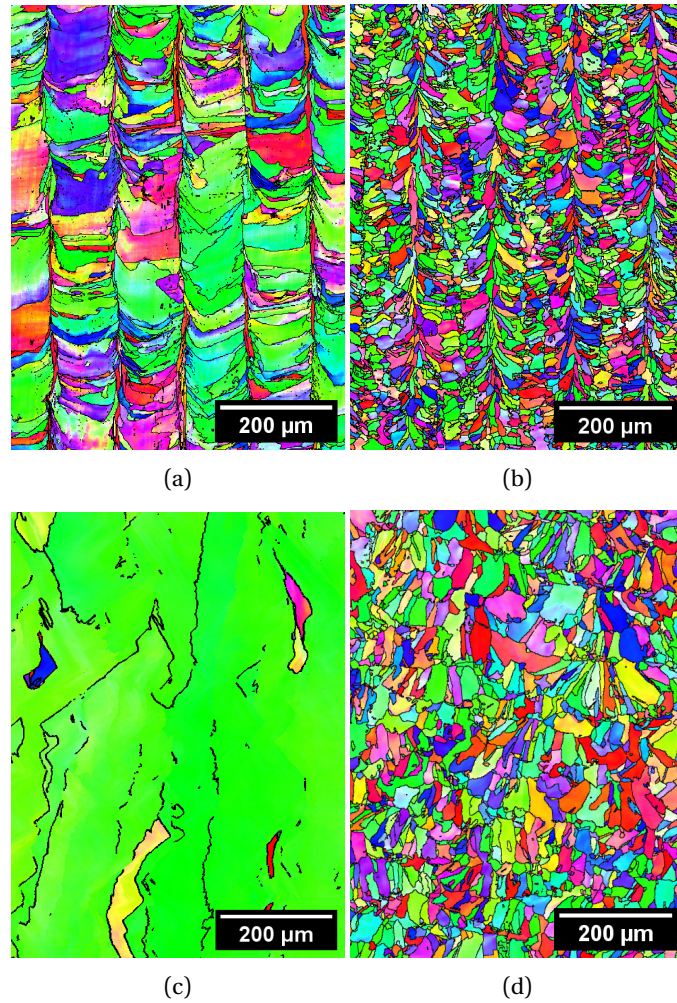


FIGURE 5.3 : Cartographies d'orientations cristallines des éprouvettes (a) SR, (b) P2, (c) C3, et (d) P4 à l'état as-built. Des cartographies plus grandes et d'autres plans d'analyse sont disponibles en annexe A. Entre l'état as-built et les TThs à 650°C ou 900°C les morphologies de grains et orientations cristallines ne varient pas (voir chapitre 3, section 3.4.1)

Description de l'expérience

Les essais de fatigue réalisés sont des essais oligocycliques en traction-compression ($R=-1$) uniaxiale en déformation imposée ($\pm 0.5\%$) dont la déformation est contrôlée grâce à un extensomètre à couteaux (longueur utile = 10.00 mm). Le signal est sinusoïdal et la fréquence est fixée à 1 Hz. Les essais sont menés jusqu'à 2500 cycles pour les éprouvettes SR et P2, jusqu'à 1000 cycles pour l'éprouvette C3 et jusqu'à 500 cycles pour l'éprouvette P4. Ces nombres de cycles ont été choisis en fonction des durées de vie constatées lors d'essais préliminaires (voir Chapitre 4) et afin d'optimiser le temps disponible sur place.

Comme évoqué précédemment, les deux objectifs de l'expérience sont :

1. **Objectif 1** : Évolution des déformations élastiques de chaque famille de plans au cours d'un essai de fatigue. Des mesures de diffraction au pic de certains cycles (*ie* lorsque $\varepsilon = \varepsilon_{max}$) sont réalisées pour suivre l'évolution de ε_{hkl} en fonction du nombre de cycles. Elles sont détaillées au tableau 5.2.
2. **Objectif 2** : Évolution des déformations élastiques de chaque famille de plans sur un

cycle de fatigue oligocyclique. Des mesures de diffraction sont réalisées pour suivre l'évolution de ε_{hkl} lors de la première montée en charge et sur un cycle dit *stabilisé*. Ce cycle est le 2500 pour les éprouvettes SR, P2-650, P2-900, le 1000 pour C3 et le 500 pour P4. Le détail des mesures est rassemblé dans le tableau 5.3.

N (cycle(s))	SR	P2-650	P2-900	C3	P4
1	X	X	X	X	X
2	X	X	X	X	X
5	X	X	X	X	X
10	X	X	X	X	X
25	X	X	X	X	X
50	X	X	X	X	X
75					X
100	X		X	X	
150		X			X
300	X	X	X	X	X
500	X	X	X	X	X
1000	X	X	X	X	
2500	X	X	X		

TABLEAU 5.2 : Objectif 1 ; évolution des déformations ε_{hkl} au cours d'un essai de fatigue. Une croix correspond à une mesure de diffraction sur les 4 (3 pour C3) plans diffractants au maximum du cycle ($\pm 0.5\%$)

	Niveau de déformation (%)
Première montée en charge	0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.0
Cycle stabilisé	0.5, 0.0, -0.1, -0.2, -0.3, -0.4, -0.5, 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5

TABLEAU 5.3 : Objectif 2 ; évolution des déformations ε_{hkl} sur un cycle de fatigue oligocyclique. Pour chaque niveau une mesure de diffraction des neutrons sur les 4 (3 pour C3) plans diffractants est effectuée

5.2.2.3 Exploitation des données

L'intensité diffractée est tracée en fonction de 2θ . Les pics sont modélisés par une fonction de Pseudo-Voigt définie par la somme pondérée d'une fonction lorentzienne (L) et d'une fonction gaussienne (G) (Eq. 5.1). Le paramètre de pondération est noté η . Le bruit de fond est soustrait du signal en le considérant comme quadratique.

$$PV(\eta) = \eta L + (1 - \eta)G \quad (5.1)$$

A partir de cette modélisation, la position moyenne du pic, θ_{hkl} , est définie comme correspondant au maximum du pic et la largeur à mi-hauteur (FWMH, *Full Width Maximum Height*) peut être calculée. L'évolution de la largeur à mi-hauteur sur un cycle de chargement, et en fonction du nombre de cycles, a été analysée. Cependant,

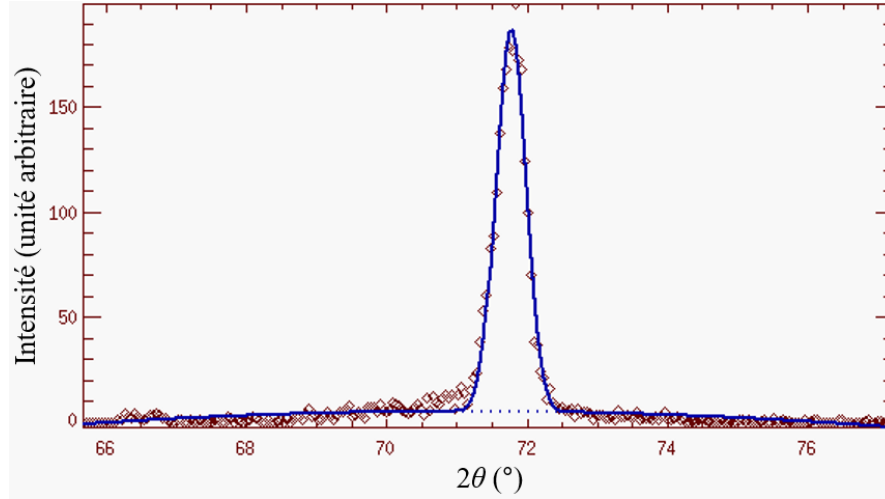


FIGURE 5.4 : Visualisation d'un pic de diffraction (220). Les points correspondent aux intensités relevées par le détecteur pour chaque angle 2θ . La courbe pleine est un fit Pseudo-Voigt et les pointillés représente le fit du bruit de fond par une fonction quadratique.

aucune variation significative n'a été notée, ces résultats ne seront donc pas discutés. Cette évolution aurait pu renseigner d'une part sur l'hétérogénéité des déformations entre grains diffractants pour la même famille $\{hkl\}$ et d'autre part sur les désorientations intragranulaire moyenne pour une famille $\{hkl\}$. Cette dernière information aurait pu être reliée à l'activité plastique dans les grains.

Pour le calcul des déformations, la valeur de référence θ_{hkl}^0 est prise comme la valeur de θ_{hkl} au début de l'essai pour $\varepsilon_{macro} = 0.0\%$. Toutes les évolutions sont donc relatives à cette mesure.

En faisant l'hypothèse que les contraintes résiduelles sont négligeables à l'état initial, on peut considérer que les déformations calculées ainsi sont les déformations élastiques réelles. Les contraintes résiduelles d'ordre 1 sont quasi-nulles après des TThs à 650°C ou 900°C comme mesuré en DRX (Cf chapitre 3). De plus, dès la première montée en charge l'ensemble des grains plastifient et les contraintes d'ordre 2 sont redistribuées. L'hypothèse qui consiste à négliger les contraintes résiduelles, et considérer les déformations mesurées comme réelles, est donc recevable.

A partir de θ_{hkl} , la déformation axiale ε_{hkl} est calculée par l'équation (Eq. 5.2) :

$$\varepsilon_{hkl} = -\cot(\theta_{hkl}^0)\Delta\theta_{hkl} \text{ avec } \Delta\theta_{hkl} = \theta_{hkl} - \theta_{hkl}^0 \quad (5.2)$$

5.2.3 Résultats expérimentaux

Avant de décrire les résultats obtenus, il est important de se rappeler que les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents.

5.2.3.1 Hétérogénéité de comportement élasto-plastique

Cette partie réponds à l'objectif n°2 formulé précédemment : l'étude de l'hétérogénéité des déformations de différentes familles de plans de l'acier 316L LPBF lors d'un chargement élasto-plastique.

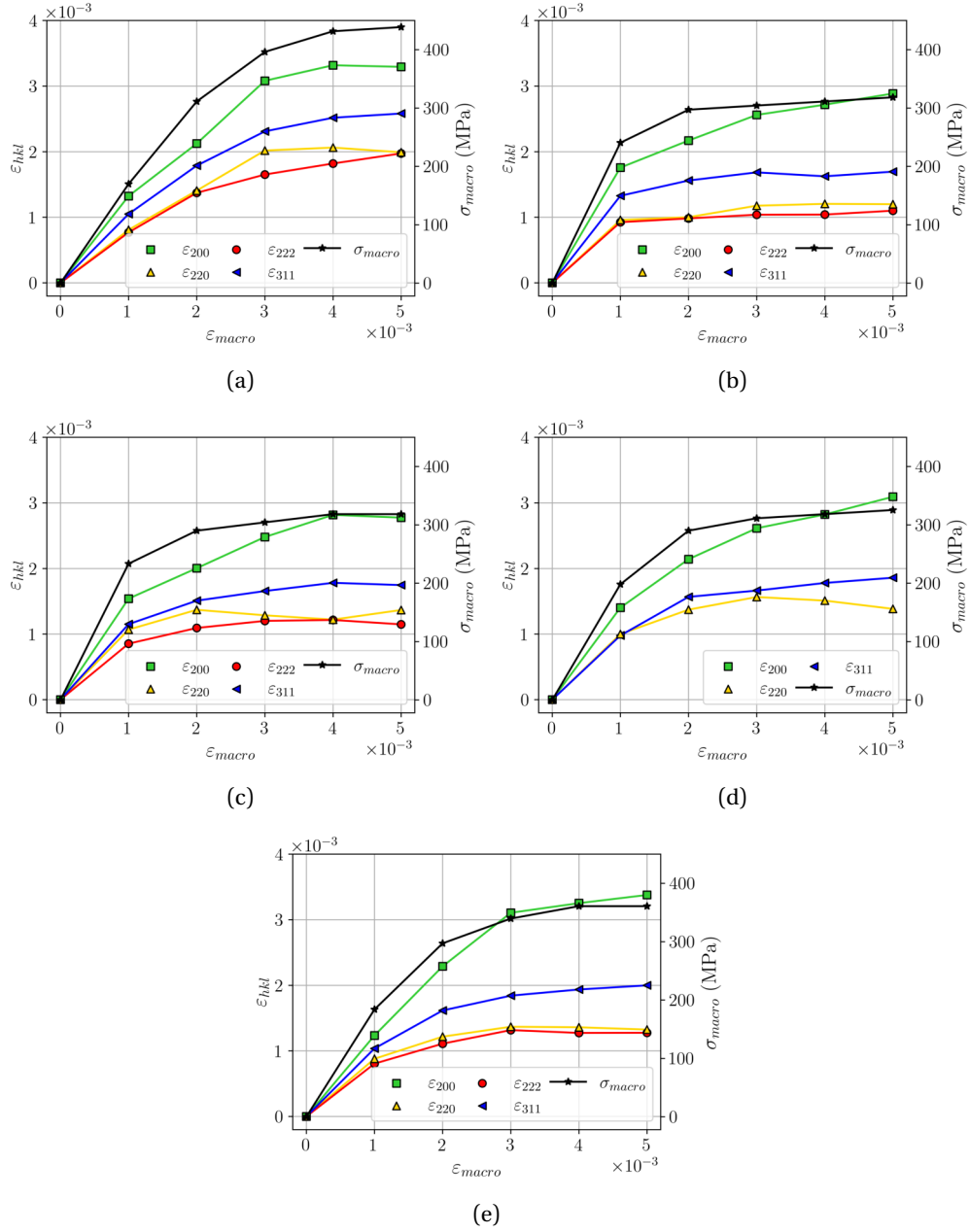


FIGURE 5.5 : (a) Évolutions des déformations microscopiques en fonction de la déformation macroscopique lors d'un chargement de traction uniaxiale : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$.

Première montée en charge

Lors de la première montée en charge, les déformations de chaque famille (hkl) ont été tracées en fonction de la déformation macroscopique (figure 5.5). Cette figure révèle l'hétérogénéité de déformation des plans cristallins de l'acier 316L LPBF dans les domaines élastiques et plastiques.

Dès le premier point de mesure ($\varepsilon_{macro} = 0.1\%$), des hétérogénéités de déformations entre familles de plans sont révélées : $\varepsilon_{100} > \varepsilon_{311} > \varepsilon_{111} \approx \varepsilon_{110}$. En faisant l'hypothèse que les grains sont toujours dans un domaine d'élasticité, ce point révèle l'anisotropie de comportement élastique à l'échelle du grain, comme attendu pour un matériau cristallin à structure CFC.

L'hypothèse d'élasticité n'est pas formellement justifiable uniquement avec ces résultats, cependant plusieurs observations la suggère. Tout d'abord, elle est vraie à l'échelle macroscopique puisque les contraintes σ_{macro} atteintes par les différentes éprouvettes pour $\varepsilon_{macro}=0.1\%$ sont inférieures aux limites d'élasticité macroscopiques (voir chapitre 2, figure 2.26). Cependant, l'élasticité macroscopique n'implique pas nécessairement l'élasticité à l'échelle des grains. Par ailleurs, les déformations élastiques mesurées sur les quatre plans sont toutes proches de la déformation macroscopique. Bien que cela ne soit pas suffisant pour justifier l'hypothèse d'élasticité microscopique, ce résultat suggère que la déformation plastique est très faible comparée à la déformation élastique.

	E_{200}	E_{220}	E_{311}	E_{222}
Ce travail	141 ± 8	201 ± 18	185 ± 16	246 ± 22
(<i>Diffraction des neutrons</i>)				
316L conventionnel [40]	149.8	212.0	183.2	246.2
(<i>Diffraction des neutrons</i>)				
316L LPBF [250]	128 ± 13	219 ± 4	167 ± 7	249 ± 1
(<i>3DXRD</i>)				
316L LPBF [33]	139.1	219.1	179.6	264.1
(<i>3DXRD</i>)				
316L conventionnel [251]	149.3	212.7	183.2	246.2
(<i>Simulation</i>)				

TABLEAU 5.4 : Modules élastiques microscopiques (en GPa) déterminés par diffraction des neutrons et comparés à des valeurs issues de la littérature. Les données sont calculées selon la moyenne de la réponse de toutes les éprouvettes testées pour toutes les microstructures. Les écarts relatifs des minimums et maximums par rapport à la moyenne sont renseignés entre crochets. La méthode utilisée est renseignée entre parenthèses.

Finalement, en admettant l'élasticité à l'échelle des grains, ce résultat implique des différences significatives de modules élastiques microscopiques en fonction des plans mesurés. Cette observation est confirmée par la figure 5.6 pour laquelle les déformations microscopiques sont tracées en fonction de la contrainte macroscopique. Le tableau 5.4 rassemble les valeurs des modules élastiques microscopiques déterminés à partir de la pente entre l'origine et 0.1% de déformation macroscopique, en considérant que la contrainte moyenne au niveau du grain est égale à la contrainte macroscopique : $\sigma_{macro} = \sigma_{grain}$.

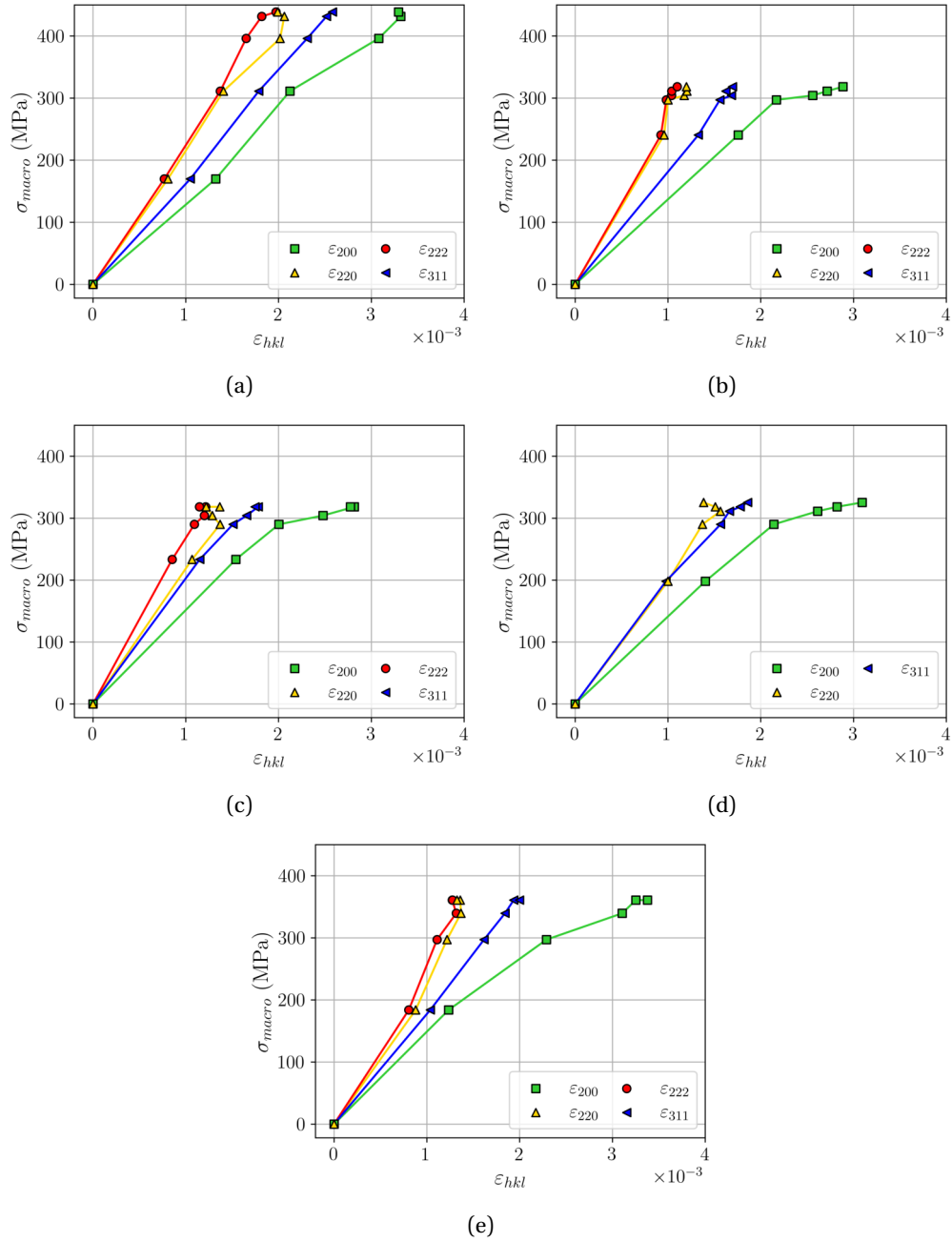


FIGURE 5.6 : (a) Évolutions des déformations microscopiques en fonction de la contrainte macroscopique lors d'un chargement de traction uniaxiale : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$.

Les valeurs calculées à partir de nos résultats sont comparées à des études de la littérature dans lesquelles les modules ont été calculés en diffraction des neutrons sur un acier 316L conventionnel [40], en diffraction des rayons X sur un acier 316L LPBF [33], [250], ou par simulation numérique pour un acier 316L conventionnel [251].

Généralement, pour les matériaux CFC le module élastique varie de la façon suivante : $E_{111} > E_{110} > E_{100}$ [124]. Nos mesures expérimentales confirment cette variation de module en fonction de l'orientation des grains diffractants. De même, la comparaison entre nos résultats et ceux de la littérature montre globalement un bon accord malgré des incertitudes relativement élevées dans notre cas. En effet, seul un point de mesure ($\varepsilon_{macro} = 0.1\%$) est utilisé pour le calcul de nos modules, ce qui leur confère une très faible valeur statistique. C'est pour cette dernière raison que les modules ne sont pas comparés entre éprouvettes; les résultats ainsi obtenus pourraient amener à des conclusions erronées. De plus, nos calculs ne sont que des estimations des modules microscopiques réels puisqu'ils ne prennent pas en compte la contrainte locale au niveau du grain mais la contrainte macroscopique (on approxime $\sigma_{macro} = \sigma_{grain}$).

Dans le domaine plastique ($\varepsilon_{macro} \geq 0.2\%$), les déformations élastiques sont bien inférieures à la déformation macroscopique. De plus, un phénomène de saturation de la déformation microscopique est observable pour les grains dont les plans diffractants sont (222), (311) et (220). Les plans (200) présentent plus de déformation élastique bien que le matériau soit dans un domaine plastique. Ce comportement est classiquement observé sur l'acier 316L conventionnel [40] mais aussi sur l'acier 316L LPBF [39].

Par ailleurs, l'hétérogénéité de réponse microscopique entre grains de différentes orientations est conservée et amplifiée (visible essentiellement sur la figure 5.5). Ce résultat a aussi été obtenu par Zhang et al. [250] où les écarts de déformations microscopiques augmentent avec le taux de déformation pour un acier 316L LPBF.

Finalement, dans les domaines élastiques et plastiques, les résultats obtenus lors de la première montée en charge correspondent à ceux de la littérature. En effet, des auteurs ont réalisé le même type d'expérience sur un acier 316L conventionnel [40] ou sur un acier 316L LPBF [209] et ont obtenu les mêmes tendances. De même, Zhang et al. [250] et Choo et al. [39] confirment les hétérogénéités de déformations entre familles de plans pour l'acier 316L LPBF, révélées ici par diffraction des neutrons, par des mesures en diffraction des rayons X.

Évolution sur un cycle stabilisé

Les hétérogénéités de déformations entre famille de plans identifiées lors de la première montée en charge sont confirmées par l'évolution des déformations microscopiques sur un cycle stabilisé. On retrouve notamment que l'inégalité $\varepsilon_{100} > \varepsilon_{311} > \varepsilon_{111} \approx \varepsilon_{110}$ est vraie en traction mais aussi en compression. De même, elle reste vraie indépendamment de la structure polycristalline ou de l'état de TTh.

Une différence entre les comportements en traction et compression est observable. Cette différence se retrouve sur les boucles macroscopiques (cf Chapitre 4, figure 4.7) et est courante dans la littérature pour les aciers 316L conventionnels [74] ou obtenus par voie additive [97]. L'origine de cette différence n'est pas expliquée. Cependant, il est intéressant de noter que celle-ci se retrouve essentiellement dans les grains (100)//BD comme l'atteste la figure 5.7. En effet, pour ces grains $|\varepsilon^{\sigma>0}| > |\varepsilon^{\sigma<0}| \quad \forall \varepsilon_{macro}$ et ce pour toutes les éprouvettes testées. L'origine de ce comportement n'est pas clairement identifiée.

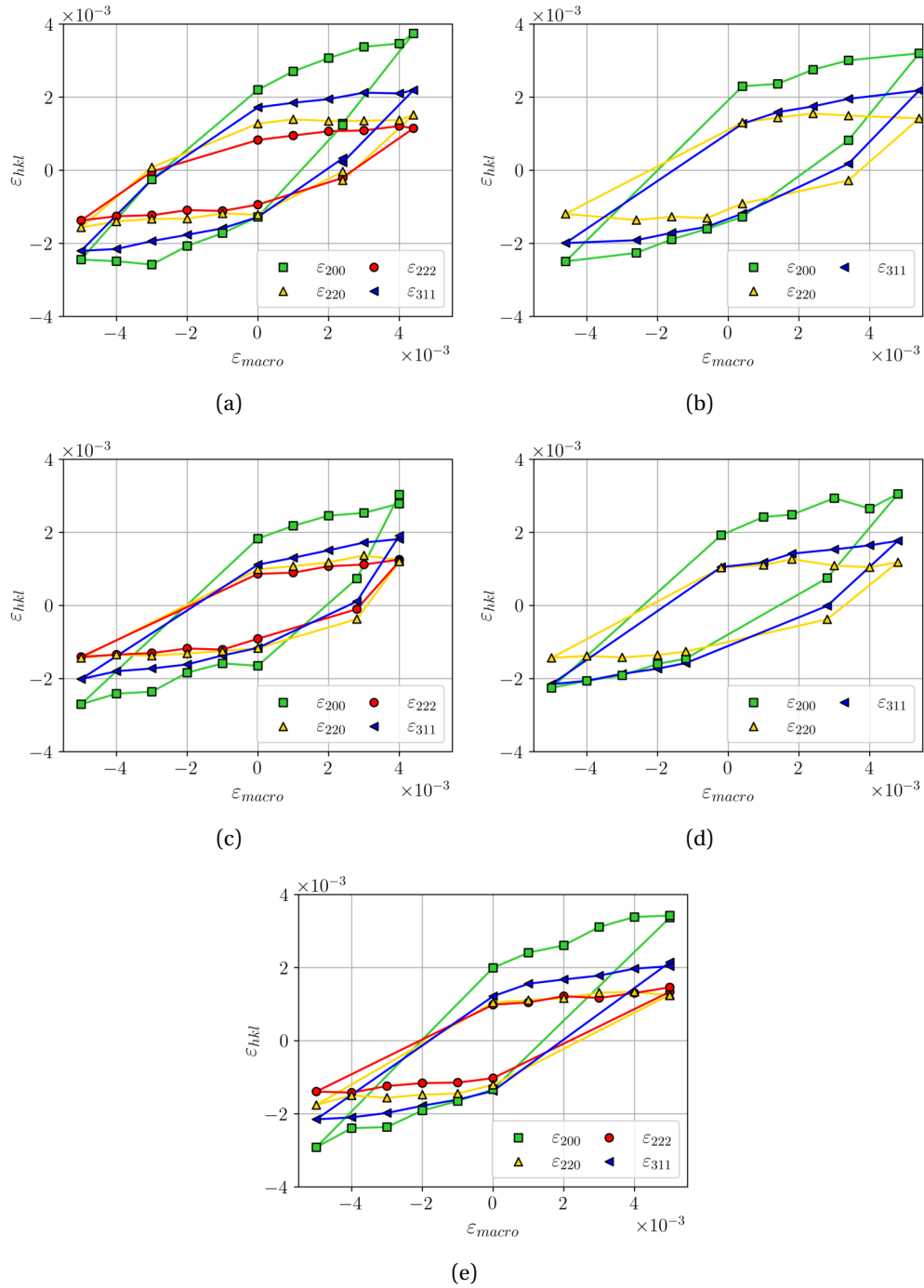


FIGURE 5.7 : (a) Évolutions des déformations microscopiques sur un cycle de fatigue oligocyclique stabilisé : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs sont incluses dans les marqueurs, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$.

5.2.3.2 Suivi de l'adoucissement à l'échelle des grains au cours du chargement en fatigue

Cette partie répond à l'objectif n°1 formulé précédemment : étudier l'évolution des hétérogénéités de comportement entre familles de plans au cours d'un essai de fatigue.

La partie précédente a montré que les hétérogénéités de déformations entre familles de grains sont plus marquées lorsque la déformation macroscopique est maximale. En conséquence, le suivi de la déformation microscopique a été réalisé aux pics des cycles de fatigue (voir tableau 5.2 pour les détails). La figure 5.8 rassemble les évolutions des déformations microscopiques et de la contrainte macroscopique normalisées par la valeur au premier cycle au cours des essais de fatigue.

Pour toutes les éprouvettes, comme attendu, l'évolution des déformations microscopiques suit celle de la contrainte. Les évolutions restent assez faibles (max. $\approx 25\%$ de variation), et surtout, aucune différence d'évolution entre familles de grains n'est détectable. En effet, quelque soit la famille étudiée, il est logique de retrouver que l'évolution des déformations microscopiques dépend de l'état de contrainte macroscopique. C'est pourquoi la réponse microscopique à une variation de contrainte macroscopique est globalement du même ordre de grandeur.

En conclusion, ce suivi des déformations microscopiques au cours d'un essai de fatigue montre que les différences de comportement élasto-plastique identifiées entre famille de grains n'est pas modifiée au cours d'un essai de fatigue.

5.2.4 Discussion sur l'impact des sous-structures issues du procédé LPBF

Cette expérience de diffraction des neutrons avait aussi pour objectif de statuer sur l'influence des sous-structures induites par le procédé LPBF sur le comportement mécanique des grains. La comparaison entre les réponses des éprouvettes P2-650 et P2-900 le permet.

Pour rappel, à l'état 650°C, le réseau de dislocations et le réseau de micro-ségrégations sont conservés par rapport à l'état as-built. Au contraire, après TTh à 900°C, les micro-ségrégations ont disparu au profit de précipités de phase σ situés aux joints de grains, et les cellules de dislocations ont des parois bien plus fines.

Lors de la première montée en charge, les deux éprouvettes montrent des comportements relativement différents aux niveaux macroscopiques et microscopiques (figure 5.5a et 5.5b).

Globalement, P2-650 montre une augmentation des déformations microscopiques ε_{hkl} (resp. contrainte macroscopique σ_{macro}) continue au cours de l'essai alors qu'une saturation est rapidement observée pour P2-900.

Autrement dit, ces résultats montrent que la déformation élastique maximale pour un niveau de déformation macroscopique imposé est inférieure après TTh à 900°C en comparaison à l'état traité à 650°C. Il est difficile de relier directement les sous-structures de dislocations et/ou micro-ségrégations à cette observation.

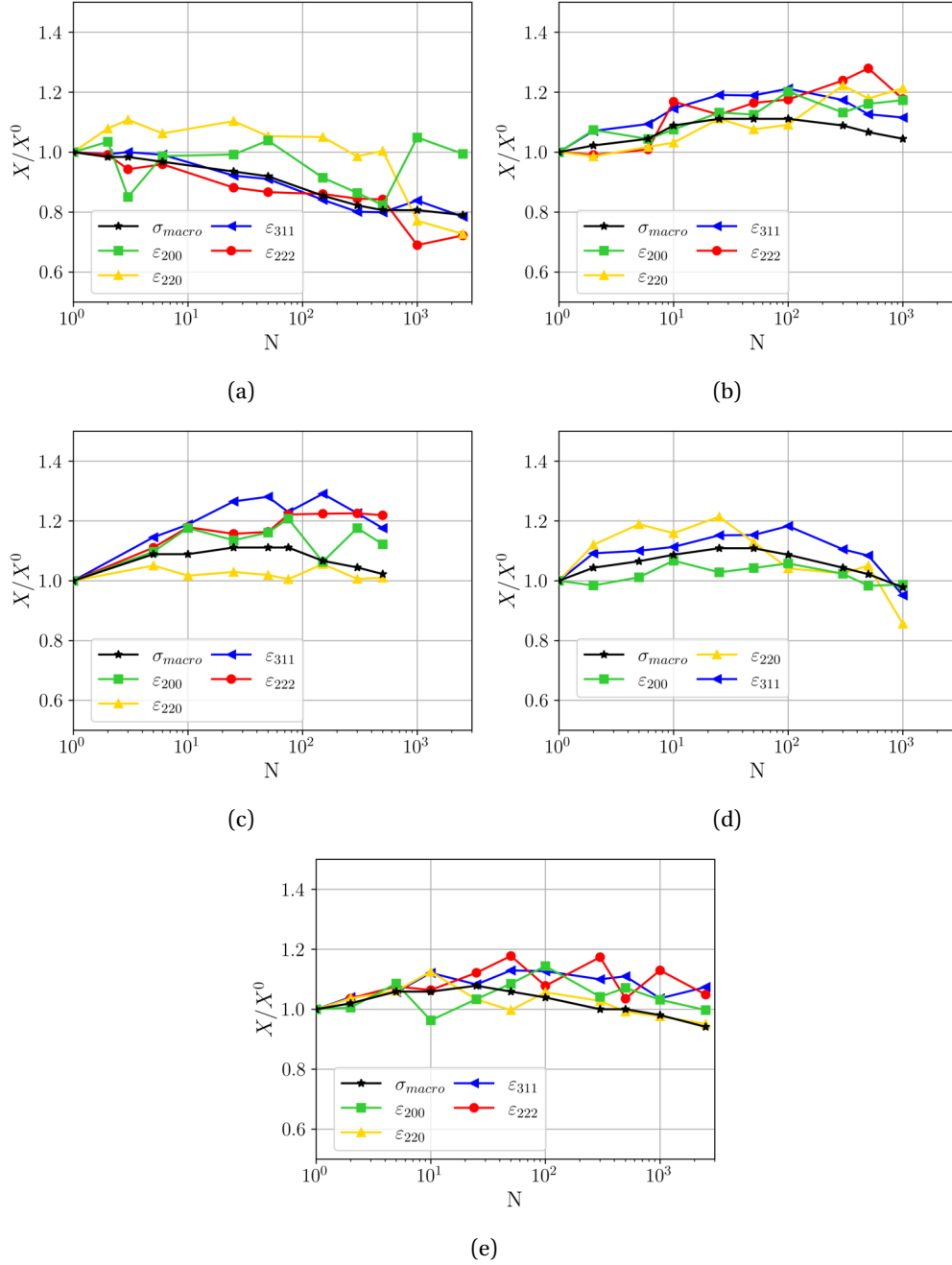


FIGURE 5.8 : (a) Évolutions normalisées des déformations microscopiques et de la contrainte macroscopique en fonction du nombre de cycles pour les éprouvettes : (a) P2-650, (b) P2-900, (c) P4, (d) C3 et (e) SR. Les barres d'erreurs ne sont pas affichées, elles sont de l'ordre de $\pm 1\%$.

Cependant, ce résultat montre que l'évolution des déformations microscopiques élastiques est dictée par l'évolution de la contrainte macroscopique. En effet, le comportement à saturation observé pour $\varepsilon_{hkl}^{P2-900}$ se retrouve sur l'évolution de σ_{macro}^{P2-900} (figure 5.9). A l'inverse, l'augmentation plus régulière de σ_{macro}^{P2-650} impacte directement les évolutions de $\varepsilon_{hkl}^{P2-650}$. Ainsi, en présence ou absence de sous structures, la contrainte est toujours reliée de la même façon aux déformations élastiques. On retrouve donc le résultat précédemment affirmé : les coefficients des modules d'élasticité sont inchangés par les sous-structures issues du procédé LPBF. Autrement dit, elles n'affectent pas la réponse élastique des grains.

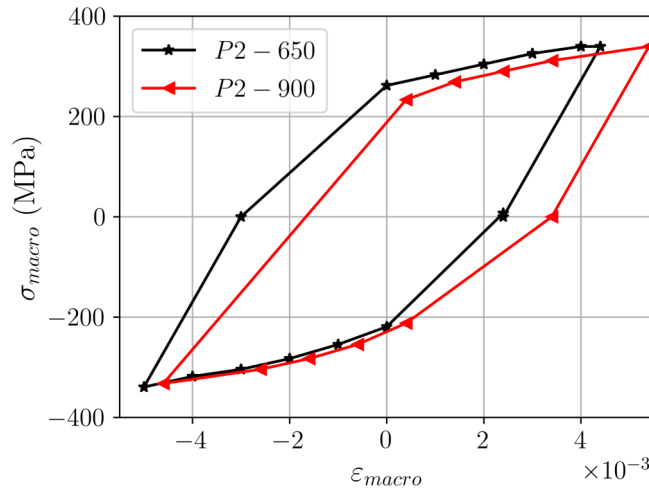


FIGURE 5.9 : Comparaison des cycles macroscopiques stabilisés des éprouvettes P2-650 et P2-900.

Lors du cyclage, sur les figures 5.7a et 5.7b, les éprouvettes P2-650 et P2-900 ne montrent plus de différences de déformations microscopiques aussi marquées que lors de la montée en charge. Les déformations microscopiques sont proches et ceci s'explique simplement par le fait que les contraintes macroscopiques sont aussi proches l'une de l'autre comme le montre la figure 5.9. L'écrouissage cyclique a effacé les différences de comportement macroscopique entre ces deux éprouvettes aux états de TThs différents en agissant sur les structures de dislocations et/ou micro-ségrégations (voir chapitre 3). La nuance traitée à 900°C et contenant moins de dislocations a été davantage écrouie que celle traitée à 650°C. En conséquence, les déformations élastiques microscopiques sont proches après cyclage. Il est intéressant de noter que cet écrouissage est homogène sur l'ensemble des plans puisque les différences de comportement entre familles de plans sont conservées.

Enfin, l'évolution des déformations microscopiques maximales en fonction du nombre de cycles (figure 5.8) confirme que les déformations microscopiques sont directement reliées aux évolutions de la contrainte macroscopique sur la figure 5.8.

Finalement, la comparaison des données issues des éprouvettes P2-650 et P2-900 suggère que :

- L'évolution des déformations élastiques est gouvernée par celle de la contrainte macroscopique. En d'autres termes, les relations d'élasticité ne sont pas affectées par les sous-structures de dislocations.
- L'écrouissage induit par les cellules de dislocations est homogène sur l'ensemble des plans.

5.2.5 Couplage avec la simulation numérique

L'expérience réalisée en diffraction des neutrons a mis en évidence des fortes hétérogénéités de déformations entre familles de plans. Celles-ci sont reliées à l'anisotropie de comportement élastique de l'acier 316L LPBF. Elle a aussi montré que ces différences de déformations entre plans sont stables au cours d'un chargement en fatigue. L'objectif de cette partie est tout d'abord de vérifier que l'anisotropie cristalline de l'acier 316L LPBF est bien prédite par les codes de simulation CPFE. Ensuite, la simulation pourra être utilisée pour étudier en particulier des effets de voisinage.

5.2.5.1 Génération d'agrégat polycristallin

La génération d'agrégat polycristallin représentatif de la microstructure réelle est divisée en deux grandes étapes. Tout d'abord la géométrie des grains doit être définie et l'agrégat maillé. Ensuite, des orientations cristallines sont attribuées à chaque grain.

Géométrie et maillage

La génération d'agrégats polycristallins numériques a été réalisée avec le code open-source Neper, développé par R. Quey [172]. Ce code est basé sur un algorithme de type Voronoi comme expliqué au chapitre 1, section 1.5.1.3.

Dans un premier temps, la même géométrie d'agrégat a été utilisée pour toutes les microstructures (voir figure 5.10). Cet agrégat est un agrégat périodique dans toutes les directions de l'espace, composé de 500 grains équiaxes. La périodicité de l'agrégat et du maillage est directement gérée par Neper.

Le maillage est composé de 354189 éléments tétraédriques, soit 708 éléments par grains en moyenne. Ce nombre d'éléments moyen par grain est largement suffisant pour décrire correctement le comportement moyen d'un grain [87].

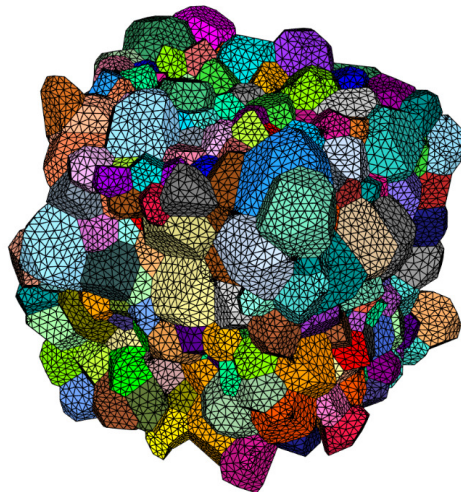


FIGURE 5.10 : Visualisation de l'agrégat polycristallin maillé utilisé pour les calculs relatifs à l'expérience de diffraction des neutrons. Les couleurs n'ont pas de signification.

Orientations cristallines

Avant de définir les orientations cristallines de l'agrégat cristallin il est nécessaire de connaître les orientations cristallines des grains diffractants.

En théorie, un grain est en condition de diffraction lorsque la condition de Bragg est vérifiée. Cependant, expérimentalement le flux de neutrons n'est pas exactement monochromatique mais contient des neutrons de longueurs d'ondes légèrement dispersées. Cette dispersion est estimée à $\Delta\lambda/\lambda \approx 10\%$. Bien que la dispersion réelle soit gaussienne, une approximation est réalisée en considérant cette dispersion comme uniforme pour simplifier le calcul des angles limites de diffraction. Cette hypothèse tends à augmenter la dispersion des orientations dans l'agrégat et donc probablement la dispersion des réponses du calcul.

A partir de cette estimation, en appliquant la loi de Bragg, une condition angulaire de diffraction peut être définie. Cette condition correspond à l'angle α formé entre le vecteur de diffraction $\underline{Q}$ et la direction de chargement qui correspond à la direction de fabrication BD (figure 5.11). En fonction de la distance inter-réticulaire de chaque famille de plans, les angles limites de diffraction α_{max} sont calculés (tableau 5.5).

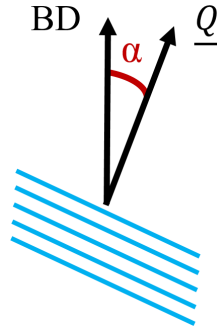


FIGURE 5.11 : Schéma illustrant l'angle α formé par le vecteur de diffraction $\underline{Q}$ et la direction de chargement (LD , Loading direction= BD , Building direction)

Plans (hkl)	(200)	(220)	(311)	(222)
Angle de diffraction (2θ)	48.7	71.4	86.3	91.3
Désorientation maximale (α_{max})	1.4	2.2	2.9	3.2

TABLEAU 5.5 : Angles de diffraction 2θ des familles de plans étudiées et désorientations maximales α_{max} correspondantes

A partir des analyses EBSD réalisées pour chaque microstructure, les angles d'Euler de chaque grain sont exprimés par $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$. Chaque grain correspond à une rotation du cristal dans le repère de l'éprouvette. Cette rotation est définie par la matrice $\underline{G}$ (Eq. 5.3).

$$\underline{G} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \sin \varphi_2 \cos \varphi_1 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_2 \cos \varphi_1 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix} \quad (5.3)$$

D'autre part, $\underline{u}$ de coordonnées (h,k,l) dans le repère du cristal est un vecteur normal des plans diffractants (hkl). On définit $\underline{w}$ de coordonnées (h',k',l') dans le repère de l'éprouvette tel que :

$$\underline{w} = \underline{u} \underline{G} \quad (5.4)$$

L'angle α est ainsi calculé en inversant le produit scalaire de $\underline{w}$ et un vecteur colinéaire à la direction de chargement, noté $\underline{z}$:

$$\cos \alpha = \frac{\underline{w} \cdot \underline{z}}{\|\underline{w}\| \|\underline{z}\|} \quad (5.5)$$

Cette méthode est appliquée à chaque grain identifié par EBSD et pour chaque plan (hkl) des quatre familles hkl étudiées. Les grains dont $|\alpha| < |\alpha_{max}|$ sont définis comme diffractants.

Une liste de grains en condition de diffraction pour chaque famille hkl est ainsi établie pour chaque microstructure. Du fait du faible nombre de grains en condition de diffraction pour certaines microstructures, les listes obtenues à partir des différents EBSD sont fusionnées. En résulte quatre listes d'angles d'Euler pour lesquels les grains sont en condition de diffraction, soit une par famille de plan : $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{311\}$.

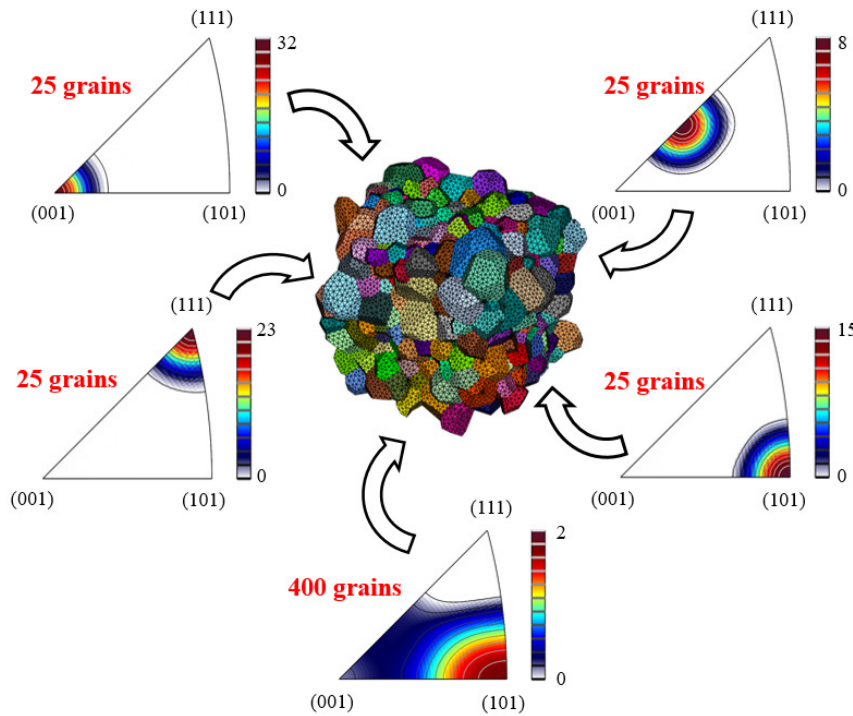


FIGURE 5.12 : Schéma illustrant le tirage des orientations des 500 grains de l'agrégat numérique. Cas de la microstructure SR. Les échelles de couleur correspondent à l'intensité de la texture. Cet indice, *mrd*, *multiple of random distribution*, est celui utilisé dans tout le manuscrit et est classiquement utilisé dans la littérature.

Pour définir les orientations des grains de l'agrégat numérique, 25 triplets $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ sont tirés au sort dans chacune des listes. Cette méthode est choisie pour avoir un nombre de grains diffractant égal quelque soit la famille de plans considérée. Ces 100 orientations sont attribuées à 100 grains de l'agrégat numérique de façon aléatoire. Les orientations des 400 grains restants sont définies par tirage au sort dans la liste d'orientation des grains identifiés par EBSD pour chaque microstructure. Ces 400 grains permettent de prendre en compte la texture de chaque nuance étudiée.

La figure 5.12 illustre cette démarche dans le cas de la microstructure SR. En conséquence, les 100 grains définis comme diffractants sont considérés comme étant les mêmes dans tous les calculs, *ie* pour toutes les microstructures. Seuls les 400 grains environnants sont modifiés d'une microstructure à une autre. L'objectif de cette méthodologie est de caractériser l'effet de l'environnement en comparant la réponse des 100 mêmes grains dans différents environnements d'orientation.

5.2.5.2 Conditions aux limites, chargement et stratégie de résolution

Les agrégats sont géométriquement périodiques dans les directions X, Y et Z. Autrement dit, les surfaces en X (resp. Y, resp. Z) et -X (resp. -Y, resp. -Z) sont complémentaires l'une de l'autre, elles peuvent "s'emboîter". Cette périodicité géométrique est directement gérée par le code *Neper* [172] lors de la génération de l'agrégat.

De la même manière, le maillage est périodique en X, Y et Z. Cette périodicité est basée sur des relations de déplacements entre les noeuds des surfaces X (resp. Y, resp. Z) et -X (resp. -Y, resp. -Z). Le déplacement entre deux noeuds périodiques est imposé par l'égalité de leurs composantes de déplacements U_1 , U_2 et U_3 . Cette périodicité du maillage est directement gérée par le code *Neper* [172] lors de l'opération de maillage : un fichier *.per* listant les relations de déplacements entre noeuds des surfaces périodiques est généré. Ces relations sont imposées dans le calcul comme des relations linéaires entre noeuds.

Pour les calculs en fatigue oligocyclique pour la diffraction des neutrons, le chargement est imposé en déformation et correspond à la déformation moyenne appliquée pendant les essais.

Enfin, l'algorithme de résolution est de type Newton-Raphson pour lequel la matrice est recalculée à chaque itération. Le solveur utilisé pour résoudre le système d'équations linéaires de l'étape globale de l'algorithme de Newton-Raphson est MUMPS, un solveur parallèle [211].

5.2.5.3 Identification de loi matériau

Comme introduit dans le chapitre 1, section 1.5.1.1, la loi matériau utilisée est une loi élasto-visco-plastique à seuil de type Lemaitre et Chaboche [26]. Les coefficients d'élasticité cubique (C_{11} , C_{12} , C_{44}), les coefficients de viscosité (K , n), ceux de la matrice d'interaction ($h_{0 \rightarrow 5}$) ne sont pas identifiés à partir de notre matériau comme expliqué au chapitre 1 1.5.1.1. Seuls les coefficients des écrouissages cinématiques (C , d) et isotropes (R_0 , Q , b) sont identifiés à partir d'un cycle de fatigue oligocyclique stabilisé¹.

Toutes les optimisations de coefficients sont réalisées via le module d'optimisation de *Z-set* en utilisant un algorithme de Levenberg-Marquardt. L'optimisation des différents coefficients n'est pas réalisée sur un agrégat numérique pour limiter les temps de calculs. L'optimisation est réalisée en utilisant un modèle d'homogénéisation en loi β (voir description au chapitre 1, section 1.5.1.2).

Toujours pour limiter les temps de calcul, seuls 100 orientations par calcul homogénéisé sont utilisées. Ces orientations sont choisies par tirage aléatoire à partir d'un EBSD de la microstructure étudiée. La fraction volumique de chaque orientation (nécessaire pour le calcul homogénéisé) est approximée par la fraction surfacique de chaque jeu d'orientation sur l'EBSD.

¹ Puisque les éprouvettes ne montrent pas de stabilisation nette (voir Chapitre 4, section 4.3.1.3), le cycle à 1/2 vie est utilisé.

La procédure globale d'optimisation peut être résumée comme suit :

1. **Optimisation des coefficients de la loi β .** Le coefficient C_β du modèle β est estimé à 77900 MPa à partir des essais de traction réalisés sur le matériau SR. Le coefficient D_β est optimisé une première fois en comparant la réponse mécanique d'un agrégat (en considérant les paramètres d'écrouissages tirés de la thèse de R. Guerchais [74]) à celle du calcul homogénéisé sur un cycle de fatigue oligocyclique.
2. **Optimisation des coefficients d'écrouissages.** Les valeurs des coefficients des écrouissages cinématiques et isotropes sont optimisées via le modèle homogénéisé pour correspondre à un cycle de fatigue oligocyclique expérimental. Dans le cas de SR, 3 cycles expérimentaux à trois niveaux de déformations imposées issus de trois essais distincts sont utilisés.
3. **Seconde optimisation de D_β .** Les valeurs des coefficients des lois d'écrouissage sont utilisées pour réaliser un calcul sur agrégat. Le coefficient D_β est optimisé pour que le calcul homogénéisé corresponde au mieux au calcul sur agrégat (voir figure 5.13).

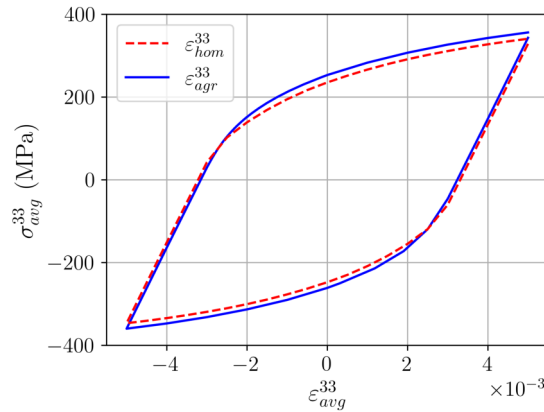


FIGURE 5.13 : Comparaison des réponses de l'agrégat polycristallin et du modèle homogénéisé après la seconde optimisation de D_β

4. **Seconde optimisation des coefficients d'écrouissages.** Les coefficients d'écrouissages sont ré-optimisés selon la même procédure en utilisant la nouvelle valeur de D_β .
5. **Vérification finale.** Enfin, les trois calculs correspondant aux cycles expérimentaux utilisés pour l'identification sont réalisés sur agrégat. La réponse moyenne de l'agrégat est comparée à la mesure expérimentale en figure 5.14. Elle montre un accord suffisant et valide donc la procédure d'optimisation.

Les coefficients de la loi matériau identifiée sont rassemblés dans le tableau 5.6.

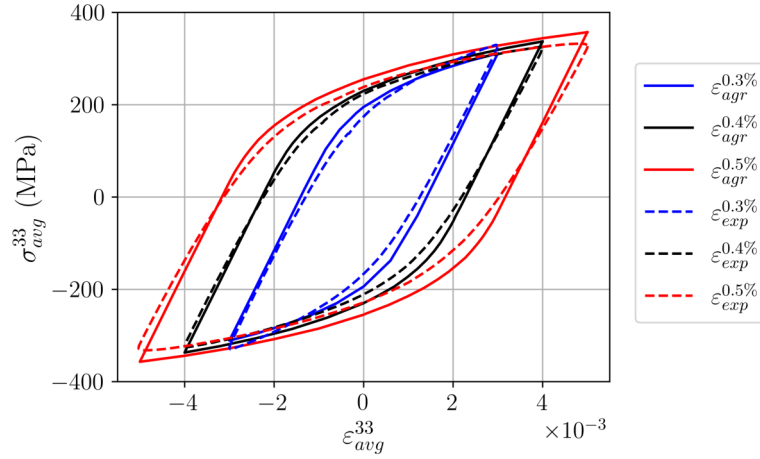


FIGURE 5.14 : Comparaison des réponses de l'agrégat polycristallin et des cycles expérimentaux après la seconde optimisation des coefficients d'écrouissages

C_β (GPa)	D_β
77.9	198

C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	K (MPa.s ^{1/n})	n
206	133	119	10	10

h_0	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5
1.000	1.000	0.438	77.200	4.310	2.410

R_0 (MPa)	Q (MPa)	b	C (MPa)	D
90	1.01	0.0	19000	319

TABLEAU 5.6 : Coefficients de la loi matériau utilisée pour les calculs relatifs à l'expérience ILL. R_0 , Q , b , C et D ont été identifiés à partir de 3 cycles expérimentaux à trois niveaux de déformations imposées issus de trois essais distincts. Les coefficients de la matrice d'élasticité sont tirés de Zinovieva et al. [255] et ceux de la matrice d'interaction $\underline{h}$ de la thèse de Guerchais [74].

5.2.5.4 Comparaison expérience / simulation

Avant de comparer les réponses expérimentales et la simulation, il est important de se rappeler que les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents.

La comparaison entre le modèle CPFE et l'expérience est tout d'abord réalisée pour la microstructure SR.

Les déformations microscopiques ε_{hkl} élastiques le long de la direction de chargement (BD) ont été extraites de chaque élément et moyennées soit par grain (Eq. 5.6) soit sur l'ensemble des grains diffractants de la famille $\{hkl\}$ (Eq. 5.7).

$$\langle \varepsilon_{hkl} \rangle_{grain} = \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{hkl} dV \quad (5.6)$$

$$\langle \varepsilon_{hkl} \rangle_{\{hkl\}} = \frac{1}{V_{tot}} \int_{V_{tot}} \varepsilon_{hkl} dV \text{ avec } V_{tot} = \sum_{i=1}^{25} V_i \quad (5.7)$$

avec V le volume d'un grain, V_i le volume du grain i .

Ces déformations sont tracées sur la figure 5.15 ($\langle \varepsilon_{hkl} \rangle_{\{hkl\}}$ en trait pleins et $\langle \varepsilon_{hkl} \rangle_{grain}$ en points) en fonction de la déformation macroscopique et comparées aux déformations microscopiques expérimentales. Aucune différence traction/compression n'est prise en compte dans le modèle alors qu'une différence de ce type a été observée expérimentalement (voir section 5.2.3.1). Pour écarter un biais de comparaison lié à cette différence traction/compression expérimentale, les données expérimentales sont symétrisées par rapport à l'axe $\sigma = 0$.

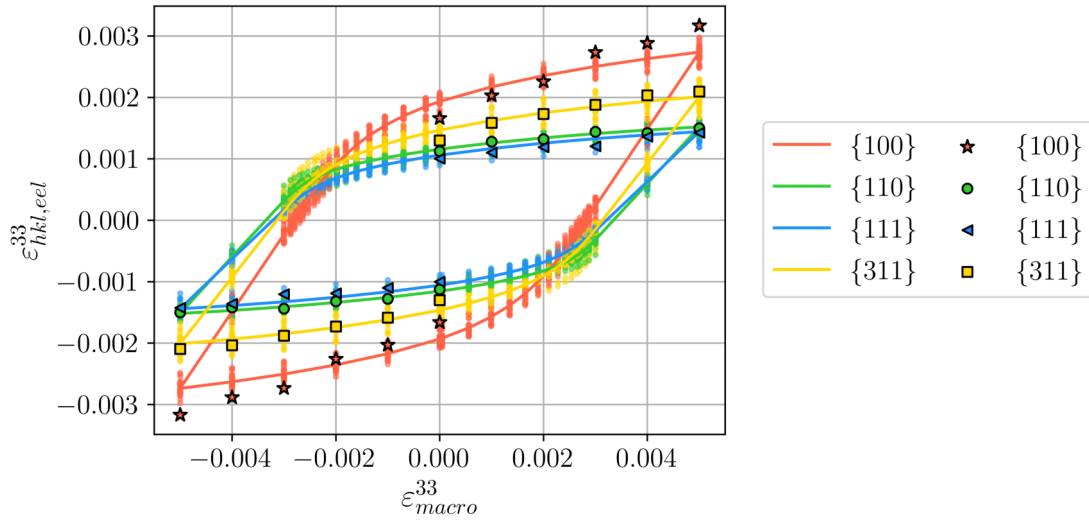


FIGURE 5.15 : Comparaison des réponses expérimentales et simulées des grains diffractants pour la microstructure SR. Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents. Les lignes symbolisent les réponses moyennées sur l'ensemble des grains diffractants d'une même famille, les points de la couleur des lignes correspondent aux réponses de chacun des grains de la famille, et les symboles entourés de noir sont les réponses expérimentales. L'incertitude des réponses expérimentales est inférieure à la taille des symboles.

La figure 5.2.3.1 montre un accord remarquable entre les points expérimentaux et la moyenne numérique des déformations des grains diffractants. En particulier, pour les familles de grains $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{311\}$, la simulation décrit parfaitement les données expérimentales. L'ordre $\varepsilon_{311} > \varepsilon_{110} > \varepsilon_{111}$ est bien prédit malgré de très faibles différences de déformation entre les familles $\{110\}$ et $\{111\}$.

L'accord exp/simu est aussi très bon en moyenne pour la famille $\{100\}$ même si des différences sont notables pour les déformations macroscopiques maximales et minimales en valeurs absolues. En effet, la réponse numérique montre un écrouissage plus faible sur les plans $\{100\}$. Cet écart à la réalité pourrait être corrigé en modifiant les valeurs des coefficients d'écrouissage. Cependant, l'accord quasi-parfait obtenu sur les plans $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{311\}$ serait diminué. Une solution pourrait être de modifier la matrice d'interaction $\underline{h}$ pour prendre en compte ce effet. Malheureusement, par manque de temps, cette solution

n'a pas pu être exploitée. Néanmoins l'accord exp/simu reste très correct pour la famille de grains $\{100\}$.

La réponse numérique grain par grain (points de couleurs, non entourés en noir) montre une certaine dispersion (de l'ordre de $5 \cdot 10^{-4}$). La taille des grains n'a pas d'impact sur leur comportement mécanique puisqu'aucune longueur interne n'est prise en compte dans le calcul de CPFE. Le calcul étant périodique dans toutes les directions, la position du grain au sein de l'agrégat n'impacte pas non plus sa réponse mécanique. Le seul paramètre pouvant être à l'origine de cette dispersion est donc le voisinage des grains. Cet aspect sera étudié en partie suivante.

Finalement, le comportement des grains diffractants est très bien prédit par la simulation numérique en CPFE que ce soit dans le domaine élastique comme dans le domaine plastique. Le modèle CPFE utilisé, et la stratégie de simulation associée, sont donc particulièrement bien adaptés pour prédire les déformations microscopiques des grains pour un matériau issu de fabrication additive. En d'autres termes, la microstructure complexe de l'acier 316L LPBF ne diminue pas les capacités des modèles CPFE à décrire les champs mécaniques locaux. De plus, cette comparaison exp/simu montre qu'une identification de la loi matériau à partir d'un cycle stabilisé $\sigma_{macro}/\varepsilon_{macro}$ est suffisante pour prédire avec précision les comportements locaux en moyenne par grain.

En conclusion, cette comparaison de la réponse microscopique des grains diffractants nous permet de valider le modèle CPFE pour l'acier 316L LPBF à l'échelle d'un agrégat polycristallin. Nous pourrions donc l'utiliser dans la partie suivante pour étudier l'effet du voisinage moyen des grains.

5.2.5.5 Discussion sur l'effet de voisinage des grains

Les capacités de la modélisation CPFE à prédire les champs mécaniques locaux étant maintenant vérifiées, cette stratégie de simulation est utilisée pour étudier l'effet du voisinage des grains sur leur comportement mécanique.

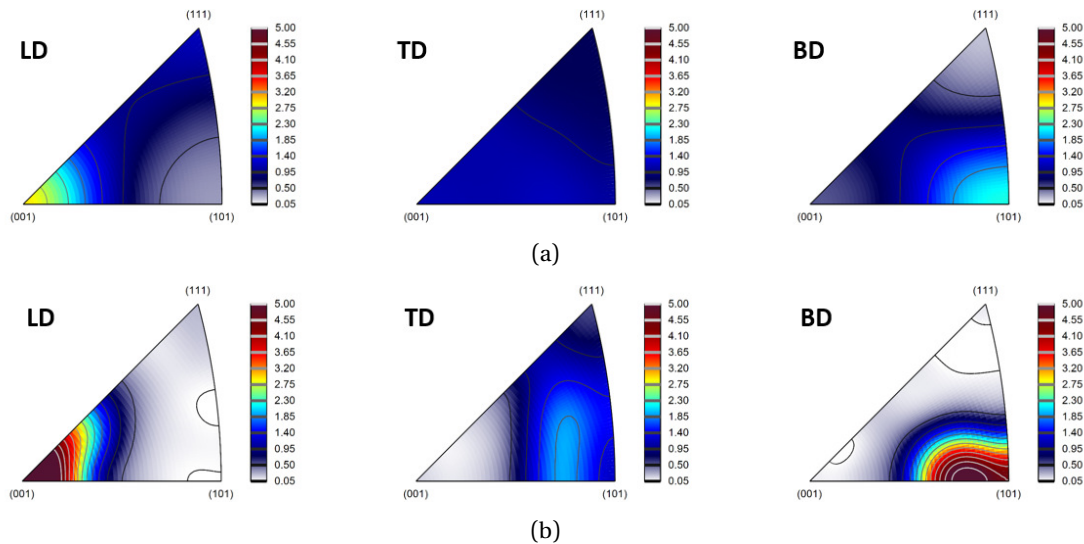


FIGURE 5.16 : Figures de pôles inverses des microstructures (a) SR et (b) C3. Les échelles d'intensité de texture sont les mêmes pour faciliter la comparaison entre les deux matériaux.

Afin d'analyser l'influence des grains environnants sur la réponse des grains diffractants, des calculs sont réalisés avec la même loi matériau, le même agrégat géométrique, le même

maillage, et seulement des orientations de grains environnants différentes (les 400 grains de la figure 5.12). Afin de s'approcher le plus possible d'une situation réelle, les nouvelles orientations environnantes sont choisies par tirage aléatoire d'une cartographie EBSD de la microstructure C3 (voir annexe A pour rappel de la microstructure). Cette microstructure montre en effet une forte texture $\{110\}$ // BD (voir figure 5.16).

Tout d'abord, la réponse numérique est comparée aux mesures expérimentales réalisées sur l'éprouvette C3 (figure 5.17). Comme pour la microstructure SR, l'accord entre l'expérience et la simulation est très bon malgré que la loi matériau ait été identifiée pour le matériau SR. En effet, le comportement cyclique $\sigma_{macro}/\varepsilon_{macro}$ des deux matériaux est assez proche (comme montré au chapitre 4, section 4.3.1.2) pour être convenablement décrit par la même loi matériau. Les points expérimentaux de SR et C3 étaient proches, les simulations le sont aussi.

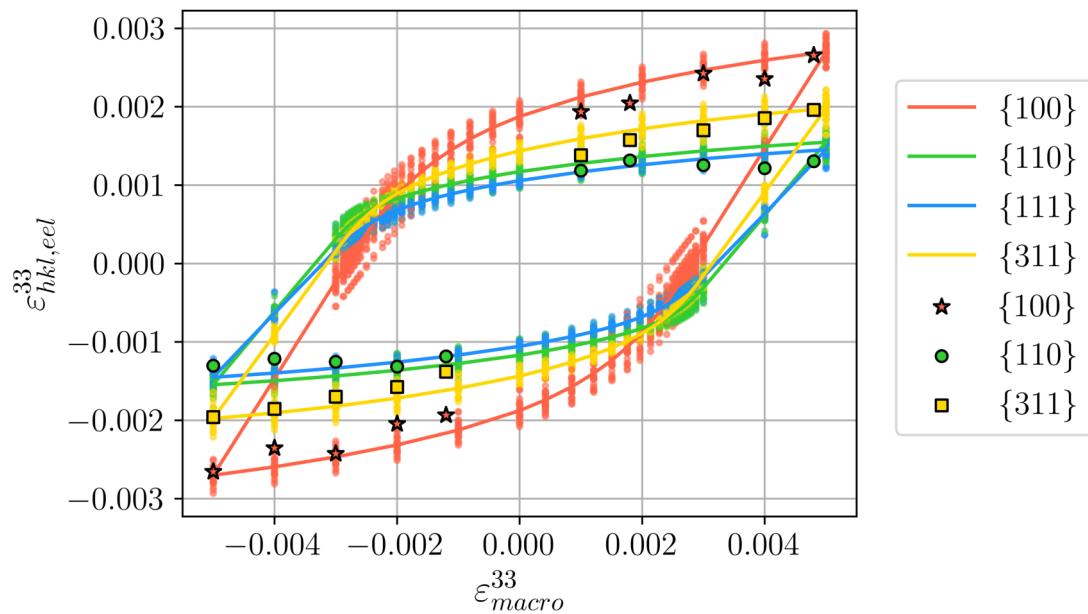


FIGURE 5.17 : Comparaison des réponses expérimentales et simulées des grains diffractants pour la microstructure C3. Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents. Les déformations $\{111\}$ n'ont pas été caractérisées expérimentalement. Les lignes symbolisent les réponses moyennées sur l'ensemble des grains diffractant d'une même famille, les points de la couleur des lignes correspondent aux réponses de chacun des grains de la famille, et les symboles entourés de noir sont les réponses expérimentales. L'incertitude des réponses expérimentales est inférieure à la taille des symboles.

En effet, de façon assez surprenante, la figure 5.18 ne montre pas de différence sur la moyenne des déformations microscopiques par famille de grains entre les microstructures types SR et C3. Comme le suggéraient les mesures expérimentales, et comme le confirment les calculs numériques, le voisinage des grains n'affecte que peu leur comportement mécanique moyenné sur un ensemble de grains d'orientations similaires.

Cette affirmation doit cependant être nuancée car ces résultats ne sont que des moyennes de déformations microscopiques sur un ensemble de grains. Le comportement local, en fonction du voisinage de chacun des grains, est très probablement différent et sera investigué expérimentalement par 3DXRD dans une des parties suivantes.

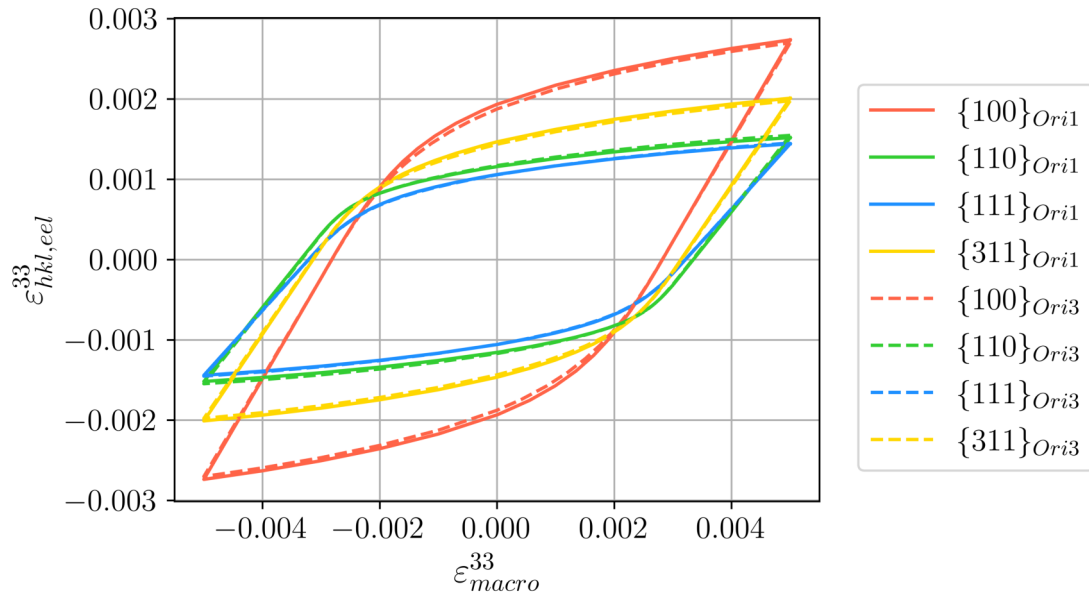


FIGURE 5.18 : Comparaison des réponses numériques des grains diffractants plongés dans une matrice d'orientation peu texturée (Ori1=SR) ou fortement texturée (Ori3=C3). Pour rappel, les informations issues des différentes familles de plans proviennent de grains différents.

5.2.6 Conclusion sur l'apport de la diffraction des neutrons à l'étude du comportement en fatigue

Finalement, les résultats suivants ont été obtenus grâce à l'expérience de diffraction des neutrons sous chargement de fatigue *in-situ* :

1. La première montée en charge est un bon moyen d'estimer les modules d'élasticités cristallins. Bien que ce n'était pas l'objectif de l'expérience et que peu de points de mesure ont été réalisés dans le domaine élastique, des valeurs conformes à celles de la littérature ont été obtenues.
2. La diffraction des neutrons *in-situ* a permis de confirmer l'anisotropie des déformations cristallines de l'acier 316L LPBF sur un cycle de fatigue
3. Cette expérience révèle que l'évolution des déformations microscopiques au cours du chargement en fatigue est semblable d'une famille de plans à une autre.
4. Le couplage avec un modèle de CPFE montre que ce type de modélisation est capable de décrire les déformations microscopiques moyennes d'un ensemble de grains sous chargement élasto-plastique. Une très bonne corrélation expérience/simulation a été obtenue.
5. Enfin, les mesures ont révélé et la simulation a confirmé que le voisinage moyen des grains n'a que peu d'effet sur la réponse mécanique moyenne d'un ensemble de grains.

La partie suivante a pour objectif d'approfondir cette étude en s'intéressant non plus aux champs mécaniques moyennés sur un groupe de grains mais aux champs mécaniques locaux dans chaque grain. Des effets de voisinages pourront être plus précisément étudiés.

5.3 Apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude du comportement en fatigue

5.3.1 Objectifs de l'expérience

L'objectif initial de cette expérience est d'étudier l'évolution de la distribution des déformations dans un polycristal d'acier 316L soumis à un chargement de fatigue. Cette expérience, outre le fait d'apporter des connaissances expérimentales inédites, est un moyen de valider le modèle de CPFE à l'échelle locale.

Pour atteindre ce but, une proposition d'expérience a été déposée à l'ESRF sur la ligne ID11. L'objectif initial de cette proposition consistait tout d'abord en la caractérisation de la microstructure initiale à l'échelle du polycristal d'une éprouvette miniature en acier 316L LPBF par DCT. Ensuite, un chargement de fatigue serait appliqué et le tenseur des déformations de chaque grain suivi par 3DXRD. Enfin, lors de ce chargement en fatigue, certains grains seraient suivis par topo-tomographie afin de visualiser l'apparition de probables bandes de glissement au cours de la sollicitation cyclique.

Suite à cette proposition, 9 shifts (= 3 jours) nous ont été attribués et l'expérience a été réalisée en octobre 2021.

5.3.2 Matériaux et méthodes

5.3.2.1 Choix des matériaux : tests préliminaires

En amont de l'expérience, des tests préliminaires de DCT ont été réalisés par Dr. Wolfgang Ludwig (Beamline scientist ID11, ESRF). Des pointes miniatures (voir figure 5.19a) ont été extraites de cylindres de la microstructure SR par usinage par électro-érosion². Certaines de ces pointes ont subi des traitements thermiques. Elles ont ensuite été polies électrochimiquement afin de les affiner et d'obtenir un bon état de surface. Le temps de polissage, d'une centaine de secondes, a été adapté en fonction de la cinétique observée. La tension était fixée à 15 V.

Les pointes ainsi préparées ont été scannées en DCT afin d'observer la mosaïcité des grains. Les clichés des figures 5.19b à 5.19e révèlent une évolution des taches de diffraction avec la température de TTh. A l'état as-built, toutes les taches de diffraction sont étalées, rendant le signal DCT totalement inexploitable. Aucune évolution significative n'est notable après un TTh à 1000°C. Le TTh à 1100°C permet d'obtenir des taches de diffractions moins étalées, mais présentant toujours une forte mosaïcité. En l'état, une reconstruction numérique de la microstructure n'est pas envisageable. Enfin, le TTh à 1200°C permet d'obtenir des taches de diffraction très bien définies pour certains grains seulement. Ces grains sont très probablement recristallisés. Cependant, peu de grains sont si bien définis, et de très nombreux grains montrent encore une forte mosaïcité comme l'atteste l'étalement des taches de diffraction aux faibles angles θ .

Finalement, ces tests préliminaires permettent d'établir un constat : la microstructure doit être recristallisée pour pouvoir être reconstruite. En effet, les grains hérités du procédé LPBF sont trop désorientés pour être imagés en DCT et permettre une reconstruction numérique du polycristal.

²Étape réalisée par l'entreprise AGB, basée à Mérignac

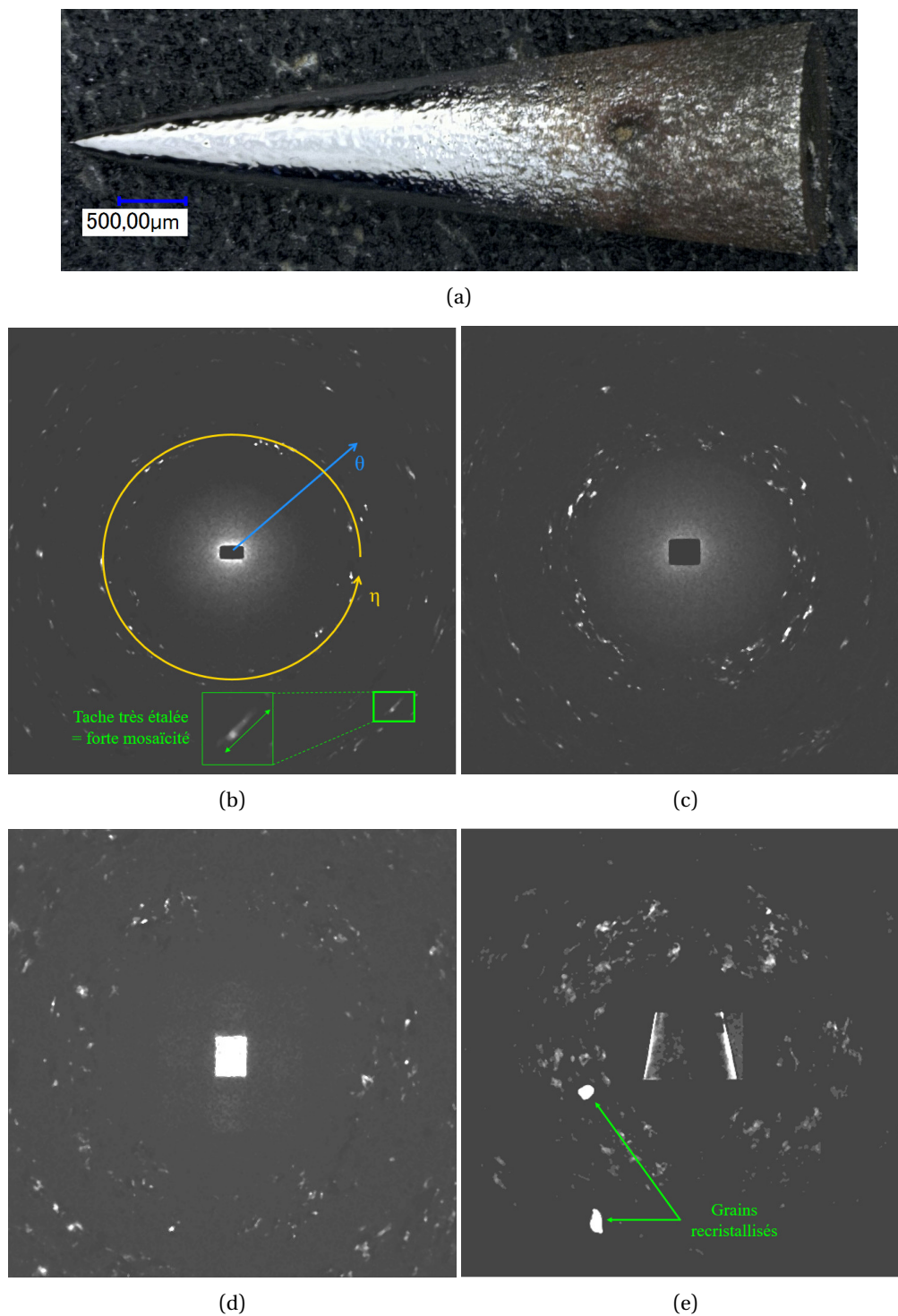


FIGURE 5.19 : Tests préliminaires de DCT. (a) Photographie d'une pointe polie électrochimiquement, (b) cliché de diffraction 2D DCT d'une pointe à l'état as-built, (c) à l'état TTh1000°C-2h, (d) à l'état TTh1100°C-2h, et (e) à l'état TTh1200°C-2h. Attention à l'interprétation de ces figures, le volume d'échantillon illuminé varie d'un cliché à l'autre, la distance échantillon-détecteur peut aussi être différente. Ces images sont uniquement à analyser pour évaluer la mosaïcité des grains.

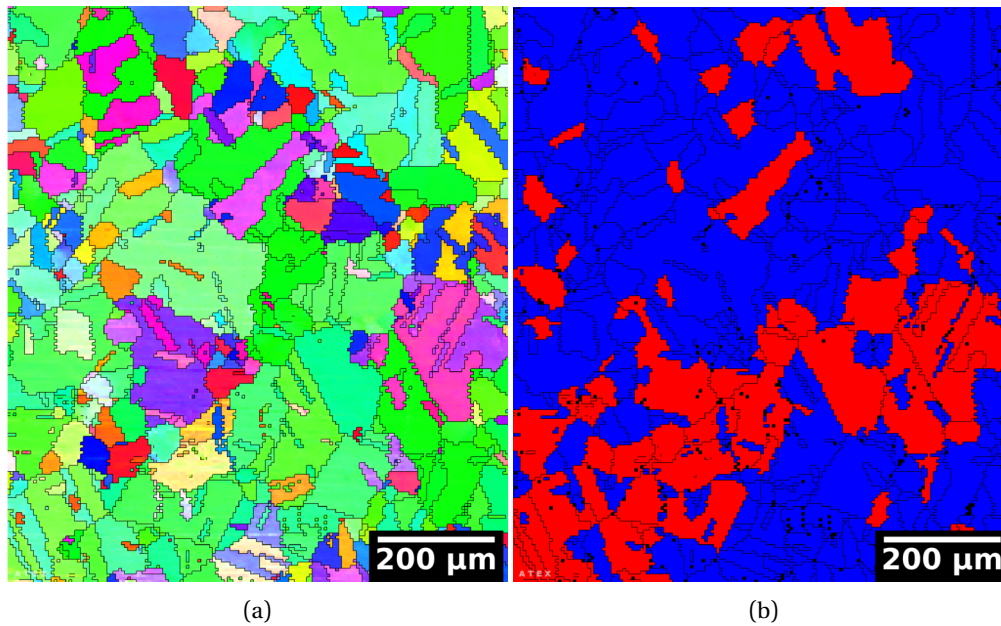


FIGURE 5.20 : Analyse EBSD de l'échantillon 316L-ESRF après TTh de 2h à 1200°C. Le plan analysé est celui de normale BD. (a) Cartographie de figure de pôle inverse et (b) cartographie de recristallisation (bleu=recristallisé, rouge=non recristallisé). Les mêmes paramètres qu'au chapitre 3 sont utilisés comme critères de recristallisation (désorientation interne moyenne $<1^\circ$ et désorientation interne max $<5^\circ$). La taille de pixel utilisée pour l'EBSD est de $5\mu\text{m}$, ce qui explique les cannelures aux joints de grains.

5.3.2.2 Machine de fatigue et éprouvettes

Pour appliquer les chargements mécaniques (fatigue, quasi-statique), la machine de fatigue NanoX, développée par Henry Proudhon et son équipe [73], a été utilisée. Une description de cette machine est disponible en référence [73] et une photographie en figure 5.21.

Les éprouvettes de fatigue/traction ont été dessinées pour correspondre aux caractéristiques géométriques de NanoX. La section utile des éprouvettes a été adaptée pour correspondre à la gamme de force de la machine (0 - 300 N). De plus, cette section a été adaptée pour garantir une transmission suffisante du signal et un nombre de grains diffractants limité. En effet, l'augmentation du nombre de grains diffractants augmente les possibilités de recouvrement entre taches de diffraction en 3DXRD et DCT, et diminue par conséquent le nombre de taches exploitables.

Enfin, les rayons de courbures des congés ont été agrandis (par rapport au design utilisé dans [73]) pour éviter une concentration de contraintes et une initiation de fissures non désirées lors de l'essai de fatigue à grand nombre de cycles. En conséquence, le design des éprouvettes retenu est celui présenté à la figure 5.22.

Ces éprouvettes ont été extraites par électro-érosion depuis des plaques de nuance 316L-ESRF par les Ateliers Peyronnard. Les plaques étaient épaisses de 2 mm et les éprouvettes ont été prélevées à coeur (distance à la surface $> 500\mu\text{m}$). Le sens de fabrication des éprouvettes est renseigné en figure 5.22.

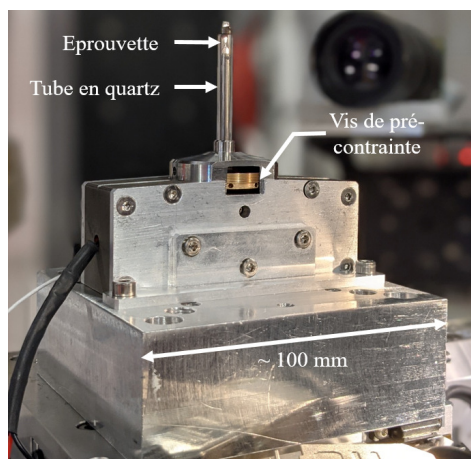


FIGURE 5.21 : Photographie de la machine Nanox. Une éprouvette est visible au sommet de la machine.

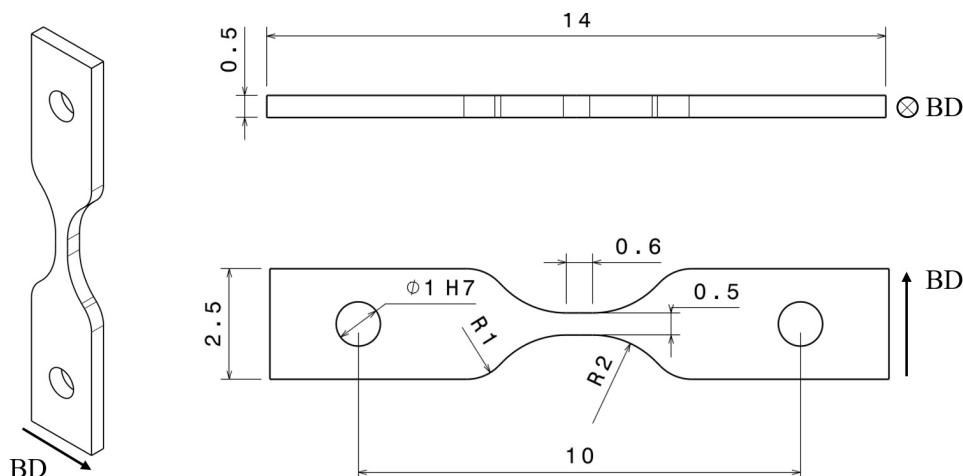


FIGURE 5.22 : Dimensions des éprouvettes NanoX utilisées lors de l'expérience ESRF (dimensions en mm)

Les 4 faces des éprouvettes ont été polies mécaniquement à la main, en utilisant des papiers abrasifs SiC de grades P400 à P4000. Un polissage final à l'aide de solution diamantée a aussi été réalisé afin d'éviter une concentration de contraintes liée à la rugosité de surface. Les dimensions de la section utile des éprouvettes ont été ré-évaluées à partir de scans de tomographie au début de chaque expérience.

5.3.2.3 Description de la ligne et du montage

La ligne ID11 de l'ESRF est une des seules lignes au monde sur laquelle il est possible de coupler des mesures 3DXRD sous chargement mécanique *in-situ*, à des scans de DCT, de tomographie et à un suivi de certains grains par topo-tomographie. En effet, elle dispose des quatre détecteurs nécessaires, et leurs positions sont contrôlables à distance (hors de la cabine). De plus, la position, l'orientation et la rotation de l'éprouvette dans l'espace sont contrôlables via une plateforme motorisée multi-axes. Cette plateforme est visible sur le plan large de la ligne ID11 (figure 5.23). En configuration de mesure, les détecteurs sont déplacés tour à tour afin d'être à la distance échantillon-détecteur idéale (voir figure 5.24).

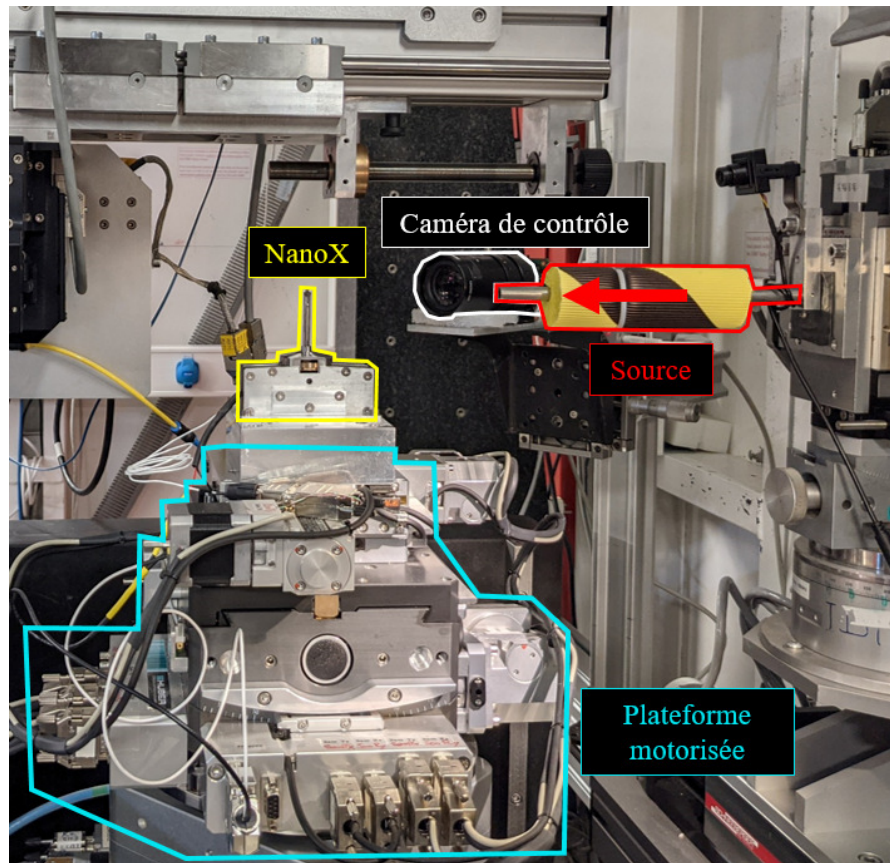


FIGURE 5.23 : Photographie de la ligne ID11. La machine NanoX est placée sur la plateforme motorisée. Le faisceau provient de la source à droite de l'image. Les détecteurs ne sont pas en position de mesure.

Dans le cas de la 3DXRD, de la DCT et de la tomographie le sens long de l'éprouvette est aligné avec la direction verticale. Cette direction correspond à l'axe de rotation ω de la plateforme motorisée. Lors des mesures, la machine NanoX tourne sur elle-même autour de l'axe ω . Dans le cas de la topo-tomographie, l'éprouvette est positionnée de façon à ce que le vecteur de diffraction Q de la famille de plans du grain étudié corresponde à l'axe vertical (voir figure 5.24b). Lors de l'acquisition, pour chaque position de la rotation autour de ω , l'éprouvette est légèrement tiltée d'un angle θ entre la verticale et Q afin d'imager l'ensemble du grain considéré.

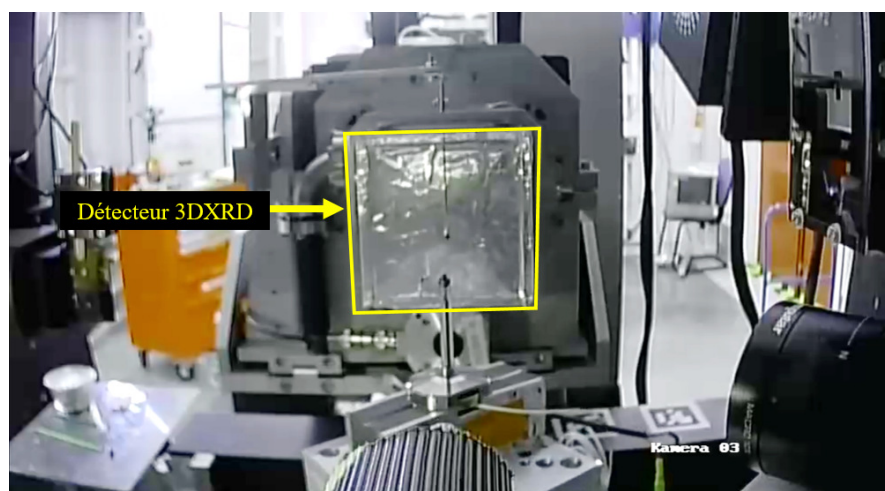
5.3.2.4 Description des expériences réalisées

Pour toutes les expériences réalisées, le faisceau est monochromatique d'énergie $E = 43.46$ keV.

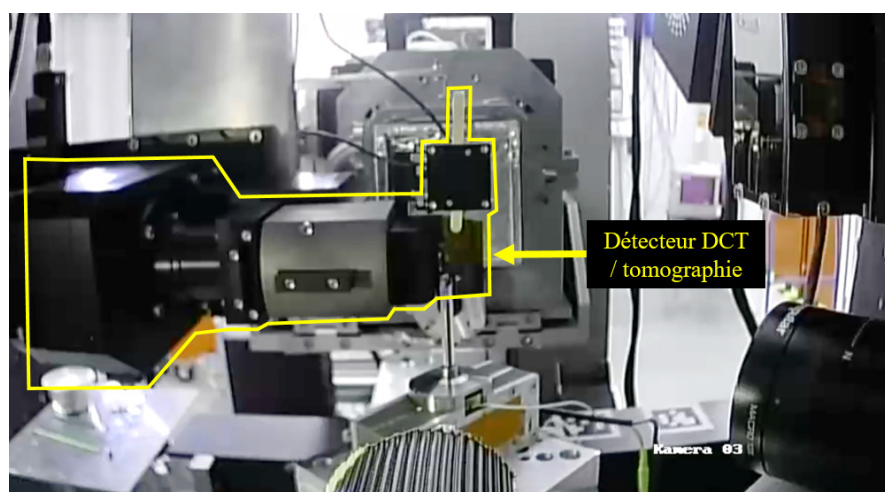
Imagerie de la microstructure par DCT

Un des objectifs initiaux de cette expérience était d'obtenir un jumeau numérique de la microstructure polycristalline des éprouvettes par DCT.

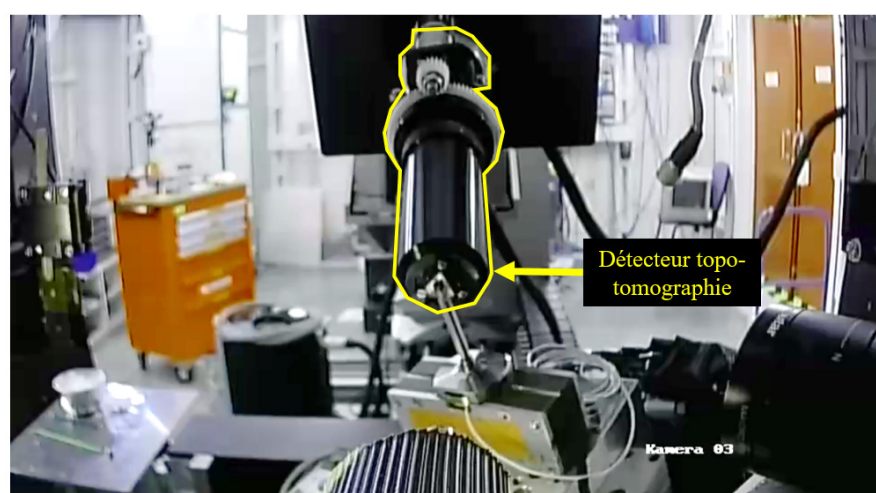
Une éprouvette en nuance 316L-ESRF a été placée dans NanoX. Elle a été légèrement préchargée, via la vis manuelle de précharge, afin de supprimer un probable jeu et d'éviter un quelconque mouvement lors des rotations autour de ω . Le détecteur utilisé est un *Andor Marana sCMOS* qui fait 2048×2048 pixels, avec une taille de pixel de $1.22 \mu\text{m}$.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 5.24 : Images en configuration de mesure. Ces images sont prises via une caméra située au-dessus de la source. (a) Configuration de mesure 3DXRD, (b) configuration de mesure de tomographie et (c) configuration de mesure en topo-tomographie.

La distance échantillon-détecteur est fixée à 6 mm. Le pas d'intégration angulaire est $\delta\omega = 0.1^\circ$ ($\omega \in [-180; 180]$). La largeur du faisceau est supérieure à la largeur maximale de l'éprouvette. La hauteur du faisceau est réduite à 200 μm pour limiter le nombre de grains diffractants et donc réduire les probabilités de recouvrement entre taches de diffraction. Trois zones de 200 μm de hauteur sont scannées au centre de l'éprouvette, avec un recouvrement entre zones de 20 μm (voir positionnement par rapport à l'échantillon en annexe H, figure H1).

Cette expérience a été répétée pour d'autres éprouvettes en acier 316L-ESRF et avec d'autres microstructures plus ou moins recristallisées. Malheureusement, pour toutes les éprouvettes testées, les clichés de DCT issus de ces expériences ne permettent pas une reconstruction d'un jumeau numérique. C'est à cause, d'une part de la mosaïcité intragranulaire, et d'autre part de la présence de macles dans d'autres grains. Une mosaïcité intragranulaire trop élevée empêche tout simplement une reconstruction du grain fortement désorienté. Surtout, elle génère un bruit de fond conséquent gênant l'indexation des autres grains. La présence de macles complexifie considérablement les algorithmes de reconstruction et, en l'état actuel de nos connaissances, la reconstruction n'a pas été possible.

Essai de traction *in-situ* 3DXRD et tomographie

Le second objectif est de caractériser la distribution des déformations moyennes entre grains par 3DXRD pendant un essai de traction *in-situ*. La 3DXRD permet d'avoir accès à l'orientation moyenne ainsi qu'à l'état de déformation moyen de chaque grain du volume analysé. Cet essai est préliminaire à l'essai de fatigue et sert en particulier à choisir les niveaux de chargement en fatigue. Avant chaque scan 3DXRD, un scan de tomographie est aussi effectué pour vérifier la section de l'échantillon et essayer d'obtenir une mesure de la déformation axiale locale en analysant les déplacements entre 2 porosités. Cependant, aucune porosité n'a été identifiée par tomographie dans le volume de l'éprouvette analysée.

Une éprouvette en nuance 316L-ESRF a été placée dans NanoX (la même que pour la DCT). Elle a été légèrement préchargée, via la vis manuelle de précharge, afin de supprimer un probable jeu et d'éviter un quelconque mouvement lors des rotations angulaires. Après le préchargement et après chaque pas de chargement, un scan de tomographie et un scan de 3DXRD sont effectués et ce jusqu'à plastification généralisée de l'éprouvette. La plastification généralisée est détectée par l'allongement des taches de diffraction sur le détecteur de 3DXRD. La mesure de 3DXRD est toujours effectuée après la tomographie pour attendre une relaxation (probable) des contraintes et ne pas perturber les mesures par des effets de viscosité. Le schéma de mesure est disponible en figure 5.25.

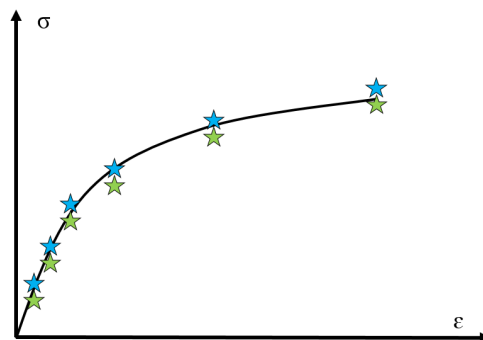


FIGURE 5.25 : Schéma de mesures de l'expérience de traction *in-situ*. Les étoiles bleues correspondent à un scan de 3DXRD et les étoiles vertes à une tomographie.

Le détecteur 3DXRD est un détecteur *Frelon Eiger 4M* qui fait 2048×2048 pixels, avec une taille de pixel de $47.2 \times 47.2 \mu\text{m}^2$. La distance échantillon-détecteur est fixée à 144 mm. 180 clichés sont acquis avec un pas d'intégration angulaire $\delta\omega = 1^\circ$ ($\omega \in [0; 180^\circ]$). Le temps d'exposition par cliché est de 80 ms. La largeur du faisceau est supérieure à la largeur maximale de l'éprouvette. La hauteur du faisceau est de $500 \mu\text{m}$ (voir positionnement par rapport à l'échantillon en annexe H, figure H1).

Pour la tomographie, le détecteur utilisé est le même que pour la DCT, à savoir le *Andor Marana sCMOS*, mais seule une zone du détecteur (*ROI, Region of Interest*) de 1024×1024 pixels est utilisée. La taille de pixel est de $1.76 \mu\text{m}$ et la distance échantillon-détecteur est fixée à 105 mm. 800 images sont récoltées sur un intervalle de 360° ($\delta\omega = 0.45^\circ$) avec un temps d'exposition de 30 ms par image.

Essai de fatigue *in-situ* 3DXRD, tomographie et topo-tomographie

Enfin, l'essai principal de cette expérience consiste à un suivi par 3DXRD, tomographie et topo-tomographie de la distribution et de la localisation des déformations dans le polycristal.

Une éprouvette en nuance 316L-ESRF a été placée dans NanoX. Elle a été légèrement préchargée, via la vis manuelle de précharge, afin de supprimer un probable jeu et d'éviter un quelconque mouvement lors des rotations angulaires. Un scan de tomographie et un scan de 3DXRD sont effectués à l'état initial (les paramètres sont les mêmes que pour l'essai de traction). Trois grains sont imagés par topo-tomographie à l'état initial et seront suivis lors de l'essai de fatigue.

Le chargement de fatigue consiste en un signal sinusoïdal à un rapport de charge $R=0.1$, à une fréquence $f=20\text{Hz}$. Le rapport de charge est défini positif pour éviter un flambement de l'éprouvette lors de la compression. De plus, la machine de fatigue NanoX n'est pas adaptée pour effectuer des chargements en compression. Sur les 100.000 premiers cycles (bloc I), le niveau de force max est $\sigma_{max}^I = 305 \text{ MPa}$. Ensuite, l'essai est relancé pour 100.000 cycles (bloc 2) avec la même éprouvette à un niveau de force $\sigma_{max}^{II} = 335 \text{ MPa}$.

Les cycles d'étude sont les cycles 100, 1000, 5000, 10000, 50000 et 100000 pour le niveau I ($\sigma_{max} = \sigma_{max}^I = 305 \text{ MPa}$). Les cycles d'étude sont les cycles 5000, 10000, 50000 et 100000 pour le niveau II ($\sigma_{max} = \sigma_{max}^{II} = 335 \text{ MPa}$).

A chaque cycle d'étude, pour $\sigma = \sigma_{min}$, un scan de tomographie, les 3 scans de topo-tomographie, et un scan de 3DXRD sont réalisés dans cet ordre. De plus, pour $\sigma = \sigma_{max}$ un scan de 3DXRD et un scan de tomographie sont effectués dans cet ordre. Le schéma de mesure est disponible en figure 5.26.

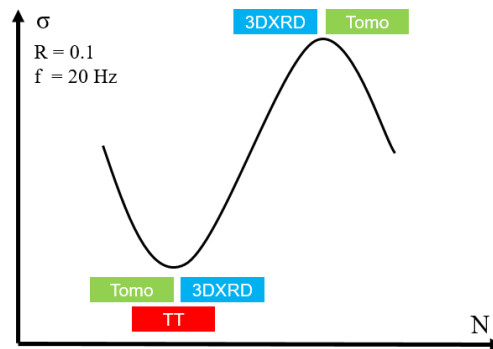


FIGURE 5.26 : Schéma de mesures de l'expérience de fatigue *in-situ*.

Un changement d'atténuateur sur la ligne a été nécessaire entre les deux blocs à différents niveaux de charge afin de maximiser le rapport signal/bruit pour le deuxième bloc. En effet, plus le niveau de charge augmente, plus les phénomènes de plasticité sont activés. Les mécanismes de plasticités qui ont lieu dans l'acier 316L LPBF entraînent des désorientations internes et donc un étalement des taches de diffraction. Pour anticiper cet étalement, et donc une diminution des intensités maximales, l'intensité incidente du faisceau a été augmentée (via un changement d'atténuateur). En conséquence, l'intensité des taches est différente mais l'intensité du bruit de fond est aussi modifiée entre les deux blocs de cycles, ce qui empêche d'opérer le même post-traitement des clichés de diffraction. Finalement, ce changement d'intensité incidente empêche de comparer directement les clichés de diffraction obtenus lors des blocs I (à σ_{max}^I) et II (à σ_{max}^{II}).

Le détecteur de topo-tomographie utilisé est une caméra *Frelon14*, de taille 1024*1024 pixels, avec une taille de pixel de 14 μm , et un objectif 20X soit un pixel de 0.7 μm sur les clichés de TT. La distance échantillon-détecteur est de l'ordre de 10 à 20 mm. 72 séries de clichés sont acquises autour de $\underline{Q}$ sur une plage de 360° ($\omega \in [0; 360^\circ]$, $\delta\omega = 5^\circ$). Pour chacune des 72 valeurs de ω , 37 clichés de topo-tomographie sont réalisés pour intégrer la mosaïcité du grain selon θ ³ avec un pas de désorientation $\delta\theta = 0.05^\circ$. Ces 37 clichés constituent ce qu'on appelle un *rocking scan*. Au total, 2663 clichés sont acquis lors de chaque analyse pour chaque grain.

5.3.2.5 Exploitation des données

Données de DCT

Comme écrit précédemment, les données de DCT n'ont pas pu être exploitées. Le nombre de grains identifiés était trop faible pour reconstruire une microstructure numérique suffisamment complète pour avoir un intérêt en simulation. De plus, la présence de macles apporte une certaine complexité aux données et augmente considérablement le temps nécessaire à la reconstruction d'une microstructure numérique. Il a donc été décidé ne pas utiliser ces données de DCT pour se consacrer davantage aux autres aspects de la thèse.

Données de tomographie

Les données de tomographie ont été utilisées pour vérifier la section des éprouvettes lors des expériences in-situ. De plus, elles ont permis de montrer l'absence de manques de fusion et porosités dans la zone utile des éprouvettes. Seul un traitement d'image basique, réalisé sous *ImageJ*, a été nécessaire à l'exploitation des données brutes.

Données de topo-tomographie

Pour chacun des 72 *rocking scan* autour de $\underline{Q}$, les images diffractées du grain sont intégrées via un code *Python*. En résulte 72 images du grain pour différents angles de rotation ω autour de $\underline{Q}$. Ces images permettent une visualisation 3D du grain, autour de l'axe de rotation $\underline{Q}$. Ces images sont traitées via *ImageJ* afin d'optimiser le rendu.

Données de 3DXRD

L'exploitation des données brutes de 3DXRD a été réalisée en deux temps. Dans un premier temps, Younes El-Hachi a travaillé sur ces données dans le cadre d'un contrat post-doctoral entre le CIRIMAT et l'I2M. Il a adapté la méthodologie développée pendant sa thèse [79] au cas précis de l'acier 316L LPBF. Un travail conséquent a été notamment mené sur l'identification de seuils pertinents pour la détection des pics de diffraction. En effet,

³ θ est l'angle entre l'axe vertical et le vecteur de diffraction $\underline{Q}$

puisque de nombreux grains ne sont pas recristallisés et montrent une forte désorientation interne, ils participent à l'émergence d'un bruit de fond conséquent sur le détecteur 3DXRD (figure 5.27a). Ce bruit de fond doit être séparé des taches des grains recristallisés pour permettre leur identification (résultat post-nettoyage en figure 5.27b). Malheureusement, l'information de nombreux grains est perdue pendant cette étape.

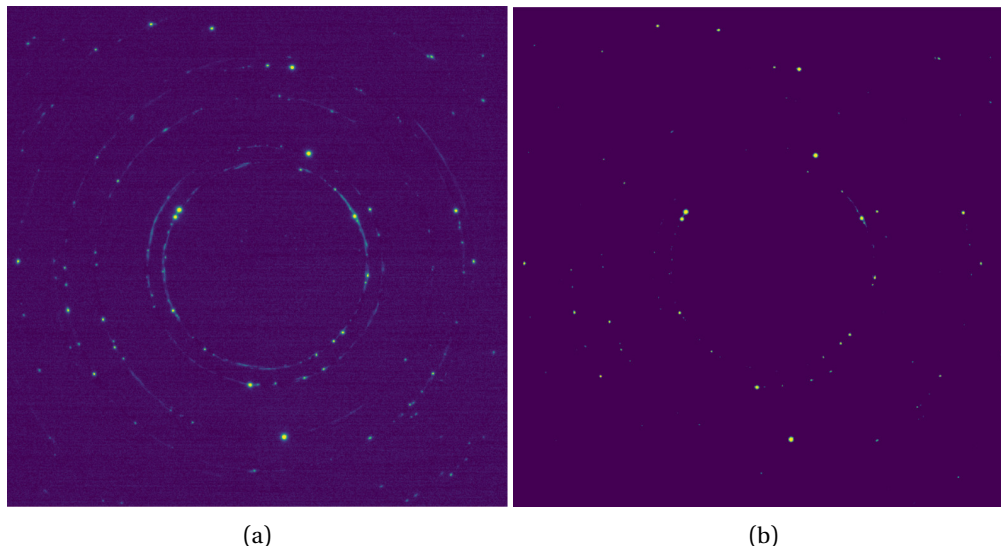


FIGURE 5.27 : Cliché de diffraction 3DXRD (a) brut et (b) après la procédure de nettoyage. Cliché obtenu sur l'éprouvette de fatigue, à l'état initial.

Une fois la méthode d'exploitation développée, Younes l'a appliquée aux données issues de l'expérience de fatigue *in-situ*. Dans un second temps, Lorène Héraud (MCF, Arts et Métiers ParisTech, I2M) a traité les données de l'expérience de traction *in-situ* sur la base des codes mis en place par Younes El-Hachi.

Le calcul des déformations de chaque grain a été réalisé différemment sur l'expérience de traction et celle de fatigue.

Pour la traction, le paramètre de maille de la cellule de référence est calculé comme étant la moyenne des paramètres de maille de tous les grains identifiés à l'état initial ($a_0 = 3.6023 \text{ \AA}$). Les déformations sont alors calculées relativement à cette cellule référence. Cette approche permet d'estimer les déformations résiduelles d'ordre deux à l'état initial, *ie* les hétérogénéités de déformations entre grains à l'état initial (visible sur la figure 5.30 à 0 MPa).

Au contraire, pour le chargement en fatigue, les déformations de chaque grains sont calculées relativement à leur paramètre de maille initial propre. Cette approche ne permet pas d'estimer les hétérogénéités de déformation à l'état initial. Autrement dit, l'état de contrainte de chaque grain est considéré comme nul à l'état initial. En revanche, cette démarche permet de comparer directement les évolutions relatives de chaque grains. Ce choix avait été réalisé dans le but de pouvoir directement comparer les résultats à ceux de simulation numérique dans laquelle les hétérogénéités de contrainte initiales ne sont pas prises en compte. Cependant, à cause du faible nombre de grains suivis par 3DXRD en fatigue il a finalement été décidé d'utiliser l'approche numérique pour l'expérience de traction et non pas celle de fatigue.

5.3.3 Résultats expérimentaux

5.3.3.1 Essai de traction in-situ suivi par 3DXRD

Évolution du nombre de grains diffractants

La figure 5.28 rassemble le nombre de grains détectés par 3DXRD lors des différents scans de l'essai de traction. Ce nombre est très faible (≈ 100) par rapport au volume analysé ($500 \times 412 \times 475 \mu m^3$). La taille moyenne des grains déterminée à partir de l'EBSD de l'éprouvette utilisée par l'expérience de fatigue (voir ci-après figure 5.34) est de $28 \mu m^4$. Une estimation grossière de la borne supérieure du nombre de grains est d'environ 4500 grains. Ainsi, seulement 2% des grains (en nombre) sont identifiés avec les paramètres de traitements utilisés. Néanmoins, les grains identifiés sont parmi les plus gros de la microstructure (voir ci-après en section 5.3.3.2), la fraction du volume total identifié est donc bien supérieure.

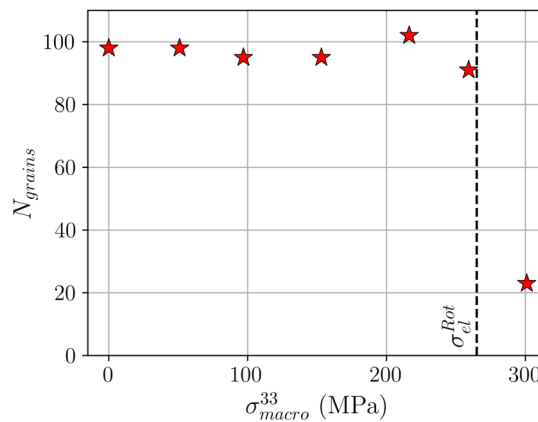


FIGURE 5.28 : Variation du nombre de grains détectés en 3DXRD en fonction de la contrainte macroscopique.

Les grains identifiés ne sont pas nécessairement les mêmes d'un scan à l'autre. Ce nombre est de 98 à l'état initial, et reste stable jusqu'à 260 MPa. Au contraire, pour $\sigma = 300 MPa$ le nombre de grains détectés est seulement de 23, soit une perte de 68 grains. Cette forte diminution du nombre de grains détectés est assimilable à la plastification de l'éprouvette. En effet, la limite d'élasticité des éprouvettes Rot ayant subi un TTh à $1200^\circ C$ correspond bien à cette chute du nombre de grains détectés. Le matériau étudié ici (voir section 5.3.2.1) ne correspond pas aux éprouvettes Rot traitée à $1200^\circ C$, néanmoins il a subi un traitement à la même température. On peut donc s'attendre à ce que sa limite d'élasticité soit comparable. Cette comparaison permet d'attribuer la perte du nombre de grains détectés à la plastification de l'éprouvette.

⁴les grains inférieurs à $10 \mu m$ ne sont pas considérés dans la moyenne

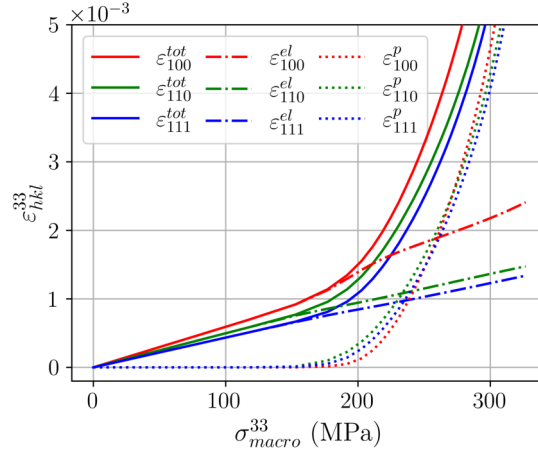


FIGURE 5.29 : Résultat d'une simulation numérique montrant l'évolution des déformations élastiques le long de l'axe de traction ($\varepsilon_{hkl}^{33,el}$), plastiques ($\varepsilon_{hkl}^{33,p}$) et totales ($\varepsilon_{hkl}^{33,tot}$) en fonction de la contrainte macroscopique appliquée σ_{macro}^{33} et de l'orientation des grains considérés. Les résultats obtenus sont des moyennes provenant de plusieurs grains d'orientations proches (voir en partie suivante)

Pour confirmer cette hypothèse, une simulation a été conduite (voir méthodologie et paramètres utilisés en partie suivante). Les déformations élastiques $\varepsilon_{33}^{33,el}$ et totales $\varepsilon_{33}^{33,tot}$ le long de l'axe de traction ($z = e_{33}$) sont extraites des grains. La déformation plastique $\varepsilon_{33}^{33,p}$ est alors définie par :

$$\varepsilon_{33}^{33,p} = \varepsilon_{33}^{33,tot} - \varepsilon_{33}^{33,el} \quad (5.8)$$

La figure 5.29 montre que pour des contraintes inférieures à 200 MPa la déformation est majoritairement élastique. Pour des contraintes de l'ordre de 250 MPa les déformations élastiques et plastiques sont équivalentes et enfin au delà de 250 MPa la déformation plastique devient largement majoritaire. Ces résultats expliquent la chute du nombre de grains identifiés en 3DXRD entre 250 et 300 MPa. En effet, les mécanismes de plasticité augmentent les désorientations internes aux grains et provoquent donc un étalement des taches de diffraction. Cet étalement est un frein à l'indexation des taches de diffraction en 3DXRD. Finalement, cette analyse numérique confirme que ce sont les mécanismes de plasticité qui sont à l'origine de la diminution du nombre de grains indexés entre 250 et 300 MPa.

Impact de la position des grains

L'évolution des déformations microscopiques ε_{33} en fonction de la position des grains et du chargement macroscopique sont rassemblées en figure 5.30. Ces cartographies montrent qu'il n'y a pas d'effet significatif de la position des grains sur les valeurs de déformations microscopiques ε_{33} . En particulier, les grains en surface ou proche surface réagissent de la même manière que les grains à coeur. Cette observation qualitative est confirmée par un calcul disponible en annexe H, figure H2. La contrainte moyenne a été calculée pour les grains de surface et ceux de coeur⁵. Un écart moyen de seulement 10 MPa est notable entre ces deux groupes de grains. Un écart si faible est de l'ordre de grandeur des incertitudes de mesures liées à la méthode de 3DXRD.

⁵ Les grains de surface sont définis comme ceux pour lesquels le centre de masse est situé à moins de 30 μm de la surface.

La même démarche a été suivie pour les déformations ε_{11} et ε_{22} , les cartographies de position ainsi que le calcul des contraintes moyennes des grains de coeur et surface sont disponibles en annexe H, figures H3 à H6. Elles ne montrent pas non plus d'effet de la position des grains par rapport à la surface sur leur déformations microscopique. En effet, bien que les écarts de contraintes entre les grains de coeur et surface soient plus élevés (23 MPa en moyenne pour la direction 11 et 12 MPa en moyenne pour la direction 22), ils sont opposés pour les directions 11 et 22.

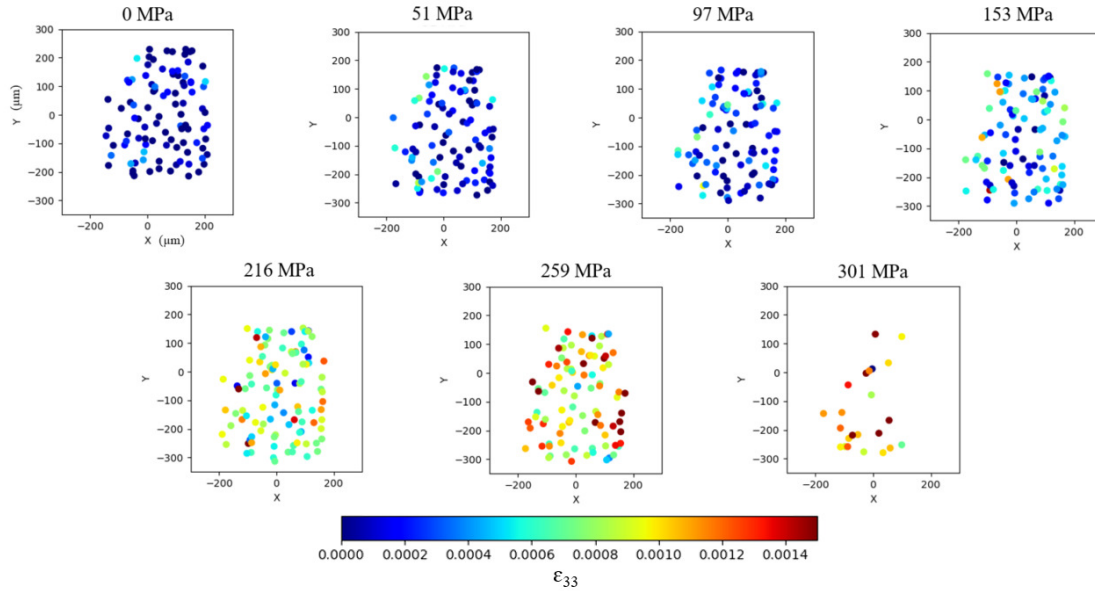


FIGURE 5.30 : Cartographies de l'évolution des déformations ε_{33} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains projetées dans le plan XY de l'échantillon. Ce plan correspond à la section portante de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.

En conséquence, cela montre qu'aucun effet de la position coeur/surface sur les déformations microscopiques des grains n'est mis en évidence par ces mesures en 3DXRD. Il faut tout de même nuancer ces conclusions puisqu'elles sont obtenues à partir d'un nombre de grains relativement faible, ceci pouvant induire un biais dans l'analyse.

Impact de l'orientation des grains

La figure 5.31 illustre l'évolution de la déformation microscopique ε_{33} en fonction de la contrainte macroscopique σ_{33} pour des grains en fonction de leur orientation. On retrouve bien que le nombre de grains diffractants est fortement réduit entre les deux derniers points de mesures.

Comme attendu, la déformation microscopique augmente avec la contrainte. Avant 260 MPa, contrairement à la diffraction des neutrons, il est difficile de voir une hétérogénéité de comportement en fonction de l'orientation cristalline. En revanche, la mesure à 259 MPa montre clairement que les grains dont les directions $\langle 100 \rangle$ sont proches de la direction de chargement se déforment davantage que les autres. Ce résultat, est tout à fait concordant avec les résultats issus de la diffraction des neutrons et de la simulation numérique. De plus, le fait que les différences de déformation entre plans se manifestent davantage à contrainte élevée se retrouve en diffraction des neutrons (figure 5.5).

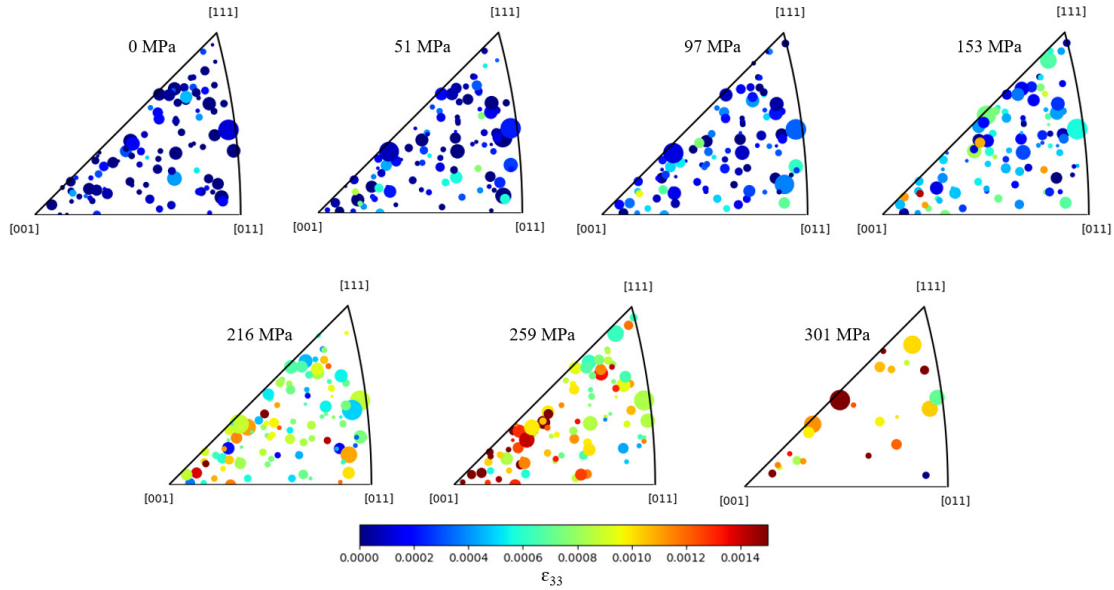


FIGURE 5.31 : Évolution des déformations ε_{33} extraites de chaque grains détecté en 3DXRD en fonction de la contrainte macroscopique et de l'orientation des grains. La position des grains dans le triangle IPF cubique est définie par leur orientation mesurée en 3DXRD. Le rayon de leur cercle correspond à leur volume relatif.

L'avantage de cette mesure par 3DXRD est qu'elle permet d'observer les variations entre grains de même orientation. En particulier, sur ce même scan à 259 MPa, on peut noter un grain très proche de l'axe $[100]$ qui est très peu déformé par rapport aux autres. Cette mesure montre donc que l'orientation n'est pas le seul paramètre gouvernant la localisation des déformations à l'échelle du polycristal. La partie précédente montre que la surface n'a pas un rôle important sur la localisation des déformations. En conséquence c'est probablement le voisinage des grains qui joue un rôle prépondérant sur les réponses microscopiques. Cependant, cet aspect ne peut pas être étudié expérimentalement grâce à cette expérience puisque trop peu de grains diffractent, et par conséquent le voisinage des grains n'est pas connu. Si la DCT avait été concluante, le voisinage des grains aurait été accessible et ce point aurait pu être discuté. Cet aspect sera rediscuté lors de la comparaison avec la simulation.

5.3.3.2 Essai de fatigue *in-situ* suivi par 3DXRD et topo-tomographie

Analyse topo-tomographique

Trois grains ont été suivis en topo-tomographie lors de l'expérience de fatigue *in-situ* (voir section 5.3.2.4). Le choix de ces grains a été motivé par leur taille conséquente ainsi que par leurs orientations cristallines chacune proche d'un axe $[100]$, $[110]$ ou $[111]$. Par exemple, la taille du grain dont la projection est illustrée en figure 5.32 est de plusieurs centaines de microns, ce qui correspond à la taille des plus gros grains observés en EBSD (voir figure 5.34). Ce grain est donc très probablement un des plus gros de la microstructure étudiée.

Par ailleurs, deux des grains suivis sont maclés à l'état initial, ce qui limite leur suivi par topo-tomographie à une seule partie (minoritaire) du grain. Des clichés de topo-tomographie à l'état initial sont disponibles en annexe pour illustrer cette affirmation. Les évolutions de ces deux grains au cours du chargement en fatigue n'ont pas révélé de comportement particulier, elles ne seront pas commentées ici. Néanmoins des clichés des grains à l'état final sont disponibles en annexe I.

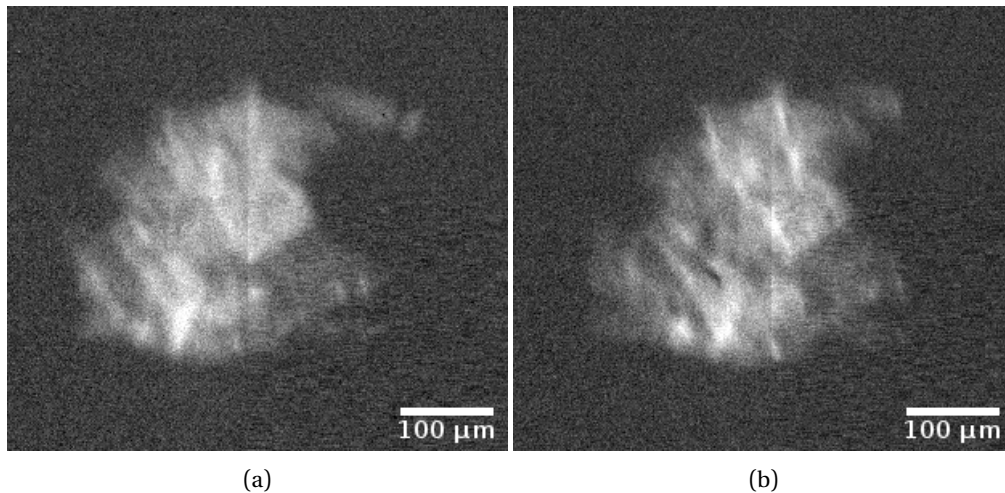


FIGURE 5.32 : Cliché intégré de topo-tomographie à un angle ω donné (a) à l'état initial et (b) après l'ensemble des chargements en fatigue

Enfin, les trois grains montrent de fortes désorientations intragranulaires dès l'état initial. Un exemple de cliché intégré de topo-tomographie illustre cette affirmation pour l'un des grains (figure 5.32a). Les clichés des deux autres grains sont illustrés en annexe I.

Malheureusement, aucune bande de glissement n'a été observée en topo-tomographie pour les 3 grains étudiés et ce quelque soit le niveau de chargement ou le nombre de cycles. De plus, les clichés de topo-tomographie ne sont que peu modifiés par le chargement en fatigue (figure 5.32b). On pourrait supposer que l'état de déformation intragranulaire n'est que peu modifié. Cependant, pour justifier cette affirmation une reconstruction du volume et des champs d'orientations 3D à partir des données de topo-tomo est nécessaire. Or, du fait de la complexité de ce type de reconstruction pour un matériau présentant des macles, cette démarche n'a pas été adoptée.

Enfin, puisque les grains montrent une forte désorientation intragranulaire dès l'état initial, il est d'autant plus difficile de visualiser une évolution des désorientations internes ou l'apparition de bandes de glissement. Dans l'état actuel, ce suivi par topo-tomographie n'apporte donc aucune information sur le comportement micro-mécanique de l'acier 316L LPBF.

Cependant, cette technique est prometteuse. Elle a récemment permis, par exemple, de visualiser l'émergence et la propagation de bandes de glissement dans le volume et en 3D dans un alliage $Ti - 7Al$ [202]. Ces informations, inédites en 3D, permettent de mieux comprendre les mécanismes de localisation de la déformation au sein d'un polycristal. D'ailleurs, Stinville et al. [202] montrent que les conclusions obtenues sur la localisation des déformations au sein du volume diffèrent de celles obtenues par des techniques plus conventionnelles (HR-EBSD, HR-DIC) en surface.

La topo-tomographie nécessite néanmoins (pour le moment) des matériaux dont les déformations intragranulaires sont particulièrement faibles, et avec des grains relativement gros ($\approx 100 \mu m$ pour [202]). Au contraire, l'acier 316L LPBF montre de fortes désorientations intragranulaires et des grains relativement fins. C'est pourquoi le suivi des grains par topo-tomographie n'a pas été un succès dans notre cas.

Analyse par 3DXRD

Les résultats présentés ici correspondent au deuxième bloc de 100000 cycles, *ie* pour $\sigma_{max} = \sigma_{max}^{II}$. Après post-traitement des clichés, il s'est avéré que c'est pour ce bloc (pour lequel l'intensité du faisceau incident était supérieure) que les résultats sont les plus exploitables. Seuls 10 grains ont pu être suivis sur la totalité des cycles de fatigue du bloc 2. Les évolutions sont comparées grain par grain afin de mettre en évidence l'hétérogénéité de déformation polycristalline. Il n'est pas pertinent de calculer des moyennes sur un nombre de grains si faible. De plus, l'évolution moyenne des grains nous est renseignée par l'expérience de diffraction des neutrons. Seuls les évolutions grain à grain seront commentées.

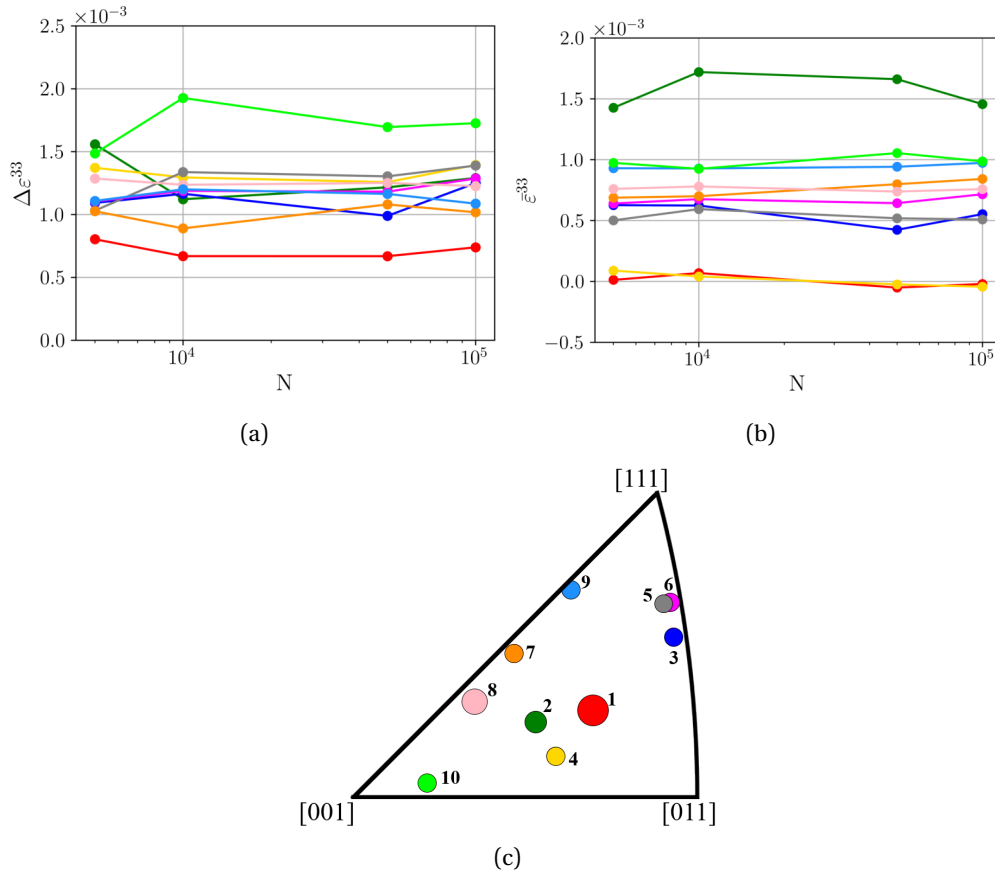


FIGURE 5.33 : Évolution de (a) l'amplitude $\Delta \epsilon^{33}$ et (b) de la déformation moyenne $\bar{\epsilon}^{33}$ le long de la direction de chargement en fonction du nombre de cycles de fatigue. Les couleurs des courbes correspondent aux orientations le long de la direction de chargement définies par la figure de pôle inverse en (c). La taille des cercles est proportionnelle au volume relatif des grains. Les numéros de la figure (c) sont purement à caractère nominatif.

Influence du nombre de cycles

La figure 5.33a montre que quelque soit le grain considéré, l'amplitude de déformation $\Delta \epsilon^{33}$ ne varie pas significativement au cours de l'essai de fatigue. Pour rappel, cette déformation mesurée par 3DXRD correspond à une déformation élastique. L'amplitude de contrainte étant imposée par la machine de fatigue, en l'absence de variation des constantes d'élasticités microscopiques (C_{ij}^{hkl}), il est normal d'observer que l'amplitude de déformation élastique est constante. Pour les mêmes raisons, on observe que la moyenne de la déformation élastique $\bar{\epsilon}^{33}$ de chaque grain ne varie pas au cours de l'essai de fatigue (figure 5.33b).

Distribution des déformations moyennes

La figure 5.33 révèle une forte hétérogénéité des déformations entre grains en termes de contrainte moyenne (figure 5.33b). En particulier, le grain n°1 (en rouge, voir figure 5.33c pour la numérotation) montre une déformation moyenne nulle ($\bar{\varepsilon}^{33} \approx 0$) alors que le rapport de charge est de 0.1. Ainsi, ce grain est en compression lors de la moitié d'un cycle de fatigue alors que l'éprouvette est macroscopiquement en traction pendant l'ensemble du cycle. Au contraire, le grain n°2 (en vert foncé) montre une déformation moyenne élevée ($\bar{\varepsilon}^{33} \approx 1,5 \cdot 10^{-3}$). Considérant les constantes d'élasticité utilisées dans les calculs CPFE, cette déformation moyenne correspond à une contrainte moyenne locale de $\bar{\sigma}^{33} \approx 350$ MPa et à une contrainte maximale locale de $\sigma_{max}^{33} \approx 480$ MPa⁶. Ces valeurs sont bien supérieures à celles de la limite d'élasticité macroscopique de ce type de matériau (265 MPa pour les éprouvettes P2 TTh1200).

Ce zoom sur les grains 1 et 2 met donc en évidence une forte hétérogénéité de déformation (resp. contrainte) moyenne entre grains lors d'un chargement en fatigue. Pourtant, les grains 1 et 2 ont des orientations cristallines le long de la direction de chargement qui sont proches (voir figure 5.33c). Cette analyse met donc en évidence que l'orientation cristalline le long de la direction de chargement n'est pas le paramètre prépondérant dans la définition des contraintes moyennes. Autrement dit, l'orientation cristalline n'est pas le paramètre qui influe majoritairement sur la distribution des déformations (resp. contraintes) au sein d'un agrégat polycristallin.

Il faut cependant nuancer ces résultats puisque l'hétérogénéité de déformation initiale entre grains n'est pas prise en compte dans le calcul des déformations. Ainsi, si un grain est initialement en compression (à cause des contraintes résiduelles d'ordre 2), son niveau moyen de chargement sera plus faible que si ce même grain était initialement en traction ou libre de contrainte. Les conclusions formulées au paragraphe précédents impliquent donc de considérer les hétérogénéités de déformation initiales comme très faibles devant les déformations en cours d'essai.

Distribution des amplitudes de déformation

Les réponses des grains en amplitude de contraintes sont plus homogènes que celles en termes de déformation moyenne⁷. Néanmoins des différences sont mises en évidence par la figure 5.33b. En particulier, le grain n°10 (en vert fluo) qui présente une orientation proche de <100> montre l'amplitude de déformation maximale. Ce résultat est en bonne adéquation avec les résultats de diffraction des neutrons, ceux de 3DXRD sous traction quasi-statique *in-situ*, et les simulations numériques, qui ont montré que les grains dont l'axe <100> est parallèle à la direction de chargement sont ceux qui se déforment davantage.

Au contraire, l'amplitude de déformation minimale correspond au grain n°1. Des grains d'orientations proches (n°2 et n°4) ont des amplitudes de déformations dans la moyenne des autres grains. Dans ce cas précis, l'orientation cristalline ne semble donc pas avoir une influence marquée sur l'amplitude de déformation.

⁶Valeurs moyennées sur les 4 cycles de mesure.

⁷L'écart min-max est de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-3}$ pour les déformations moyennes contre $0,7 \cdot 10^{-3}$ pour l'amplitude de déformation

Conclusion sur le suivi par 3DXRD

Finalement, le faible nombre de grains identifiés par 3DXRD lors de cette expérience de fatigue *in-situ* ne permet pas de séparer les contributions de l'orientation cristalline, de la taille des grains, de leur position ou de leur voisinage sur leur réponse microscopique. Cependant, ces résultats montrent tout de même que :

- 1. le nombre de cycles ne modifie pas drastiquement l'amplitude ni la moyenne de la déformation élastique
- 2. la distribution des déformations moyennes ne semble pas dépendre au premier ordre de l'orientation cristalline
- 3. il est difficile de conclure sur l'influence de l'orientation cristalline sur l'amplitude de déformation. On retrouve tout de même que les grains dont l'axe <100> est parallèle à la direction de chargement sont ceux qui se déforment le plus.

Analyses post-mortem

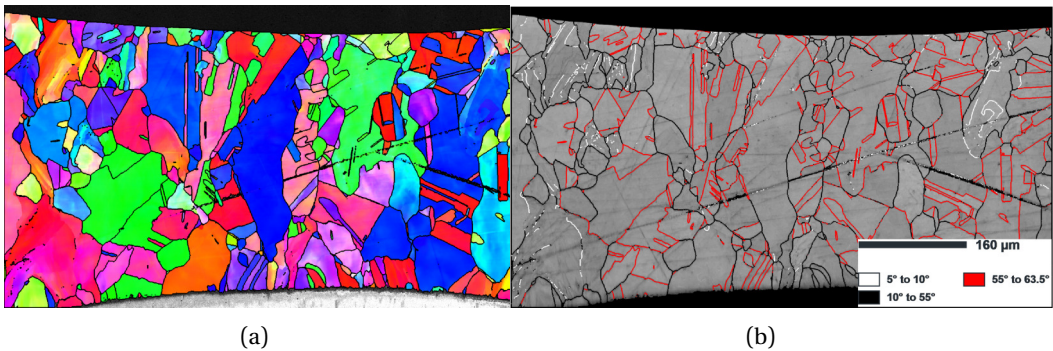


FIGURE 5.34 : Analyses EBSD de l'éprouvette 316L-ESRF après essai de fatigue. (a) Cartographie de figure de pôle inverse orientée le long de la direction de chargement et (b) cartographie de désorientation des joints de grains.

Suite à l'essai de fatigue, l'éprouvette miniature de fatigue a été analysée en EBSD (figure 5.34). L'analyse EBSD révèle de nombreuses macles. Ces macles étaient déjà présentes avant essai comme le révèle la figure 5.20a qui montre une cartographie EBSD de la nuance utilisée. Les taux des différents types de macles avant et après essai sont rassemblés dans le tableau 5.7. Les relations d'orientations des différents systèmes sont rappelées dans le même tableau. La fraction totale de macles n'est pas supérieure sur la microstructure ayant subi le chargement en fatigue. Par ailleurs, aucune évolution n'est notable entre les différents systèmes de macles $\Sigma 3$, $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ ou $\Sigma 9$. Le système $\Sigma 3$ reste largement majoritaire avant et après essai de fatigue.

Fraction linéique de macles (%)	Totale	$\Sigma 3$	$\Sigma 5$	$\Sigma 7$	$\Sigma 9$
Relations d'orientations		$60^\circ/[111]$	$37^\circ/[100]$	$38^\circ/[111]$	$39^\circ/[110]$
316L-ESRF	62.3	56.9	0.2	0.4	4.8
316L-ESRF post-fatigue	55.3	51.3	0.4	0.4	3.2

TABLEAU 5.7 : Taux de macles de la microstructure 316L-ESRF avant et après essai de fatigue. Ces estimations ne sont pas réalisées sur la même surface. La fraction totale est calculée en ne considérant que les systèmes $\Sigma 3$, 5, 7 et 9.

En conséquence, cette analyse simple montre que le maillage n'est pas un mode de déformation privilégié pour l'acier 316L LPBF même lorsqu'il est majoritairement recristallisé. Dans le cas contraire, une évolution du taux de macle ou une évolution de la répartition des types de macles aurait été mise en évidence par ces analyses.

5.3.4 Couplage avec la simulation numérique

5.3.4.1 Génération d'agrégats polycristallins

La DCT n'étant pas exploitable, un agrégat numérique est généré via Neper.

Géométrie et maillage

De la même manière que pour le calcul en diffraction des neutrons, un agrégat de 500 grains est généré avec Neper. La distribution de taille utilisée est log-normale. La seule différence réside dans la définition des conditions aux limites. Pour prendre en compte de probables effets de surface, les conditions aux limites ne sont pas périodiques en X et Y; seules les faces Z ont des conditions de périodicité. La périodicité entre noeuds est assurée par égalité des vecteurs déplacements des noeuds concernés. Les surfaces X et Y sont libres ($\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = 0$).

Le maillage est composé de 353 069 éléments tétraédriques, soit 706 éléments par grain en moyenne. Une représentation de la microstructure numérique maillée est disponible en figure 5.35.

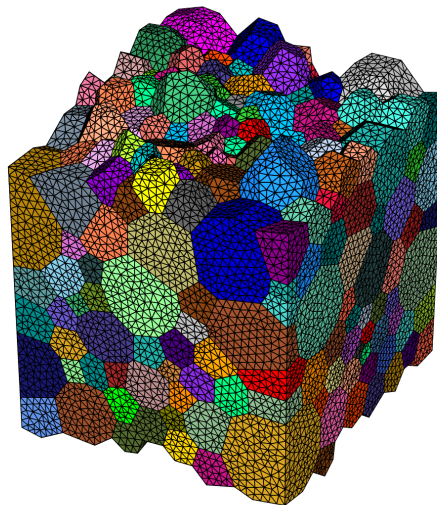


FIGURE 5.35 : Représentation de l'agrégat numérique utilisé pour les calculs liés à l'expérience de 3DXRD. Il a été généré et maillé avec Neper. Les couleurs n'ont pas de signification.

Orientations cristallines

En 3DXRD, peu de grains ont été identifiés à l'état initial que ce soit sur l'éprouvette utilisée pour la traction (98 grains) ou celle utilisée pour la fatigue (82 grains). L'environnement des grains n'est donc pas connu. C'est pourquoi la position des différentes orientations cristallines dans l'agrégat est définie de manière aléatoire.

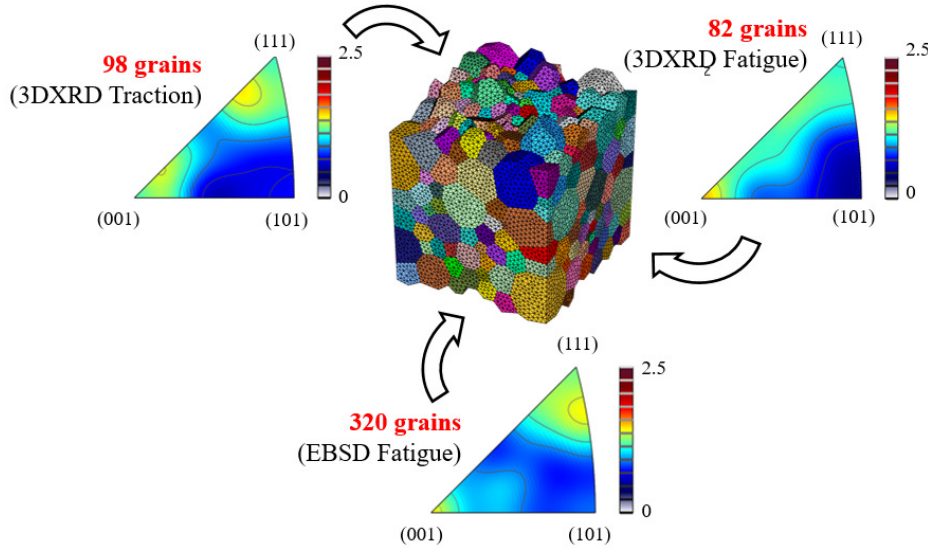


FIGURE 5.36 : Représentation de la méthodologie du choix des orientations de l'agrégat numérique pour les calculs de 3DXRD.

Pour définir les orientations des grains de l'agrégat numérique, les orientations des grains identifiés par 3DXRD dans les 2 éprouvettes utilisées à l'ESRF (traction et fatigue) sont utilisées. Les 400 orientations restantes sont choisies aléatoirement parmi les orientations des grains identifiés sur l'EBSD de l'éprouvette post-fatigue. La méthodologie de choix des orientations est définie en figure 5.36.

5.3.4.2 Identification de loi matériau

Aucune donnée expérimentale oligocyclique ou de traction n'est connue pour la nuance 316L-ESRF. Le matériau pour lequel nous disposons de données oligocyclique et se rapprochant de cette nuance est une éprouvette P2 traitée thermiquement à 1200°C pendant 2 heures. Sur cette éprouvette, une recristallisation (au moins partielle) a été observée (voir annexe E). Nous faisons l'hypothèse que les propriétés de ce matériau sont proches de celles de la nuance 316L-ESRF qui a aussi un T_{Th} à 1200°C. Du fait de cette hypothèse forte, seul un accord correct entre les données expérimentales et celles simulées sera nécessaire. En effet, il n'est pas utile de perdre du temps à optimiser de façon parfaite une loi matériau à partir de données expérimentales qui ne correspondent pas exactement aux données simulées.

L'optimisation est réalisée en utilisant un modèle homogénéisé par une loi β . Les coefficients de la loi β identifiés précédemment (section 5.2.5.3) ne sont pas ré-optimisés. Pour simplifier le processus d'optimisation, seul le coefficient R_0 de l'écrouissage isotrope est optimisé. Les coefficients b , Q , C et D sont conservés constants. En effet, l'allure globale du cycle $\sigma - \varepsilon$ est conservée, et donc la modification de ces coefficients n'a que peu d'intérêt.

La figure 5.37 rassemble les données expérimentales utilisées (échantillon P2-1200°C), la réponse du calcul homogénéisé et enfin la réponse du calcul sur agrégat. Elle montre un très bon accord entre calcul homogénéisé et calcul sur agrégat. Cet accord permet de justifier à posteriori la pertinence de conserver les coefficients de la loi β inchangés. Le tableau 5.8 résume l'ensemble des coefficients de la loi matériau utilisée pour simuler les expériences liées à la 3DXRD.

C_β (GPa)	D_β
77.9	198

C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	K (MPa.s ^{1/n})	n
206	133	119	10	10

h_0	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5
1.000	1.000	0.438	77.200	4.310	2.410

R_0 (MPa)	Q (MPa)	b	C (MPa)	D
67.5	1.01	0.0	19000	319

TABLEAU 5.8 : Coefficients de la loi matériau utilisée pour les calculs relatifs à l'expérience de 3DXRD. Seul R_0 a été modifié par rapport aux valeurs utilisées pour simuler l'expérience ILL. Les coefficients de la matrice d'élasticité (C_{ij}) proviennent de Zinovieva et al. [255], ceux de la matrice d'interaction (h_i) sont extraits de la thèse de Guerchais [74]

Par ailleurs, un bon accord est trouvé entre l'expérience et les simulations pour la prédiction des contraintes extrêmes. En revanche, le modèle surévalue les contraintes pour les valeurs de déformations les plus faibles en valeur absolue. Une différence maximale de l'ordre de 50 MPa est notable entre le modèle et la simulation. Néanmoins, prenant en compte que la réponse expérimentale n'est pas celle du matériau que nous voulons simuler, cet écart reste acceptable.

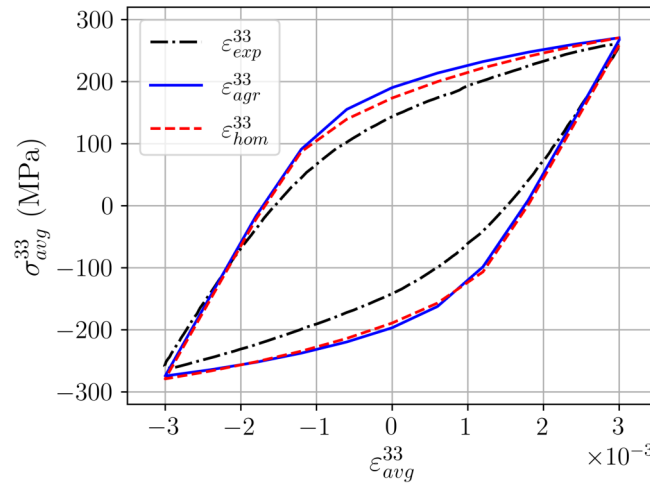


FIGURE 5.37 : Comparaison des données expérimentales (P2-1200°C), de la réponse du calcul homogénéisé et du calcul sur agrégat. Ce sont les contraintes et déformations macroscopiques qui sont tracées ici (en opposition aux déformations microscopiques précédemment étudiées en 3DXRD)

5.3.4.3 Comparaison expérience / simulation en traction quasi-statique

Pourquoi seulement en traction quasi-statique ?

Les résultats expérimentaux principaux ont été obtenus sur l'expérience de traction quasi-statique *in-situ*. De plus, la loi matériau utilisée en simulation est optimisée à partir d'une seule boucle de fatigue oligocyclique, approximée comme correspondant à un état stabilisé. Par conséquent, les cinétiques d'adoucissement ou de durcissement au cours du cyclage ne peuvent pas être prédites par la simulation. Il n'est donc pas pertinent de simuler l'évolution du comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF pour le comparer à celui obtenu par 3DXRD.

Évolutions moyennes

La figure 5.38 représente l'évolution de la déformation élastique le long de l'axe de traction (axe $z = e_{33}$) en fonction de la contrainte appliquée à l'éprouvette (σ_{macro}^{33}). Les données expérimentales sont obtenues sur l'ensemble des grains identifiés par 3DXRD à chaque pas de chargement (ceux de la figure 5.28). Les données de simulations sont obtenues à partir des grains d'orientation correspondante aux grains identifiés expérimentalement à l'état initial.

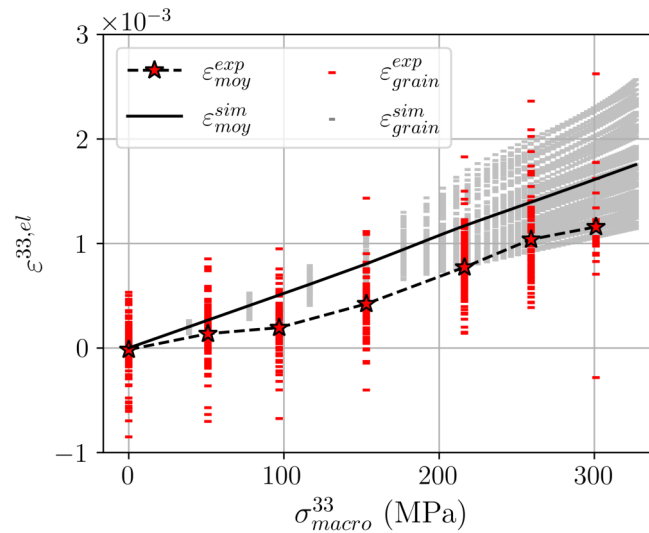


FIGURE 5.38 : Comparaison des déformations élastiques le long de l'axe de traction obtenues expérimentalement ($\varepsilon_{exp}^{33,el}$) et par simulation ($\varepsilon_{sim}^{33,el}$).

Un écart, significatif, est observable entre les déformations moyennes expérimentales et simulées. Cet écart augmente sur les premiers points de mesures et se stabilise ensuite à environ $\Delta\varepsilon_{sim-exp} \approx 4.10^{-4}$ entre 100 et 260 MPa pour finalement ré-augmenter pour le point à 302 MPa. Concernant ce dernier point, il est obtenu à partir de la moyenne des réponses de 25 grains contre plus de 90 pour les autres points, ce qui lui confère une faible valeur statistique.

Outre ce point extrême, l'écart entre les données simulées et expérimentales est dû à un mauvais accord sur le début du chargement. Les déformations mesurées sont inférieures à celles prédites par la simulation. Cette différence pourrait s'expliquer par la présence d'un jeu ou d'un manque de rigidité de la chaîne de traction. Cette hypothèse est soutenue par l'observation d'un décalage de la position de l'éprouvette entre les points à l'état initial et à 50 MPa (voir figure 5.30). Il suggère un réalignement de l'éprouvette entre ces deux points

et pourrait être une piste d'explication de l'écart entre données expérimentales et simulées au début du chargement.

Finalement, en attribuant les faibles déformations mesurées au début du chargement à un mauvais positionnement de l'éprouvette, il est intéressant de noter que la pente de la courbe expérimentale est bien prédite entre 100 et 260 MPa. Autrement dit, sur cette plage de contrainte, le module élastique moyen mesuré par 3DXRD est bien prédit par la simulation. On retrouve ici le même résultat déjà obtenu en diffraction des neutrons, mais étendu à des grains d'orientations quelconques.

Hétérogénéités de déformations

Contrairement à la diffraction des neutrons, la 3DXRD nous renseigne plus précisément sur la dispersion des données entre grains. Expérimentalement, une très forte dispersion sur $\varepsilon_{exp}^{33,el}$ ($> 1.10^{-3}$) est observable quelque soit l'état de chargement. Cette dispersion n'évolue pas avec l'état de chargement. En simulation, la dispersion des valeurs augmente avec σ_{macro}^{33} . Elle est très faible pour le premier point de chargement ($\approx 1.10^{-3}$) et augmente jusqu'à être supérieure à 1.10^{-3} pour le dernier point.

La forte dispersion des déformations élastiques mesurée par 3DXRD dès l'état initial suggère la présence de contraintes résiduelles d'ordre 2, *ie* des hétérogénéités de déformations grains à grains. Pour rappel, les déformations sont calculées par rapport à une cellule neutre définie comme la moyenne des cellules de tous les grains identifiés à l'état initial. Une des principales hypothèses liée à ce choix est que la centaine de grains caractérisée à l'état initial soit réellement dans un état de contrainte moyen nul.

En simulation, aucune contrainte résiduelle n'est introduite dans le calcul, d'où le fait que la dispersion soit nulle à l'état initial. En revanche, la dispersion expérimentale est globalement bien prédite par la simulation pour les chargements les plus importants. Une hétérogénéité des déformations entre grains pourrait être introduite dans le calcul dès l'état initial en effectuant un pré-charge suivi d'une décharge avant de simuler l'essai de traction.

Influence de l'orientation cristalline

La figure 5.39a compare les évolutions de la déformation élastique $\varepsilon^{33,el}$ entre la simulation et l'expérience pour différents groupes d'orientation de grains. Expérimentalement, les différences de comportement entre ces 3 groupes restent faibles. Au contraire, la simulation numérique prédit une déformation plus importante des grains $\langle 100 \rangle$ comparée aux grains $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ pour lesquelles la déformation élastique est comparable.

La diffraction des neutrons a permis de montrer qu'en moyenne les grains $\langle 100 \rangle$ se déforment plus que les grains des autres orientations. Il apparaît donc que le nombre de grains sur lesquels les moyennes expérimentales sont réalisées (de l'ordre de 10) est trop faible pour décrire un comportement moyen représentatif. Les effets autres que ceux de l'orientation (voisinage, taille, morphologie) sont trop prépondérants pour permettre l'observation d'un comportement moyen représentatif d'une orientation cristalline.

Afin d'analyser plus finement ce problème de comportement moyen cristallin, les dispersions grains à grains sont analysées au regard de l'orientation des grains en figure 5.39b (expérimental) et 5.39c (simulation).

En simulation numérique, le comportement des grains d'orientations proches ne dévie de la moyenne que d'environ 3.10^{-4} au maximum. Au contraire, la déviation à la moyenne des observations expérimentales est de l'ordre de 8.10^{-4} . Ces écarts de comportements locaux

entre expérience et simulation pourraient provenir de l'absence de prise en compte du voisinage réel des grains, de leur taille et de leur morphologie. Ces résultats soulignent que l'orientation cristalline n'est pas le seul paramètre d'ordre 1 gouvernant le comportement mécanique à l'échelle du grain.

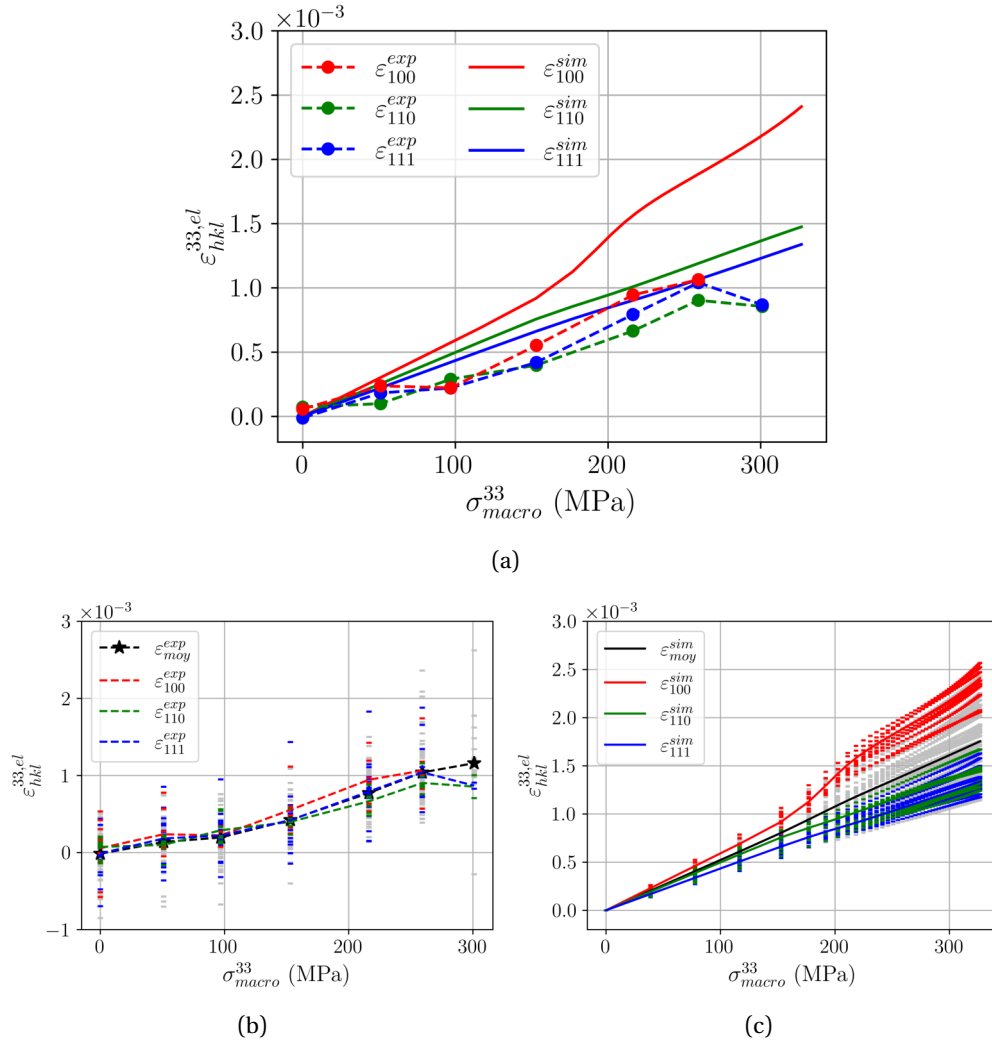


FIGURE 5.39 : (a) Comparaison des réponses moyennes par groupe d'orientation entre le calcul et l'expérience. (b) Analyse des dispersions expérimentales et (c) analyse des dispersions simulées.

5.3.5 Conclusion sur l'apport de la diffraction des rayons X de haute énergie à l'étude des interactions fatigue-microstructure

Cette section a décrit l'expérience réalisée à l'ESRF sur la ligne ID11. L'objectif initial de cette expérience était d'étudier le comportement mécanique de chaque grain d'un polycristal d'acier 316L LPBF sous chargement de fatigue. Le but étant de pouvoir comparer les quantités mécaniques grains à grains entre ces mesures et des simulations CPFE.

Deux verrous technologiques majeurs ont été rencontrés :

1. Premièrement, la reconstruction numérique à partir de données DCT d'un agrégat d'acier 316L LPBF non recristallisé n'est pas possible. La seule possibilité actuelle consiste à faire recristalliser ce matériau afin de pouvoir l'imager en DCT. Cependant, l'émergence de macles post-recristallisation rend le processus de reconstruction numérique complexe.
2. De même que pour la DCT, les désorientations internes des grains ainsi que la présence de macles ont empêché d'obtenir des informations issues de 3DXRD sur la majorité des grains du polycristal étudié. Seules les informations de quelques grains ont pu être obtenues (une centaine).

Ces deux verrous empêchent la reconstruction d'un polycristal numérique complet et fidèle à la réalité, décrivant en particulier l'environnement de chacun des grains. Plus précisément, les mauvais accords expérience/simulation grains à grains proviennent très probablement d'un manque de représentativité du voisinage des grains en simulation. Cette étude confirme que, au-delà de l'orientation des grains, leur environnement joue un rôle clé dans leur comportement mécanique local. Ce résultat, obtenu ici par une approche couplée entre grands instruments et modélisation, confirme les résultats numériques de Guilhem qui démontrent précisément l'importance du voisinage des grains sur leur réponse mécanique [75]. De même, Younes El-hachi a montré l'importance du voisinage par une approche expérimentale en 3DXRD sur un alliage de CuAlBe [56].

Le chapitre 2 a montré que la position et l'environnement des grains peuvent être contrôlés grâce au procédé LPBF. En conséquence, ce procédé est particulièrement bien adapté pour optimiser le comportement mécanique local des grains, et donc à termes, garantir de meilleures propriétés mécaniques.

5.4 Conclusions du chapitre

L'objectif de ce chapitre était de confronter un modèle de type CPFE à des données expérimentales à l'échelle des grains pour un matériau issu de fabrication additive. Le but étant de comprendre en quoi les sous-structures issues du procédé LPBF (réseaux de dislocations, micro-ségrégations ou encore présence de nano-oxydes) modifient le comportement micromécanique local.

Pour cela, deux expériences aux grands instruments ont été mises en places : une expérience de diffraction des neutrons et une expérience de diffraction des rayons X de haute énergie.

La diffraction des neutrons s'est révélée être un moyen efficace pour l'étude du comportement moyen des grains d'orientations définies lors d'un chargement en fatigue. Cette expérience a notamment permis de montrer que :

1. Les modules d'élasticités cristallins de l'acier 316L LPBF peuvent être mesurés par diffraction des neutrons. Ils sont proches de ceux de l'acier 316L conventionnel. En conclusion, les sous-structures issues du procédé LPBF n'induisent pas de modification de l'anisotropie cristalline élastique de l'acier 316L.
2. Pour une des premières fois dans la littérature, les hétérogénéités de déformations entre plans cristallins a été confirmée sur un cycle de fatigue oligocyclique pour l'acier 316L LPBF. En revanche, cette expérience révèle que l'évolution des déformations microscopiques au cours du chargement en fatigue est comparable d'une famille de plan à l'autre.
3. Le couplage avec un modèle de CPFE montre que ce type de modélisation est capable de décrire les déformations microscopiques moyennes d'un ensemble de grains sous chargement élasto-plastique. Une très bonne corrélation expérience/simulation a été obtenue.
4. Enfin, les mesures ont révélé et la simulation a confirmé que le voisinage moyen des grains n'a que peu d'effet sur la réponse mécanique moyenne d'un ensemble de grains. Le grand nombre de grains diffractants couplé aux voisinages différents vus par chacun de ces grains effacent les possibles effets de voisinage sur la réponse locale des grains.

Alors que la diffraction des neutrons permet l'étude du comportement moyen d'un ensemble de grains de même orientation, l'expérience en diffraction des rayons X de haute énergie avait pour objectif d'étudier les comportements locaux de chacun des grains. Du fait des verrous technologiques liés aux méthodes 3DXRD et DCT, l'expérience n'a pas pu être réalisée sur un acier 316L LPBF présentant des sous-structures issues du procédé. De plus, l'expérience n'a pu être menée que sur un seul type de microstructure. Néanmoins, le couplage avec la simulation numérique a mis en lumière l'importance du voisinage des grains sur leur réponse locale. La connaissance (quasi) complète de la microstructure d'un agrégat polycristallin est nécessaire à la prédiction déterministe de ces champs mécaniques locaux.

Enfin, en l'état des connaissances actuelles l'exploitation de ces données donne encore peu d'informations sur les comportements locaux. Cependant, les développements actuels des techniques de 3DXRD, DCT, et TT par la communauté scientifique donnent bon espoir quant à la possibilité d'exploiter des données issues de matériaux maclés, déformés ou à petits grains [33], [84], [202], [220].

Conclusions et perspectives

Avant-propos

Avant toute chose, le programme 80|Prime du CNRS nous a donné l'opportunité de financer un projet nouveau, interdisciplinaire, plus exploratoire et sans résultat garanti à court terme. Nous avons pu commencer à développer une approche originale basée sur l'utilisation des grands instruments couplés à la simulation numérique pour l'étude du comportement micro-mécanique des métaux.

Synthèse de la démarche scientifique

D'une part, les nombreuses opportunités industrielles liées aux procédés de fabrication additive métallique justifient l'intérêt porté à ces sujets. Pour permettre l'utilisation de pièces obtenues par fabrication additive dans des applications critiques, leurs propriétés mécaniques doivent être caractérisées, et surtout, les variations de celles-ci encadrées et comprises. En particulier, un lien clair doit être établi entre les paramètres de fabrication, les post-traitements utilisés et les propriétés mécaniques résultantes. C'est dans ce contexte d'industrialisation du procédé LPBF que se placent ces travaux consacrés à la compréhension de l'effet du procédé de fusion laser sur lit de poudre sur le comportement en fatigue de l'acier 316L.

D'autre part, nous avons tenté de profiter des possibilités de maîtrise de la microstructure qu'offre ce procédé additif couplé avec des traitements thermiques post-fabrication pour apporter des éléments de compréhension à propos de la contribution des différentes échelles de la microstructure dans le comportement en fatigue des métaux.

La démarche adoptée couvre un champ d'étude scientifique large s'étendant de la physique du procédé, à la mécanique de la rupture, en passant par la métallurgie physique. Une revue de la littérature a donc été nécessaire afin d'identifier précisément les problématiques scientifiques essentielles à adresser. Ce bilan de la littérature a notamment souligné qu'il existe une forte variabilité des propriétés mécaniques de l'acier 316L LPBF et que celle-ci est reliée aux populations de défauts et aux microstructures engendrées par le procédé. Toutefois, le lien entre les populations de défauts, les spécificités de la microstructure de l'acier 316L LPBF et son comportement en fatigue n'a pas encore été pleinement compris.

Deux volets majeurs ont donc été abordés dans cette thèse :

1. La compréhension du lien procédé - microstructure. Une étude de l'effet des paramètres du procédé sur les populations de défauts et la microstructure à différentes échelles a été menée. De plus, elle a été complétée par une analyse de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure aux échelles fines. Suite à ces deux études d'influences, des éprouvettes de fatigue à populations de défauts et microstructures contrôlées ont été obtenues.
2. La compréhension du lien microstructure - comportement en fatigue. Une étude expérimentale des interactions défauts-microstructures en fatigue pour différentes gammes de défauts et microstructures a été réalisée. L'impact des spécificités microstructurales dues au procédé LPBF a particulièrement été investigué. De plus, une approche originale basée sur l'utilisation de grands instruments couplés à la simulation numérique, a permis d'approfondir le sujet à l'analyse du comportement micromécanique de l'acier 316L LPBF.

Résultats principaux

La démarche présentée ci-dessus a permis d'aboutir aux principaux résultats suivants.

Maîtrise de la microstructure par le procédé LPBF

Tout d'abord, l'analyse du procédé a révélé que la microstructure à l'échelle du polycristal est contrôlée au premier ordre par la composition chimique de la poudre. En particulier, avec certaines compositions, des microstructures fines, équiaxes et peu texturées sont atteignables via le procédé LPBF. D'autre part, le rôle significatif des stratégies de lasage a été souligné et il a par exemple été montré que le choix de la direction de lasage par rapport au flux d'argon impacte l'arrangement et la morphologie des grains.

Conséquences des traitements thermiques post-fabrication

L'étude de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure a révélé de fortes potentialités pour le contrôle de la microstructure aux échelles fines. Ces traitements thermiques peuvent être utilisés pour optimiser les propriétés de l'alliage en fonction de l'application visée, ou bien, dans le cadre d'une démarche scientifique pour isoler certains composants de la microstructure et étudier leurs effets.

A l'échelle des grains, ces travaux ont démontré que l'acier 316L LPBF a une température de recristallisation plus élevée que son homologue conventionnel, et ce grâce à la présence de nano-précipités.

A une échelle inférieure, la précipitation de phase σ entre 800°C et 1000°C a été mise en évidence. L'origine de sa présence a été expliquée pour une des premières fois dans la littérature. Le couplage entre la technique de diffraction des RX et les microscopies électroniques à balayage et en transmission a révélé qu'il n'y a pas de température exacte de disparition du réseau cellulaire de dislocations mais plutôt une forte diminution de son intensité entre 600°C et 900°C.

A l'échelle nanométrique, des analyses en microscopie électronique à transmission ont permis d'évaluer l'évolution de taille des nano-oxydes en fonction de la température. De plus, il a été montré qu'un changement de structure cristalline et de morphologie de ces précipités s'opère de façon graduelle entre l'état « as-built » et les traitements à plus hautes températures.

Enfin, les cellules de dislocations et micro-ségrégations ainsi que les nano-oxydes (maîtrisables uniquement par traitement thermique) ont été identifiés comme étant les principaux responsables des propriétés mécaniques quasi-statiques élevées de l'acier 316L LPBF. En effet, la microstructure à l'échelle du polycristal modifiable aisément par le procédé a très peu d'impact sur le comportement quasi-statique. En revanche, les traitements thermiques agissent à des échelles plus fines de la microstructure et donc impactent de façon significative la réponse mécanique.

Comportement en fatigue

Deux régimes distincts concernant la compétition défaut / microstructure ont été identifiés :

- En présence de gros manques de fusion (dont $\sqrt{\text{aire}} > 100 \mu\text{m}$). Ceux-ci réduisent radicalement la durée de vie en fatigue à faible comme à grand nombre de cycles. La microstructure à l'échelle du polycristal ou à l'échelle des cellules de dislocation n'a aucune influence sur la résistance en fatigue : la taille du défaut gouverne le comportement.
- Pour des microstructures avec des défauts de taille inférieure, un faible effet des différents composants de la microstructure polycristalline a été révélé. La taille de défaut critique pour la compétition défaut/microstructure est comme pour l'acier 316L conventionnel [68], proche de la taille des grains.

Enfin, un des objectifs concernait l'étude de l'impact des spécificités microstructurales liées au procédé, à savoir essentiellement les cellules de dislocations et de micro-ségrégations. Il a été montré que la suppression des cellules de micro-ségrégations, la précipitation de phase σ ainsi que la diminution de densité de dislocations entre 650°C et 900°C ne diminuent pas la résistance en fatigue alors que ces modifications microstructurales impactent le comportement monotone. De même, les morphologies de bandes de glissement ne sont pas modifiées par cette échelle de la microstructure.

Comportement micromécanique

La diffraction de neutrons s'est révélée être un moyen efficace pour l'étude du comportement moyen des grains d'orientations définies lors d'un chargement en fatigue. Le couplage de cette technique avec une simulation par éléments finis en plasticité cristalline permet de décrire les déformations microscopiques moyennes d'un ensemble de grains sous chargement élastoplastique monotone ou cyclique pour un matériau de fabrication additive seulement en prenant en compte des paramètres matériaux identifiés macroscopiquement. D'autre part, le couplage entre la simulation et la diffraction de neutrons a montré que le voisinage moyen des grains n'a que peu d'effet sur la réponse mécanique moyenne d'un ensemble de grains. Une tentative d'étude expérimentale des comportements locaux a été menée par la méthode 3DXRD au synchrotron. Malheureusement, les résultats n'ont pas été concluant, du fait de la présence de trop nombreux grains présentant une forte hétérogénéité de déformation intragranulaire inhérente au procédé de fabrication, mais ils apportent des pistes d'amélioration.

Les essais de dureté et de traction monotone ont montré que la microstructure à l'échelle du polycristal n'a que peu d'impact sur le comportement quasi-statique. En revanche, l'état de traitement thermique impacte de façon significative la réponse mécanique. Plus particulièrement, les dislocations et les nano-oxydes ont été identifiés comme étant les principaux responsables des propriétés mécaniques quasi-statiques élevées de l'acier 316L LPBF.

Conclusion générale : une méthodologie pour l'étude de l'influence des effets de microstructure en fatigue

Finalement, les travaux présentés dans cette thèse proposent une méthodologie permettant l'étude de l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue des métaux issus du procédé LPBF. Trois voies ont été investiguées et validées :

- La première voie consiste à utiliser le procédé en lui-même pour faire varier la microstructure et/ou les populations de défauts. Couplé à des essais de fatigue, il a été montré que cette approche est particulièrement adaptée pour étudier les interactions microstructure - défauts en fatigue.
- La seconde consiste à utiliser des post-traitements thermiques pour faire varier la microstructure aux échelles inférieures. Le troisième chapitre de la thèse a montré qu'un contrôle fin de la microstructure est atteignable grâce aux traitements thermiques. Cette démarche a l'avantage de permettre l'étude en fatigue de l'effet de caractéristiques microstructurales propres aux matériaux issus de fabrication additive.
- Enfin, un modèle numérique basé sur une modélisation explicite de la microstructure et intégrant des lois de plasticité cristalline identifiées macroscopiquement a été validé à l'échelle des grains via des mesures obtenues par diffraction de neutrons. Cette modélisation offre donc un moyen supplémentaire pour étudier le comportement en fatigue des métaux issus de fabrication additive. Cette dernière approche a l'avantage de nécessiter peu de moyens expérimentaux contrairement aux deux voies précédentes.

Les trois méthodologies explorées ont l'avantage d'être assez générales pour être adaptées à l'étude d'autres chargements mécaniques (fluage, impact, chargements multi-axiaux, etc.) et d'autres métaux issus de procédés additifs similaires (Direct Energy Deposition, Wire-Arc Additive Manufacturing, Wire-Laser Additive Manufacturing, etc.).

Perspectives

Même si les résultats obtenus dans cette thèse apportent une meilleure compréhension du comportement en fatigue de l'acier 316L LPBF, de nombreux points mériteraient une attention particulière.

Tout d'abord, les changements microstructuraux majeurs à l'échelle du polycristal identifiés comme étant liés à la composition chimique et à la microstructure de la poudre méritent d'être étudiés plus en détail. En effet, plusieurs hypothèses cohabitent dans la littérature pour expliquer le raffinement microstructural mais aucune n'est pleinement convaincante. En particulier, des expériences supplémentaires seraient nécessaires pour dissocier l'impact du taux d'éléments alphas dans la poudre de celui du taux d'azote ou des nano-précipités. La compréhension fine de ces phénomènes permettrait, à termes, le développement de poudres de fabrication additive favorisant des microstructures équiaxes et peu texturées, fortement désirées par les industriels.

Par ailleurs, une étude de la distribution en taille des nano-oxydes présents dans les pièces obtenues par LPBF et de son évolution au cours de traitements thermiques serait intéressante afin de confirmer statistiquement les premiers résultats obtenus en MET. Cette démarche a été employée dans le cadre de la thèse via deux expériences utilisant la technique de diffusion des rayons X aux petits angles au synchrotron (sur SWING à SOLEIL en octobre 2022 et ID02 à l'ESRF en janvier 2023). Les résultats n'ont pas pu être traités dans la thèse, mais sont prometteurs. Enfin, toujours à propos des nano-oxydes, bien qu'ils semblent contribuer au comportement mécanique, cette hypothèse reste à prouver. Des expériences in-situ au MET sous chargement de traction (voir fatigue) pourraient être menées afin d'observer les interactions entre ces nano-oxydes et les dislocations. Une attention toute particulière doit être portée sur l'effet du changement de structure cristalline de ces nano-oxydes sur l'interaction avec les dislocations.

L'étude du procédé et des traitements thermiques a révélé de nombreuses potentialités. La possibilité de contrôler la microstructure à différentes échelles ouvre la porte à de nombreuses études fondamentales du comportement en fatigue. Les investigations sur l'interaction défauts-microstructures pourraient être poursuivies. Il serait intéressant d'utiliser des défauts artificiels au sein de microstructures très différentes (à différentes échelles) pour comprendre le rôle des échelles de microstructure sur le comportement en fatigue, et ce, pour plusieurs tailles de défauts. Cette expérience permettrait d'une part, de statuer si le comportement est dicté uniquement par la taille des défauts ou si même pour des gros défauts la taille de grain joue un rôle. Par exemple, il serait particulièrement intéressant d'introduire des défauts de taille de l'ordre de 100 μm dans une microstructure avec des tailles de grains de 200 à 500 μm , pour investiguer le rôle de la taille de grains pour des gros défauts. De plus, la comparaison de cette expérience avec des défauts "naturels" permettrait de lever le doute sur l'influence de la microstructure au voisinage des défauts sur l'amorçage de fissure de fatigue. En effet, la microstructure proche des défauts est souvent différente de la microstructure en volume, et pourrait donc modifier les mécanismes d'amorçages de fissure.

Par ailleurs, la transformation martensitique révélée pour les éprouvettes P2 à 650°C devrait être étudiée plus en détails. L'évolution de cette transformation avec les traitements thermiques aurait le mérite d'être investiguée. De plus, il serait intéressant de comprendre le lien entre la composition de l'alliage et l'occurrence de cette transformation afin de la promouvoir pour ralentir les fissures courtes et ainsi améliorer la durée de vie en fatigue.

Ensuite, la comparaison entre la diffraction de neutrons et la simulation par éléments

finis de la plasticité cristalline a permis de valider la démarche numérique pour prédire le comportement moyen à l'échelle des grains. Ce type de démarche de simulation a donc tout intérêt à être poursuivi pour prédire le comportement en fatigue à grand nombre de cycles de l'acier 316L LPBF sans avoir recours à de nombreux essais expérimentaux. En effet, seul un essai macroscopique cyclique est nécessaire à la prédiction du comportement cristallin de l'acier 316L LPBF.

Enfin, l'expérience réalisée au synchrotron ouvre la porte à de nombreuses opportunités. Tout d'abord, l'exploitation des données pourrait être poursuivie en s'intéressant particulièrement à l'évolution des largeurs à mi-hauteur des pics de diffraction intégrés en 3DXRD au cours des chargements en fatigue afin de renseigner sur l'évolution de la plasticité dans les grains. Ce type d'analyse pourrait permettre de renseigner sur l'activation des mécanismes de plasticité dans les grains en fonction de leur orientation. De la même manière en topo-tomographie, une analyse de l'évolution des rocking curves au cours du cyclage permettrait possiblement de mettre en évidence l'accumulation de plasticité dans un grain. Le développement actuel des codes d'indexation des données issues de S-3DXRD/DCT laisse espérer la possibilité d'étudier les mécanismes de localisation des déformations à l'échelle des grains, en volume, pour des matériaux issus de fabrication additive. De plus, le développement de la technique de Topo-Tomographie permettra, à termes, de comparer l'activation des plans de glissement dans les grains en volume et comparer ces résultats à la simulation numérique. Ces validations des modes de déformation des polycristaux à l'échelle locale sont essentielles pour améliorer la prédiction de la durée de vie en fatigue par des approches numériques.

Bibliographie

- [1] H. ABDOLVAND et al., "Study of 3-D stress development in parent and twin pairs of a hexagonal close-packed polycrystal : Part II – crystal plasticity finite element modeling", *Acta Materialia*, t. 93, p. 235-245, juill. 2015. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.04.025.
- [2] S. AFKHAMI et al., "Effects of manufacturing parameters and mechanical post-processing on stainless steel 316L processed by laser powder bed fusion", *Materials Science and Engineering : A*, t. 802, p. 140 660, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2020.140660.
- [3] AFNOR, "NF EN 10028-7", brev., 2016.
- [4] K. AGBESSI, "Approches expérimentales et multi-échelles des processus d'amorçage de fissures en fatigue sous chargements complexes", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2013. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00867947>.
- [5] K. K. ALANEME et E. A. OKOTETE, "Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials : A review", *Journal of Science : Advanced Materials and Devices*, t. 4, n° 1, p. 19-33, mars 2019. DOI : 10.1016/j.jsamd.2018.12.007.
- [6] O. ANDREAU, "Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2019. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02466522>.
- [7] O. ANDREAU et al., "Influence of the position and size of various deterministic defects on the high cycle fatigue resistance of a 316L steel manufactured by laser powder bed fusion", *International Journal of Fatigue*, t. 143, p. 105 930, fév. 2021. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2020.105930.
- [8] S. BAHL et al., "Non-equilibrium microstructure, crystallographic texture and morphological texture synergistically result in unusual mechanical properties of 3D printed 316L stainless steel", *Additive Manufacturing*, t. 28, p. 65-77, août 2019. DOI : 10.1016/j.addma.2019.04.016.
- [9] A. BALDAN, "Review Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys", *Journal of Materials Science*, t. 37, p. 2171-2202, 2002.
- [10] F. BARBE et al., "Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1 : F.E. model", *International Journal of Plasticity*, t. 17, n° 4, p. 513-536, jan. 2001. DOI : 10.1016/S0749-6419(00)00061-9.
- [11] J. BARTOUT, "Cours Sur La Fabrication Additive Métallique", (Centre des matériaux des Mines de Paris), 2020.
- [12] C. BATHIAS et A. PINEAU, éd., *Fatigue of Materials and Structures : Fundamentals*. London : Hoboken, NJ : ISTE; John Wiley, 2010, 511 p.

-
- [13] B. BEAUSIR et J.-J. FUNDENBERGER, *Analysis Tools for Electron and X-ray Diffraction, ATEX-software*, Université de Lorraine - Metz, 2017.
 - [14] K. M. BERTSCH, "Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L", *Acta Materialia*, p. 15, 2020.
 - [15] M. BERVEILLER et A. ZAOUI, "An Extension of the Self-Consistent Scheme to Plastically-Flowing Polycrystals", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, t. 26, n° 5, p. 325-344, 1^{er} oct. 1978. DOI : 10.1016/0022-5096(78)90003-0.
 - [16] A. J. BIRNBAUM et al., "Intrinsic strain aging, $\Sigma 3$ boundaries, and origins of cellular substructure in additively manufactured 316L", *Additive Manufacturing*, t. 29, p. 100784, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.addma.2019.100784.
 - [17] B. BLINN et al., "An Investigation of the Microstructure and Fatigue Behavior of Additively Manufactured AISI 316L Stainless Steel with Regard to the Influence of Heat Treatment", *Metals*, t. 8, n° 4, p. 220, 28 mars 2018. DOI : 10.3390/met8040220.
 - [18] M. BOBADILLA et J. LACAZE, "INFLUENCE DES CONDITIONS DE SOLIDIFICATION SUR LE DEROULEMENT DE LA SOLIDIFICATION DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENIT[IQUES]", *Journal of Crystal Growth*, t. 89, p. 531-544, 1988.
 - [19] C. BOUDIAS et D. MONCEAU, *CaRIne Crystallography 3.1 (c)*, 1989-2019. adresse : <http://carine.%20crystallography.pagesperso-orange.fr>.
 - [20] W. L. BRAGG, "The structure of some crystals as indicated by their diffraction of X-rays", *Proc. R. Soc. Lond. A*, t. 89, n° 610, p. 248-277, 22 sept. 1913. DOI : 10.1098/rspa.1913.0083.
 - [21] T. BYUN et al., "Mechanical behavior of additively manufactured and wrought 316L stainless steels before and after neutron irradiation", *Journal of Nuclear Materials*, t. 548, p. 152849, mai 2021. DOI : 10.1016/j.jnucmat.2021.152849.
 - [22] G. CAILLETAUD, "A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals", *International Journal of Plasticity*, t. 8, n° 1, p. 55-73, jan. 1992. DOI : 10.1016/0749-6419(92)90038-E.
 - [23] G. CAILLETAUD et P. PILVIN, "Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis", *Revue Européenne des Éléments Finis*, t. 3, n° 4, p. 515-541, jan. 1994. DOI : 10.1080/12506559.1994.10511147.
 - [24] Y. CAO et al., "A multiscale high cycle fatigue approach based on shakedown and cohesive zone theories—Application for additive-manufactured 316L steel", *Materials Science and Engineering: A*, t. 851, p. 143598, août 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.143598.
 - [25] G. CARDEAL et al., "Additive manufacturing in the process industry : A process-based cost model to study life cycle cost and the viability of additive manufacturing spare parts.", *Procedia CIRP*, t. 98, p. 211-216, 2021. DOI : 10.1016/j.procir.2021.01.032.
 - [26] J. CHABOCHE, "Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity", *International Journal of Plasticity*, t. 5, n° 3, p. 247-302, jan. 1989. DOI : 10.1016/0749-6419(89)90015-6.
 - [27] K. S. CHAN, "A microstructure-based fatigue-crack-initiation model", *Metall and Mat Trans A*, t. 34, n° 1, p. 43-58, jan. 2003. DOI : 10.1007/s11661-003-0207-9.
 - [28] Q. CHAO et al., "The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel", *Materials Science and Engineering: A*, t. 821, p. 141611, juill. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2021.141611.
 - [29] A. CHARMI et al., "Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L : An experimental and numerical study", *Materials Science and Engineering: A*, t. 799, p. 140154, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2020.140154.
-

- [30] N. CHEN et al., "Enhancement of an additive-manufactured austenitic stainless steel by post-manufacture heat-treatment", *Materials Science and Engineering : A*, t. 759, p. 65-69, juin 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2019.04.111.
- [31] Q. CHEN et al., "Elucidating the effect of preheating temperature on melt pool morphology variation in Inconel 718 laser powder bed fusion via simulation and experiment", *Additive Manufacturing*, t. 37, p. 101 642, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2020.101642.
- [32] S.-g. CHEN et al., "Review on residual stresses in metal additive manufacturing : formation mechanisms, parameter dependencies, prediction and control approaches", *Journal of Materials Research and Technology*, t. 17, p. 2950-2974, mars 2022. DOI : 10.1016/j.jmrt.2022.02.054.
- [33] W. CHEN et al., "Microscale residual stresses in additively manufactured stainless steel", *Nat Commun*, t. 10, n° 1, p. 4338, déc. 2019. DOI : 10.1038/s41467-019-12265-8.
- [34] Y. CHEN et al., "Deformation mechanisms of selective laser melted 316L austenitic stainless steel in high temperature low cycle fatigue", *Materials Science and Engineering : A*, t. 843, p. 143 123, mai 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.143123.
- [35] B. CHENG, S. SHRESTHA et K. CHOU, "Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting", *Additive Manufacturing*, t. 12, p. 240-251, oct. 2016. DOI : 10.1016/j.addma.2016.05.007.
- [36] J. A. CHERRY et al., "Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting", *Int J Adv Manuf Technol*, t. 76, n° 5-8, p. 869-879, fév. 2015. DOI : 10.1007/s00170-014-6297-2.
- [37] J. A. CHERRY et al., "Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting", *Int J Adv Manuf Technol*, t. 76, n° 5-8, p. 869-879, fév. 2015. DOI : 10.1007/s00170-014-6297-2.
- [38] A. CHNIOUEL, "Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques.", Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay, 2019. adresse : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02421550>.
- [39] H. CHOO et al., "Influence of defect characteristics on tensile deformation of an additively manufactured stainless steel : Evolutions of texture and intergranular strain", *Materials Science and Engineering : A*, t. 791, p. 139 637, juill. 2020. DOI : 10.1016/j.msea.2020.139637.
- [40] B. CLAUSEN et al., "Lattice strain evolution during uniaxial tensile loading of stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 259, n° 1, p. 17-24, jan. 1999. DOI : 10.1016/S0921-5093(98)00878-8.
- [41] J.-P. COUZINIÉ, B. DÉCAMPS et L. PRIESTER, "Le joint de grains réel - Influences de la température et de la chimie", *Techniques de l'ingénieur*, Le joint de grains réel, t. Matériaux | Étude et propriétés des métaux, p. 20, 2012. DOI : 10.51257/a-v1-m4012.
- [42] V. CRUZ et al., "Electrochemical studies on the effect of residual stress on the corrosion of 316L manufactured by selective laser melting", *Corrosion Science*, t. 164, p. 108 314, mars 2020. DOI : 10.1016/j.corsci.2019.108314.
- [43] L. CUI et al., "Dependence of microstructures on fatigue performance of polycrystals : A comparative study of conventional and additively manufactured 316L

- stainless steel”, *International Journal of Plasticity*, t. 149, p. 103 172, fév. 2022. DOI : 10.1016/j.ijplas.2021.103172.
- [44] Y. DAI, X. ZHENG et P. DING, “Review on sodium corrosion evolution of nuclear-grade 316 stainless steel for sodium-cooled fast reactor applications”, *Nuclear Engineering and Technology*, t. 53, n° 11, p. 3474-3490, nov. 2021. DOI : 10.1016/j.net.2021.05.021.
- [45] T. DEBROY et al., “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties”, *Progress in Materials Science*, t. 92, p. 112-224, mars 2018. DOI : 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [46] T. DELACROIX et al., “Influence of powder recycling on 316L stainless steel feedstocks and printed parts in laser powder bed fusion”, *Additive Manufacturing*, t. 50, p. 102 553, fév. 2022. DOI : 10.1016/j.addma.2021.102553.
- [47] R. DEMOTT et al., “3D electron backscatter diffraction characterization of fine α titanium microstructures : collection, reconstruction, and analysis methods”, *Ultramicroscopy*, t. 230, p. 113 394, nov. 2021. DOI : 10.1016/j.ultramic.2021.113394.
- [48] P. DENG et al., “On the Thermal Coarsening and Transformation of Nanoscale Oxide Inclusions in 316L Stainless Steel Manufactured by Laser Powder Bed Fusion and Its Influence on Impact Toughness”, *Materials Science and Engineering : A*, t. 835, p. 142 690, 17 fév. 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.142690.
- [49] P. DENG et al., “On the thermal coarsening and transformation of nanoscale oxide inclusions in 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion and its influence on impact toughness”, *Materials Science and Engineering : A*, t. 835, p. 142 690, fév. 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.142690.
- [50] S. DÉPINOY, “Influence of solidification conditions on chemical heterogeneities and dislocations patterning in additively manufactured 316L stainless steel”, *Materialia*, t. 24, p. 101 472, août 2022. DOI : 10.1016/j.mtla.2022.101472.
- [51] E. de SONIS et al., “Dependency of recrystallization kinetics on the solidification microstructure of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion (LPBF)”, *Materials Characterization*, t. 194, p. 112 370, déc. 2022. DOI : 10.1016/j.matchar.2022.112370.
- [52] B. DEVINCRE, L. KUBIN et T. HOC, “Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations”, *Scripta Materialia*, t. 54, n° 5, p. 741-746, mars 2006. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2005.10.066.
- [53] V. DOQUET et al., “Amorçage et Propagation Des Fissures de Fatigue”, in *Couplage "Mécanique - Microstructure - Corrosion"* (Science Des Matériaux), Science Des Matériaux. ISTE editions, 2018.
- [54] S. DRYEPONDT et al., “Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion”, *Additive Manufacturing*, t. 37, p. 101 723, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2020.101723.
- [55] A. DURGA et al., “Grain refinement in additively manufactured ferritic stainless steel by in situ inoculation using pre-alloyed powder”, *Scripta Materialia*, t. 194, p. 113 690, mars 2021. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2020.113690.
- [56] Y. EL HACHI et al., “Multi-Scale *In Situ* Mechanical Investigation of Superelastic Behavior of a Cu-Al-Be Polycrystalline Shape Memory Alloy”, *SSRN Journal*, 2022. DOI : 10.2139/ssrn.4045802.
- [57] M. EL HADDAD, T. TOPPER et K. SMITH, “Prediction of non propagating cracks”, *Engineering Fracture Mechanics*, t. 11, n° 3, p. 573-584, jan. 1979. DOI : 10.1016/0013-7944(79)90081-X.

- [58] C. ELANGESWARAN et al., "Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion", *International Journal of Fatigue*, t. 123, p. 31-39, juin 2019. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2019.01.013.
- [59] M. ESKANDARI, A. NAJAFIZADEH et A. KERMANPUR, "Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316L stainless steel after cold rolling and annealing", *Materials Science and Engineering : A*, t. 519, n° 1-2, p. 46-50, août 2009. DOI : 10.1016/j.msea.2009.04.038.
- [60] H. FANG, D. JUUL JENSEN et Y. ZHANG, "Improved grain mapping by laboratory X-ray diffraction contrast tomography", *IUCrJ*, t. 8, n° 4, p. 559-573, 1^{er} juill. 2021. DOI : 10.1107/S2052252521003730.
- [61] E. B. FARAHANI, B. S. ARAGH et D. JUHRE, "Interplay of Fracture and Martensite Transformation in Microstructures : A Coupled Problem", *Materials*, t. 15, n° 19, p. 6744, 28 sept. 2022. DOI : 10.3390/ma15196744.
- [62] P. FRANCIOSI, "On flow and work hardening expression correlations in metallic single crystal plasticity", *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, t. 23, n° 4, p. 383-394, 1988. DOI : 10.1051/rphysap:01988002304038300.
- [63] D. FRANÇOIS, A. PINEAU et A. ZAOUÏ, *Comportement Mécanique Des Matériaux . Viscoplasticité, Endommagement, Mécanique de La Rupture, Mécanique Du Contact. / Par Dominique François, André Pineau, André Zaoui* (Traité Des Nouvelles Technologies Série Mécanique). Paris : Hermès, 1993.
- [64] W. E. FRAZIER, "Metal Additive Manufacturing : A Review", *J. of Materi Eng and Perform*, t. 23, n° 6, p. 1917-1928, juin 2014. DOI : 10.1007/s11665-014-0958-z.
- [65] F. FRUGGIERO et al., "The load of sustainability for Additive Manufacturing processes", *Procedia Manufacturing*, t. 41, p. 375-382, 2019. DOI : 10.1016/j.promfg.2019.09.022.
- [66] C. GÉRARD, "Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline", Thèse de doctorat, Université Paris-Nord - Paris XIII, 2008. adresse : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00315792>.
- [67] C. GEUZAIN et J.-F. REMACLE, "Gmsh : a three-dimensional finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities", *Int. J. Numer. Meth. Engng.*, 2009.
- [68] R. GHANAVATI et H. NAFFAKH-MOOSAVY, "Additive manufacturing of functionally graded metallic materials : A review of experimental and numerical studies", *Journal of Materials Research and Technology*, t. 13, p. 1628-1664, juill. 2021. DOI : 10.1016/j.jmrt.2021.05.022.
- [69] M. GODEC et al., "Quantitative multiscale correlative microstructure analysis of additive manufacturing of stainless steel 316L processed by selective laser melting", *Materials Characterization*, t. 160, p. 110 074, fév. 2020. DOI : 10.1016/j.matchar.2019.110074.
- [70] S. GORSSE et al., "Additive manufacturing of metals : a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys", *Science and Technology of Advanced Materials*, t. 18, n° 1, p. 584-610, 31 déc. 2017. DOI : 10.1080/14686996.2017.1361305.
- [71] G. GRAY et al., "Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel", *Acta Materialia*, t. 138, p. 140-149, oct. 2017. DOI : 10.1016/j.actamat.2017.07.045.
- [72] M. GÜDEN et al., "Orientation dependent tensile properties of a selective-laser-melt 316L stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 824, p. 141 808, sept. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2021.141808.

-
- [73] N. GUENINCHAULT, H. PROUDHON et W. LUDWIG, "Nanox : a miniature mechanical stress rig designed for near-field X-ray diffraction imaging techniques", *J Synchrotron Rad*, t. 23, n° 6, p. 1474-1483, 1^{er} nov. 2016. DOI : 10.1107/S1600577516013850.
- [74] R. GUERCHAIS, "Influence d'accidents géométriques et du mode de chargement sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles d'un acier inoxydable austénitique 316L", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2014. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01086613>.
- [75] Y. GUILHEM, "Étude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue", Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00732147>.
- [76] V. GUNENTHIRAM, "Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process", *Journal of Materials Processing Technology*, t. 251, p. 376-386, 2018.
- [77] V. GUNENTHIRAM, "Compréhension de la formation de porosités en fabrication additive (LBM). Analyse expérimentale de l'interaction laser – lit de poudre – bain liquide.", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2018. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02025457>.
- [78] V. GUNENTHIRAM et al., "Analysis of laser–melt pool–powder bed interaction during the selective laser melting of a stainless steel", *Journal of Laser Applications*, t. 29, n° 2, p. 022 303, mai 2017. DOI : 10.2351/1.4983259.
- [79] Y. E. HACHI, "Approche couplée de diffraction à haute énergie et de modélisation numérique pour l'étude multi-échelles du comportement superélastique d'un alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be", Thèse de doctorat, HESAM Université, ENSAM, 2020. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03130513>.
- [80] J. HAJNYS et al., "Influence of Scanning Strategy Parameters on Residual Stress in the SLM Process According to the Bridge Curvature Method for AISI 316L Stainless Steel", *Materials*, t. 13, n° 7, p. 1659, 3 avr. 2020. DOI : 10.3390/ma13071659.
- [81] J.-K. HAN et al., "Structural evolution during nanostructuring of additive manufactured 316L stainless steel by high-pressure torsion", *Materials Letters*, t. 302, p. 130 364, nov. 2021. DOI : 10.1016/j.matlet.2021.130364.
- [82] B. HANKS et al., "Mechanical properties of additively manufactured metal lattice structures : Data review and design interface", *Additive Manufacturing*, t. 35, p. 101 301, oct. 2020. DOI : 10.1016/j.addma.2020.101301.
- [83] A. HEMMASIAN ETTEFAGH, S. GUO et J. RAUSH, "Corrosion performance of additively manufactured stainless steel parts : A review", *Additive Manufacturing*, t. 37, p. 101 689, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2020.101689.
- [84] N. A. HENNINGSSON et al., "Reconstructing intragranular strain fields in polycrystalline materials from scanning 3DXRD data", *J Appl Crystallogr*, t. 53, n° 2, p. 314-325, 1^{er} avr. 2020. DOI : 10.1107/S1600576720001016.
- [85] Y. HONG et al., "Formation of strain-induced martensite in selective laser melting austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 740–741, p. 420-426, jan. 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2018.10.121.
- [86] Y. HONG et al., "The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 799, p. 140 279, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2020.140279.
- [87] A. HOR et al., "Statistical assessment of multiaxial HCF criteria at the grain scale", *International Journal of Fatigue*, t. 67, p. 151-158, oct. 2014. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2014.01.024.
-

- [88] C.-C. HSIEH et W. WU, "Overview of Intermetallic Sigma () Phase Precipitation in Stainless Steels", *ISRN Metallurgy*, t. 2012, p. 1-16, 8 mars 2012. DOI : 10.5402/2012/732471.
- [89] J. HUANG et al., "Rapid evaluation of fatigue limit on thermographic data analysis", *International Journal of Fatigue*, t. 104, p. 293-301, nov. 2017. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2017.07.029.
- [90] S. H. HUANG et al., "Additive manufacturing and its societal impact : a literature review", *Int J Adv Manuf Technol*, t. 67, n° 5-8, p. 1191-1203, juill. 2013. DOI : 10.1007/s00170-012-4558-5.
- [91] D. J. JENSEN et H. POULSEN, "The three dimensional X-ray diffraction technique", *Materials Characterization*, t. 72, p. 1-7, oct. 2012. DOI : 10.1016/j.matchar.2012.07.012.
- [92] D. JIANG et al., "Investigation of surface roughness post-processing of additively manufactured nickel-based superalloy Hastelloy X using electropolishing", *Surface and Coatings Technology*, t. 441, p. 128 529, juill. 2022. DOI : 10.1016/j.surfcoat.2022.128529.
- [93] C. KELLER et al., "Experimental and numerical investigations of plastic strain mechanisms of AISI 316L alloys with bimodal grain size distribution", *International Journal of Plasticity*, t. 153, p. 103 246, juin 2022. DOI : 10.1016/j.ijplas.2022.103246.
- [94] D. E. KHOUKHI, "Probabilistic modeling of the size effect and scatter in High Cycle Fatigue using a Monte-Carlo approach : Role of the defect population in cast aluminum alloys", *International Journal of Fatigue*, p. 21, 2021.
- [95] D. E. KHOUKHI, "Spatial point pattern methodology for the study of pores 3D patterning in two casting aluminium alloys", *Materials Characterization*, p. 18, 2021.
- [96] D. KIM et al., "Oxide Formation Mechanisms in High Manganese Steel Welds", *Metall and Mat Trans A*, t. 45, n° 4, p. 2046-2054, avr. 2014. DOI : 10.1007/s11661-013-2132-x.
- [97] J. KLUCZYŃSKI et al., "The Influence of Heat Treatment on Low Cycle Fatigue Properties of Selectively Laser Melted 316L Steel", *Materials*, t. 13, n° 24, p. 5737, 16 déc. 2020. DOI : 10.3390/ma13245737.
- [98] D. KONG, "About metastable cellular structure in additively manufactured austenitic stainless steels", *Additive Manufacturing*, p. 23, 2021.
- [99] D. KONG et al., "Anisotropy in the microstructure and mechanical property for the bulk and porous 316L stainless steel fabricated via selective laser melting", *Materials Letters*, t. 235, p. 1-5, jan. 2019. DOI : 10.1016/j.matlet.2018.09.152.
- [100] D. KONG et al., "Cellular size dependence on the strength of additively manufactured austenitic stainless steel", *Materials Letters*, t. 279, p. 128 524, nov. 2020. DOI : 10.1016/j.matlet.2020.128524.
- [101] A. M. KORSUNSKY, K. E. JAMES et M. R. DAYMOND, "Intergranular stresses in polycrystalline fatigue : diffraction measurement and self-consistent modelling", *Engineering Fracture Mechanics*, t. 71, n° 4-6, p. 805-812, mars 2004. DOI : 10.1016/S0013-7944(03)00018-3.
- [102] D. KOTECKI et T. SIEWERT, "WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals : A Modification of the WRC-1988 Diagram", *WRC*, n° 370, p. 171-178, 1992.
- [103] I. KOUTIRI et al., "A probabilistic model for the high cycle fatigue behaviour of cast aluminium alloys subject to complex loads", *International Journal of Fatigue*, n° 47, p. 137-147, 2013. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2012.08.004.

-
- [104] D. KUMAR et al., "Texture dependent strain hardening in additively manufactured stainless steel 316L", *Materials Science and Engineering : A*, t. 820, p. 141-483, juill. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2021.141483.
- [105] T. KURZYNOWSKI et al., "Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316 L stainless steel processed by selective laser melting", *Materials Science and Engineering : A*, t. 718, p. 64-73, mars 2018. DOI : 10.1016/j.msea.2018.01.103.
- [106] A. LEICHT et al., "Effect of process parameters on the microstructure, tensile strength and productivity of 316L parts produced by laser powder bed fusion", *Materials Characterization*, t. 159, p. 110-016, jan. 2020. DOI : 10.1016/j.matchar.2019.110016.
- [107] A. LEICHT et al., "Effect of scan rotation on the microstructure development and mechanical properties of 316L parts produced by laser powder bed fusion", *Materials Characterization*, t. 163, p. 110-309, mai 2020. DOI : 10.1016/j.matchar.2020.110309.
- [108] A. LEICHT, U. KLEMENT et E. HRYHA, "Effect of build geometry on the microstructural development of 316L parts produced by additive manufacturing", *Materials Characterization*, t. 143, p. 137-143, sept. 2018. DOI : 10.1016/j.matchar.2018.04.040.
- [109] S. LEUDERS et al., "On the Fatigue Properties of Metals Manufactured by Selective Laser Melting — The Role of Ductility", *Journal of Materials Research*, t. 29, n° 17, p. 1911-1919, 1^{er} sept. 2014. DOI : 10.1557/jmr.2014.157.
- [110] R. LI et al., "Multiscale mechanical fatigue damage of stainless steel investigated by neutron diffraction and X-ray microdiffraction", *Acta Materialia*, t. 165, p. 336-345, fév. 2019. DOI : 10.1016/j.actamat.2018.11.055.
- [111] W. LI et al., "Investigation on Ti6Al4V-V-Cr-Fe-SS316 Multi-layers Metallic Structure Fabricated by Laser 3D Printing", *Sci Rep*, t. 7, n° 1, p. 7977, déc. 2017. DOI : 10.1038/s41598-017-08580-z.
- [112] Z. LI et al., "Tensile properties, strain rate sensitivity, and activation volume of additively manufactured 316L stainless steels", *International Journal of Plasticity*, t. 120, p. 395-410, sept. 2019. DOI : 10.1016/j.ijplas.2019.05.009.
- [113] X. LIANG et al., "Numerical investigation of the surface and microstructure effects on the high cycle fatigue performance of additive manufactured stainless steel 316L", *International Journal of Fatigue*, t. 149, p. 106-273, août 2021. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2021.106273.
- [114] X. LIANG et al., "High cycle fatigue behavior of 316L steel fabricated by laser powder bed fusion : Effects of surface defect and loading mode", *International Journal of Fatigue*, t. 160, p. 106-843, juill. 2022. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2022.106843.
- [115] J. C. LIPPOLD, "Solidification Behavior and Cracking Susceptibility of Pulsed-Laser Welds in Austenitic Stainless Steels", *WELDING RESEARCH SUPPLEMENT*, p. 129-139,
- [116] J. LIU et P. WEN, "Metal vaporization and its influence during laser powder bed fusion process", *Materials & Design*, t. 215, p. 110-505, mars 2022. DOI : 10.1016/j.matdes.2022.110505.
- [117] Y. LIU, Y. YANG et D. WANG, "A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder", *Int J Adv Manuf Technol*, t. 87, n° 1-4, p. 647-656, oct. 2016. DOI : 10.1007/s00170-016-8466-y.
- [118] A. LODINI et T. BAUDIN, *Rayonnement Synchrotron, Rayons x et Neutrons Au Service Des Matériaux; Analyse Des Contraintes et Des Textures* (Matériaux), EDP Science. nov. 2012, 654 p.
-

- [119] C. LU et al., "A comprehensive characterization of virgin and recycled 316L powders during laser powder bed fusion", *Journal of Materials Research and Technology*, t. 18, p. 2292-2309, mai 2022. DOI : 10.1016/j.jmrt.2022.03.125.
- [120] W. LUDWIG et al., "Three-dimensional grain mapping by x-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis", *Review of Scientific Instruments*, t. 80, n° 3, p. 033 905, mars 2009. DOI : 10.1063/1.3100200.
- [121] W. LUDWIG et al., "X-ray diffraction contrast tomography : a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. I. Direct beam case", *J Appl Crystallogr*, t. 41, n° 2, p. 302-309, 1^{er} avr. 2008. DOI : 10.1107/S0021889808001684.
- [122] A. MALAKIZADI et al., "Post-processing of additively manufactured metallic alloys – A review", *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, t. 179, p. 103 908, août 2022. DOI : 10.1016/j.ijmachtools.2022.103908.
- [123] C. MAN et al., "The effect of sub-grain structure on intergranular corrosion of 316L stainless steel fabricated via selective laser melting", *Materials Letters*, t. 243, p. 157-160, mai 2019. DOI : 10.1016/j.matlet.2019.02.047.
- [124] J. J. MARATTUKALAM et al., "The effect of laser scanning strategies on texture, mechanical properties, and site-specific grain orientation in selective laser melted 316L SS", *Materials & Design*, t. 193, p. 108 852, août 2020. DOI : 10.1016/j.matdes.2020.108852.
- [125] S. A. McDONALD et al., "Tracking polycrystal evolution non-destructively in 3D by laboratory X-ray diffraction contrast tomography", *Materials Characterization*, t. 172, p. 110 814, fév. 2021. DOI : 10.1016/j.matchar.2020.110814.
- [126] D. McDOWELL et F. DUNNE, "Microstructure-sensitive computational modeling of fatigue crack formation", *International Journal of Fatigue*, t. 32, n° 9, p. 1521-1542, sept. 2010. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2010.01.003.
- [127] D. L. McDOWELL, "Simulation-based strategies for microstructure-sensitive fatigue modeling", *Materials Science and Engineering: A*, t. 468–470, p. 4-14, nov. 2007. DOI : 10.1016/j.msea.2006.08.129.
- [128] P. MERCELIS et J.-P. KRUTH, "Residual Stresses in Selective Laser Sintering and Selective Laser Melting", *Rapid Prototyping Journal*, t. 12, n° 5, p. 254-265, 1^{er} jan. 2006. DOI : 10.1108/13552540610707013.
- [129] P. MEROT, "Effet des défauts de fabrication et de corrosion sur le comportement en fatigue d'un acier 316L obtenu par fabrication additive.", Thèse de doctorat, HESAM Université, ENSAM, 2021. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03688021>.
- [130] P. MEROT et al., "Observations on the influence of process and corrosion related defects on the fatigue strength of 316L stainless steel manufactured by Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)", *International Journal of Fatigue*, t. 155, p. 106 552, fév. 2022. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2021.106552.
- [131] A. MESSEGER, "Étude de l'amorçage et de la propagation de fissures de fatigue internes courtes en régime gigacyclique dans un alliage d'aluminium de fonderie", Thèse de doctorat, HESAM Université, ENSAM, 2020.
- [132] M. P. MILLER et al., "Understanding Micromechanical Material Behavior Using Synchrotron X-rays and In Situ Loading", *Metall Mater Trans A*, t. 51, n° 9, p. 4360-4376, sept. 2020. DOI : 10.1007/s11661-020-05888-w.
- [133] M. MINEUR, P. VILLECHAISE et J. MENDEZ, "Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering: A*, t. 286, n° 2, p. 257-268, juill. 2000. DOI : 10.1016/S0921-5093(00)00804-2.

-
- [134] T. MISHUROVA et al., "Separation of the impact of residual stress and microstructure on the fatigue performance of LPBF Ti-6Al-4V at elevated temperature", *International Journal of Fatigue*, t. 148, p. 106 239, juill. 2021. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2021.106239.
- [135] D. MOLNÁR et al., "Effect of temperature on the stacking fault energy and deformation behaviour in 316L austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 759, p. 490-497, juin 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2019.05.079.
- [136] L. MONIER et al., "On the origin of grain refinement and twin boundaries in as-fabricated austenitic stainless steels produced by laser powder bed fusion", *Additive Manufacturing*, t. 61, p. 103 351, jan. 2023. DOI : 10.1016/j.addma.2022.103351.
- [137] M. MONTEMURRO, G. BERTOLINO et T. ROINÉ, "A general multi-scale topology optimisation method for lightweight lattice structures obtained through additive manufacturing technology", *Composite Structures*, t. 258, p. 113 360, fév. 2021. DOI : 10.1016/j.compstruct.2020.113360.
- [138] F. MOREL et N. HUYEN, "Plasticity and damage heterogeneity in fatigue", *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2008.
- [139] V. MOTE, Y. PURUSHOTHAM et B. DOLE, "Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles", *J Theor Appl Phys*, t. 6, n° 1, p. 6, déc. 2012. DOI : 10.1186/2251-7235-6-6.
- [140] T. M. MOWER et M. J. LONG, "Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials", *Materials Science and Engineering : A*, t. 651, p. 198-213, jan. 2016. DOI : 10.1016/j.msea.2015.10.068.
- [141] "MTS. Systèmes d'essais Axial/Torsion 809". (), adresse : <https://www.mts.com/fr/products/materials/dynamic-materials-test-systems/series-809-at-test-systems>.
- [142] P. MU et al., "Influence of the Crystalline Orientations on Microcrack Initiation in Low-Cycle Fatigue", *Materials Science and Engineering : A*, t. 573, p. 45-53, 20 juin 2013. DOI : 10.1016/j.msea.2013.02.046.
- [143] R. MUNIER et al., "Identification of the micro-plasticity mechanisms at the origin of self-heating under cyclic loading with low stress amplitude", *International Journal of Fatigue*, t. 103, p. 122-135, oct. 2017. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2017.05.027.
- [144] Y. MURAKAMI et M. ENDO, "Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength", *International Journal of Fatigue*, t. 16, n° 3, p. 163-182, avr. 1994. DOI : 10.1016/0142-1123(94)90001-9.
- [145] N. NADAMMAL et al., "Effect of hatch length on the development of microstructure, texture and residual stresses in selective laser melted superalloy Inconel 718", *Materials & Design*, t. 134, p. 139-150, nov. 2017. DOI : 10.1016/j.matdes.2017.08.049.
- [146] N. NADAMMAL et al., "Critical role of scan strategies on the development of microstructure, texture, and residual stresses during laser powder bed fusion additive manufacturing", *Additive Manufacturing*, t. 38, p. 101 792, fév. 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2020.101792.
- [147] V. K. NADIMPALLI et al., "Interface engineering of functionally graded steel-steel composites by laser powder bed fusion", *Manufacturing Letters*, t. 28, p. 46-49, avr. 2021. DOI : 10.1016/j.mfglet.2021.03.003.
- [148] Y. NADOT et al., "Competition between surface defect and grain size under fatigue loading - ARMCO iron", *Procedia Structural Integrity*, t. 7, p. 530-535, 2017. DOI : 10.1016/j.prostr.2017.11.122.
-

- [149] Y. NADOT, "Fatigue from Defect : Influence of Size, Type, Position, Morphology and Loading", *International Journal of Fatigue*, t. 154, p. 106 531, 1^{er} jan. 2022. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2021.106531.
- [150] Y. NADOT et al., "Predicting the fatigue life of an AlSi10Mg alloy manufactured via laser powder bed fusion by using data from computed tomography", *Additive Manufacturing*, t. 32, p. 100 899, mars 2020. DOI : 10.1016/j.addma.2019.100899.
- [151] C. NICOLI, "Etude et optimisation de la solidification d'aciers faiblement alliés lors du process de fonderie par inoculation.", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2019. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02188155>.
- [152] R. ORO et al., "Surface phenomena during the early stages of sintering in steels modified with Fe–Mn–Si–C master alloys", *Materials Characterization*, t. 86, p. 80-91, déc. 2013. DOI : 10.1016/j.matchar.2013.07.022.
- [153] J.-S. PARK et al., "Far-Field High-Energy Diffraction Microscopy : A Non-Destructive Tool for Characterizing the Microstructure and Micromechanical State of Polycrystalline Materials", *Micros. Today*, t. 25, n° 5, p. 36-45, sept. 2017. DOI : 10.1017/S1551929517000827.
- [154] C. PARRENS et al., "Isothermal and Cyclic Aging of 310S Austenitic Stainless Steel", *Metall and Mat Trans A*, t. 48, n° 6, p. 2834-2843, juin 2017. DOI : 10.1007/s11661-017-4073-2.
- [155] M. PHAM, B. DOVGYY et P. HOOPER, "Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing", *Materials Science and Engineering : A*, t. 704, p. 102-111, sept. 2017. DOI : 10.1016/j.msea.2017.07.082.
- [156] M.-S. PHAM et al., "The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion", *Nat Commun*, t. 11, n° 1, p. 749, déc. 2020. DOI : 10.1038/s41467-020-14453-3.
- [157] P. PILVIN et G. CAILLETAUD, "Intergranular and transgranular hardening in viscoplasticity", in *Creep in Structures : 4th IUTAM Symposium, Cracow, Poland September 10-14, 1990*, M. ŻYCZKOWSKI, éd., t. 4, Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1991, p. 171-178. DOI : 10.1007/978-3-642-84455-3.
- [158] S. PILZ et al., "Controlling the Young's modulus of a β -type Ti-Nb alloy via strong texturing by LPBF", *Materials & Design*, t. 216, p. 110 516, avr. 2022. DOI : 10.1016/j.matdes.2022.110516.
- [159] A. PINEAU, A. AMINE BENZERGA et T. PARDOEN, "Failure of metals III : Fracture and fatigue of nanostructured metallic materials", *Acta Materialia*, t. 107, p. 508-544, avr. 2016. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.07.049.
- [160] A. PINEAU et al., "Failure of metals II : Fatigue", *Acta Materialia*, t. 107, p. 484-507, avr. 2016. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.05.050.
- [161] R. PIPPAN, "Threshold and effective threshold of fatigue crack propagation in ARMCO iron I : The influence of grain size and cold working", p. 13,
- [162] M. PIROTAIS et al., "Ti-6Al-4V lattices obtained by SLM : characterisation of the heterogeneous high cycle fatigue behaviour of thin walls.", *Procedia Structural Integrity*, t. 38, p. 132-140, 2022. DOI : 10.1016/j.prostr.2022.03.014.
- [163] R. L. PLAUT et al., "A Short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures : processing, microstructure, properties and performance", *Mat. Res.*, t. 10, n° 4, p. 453-460, déc. 2007. DOI : 10.1590/S1516-14392007000400021.
- [164] R. POKHAREL et al., "An analysis of phase stresses in additively manufactured 304L stainless steel using neutron diffraction measurements and crystal plasticity finite element simulations", *International Journal of Plasticity*, t. 121, p. 201-217, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.ijplas.2019.06.005.

-
- [165] G. S. PONTICELLI et al., "Experimental investigation on the fatigue behavior of laser powder bed fused 316L stainless steel", *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, t. 38, p. 787-800, août 2022. DOI : 10.1016/j.cirpj.2022.07.007.
 - [166] D. S. POPKOVA et al., "The effect of the selective laser melting mode on second phases precipitation in 316L steel during subsequent heat treatment", *IOP Conf. Ser. : Mater. Sci. Eng.*, t. 1029, n° 1, p. 012 053, 1^{er} jan. 2021. DOI : 10.1088/1757-899X/1029/1/012053.
 - [167] H. POULSEN, "Multi scale hard x-ray microscopy", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 24, n° 2, p. 100 820, avr. 2020. DOI : 10.1016/j.cossms.2020.100820.
 - [168] H. F. POULSEN, *3DXRD – a New Probe for Materials Science*, Risø National Laboratory. 2004.
 - [169] L. PRIESTER, "Physico-chimie des joints de grains : ségrégation - précipitation", in *PlastOx 2007 - Mécanismes et Mécanique des Interactions Plasticité - Environnement*, Argelès-sur-Mer, France : EDP Sciences, 2009, p. 57-70. DOI : 10.1051/ptox/2009006.
 - [170] V. PRITHIVIRAJAN et al., "Direct comparison of microstructure-sensitive fatigue crack initiation via crystal plasticity simulations and in situ high-energy X-ray experiments", *Materials & Design*, t. 197, p. 109 216, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.matdes.2020.109216.
 - [171] H. PROUDHON et al., "In situ 4D mechanical testing of structural materials : The data challenge", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 24, n° 4, p. 100 834, août 2020. DOI : 10.1016/j.cossms.2020.100834.
 - [172] R. QUEY, P. DAWSON et F. BARBE, "Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method : Generation, meshing and remeshing", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, t. 200, n° 17-20, p. 1729-1745, avr. 2011. DOI : 10.1016/j.cma.2011.01.002.
 - [173] P. REISCHIG et al., "Advances in X-ray diffraction contrast tomography : flexibility in the setup geometry and application to multiphase materials", *J Appl Crystallogr*, t. 46, n° 2, p. 297-311, 1^{er} avr. 2013. DOI : 10.1107/S0021889813002604.
 - [174] S. RELAVE, "Caractérisation et prédiction de la microstructure obtenue par fabrication additive. Application aux aciers inoxydables.", Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2020. adresse : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03173692>.
 - [175] D. RIABOV et al., "Investigation of the strengthening mechanism in 316L stainless steel produced with laser powder bed fusion", *Materials Science and Engineering : A*, t. 822, p. 141 699, août 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2021.141699.
 - [176] A. RIEMER et al., "On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting", *Engineering Fracture Mechanics*, t. 120, p. 15-25, avr. 2014. DOI : 10.1016/j.engfracmech.2014.03.008.
 - [177] H. M. RIETVELD, "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures", *J Appl Crystallogr*, t. 2, n° 2, p. 65-71, 2 juin 1969. DOI : 10.1107/S0021889869006558.
 - [178] D. RIGON et G. MENEGHETTI, "Engineering estimation of the fatigue limit of wrought and defective additively manufactured metals for different load ratios", *International Journal of Fatigue*, t. 154, p. 106 530, jan. 2022. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2021.106530.
 - [179] R. O. RITCHIE, "Influence of microstructure on near-threshold fatigue-crack propagation in ultra-high strength steel", *Metal Science*, t. 11, n° 8-9, p. 368-381, août 1977. DOI : 10.1179/msc.1977.11.8-9.368.
 - [180] T. RONNEBERG, C. M. DAVIES et P. A. HOOPER, "Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L
-

- stainless steel through heat treatment”, *Materials & Design*, t. 189, p. 108 481, avr. 2020. DOI : 10.1016/j.matdes.2020.108481.
- [181] D. J. ROWENHORST et al., “Characterization of Microstructure in Additively Manufactured 316L using Automated Serial Sectioning”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 24, n° 3, p. 100 819, juin 2020. DOI : 10.1016/j.cossms.2020.100819.
- [182] K. SAEIDI et al., “Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting”, *Materials Science and Engineering : A*, t. 625, p. 221-229, fév. 2015. DOI : 10.1016/j.msea.2014.12.018.
- [183] K. SAEIDI et F. AKHTAR, “Subgrain-controlled grain growth in the laser-melted 316 L promoting strength at high temperatures”, *R. Soc. open sci.*, t. 5, n° 5, p. 172 394, mai 2018. DOI : 10.1098/rsos.172394.
- [184] K. SAEIDI et al., “Austenitic stainless steel strengthened by the in situ formation of oxide nanoinclusions”, *RSC Adv.*, t. 5, n° 27, p. 20 747-20 750, 2015. DOI : 10.1039/C4RA16721J.
- [185] O. SALMAN et al., “Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting”, *Materials Science and Engineering : A*, t. 748, p. 205-212, mars 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2019.01.110.
- [186] O. SALMAN et al., “Impact of the scanning strategy on the mechanical behavior of 316L steel synthesized by selective laser melting”, *Journal of Manufacturing Processes*, t. 45, p. 255-261, sept. 2019. DOI : 10.1016/j.jmapro.2019.07.010.
- [187] “SALSA : Strain Imager for Engineering Applications”. (), adresse : <https://www.ill.eu/users/instruments/instruments-list/salsa/description/instrument-layout>.
- [188] M. D. SANGID, “The physics of fatigue crack initiation”, *International Journal of Fatigue*, t. 57, p. 58-72, déc. 2013. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2012.10.009.
- [189] M. SANTAMARIA, G. TRANCHIDA et F. DI FRANCO, “Corrosion resistance of passive films on different stainless steel grades in food and beverage industry”, *Corrosion Science*, t. 173, p. 108 778, août 2020. DOI : 10.1016/j.corsci.2020.108778.
- [190] J. SCHIJVE, *Fatigue of Structures and Materials*, 2. ed. [Nachdr.] Dordrecht : Springer, 2010, 621 p.
- [191] B. M. SCHÖNBAUER et H. MAYER, “Effect of small defects on the fatigue strength of martensitic stainless steels”, *International Journal of Fatigue*, t. 127, p. 362-375, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2019.06.021.
- [192] J. C. SCHUREN et al., “New opportunities for quantitative tracking of polycrystal responses in three dimensions”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 19, n° 4, p. 235-244, août 2015. DOI : 10.1016/j.cossms.2014.11.003.
- [193] P. A. SHADE et al., “Exploring new links between crystal plasticity models and high-energy X-ray diffraction microscopy”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 23, n° 5, p. 100 763, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.cossms.2019.07.002.
- [194] M. SHAMSUJJOHA et al., “High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, t. 49, n° 7, p. 3011-3027, 1^{er} juill. 2018. DOI : 10.1007/s11661-018-4607-2.
- [195] R. SHRESTHA, J. SIMSIRIWONG et N. SHAMSAEI, “Fatigue behavior of additive manufactured 316L stainless steel parts : Effects of layer orientation and surface roughness”, *Additive Manufacturing*, t. 28, p. 23-38, août 2019. DOI : 10.1016/j.addma.2019.04.011.

-
- [196] T. SIMSON et al., "Residual stress measurements on AISI 316L samples manufactured by selective laser melting", *Additive Manufacturing*, t. 17, p. 183-189, oct. 2017. DOI : 10.1016/j.addma.2017.07.007.
 - [197] A. SMITH, "The Diffusion of Chromium in Type 316 Stainless Steel", *Metal Science* 9, p. 375-378, 1975.
 - [198] M. SONG et al., "Effects of Mn and Al on the Intragranular Acicular Ferrite Formation in Rare Earth Treated C-Mn Steel", *High Temperature Materials and Processes*, t. 36, n° 7, p. 683-691, 26 juill. 2017. DOI : 10.1515/htmp-2016-0003.
 - [199] Y. SONG et al., "Effect of scanning strategies on the microstructure and mechanical behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting", *Materials Science and Engineering : A*, t. 793, p. 139 879, août 2020. DOI : 10.1016/j.msea.2020.139879.
 - [200] J. SOPOUSEK et J. VRESTAL, "Phase Equilibrium in the Fe-Cr-Ni and Fe-Cr-C Systems", *International Journal of Materials Research, Z. Metallkd*, t. 85, 1994. DOI : 10.1515/ijmr-1994-850209.
 - [201] D. J. SPROUSTER et al., "Dislocation microstructure and its influence on corrosion behavior in laser additively manufactured 316L stainless steel", *Additive Manufacturing*, t. 47, p. 102 263, nov. 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2021.102263.
 - [202] J. STINVILLE et al., "Observation of bulk plasticity in a polycrystalline titanium alloy by diffraction contrast tomography and topotomography", *Materials Characterization*, t. 188, p. 111 891, juin 2022. DOI : 10.1016/j.matchar.2022.111891.
 - [203] "Strain Imager for Engineering Applications SALSA", ILL. (), adresse : <https://www.ill.eu/users/instruments/instruments-list/salsa/description/instrument-layout>.
 - [204] S. SUN, M. BRANDT et M. EASTON, "2 - Powder Bed Fusion Processes : An Overview", in *Laser Additive Manufacturing*, sér. Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials, M. BRANDT, éd., Woodhead Publishing, 2017, p. 55-77. DOI : 10.1016/B978-0-08-100433-3.00002-6.
 - [205] S.-H. SUN et al., "Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting", *Scripta Materialia*, t. 159, p. 89-93, jan. 2019. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2018.09.017.
 - [206] Z. SUN et al., "Selective laser melting of stainless steel 316L with low porosity and high build rates", *Materials & Design*, t. 104, p. 197-204, août 2016. DOI : 10.1016/j.matdes.2016.05.035.
 - [207] N. SUUTALA, "Effect of solidification conditions on the solidification mode in austenitic stainless steels", *MTA*, t. 14, n° 1, p. 191-197, fév. 1983. DOI : 10.1007/BF02651615.
 - [208] Q. TAN et al., "Uncovering the roles of LaB6-nanoparticle inoculant in the AlSi10Mg alloy fabricated via selective laser melting", *Materials Science and Engineering : A*, t. 800, p. 140 365, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2020.140365.
 - [209] L. TANG et al., "Mechanical performance and deformation mechanisms at cryogenic temperatures of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion : In situ neutron diffraction", *Scripta Materialia*, t. 218, p. 114 806, sept. 2022. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2022.114806.
 - [210] E. TASCIOGLU, Y. KARABULUT et Y. KAYNAK, "Influence of Heat Treatment Temperature on the Microstructural, Mechanical, and Wear Behavior of 316L Stainless Steel Fabricated by Laser Powder Bed Additive Manufacturing", *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, t. 107, n° 5, p. 1947-1956, 1^{er} mars 2020. DOI : 10.1007/s00170-020-04972-0.
-

- [211] M. TECHNOLOGIES. "MUMPS : MULTifrontal Massively Parallel Sparse Direct Solver". (), adresse : <https://mumps-solver.org/index.php>.
- [212] I. TOLOSA et al., "Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by "selective laser melting", following different manufacturing strategies", *Int J Adv Manuf Technol*, t. 51, n° 5-8, p. 639-647, nov. 2010. DOI : 10.1007/s00170-010-2631-5.
- [213] H. UENO et al., "Enhanced fatigue properties of nanostructured austenitic SUS 316L stainless steel", *Acta Materialia*, t. 59, n° 18, p. 7060-7069, oct. 2011. DOI : 10.1016/j.actamat.2011.07.061.
- [214] A. ULBRICHT et al., "Separation of the Formation Mechanisms of Residual Stresses in LPBF 316L", *Metals*, t. 10, n° 9, p. 1234, 14 sept. 2020. DOI : 10.3390/met10091234.
- [215] M. V. UPADHYAY et al., "Non-oxide precipitates in additively manufactured austenitic stainless steel", *Sci Rep*, t. 11, n° 1, p. 10 393, déc. 2021. DOI : 10.1038/s41598-021-89873-2.
- [216] E. URA-BIŃCZYK et al., "Effect of annealing on the mechanical and corrosion properties of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion", *Materials Science and Engineering : A*, t. 860, p. 144 263, déc. 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.144263.
- [217] A. VASINONTA, J. L. BEUTH et M. GRIFFITH, "Process Maps for Predicting Residual Stress and Melt Pool Size in the Laser-Based Fabrication of Thin-Walled Structures", *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, t. 129, n° 1, p. 101-109, 1^{er} fév. 2007. DOI : 10.1115/1.2335852.
- [218] B. VAYSSETTE, "Comportement en fatigue de pièces de Ti-6Al-4V obtenues par SLM et EBM : effet de la rugosité", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2019. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02533650>.
- [219] B. VAYSSETTE et al., "Surface roughness effect of SLM and EBM Ti-6Al-4V on multiaxial high cycle fatigue", *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, t. 108, p. 102 581, août 2020. DOI : 10.1016/j.tafmec.2020.102581.
- [220] N. VIGANÒ et W. LUDWIG, "X-ray orientation microscopy using topo-tomography and multi-mode diffraction contrast tomography", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, t. 24, n° 4, p. 100 832, août 2020. DOI : 10.1016/j.cossms.2020.100832.
- [221] A. VILARDELL et al., "Topology optimization and characterization of Ti6Al4V ELI cellular lattice structures by laser powder bed fusion for biomedical applications", *Materials Science and Engineering : A*, t. 766, p. 138 330, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2019.138330.
- [222] T. VOISIN et al., "New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion", *Acta Materialia*, t. 203, p. 116 476, jan. 2021. DOI : 10.1016/j.actamat.2020.11.018.
- [223] V. WAN et al., "Microstructure-sensitive fatigue crack nucleation in a polycrystalline Ni superalloy", *International Journal of Fatigue*, t. 90, p. 181-190, sept. 2016. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2016.04.013.
- [224] D. WANG et al., "Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts", *Materials & Design*, t. 100, p. 291-299, juin 2016. DOI : 10.1016/j.matdes.2016.03.111.

- [225] W. WANG et Y. XIA, "Topology optimization based channel design for powder-bed additive manufacturing", *Additive Manufacturing*, t. 54, p. 102 717, juin 2022. DOI : 10.1016/j.addma.2022.102717.
- [226] X. WANG et al., "Microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L vertical struts manufactured by laser powder bed fusion process", *Materials Science and Engineering: A*, t. 736, p. 27-40, oct. 2018. DOI : 10.1016/j.msea.2018.08.069.
- [227] X. WANG et al., "Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion", *Materials Science and Engineering: A*, t. 766, p. 138 395, oct. 2019. DOI : 10.1016/j.msea.2019.138395.
- [228] X. WANG et al., "The dual role of martensitic transformation in fatigue crack growth", *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.*, t. 119, n° 9, e2110139119, mars 2022. DOI : 10.1073/pnas.2110139119.
- [229] Y. M. WANG et al., "Additively Manufactured Hierarchical Stainless Steels with High Strength and Ductility", *Nature Materials*, t. 17, n° 1, p. 63-71, 1^{er} jan. 2018. DOI : 10.1038/nmat5021.
- [230] R. J. WILLIAMS et al., "Effects of heat treatment on residual stresses in the laser powder bed fusion of 316L stainless steel : Finite element predictions and neutron diffraction measurements", *Journal of Manufacturing Processes*, t. 57, p. 641-653, sept. 2020. DOI : 10.1016/j.jmapro.2020.07.023.
- [231] G. WILLIAMSON et W. HALL, "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram", *Acta Metallurgica*, t. 1, n° 1, p. 22-31, jan. 1953. DOI : 10.1016/0001-6160(53)90006-6.
- [232] P. WILSON, "Inférence statistique de la population de défauts pour l'étude et la simulation de la fatigue oligocyclique d'un alliage d'aluminium de fonderie", Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. adresse : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01511338>.
- [233] P. WILSON et al., "Statistical Study of the Size and Spatial Distribution of Defects in a Cast Aluminium Alloy for the Low Fatigue Life Assessment", *International Journal of Fatigue*, t. 166, p. 107 206, 1^{er} jan. 2023. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2022.107206.
- [234] A. S. WU et al., "An Experimental Investigation into Additive Manufacturing-Induced Residual Stresses in 316L Stainless Steel", *Metall and Mat Trans A*, t. 45, n° 13, p. 6260-6270, déc. 2014. DOI : 10.1007/s11661-014-2549-x.
- [235] M. YAKOUT, M. ELBESTAWI et S. C. VELDHUIS, "Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L", *Journal of Materials Processing Technology*, t. 266, p. 397-420, avr. 2019. DOI : 10.1016/j.jmatprotec.2018.11.006.
- [236] F. YAN, W. XIONG et E. FAIERSON, "Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials", *Materials*, t. 10, n° 11, p. 1260, 2 nov. 2017. DOI : 10.3390/ma10111260.
- [237] F. YAN et al., "Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion", *Scripta Materialia*, t. 155, p. 104-108, oct. 2018. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2018.06.011.
- [238] J. YAN et al., "A Comprehensive Study of Steel Powders (316L, H13, P20 and 18Ni300) for Their Selective Laser Melting Additive Manufacturing", *Metals*, t. 9, n° 1, p. 86, 15 jan. 2019. DOI : 10.3390/met9010086.
- [239] D. YANG et al., "The mechanism of substructure formation and grain growth 316L stainless steel by selective laser melting", *Mater. Res. Express*, t. 8, n° 9, p. 096 510, 1^{er} sept. 2021. DOI : 10.1088/2053-1591/ac21ea.

- [240] D. YANG et al., "Twinning behavior in deformation of SLM 316L stainless steel", *Mater. Res. Express*, t. 9, n° 9, p. 096 502, 1^{er} sept. 2022. DOI : 10.1088/2053-1591/ac8bc7.
- [241] X. YANG et al., "Effect of Surface Oxides on the Melting and Solidification of 316L Stainless Steel Powder for Additive Manufacturing", *Metall Mater Trans A*, t. 52, n° 10, p. 4518-4532, oct. 2021. DOI : 10.1007/s11661-021-06405-3.
- [242] H. YIN et al., "Thermal stability and microstructural evolution of additively manufactured 316L stainless steel by laser powder bed fusion at 500–800 °C", *Additive Manufacturing*, t. 41, p. 101 981, mai 2021. DOI : 10.1016/j.addma.2021.101981.
- [243] C.-H. YU et al., "Low cycle fatigue of additively manufactured thin-walled stainless steel 316L", *Materials Science and Engineering : A*, t. 821, p. 141 598, juill. 2021. DOI : 10.1016/j.msea.2021.141598.
- [244] M. F. ZAEH et G. BRANNER, "Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting", *Prod. Eng. Res. Devel.*, t. 4, n° 1, p. 35-45, fév. 2010. DOI : 10.1007/s11740-009-0192-y.
- [245] W. ZHAI, W. ZHOU et S. M. L. NAI, "Grain refinement of 316L stainless steel through in-situ alloying with Ti in additive manufacturing", *Materials Science and Engineering : A*, t. 840, p. 142 912, avr. 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2022.142912.
- [246] J. ZHANG, M. MA et W. LIU, "Effect of initial grain size on the recrystallization and recrystallization texture of cold-rolled AA 5182 aluminum alloy", *Materials Science and Engineering : A*, t. 690, p. 233-243, avr. 2017. DOI : 10.1016/j.msea.2017.03.015.
- [247] M. ZHANG et al., "High cycle fatigue and ratcheting interaction of laser powder bed fusion stainless steel 316L : Fracture behaviour and stress-based modelling", *International Journal of Fatigue*, t. 121, p. 252-264, avr. 2019. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2018.12.016.
- [248] M. ZHANG et al., "COMPETING INFLUENCE OF POROSITY AND MICROSTRUCTURE ON THE FATIGUE PROPERTY OF LASER POWDER BED FUSION STAINLESS STEEL 316L", p. 12,
- [249] X. ZHANG, "Unveiling microstructure-property correlations in nuclear materials with high-energy synchrotron X-ray techniques", *Journal of Nuclear Materials*, t. 561, p. 153 572, avr. 2022. DOI : 10.1016/j.jnucmat.2022.153572.
- [250] X. ZHANG et al., "In situ high-energy X-ray study of deformation mechanisms in additively manufactured 316L stainless steel", *Journal of Nuclear Materials*, t. 549, p. 152 874, juin 2021. DOI : 10.1016/j.jnucmat.2021.152874.
- [251] Y. ZHANG et al., "Lattice strains and diffraction elastic constants of cubic polycrystals", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, t. 138, p. 103 899, mai 2020. DOI : 10.1016/j.jmps.2020.103899.
- [252] T. ZHONG et al., "Mechanical properties of lightweight 316L stainless steel lattice structures fabricated by selective laser melting", *Materials & Design*, t. 181, p. 108 076, nov. 2019. DOI : 10.1016/j.matdes.2019.108076.
- [253] Y. ZHONG et al., "Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting", *Journal of Nuclear Materials*, t. 470, p. 170-178, mars 2016. DOI : 10.1016/j.jnucmat.2015.12.034.
- [254] X. ZHUO et al., "Thermodynamic calculations and experiments on inclusions to be nucleation sites for intragranular ferrite in Si-Mn-Ti deoxidized steel", *Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material*, t. 14, n° 1, p. 14-21, fév. 2007. DOI : 10.1016/S1005-8850(07)60004-8.

-
- [255] O. ZINOVIEVA, V. ROMANOVA et R. BALOKHONOV, "Effects of scanning pattern on the grain structure and elastic properties of additively manufactured 316L austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering : A*, t. 832, p. 142 447, jan. 2022. DOI : 10.1016/j.msea.2021.142447.
- [256] S. ZIRI, "Combined Effect of Powder Properties and Process Parameters on the Mechanical Properties of Stainless Steel 316L Elaborated by Laser Powder Bed Fusion", Thèse de doctorat, Institut Clément Ader, Université de Toulouse, 2022.

Annexes

A Paramètres de fabrication, microstructure, défauts et propriétés des nuances analysées en fatigue

L'annexe A a pour objectif de rassembler les informations relatives à la fabrication, les défauts et la microstructure des éprouvettes de fatigue étudiées dans la thèse. Les éprouvettes dites d'intérêt sont nommées ci-après :

- SR
- Rot
- P2
- Chess
- C3
- P4

Définition de grandeurs liées aux grains

Les tailles de grains peuvent être définies par de nombreux paramètres. Deux d'entre elles sont présentées ici : D_a (Eq. 9) la moyenne arithmétique des diamètres équivalents et D_s (Eq. 10) le diamètre équivalent du grain de surface moyenne. D_s est souvent utilisé afin de mieux rendre compte de la taille moyenne des grains.

$$D_a = \frac{\sum_i^{N_{tot}^g} D_i^s}{N_{tot}^g} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{\sum_i^{N_{tot}^g} \sqrt{S_i}}{N_{tot}^g} \quad (9)$$

$$\begin{cases} S_{moy} = \frac{S_{tot}}{N_{tot}^g} \\ D_s = \frac{2}{\sqrt{\pi}} * \sqrt{S_{moy}} \end{cases} \quad (10)$$

avec D_i^s le diamètre équivalent surfacique du grain i , N_{tot}^g le nombre total de grains, S_i la surface du grain i , et S_{tot} la surface de la cartographie EBSD.

D'autre part, les grains étant parfois fortement allongés, leur taille moyenne en fonction de la direction de mesure a été déterminée sur les EBSD dont la normale est perpendiculaire à la direction de fabrication (normale = direction de lasage pour les stratégies unidirectionnelles). Les résultats sont donnés en figure A1.

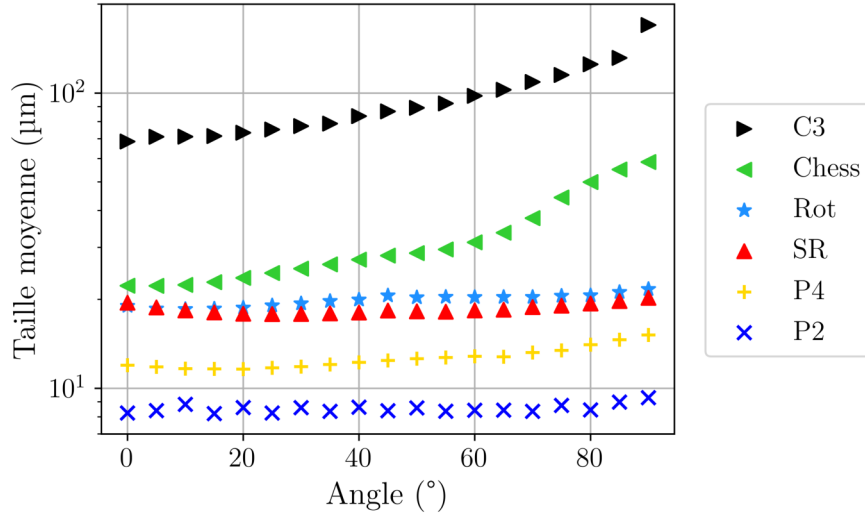


FIGURE A1 : Taille moyenne des grains déterminée par la méthode des intercepts. L'angle correspond à la direction de mesure (0°= horizontal, 90°= vertical = BD)

Définition de grandeurs liées aux défauts

Dans l'analyse des défauts par tomographie, le diamètre de Feret est utilisé. Il correspond au plus grand diamètre interne d'une surface 3D. Un paramètre de sphéricité est aussi utilisé pour déterminer l'allongement des défauts, ce paramètre, nommé Sph , est défini par l'équation Eq. 11 avec S_{eq} la surface d'une sphère de volume équivalent au volume (V) du défaut et A la surface réelle du défaut.

$$Sph = \frac{S_{eq}}{A} = \frac{\pi^{1/3}(6V)^{2/3}}{A} \quad (11)$$

Le diamètre moyen D_{moy} (Eq. 12) correspond à la moyenne arithmétique des diamètres de Feret. Les diamètres D_{50} , D_{90} et D_{99} correspondent respectivement aux percentiles à 50, 90 et 99% de la distribution des diamètres de Feret. D_{max} est le diamètre de Feret du plus gros défaut. N (Eq. 13) est défini comme le nombre moyen de défauts par unité de volume, ρ (Eq. 14) comme le pourcentage volumique moyen de défauts.

$$D_{moy} = \frac{\sum_i^{N_{tot}^d} D_i^F}{N_{tot}^d} \quad (12)$$

avec D_i^F le diamètre de Feret du défaut i , et N_{tot}^d le nombre total de défauts.

$$N = \frac{N_{tot}^d}{V_{tot}} \quad (13)$$

avec V_{tot} le volume total analysé en tomographie.

$$\rho = \frac{\sum_i^{N_{tot}^d} V_i}{V_{tot}} \quad (14)$$

A.1 Nuance SR

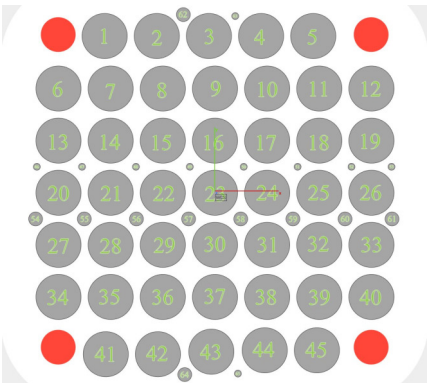


FIGURE A2 : Agencement du plateau

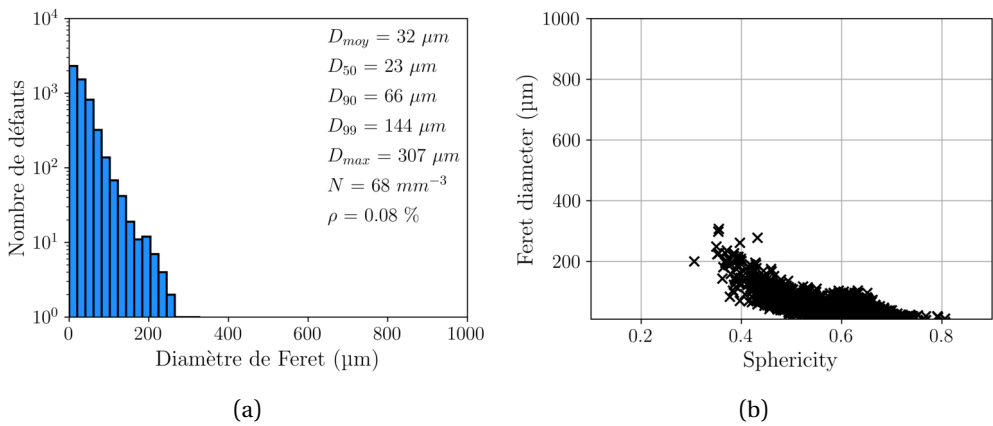


FIGURE A3 : Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité.

Poudre	P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
	(W)	(mm/s)	(μm)	(μm)	(μm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
Lot 1	700	275	50	120	70-75	65	Unidirectionnel (90°)	Non

TABLEAU A2 : Paramètres de fabrication

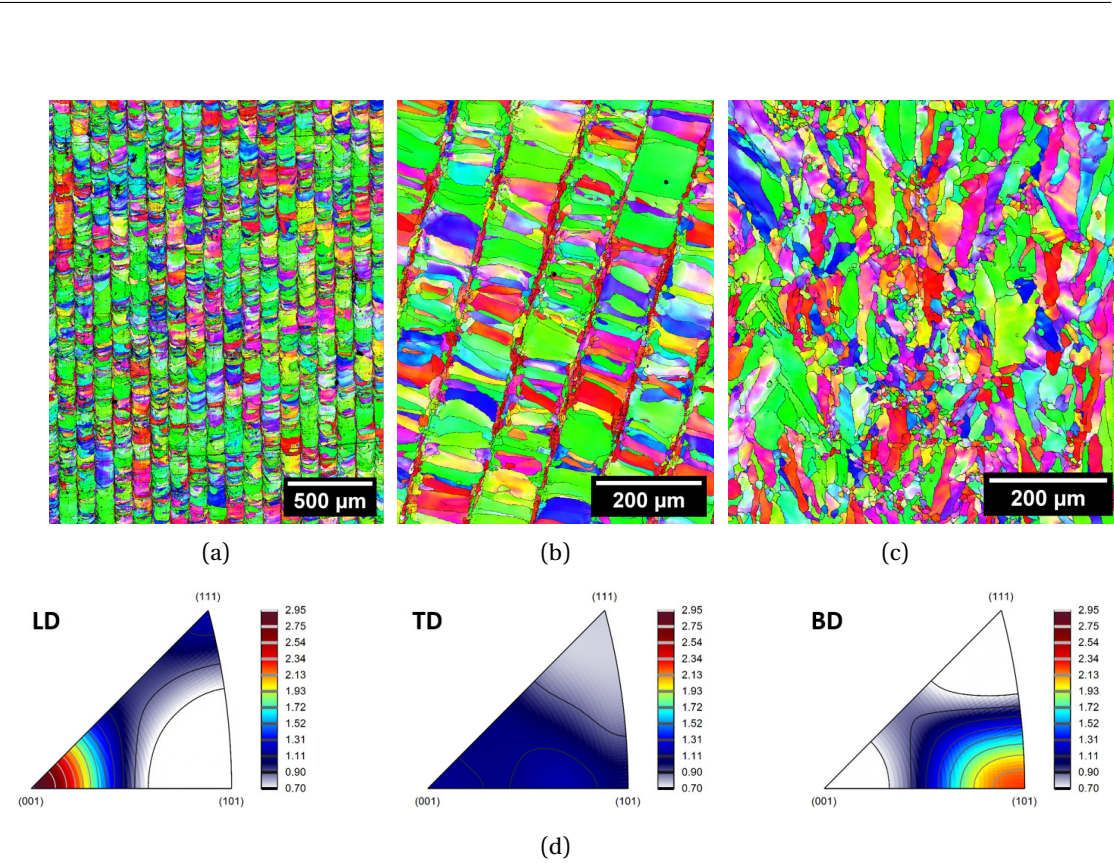


FIGURE A4 : Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a des plans LD / BD / TD (μm)	14.3 / 11.7 / 14.2
Taille de grain D_S des plans LD / BD / TD (μm)	26.5 / 19.6 / 20.2
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.44 ± 0.03

TABLEAU A4 : Propriétés de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
204 ± 2	428 ± 21	542 ± 10	55 ± 6

TABLEAU A6 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

A.2 Nuance Rot

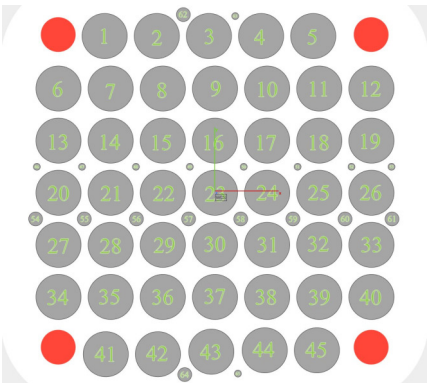


FIGURE A5 : Agencement du plateau

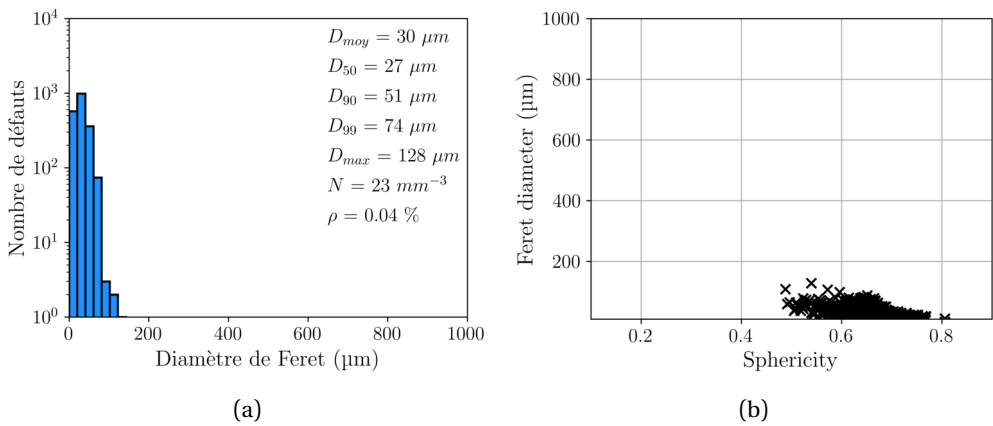


FIGURE A6 : Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité

Poudre	P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
	(W)	(mm/s)	(µm)	(µm)	(µm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
Lot 1	700	275	50	120	70-75	65	Unidirectionnel	Oui (33°)

TABLEAU A8 : Paramètres de fabrication

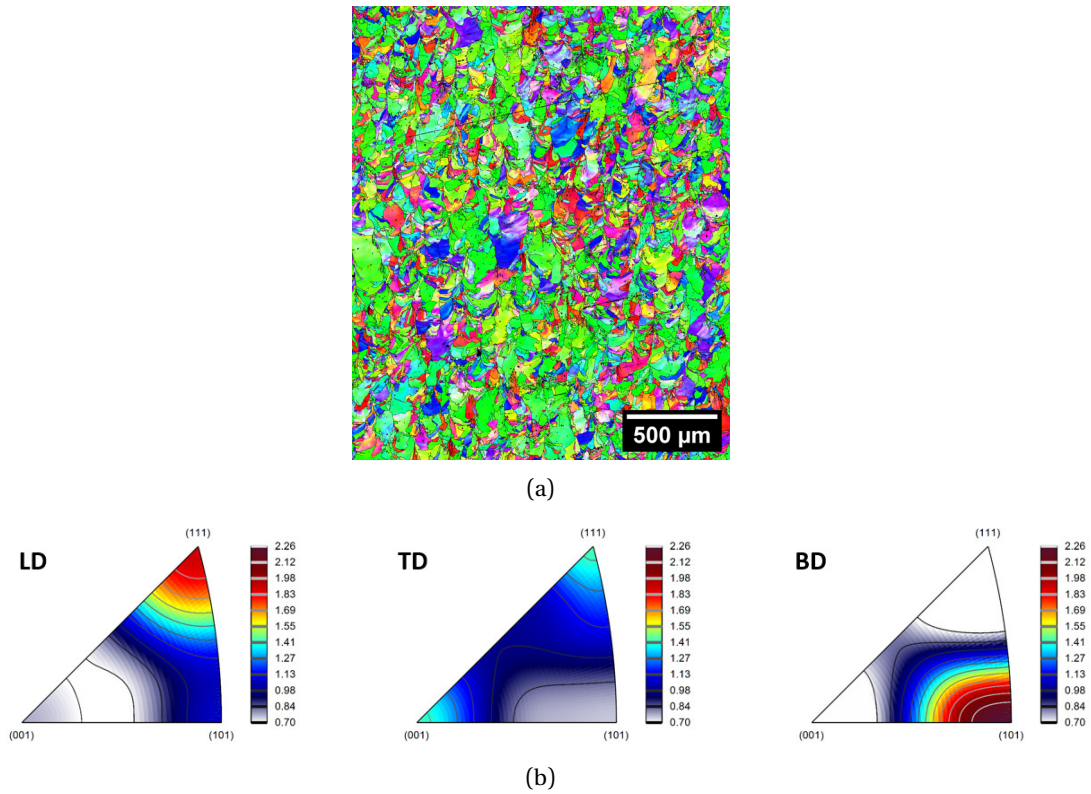


FIGURE A7 : (a) Cartographies d'orientation en EBSD du plan LD et (b) figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a du plan LD (μm)	17.4
Taille de grain D_S du plan LD (μm)	27.6
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.44 ± 0.04

TABEAU A10 : Longueurs internes de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
211 ± 1	445 ± 14	564 ± 7	54 ± 2

TABEAU A12 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

A.3 Nuance P2

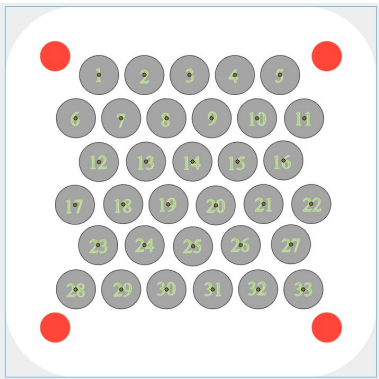


FIGURE A8 : Agencement du plateau

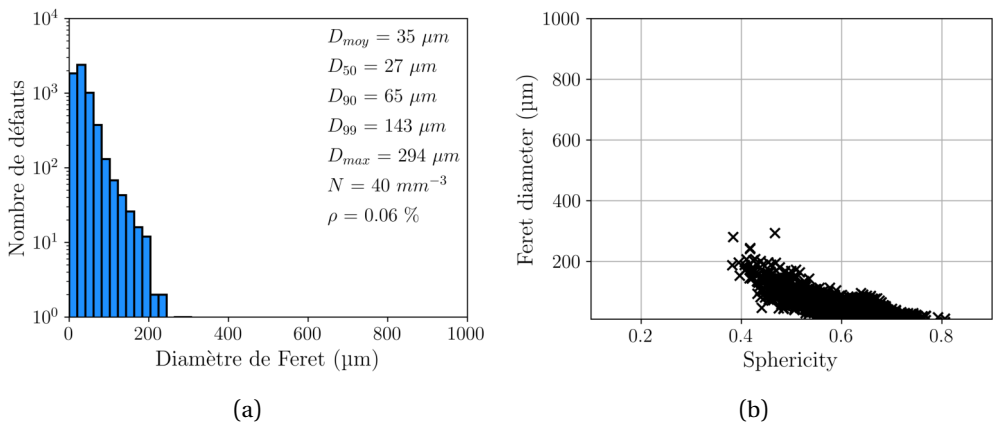


FIGURE A9 : Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité

Poudre	P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
	(W)	(mm/s)	(µm)	(µm)	(µm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
Lot 2	700	275	50	120	70-75	65	Unidirectionnel (90°)	Non

TABLEAU A14 : Paramètres de fabrication

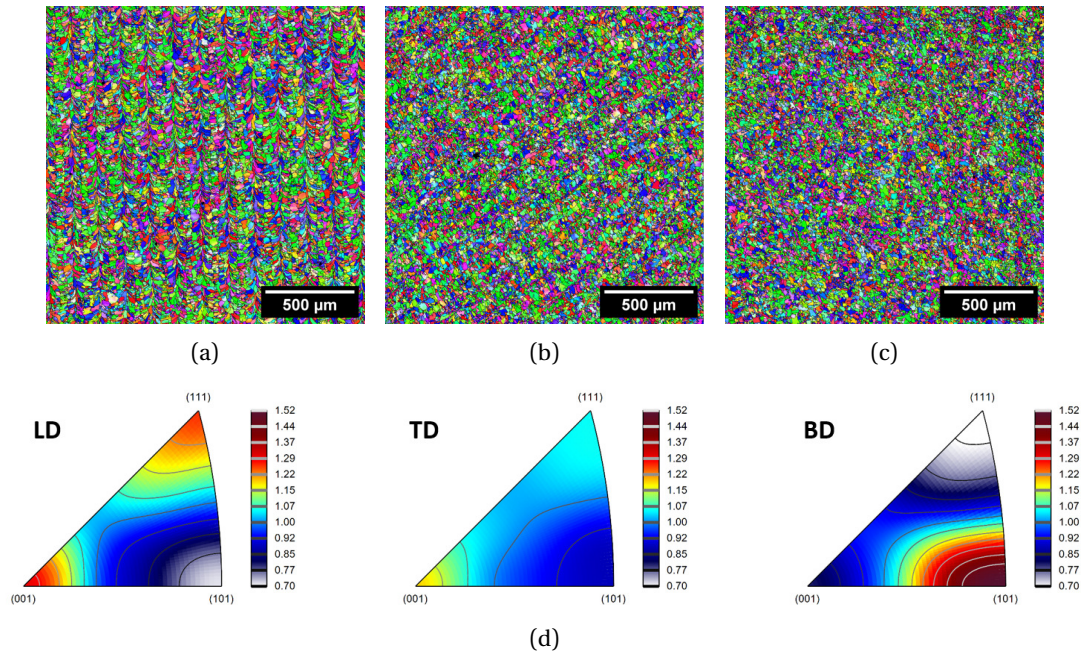


FIGURE A10 : Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a des plans LD / BD / TD (μm)	9.3 / 8.7 / 7.5
Taille de grain D_S des plans LD / BD / TD (μm)	12.0 / 10.3 / 9.6
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.45 ± 0.09

TABEAU A16 : Longueurs internes de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
189 ± 2	427 ± 22	611 ± 2	55 ± 6

TABEAU A18 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

A.4 Nuance Chess

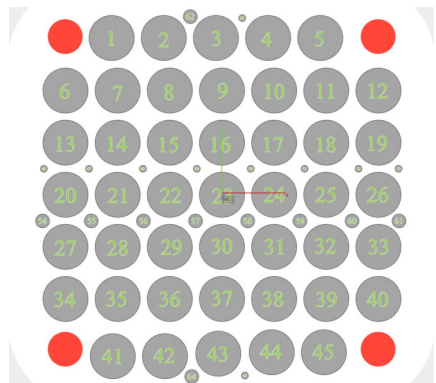


FIGURE A11 : Agencement du plateau

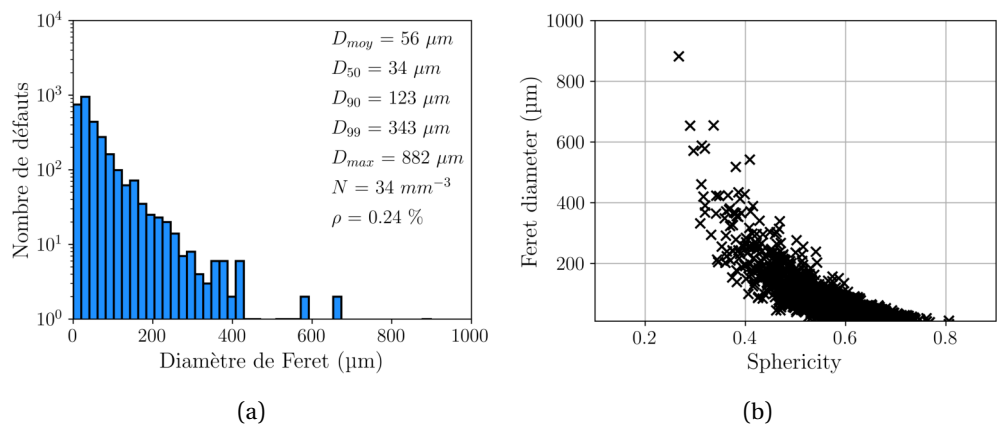


FIGURE A12 : Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité

Poudre	P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
	(W)	(mm/s)	(μm)	(μm)	(μm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
Lot 2	700	275	50	120	70-75	65	Chess	Oui (33°)

TABLEAU A20 : Paramètres de fabrication

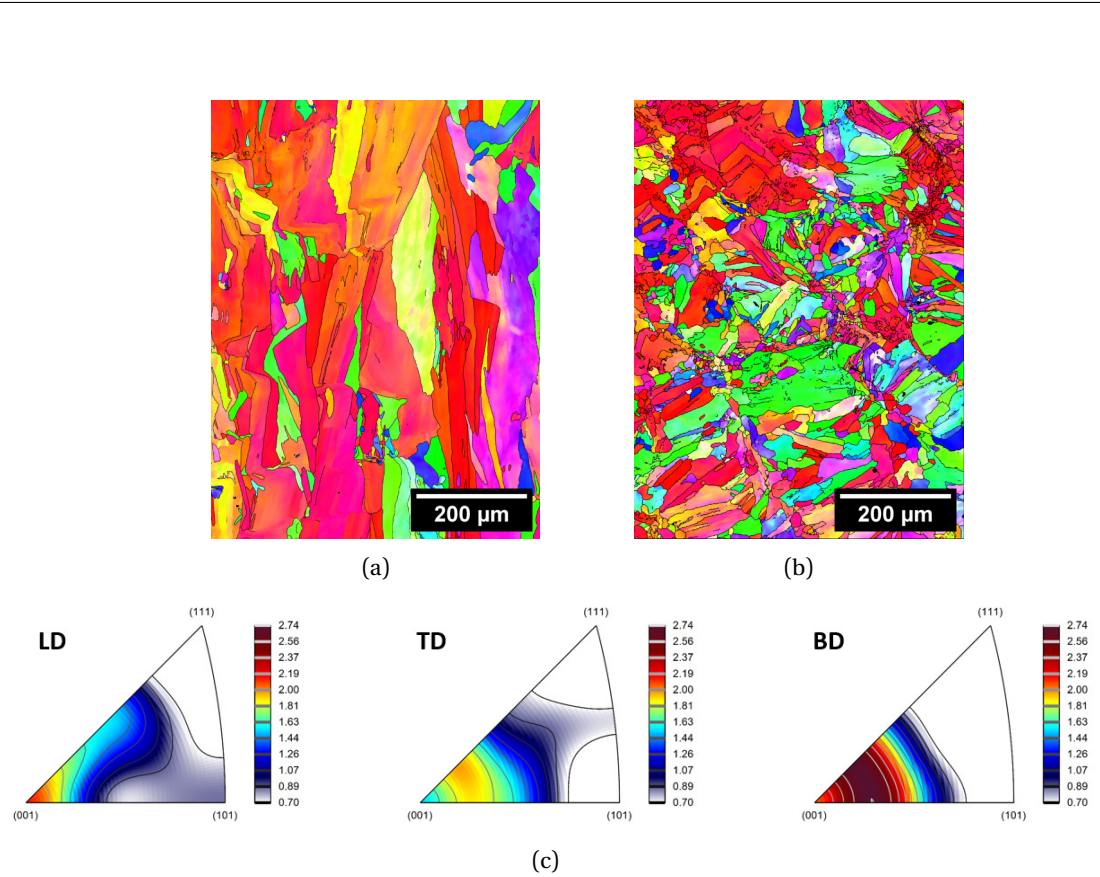


FIGURE A13 : Cartographies d'orientation en EBSD des (a) Plan LD, (b) plan BD et (d) figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a des plans LD / BD (μm)	21.7 / 13.5
Taille de grain D_S des plans LD / BD (μm)	41.7 / 21.3
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.38 ± 0.08

TABEAU A22 : Longueurs internes de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
179 ± 2	357 ± 29	442 ± 22	17 ± 11

TABEAU A24 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

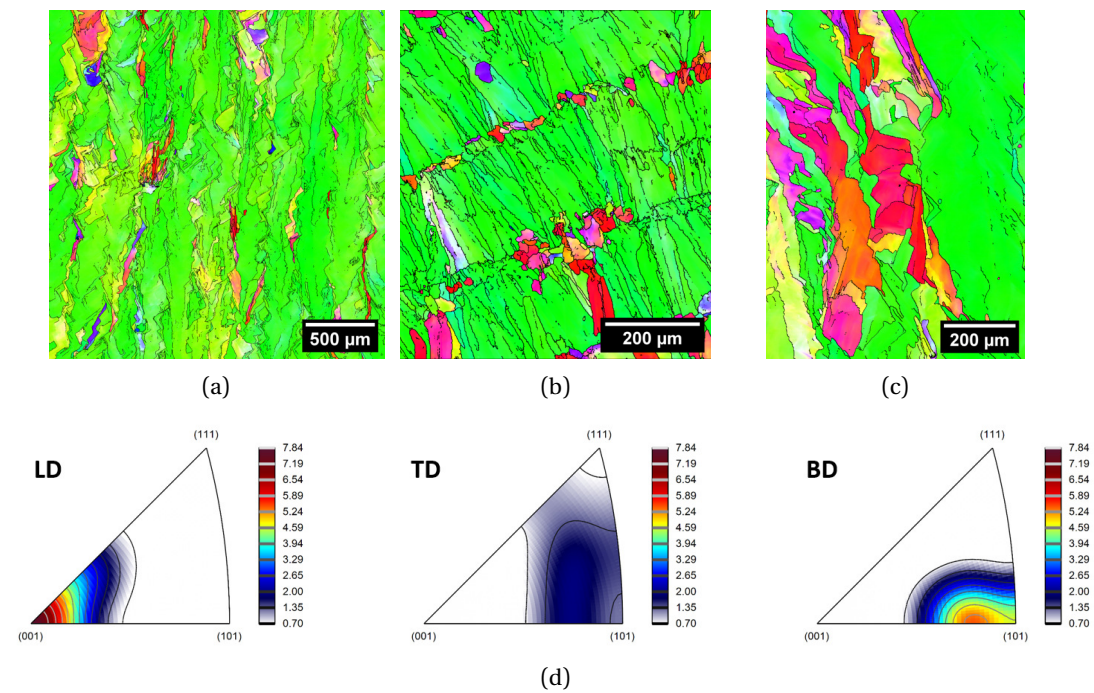


FIGURE A16 : Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a des plans LD / BD / TD (μm)	25.6 / 19.0 / 47.2
Taille de grain D_S des plans LD / BD / TD (μm)	112.3 / 51.6 / 88.4
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.61 ± 0.02

TABEAU A28 : Longueurs internes de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
174 ± 1	384 ± 8	585 ± 11	38 ± 6

TABEAU A30 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

A.6 Nuance P4

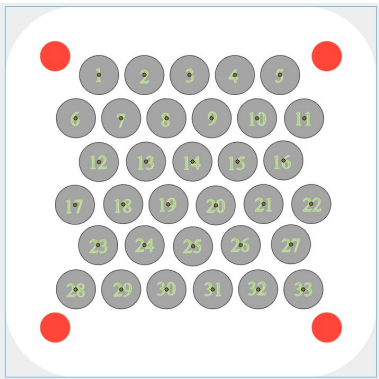


FIGURE A17 : Agencement du plateau

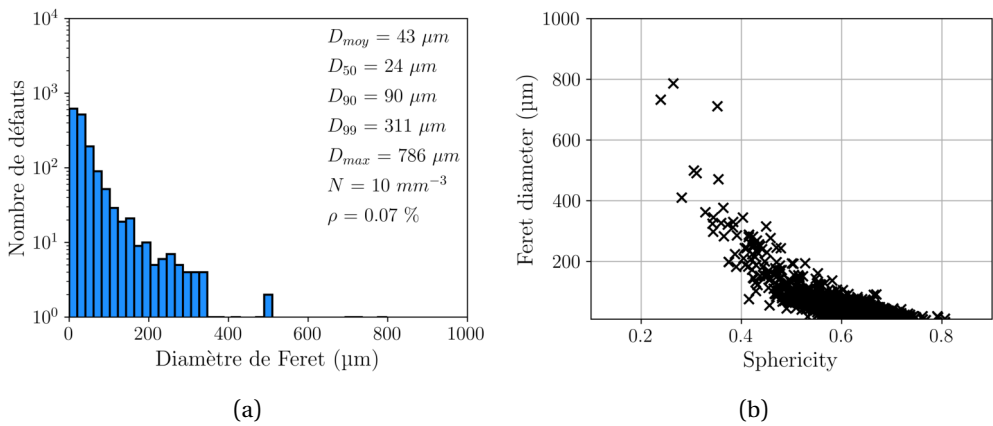


FIGURE A18 : Analyse tomographique des défauts. (a) Distribution en taille et (b) distribution des diamètres de Feret en fonction de la sphéricité

Poudre	P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
	(W)	(mm/s)	(μm)	(μm)	(μm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
Lot 2	350	400	50	120	70-75	145	Unidirectionnel (45°)	Non

TABLEAU A32 : Paramètres de fabrication

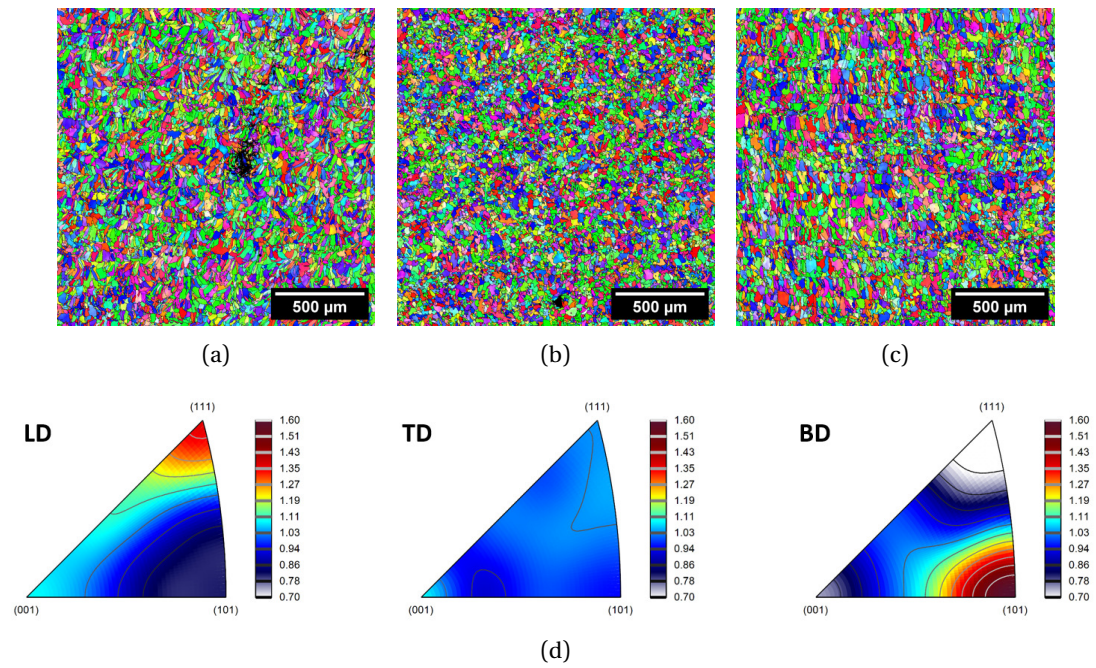


FIGURE A19 : Cartographies d'orientation en EBSD des (a) plan LD, (b) plan BD et (c) plan TL et figures de pôles inverses générées à partir de la cartographie du plan LD

Taille de grain D_a des plans LD / BD / TD (μm)	12.3 / 11.0 / 12.2
Taille de grain D_S des plans LD / BD / TD (μm)	16.3 / 14.4 / 16.3
Taille des cellules de micro-ségrégations (μm)	0.42 ± 0.02

TABEAU A34 : Longueurs internes de la microstructure

Dureté (HV1)	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
174 ± 2	376 ± 7	576 ± 2	49 ± 2

TABEAU A36 : Propriétés mécaniques quasi-statiques

B Critère de désorientation des joints de grains

Analyse de l'impact du critère de désorientation des joints de grain sur les cartographies de contraste de bande et les distributions de joints de grains.

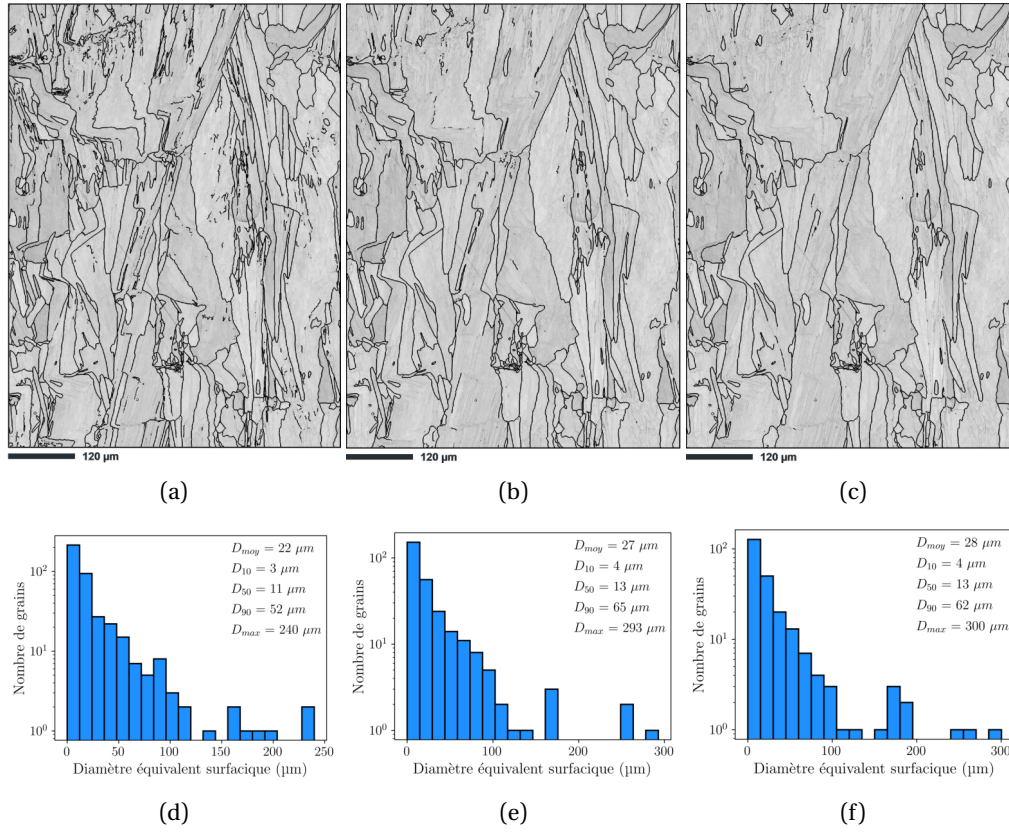


FIGURE B1 : Cartographies de contraste de bande et histogrammes de taille de grain de l'échantillon Chess avec les joints de grains définis comme étant supérieurs à (a,d) 5°, (b,e) 10° et (c,f) 15°.

C Images de la découpe FIB

Élément (%)	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	O	N	P	C	S
Lot 1	17.7	13.6	2.7	1.5	<0.1	0.04	0.01	<0.01	<0.01	0.002
Lot 2	17.7	11.9	2.3	1.5	0.2	0.04	0.01	<0.01	<0.01	0.004
ASTM A240	16.0- 18.0	10.0- 14.0	2.0- 3.0	≤2.0	≤0.75	<0.1	≤0.1	≤0.045	≤0.03	≤0.030

TABLEAU C1 : Composition chimique (*en % massique*) des deux lots de poudres comparés à la norme ASTM A240 [3]. Le fer est l'élément principal.

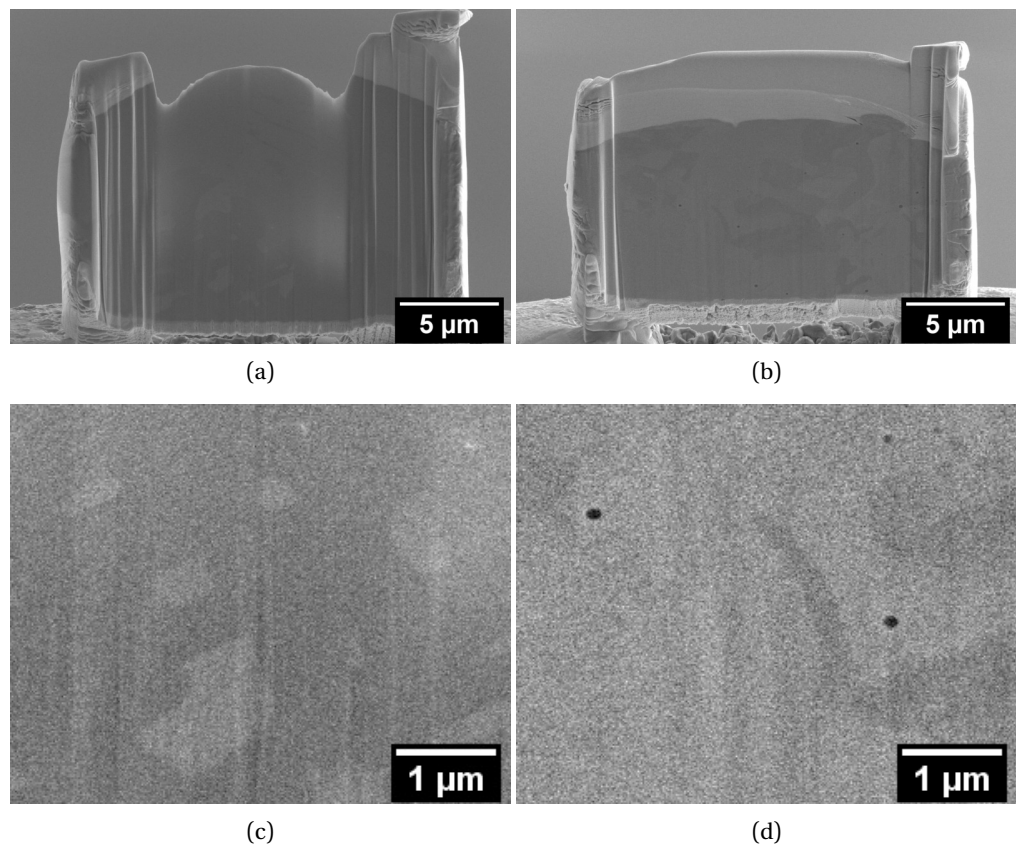


FIGURE C1 : Images MEB (BSE) après découpe FIB d'un grain de poudre (a)-(c) du lot 1 et (b)-(d) du lot 2. La partie apparaissant en claire sur les images (a) et (b) correspond au dépôt de platine nécessaire à la découpe FIB.

D Illustration de l'effet d'un changement de poudre en cours de fabrication

Cette annexe illustre le changement de microstructure lié à un changement de poudre au cours d'une fabrication.

Des pièces ont été fabriquées sur le plateau P5 (voir figure D1). La poudre du lot 1 a été utilisée pour construire les pièces jusqu'à une hauteur d'environ 1 cm, puis la poudre du lot 2 a été utilisée pour le reste de la fabrication (hauteur totale = 5 cm). La stratégie de lasage est unidirectionnelle sans rotation entre couches. Les paramètres laser utilisés pour les cubes numérotés 0,30,45,60,90 sur la figure D1 sont définis dans le tableau D2. La numérotation correspond à l'angle de lasage par rapport au flux d'argon.

P	v	t	h	D	VED_{geom}	Motif	Rotation
(W)	(mm/s)	(μm)	(μm)	(μm)	(J/mm^3)	de lasage	du motif
600	300	50	120	70-75	83	Unidirectionnel	Non

TABLEAU D2 : Paramètres de fabrication

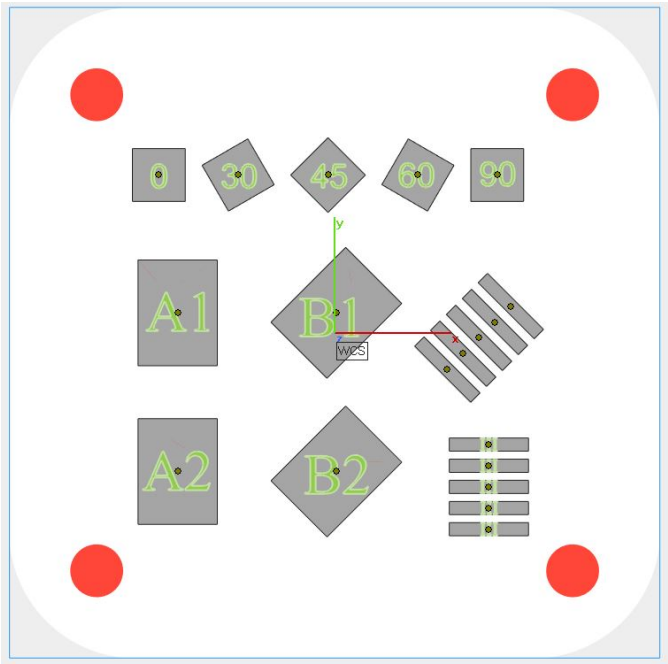


FIGURE D1 : Vue du dessus du plateau P5

Les cubes lasés à 0, 45 et 90° par rapport au flux d'argon ont été observés en microscopie optique après attaque. La figure D2 révèle un changement de microstructure consécutif au changement de poudre pendant la fabrication. Ce changement de microstructure apparaît à la même hauteur de fabrication pour les différents échantillons du plateau. Dans la partie basse, la poudre du lot 1 est utilisée et la microstructure est grossière. Dans la partie haute, la poudre du lot 2 est utilisée et la microstructure est fine. Ces différences s'expliquent par les mécanismes de germination hétérogène favorisés pour la poudre du lot 2 (voir section 2.3.1). Aucune zone de transition n'est observable entre les deux microstructures induites

par les deux poudres. Un changement de poudre sans interruption de fabrication est donc un moyen de contrôle de la microstructure des pièces. Ce résultat démontre la possibilité de fabrication de pièces à microstructure contrôlée fonction de la hauteur de fabrication.

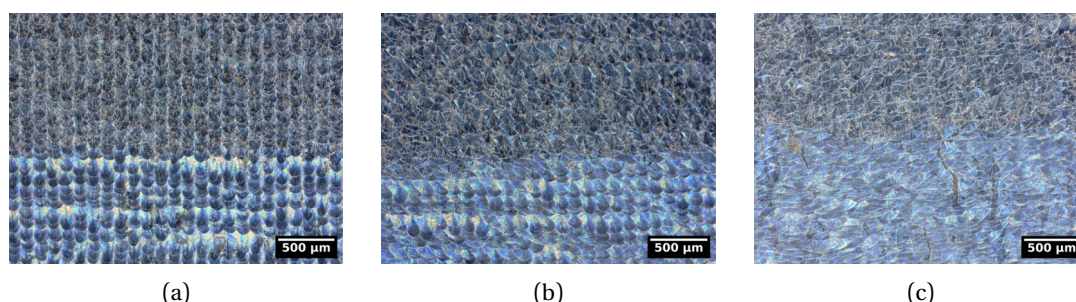


FIGURE D2 : Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure des cubes lasés à (a) 90°, (b) 45° et (c) 0° par rapport au flux d'argon

En outre, la figure D2 confirme la validité des hypothèses émises au chapitre 2 sur l'influence de l'angle de lasage sur les morphologies de bains de fusion pour les deux poudres. En effet, on retrouve bien que la largeur des bains de fusion augmente lorsque l'angle de lasage par rapport au flux d'argon diminue.

En termes de microstructure, ces observations confirment aussi les conclusions formulées au chapitre 2. Un lasage à 90° du flux d'argon permet de générer une microstructure périodique alternant grains fins et grains plus larges pour la poudre du lot 1 (voir figure D3a). Les grains fins (resp. larges) sont orientés $\langle 100 \rangle$ (resp. $\langle 110 \rangle$) // à la direction de fabrication. Ces résultats sont confirmés par l'image D3b qui illustre la solidification dendritique observée dans ce cas. Les dendrites se solidifiant le long de l'axe $\langle 100 \rangle$ pour l'acier 316L, l'image D3 confirme la présence d'un grain fin d'orientation $\langle 100 \rangle$ au centre du bain de fusion entouré de grains $\langle 110 \rangle$.

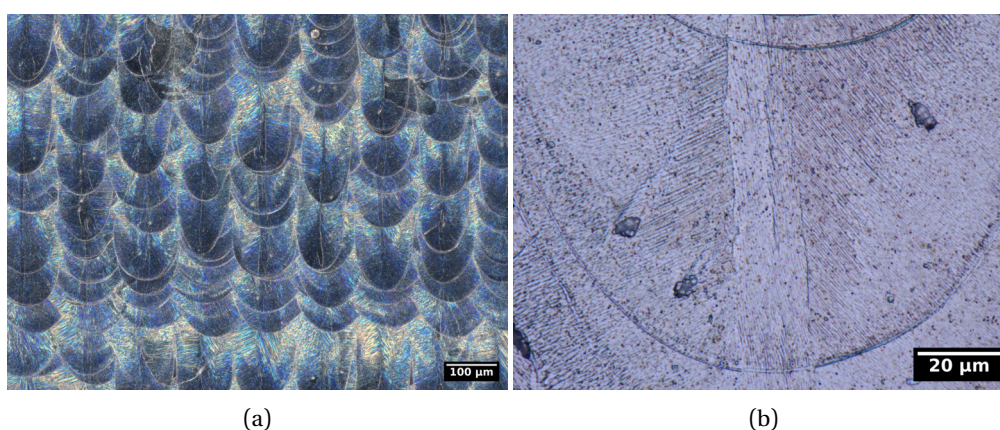
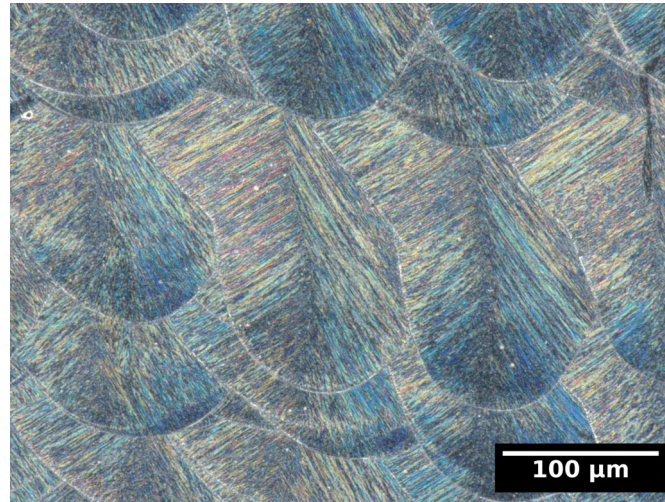


FIGURE D3 : Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure du cube lasé à 90° par rapport au flux d'argon. (a) faible grandissement et (b) fort grandissement

Au contraire, un lasage avec un angle de plus de 45° par rapport au flux d'argon empêche la croissance épitaxiale des grains $\langle 100 \rangle$ depuis le fond des bains de fusions. En effet, les dendrites orientées à 45° de la direction de fabrication et provenant de part et d'autres du bain de fusion se recouvrent (voir figure D4). Du fait de la symétrie cubique, elles forment un seul et même grain orienté $\langle 110 \rangle //$ à la direction de fabrication.



(a)

FIGURE D4 : Observation en microscopie optique après attaque de la microstructure du cube lasé à 45° par rapport au flux d'argon

E Influence de la microstructure initiale sur l'effet des traitements thermiques

E.1 Influence de la microstructure initiale sur l'effet des traitements thermiques sur la microstructure

E.1.1 Cas de la microstructure Rot

Les éprouvettes Rot ont été utilisées pour mener les essais de traction après différents TThs au chapitre 3. Cette partie vise à montrer que l'évolution de la microstructure observée pour les échantillons Chess est généralisable à la microstructure Rot. Ceci permettant de confirmer l'analyse du lien microstructure / propriétés en traction réalisée au chapitre 3.

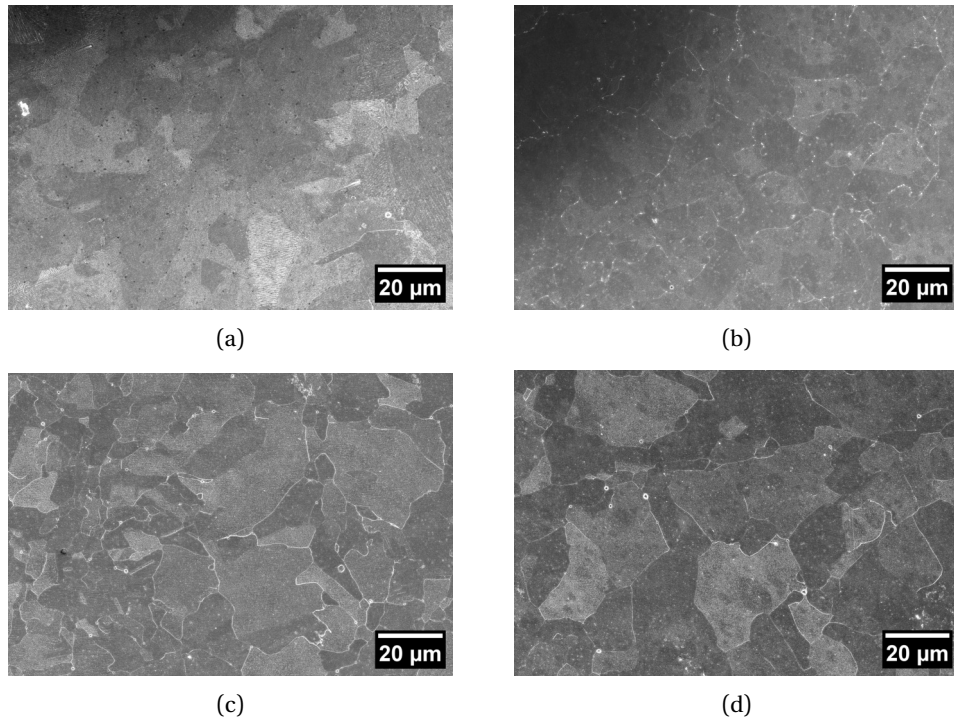


FIGURE E1 : Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) Rot-650°C, (b) Rot-800°C, (c) Rot-1000°C et (d) Rot-1200°C

La figure E1 ne montre pas de signes de recristallisation quelque soit la température de traitement. Ce résultat est en accord avec l'absence de recristallisation observée pour les échantillons Chess au chapitre 2. Cependant, des phénomènes de restauration ne peuvent pas être exclus avec ces seules analyses. De plus, un léger grossissement des grains semble observable à partir de 1000°C. Cependant, le faible nombre d'images réalisées ne permet pas de confirmer et de quantifier ce probable grossissement.

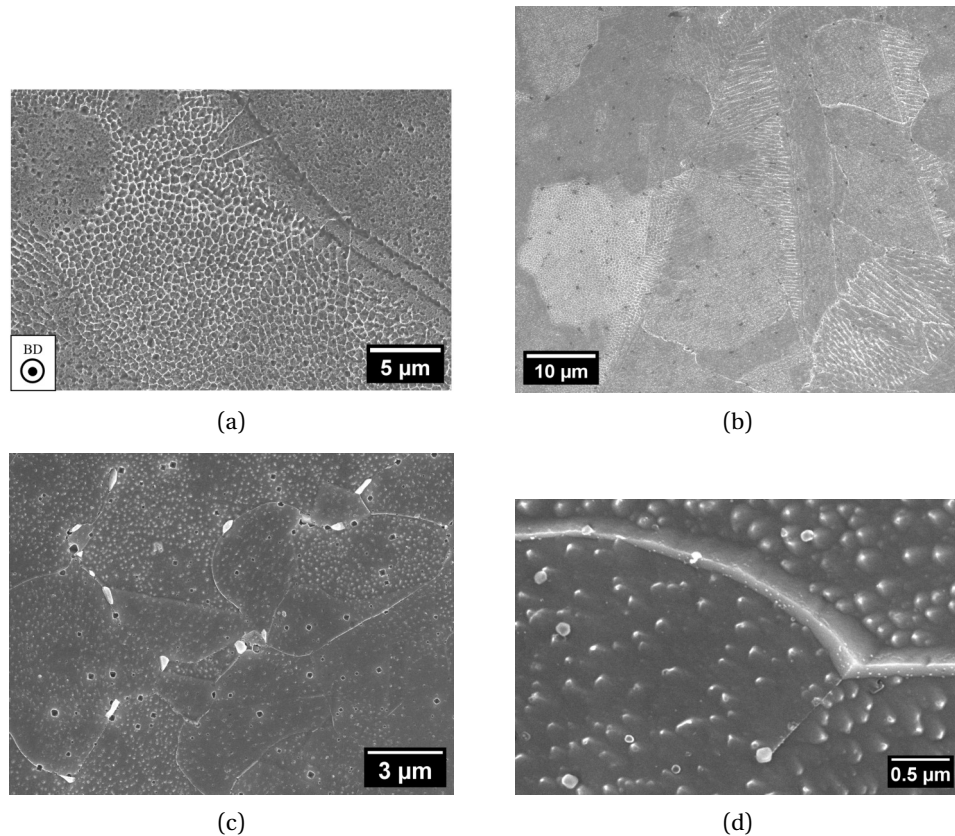


FIGURE E2 : Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) Rot-AB°C, (b) Rot-650°C, (c) Rot-800°C et (d) Rot-1000°C

La figure E2 montre que l'évolution de l'état de précipitation de la nuance Rot est la même que celle observée au chapitre 2 pour la nuance Chess, à savoir :

- Présence de cellules de micro-ségrégations aux états as-built et 650°C puis disparition du réseau après un TTh à 800°C.
- Précipitation ponctuelle de phase σ aux joints de grains après un TTh à 800°C.
- Précipitation continue de phase σ aux joints de grains après un TTh à 1000°C.

Ces évolutions microstructurales identiques entre les nuances Chess et Rot confirment le lien entre les observations microstructurales réalisées sur les échantillons Chess et les propriétés en traction des échantillons Rot dont l'analyse a été réalisée au chapitre 3. De plus, ces observations montrent que le motif de lasage (damier pour Chess ou unidirectionnel pour Rot) n'affecte pas l'évolution de l'état de précipitation de l'alliage.

E.1.2 Cas de la microstructure P2

Les échantillons P2 ont été utilisés pour investiguer l'effet des TThs sur le comportement en fatigue au chapitre 4. L'analyse de l'évolution de leur microstructure avec les TThs est donc décrite dans cette partie.

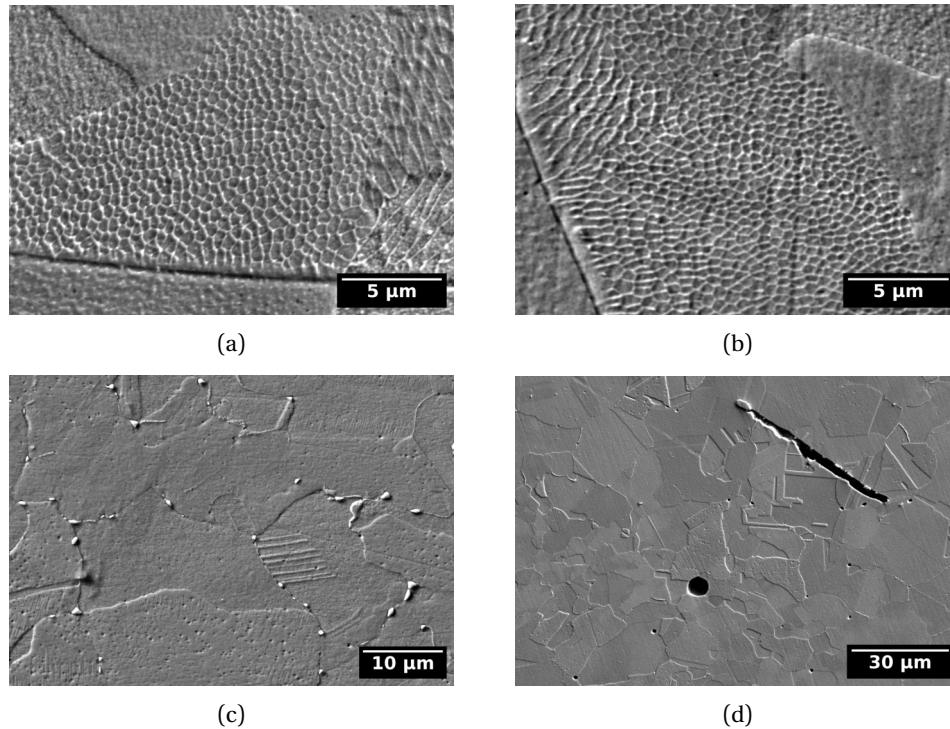


FIGURE E3 : Images MEB (SE) après attaque des échantillons (a) P2-AB, (b) P2-650°C, (c) P2-900°C et (d) P2-1200°C

L'évolution des cellules de micro-ségrégations et de l'état de précipitation a été suivie au MEB pour les états : AB, 650°C, 900°C et 1200°C. Les images sont disponibles en figure E3.

Comme pour les échantillons Chess, les cellules de micro-ségrégations sont observables aux états AB et 650°C. Leurs tailles sont respectivement de $0.38 \pm 0.07 \mu\text{m}$ à l'état AB et de $0.45 \pm 0.09 \mu\text{m}$ à l'état 650°C. Des tailles similaires sont retrouvées sur des échantillons de microstructures initiales différentes aux mêmes températures (voir 2.10).

Après le TTh à 900°C, les cellules ne sont plus observables. La disparition des cellules est accompagnée d'une précipitation intergranulaire tout comme pour les nuances Chess (cf 3.7) et Rot (cf E2). Ces précipités sont préférentiellement positionnés aux joints triples comme le montre la figure E3a. Par analogie avec l'étude menée au chapitre 3 ces précipités sont identifiables comme de la phase sigma. La disparition des cellules ainsi que la précipitation de σ a lieu dans le même intervalle de températures que pour les nuances Chess et Rot : entre 650 et 900°C.

Après le TTh à 1200°C, la phase σ a disparu pour le lot P2 (figure E3d) comme ce fut le cas pour les microstructures Chess et Rot. Les états de précipitations des nuances P2, Chess et Rot évoluent donc de la même manière de l'état AB à 1200°C. La composition de la poudre, ainsi que la stratégie de lasage, n'affectent donc pas les mécanismes de diffusions aux échelles micrométriques pour les gammes de variations étudiées.

Enfin, après le TTh à 1200°C, les grains de P2 montrent des macles (figure E3d). Ces macles apparaissent suite à des processus de recristallisation comme certains auteurs l'ont déjà reporté dans la littérature [51], [186], [210]. Une recristallisation, au moins partielle, a donc lieu pour la nuance P2 après 2 heures à 1200°C. Ce comportement est différent des nuances Chess et Rot pour lesquelles aucun signe de recristallisation n'a été observé après ce même TTh (voir 3.4 pour Chess et E1 pour Rot).

E.1.3 Discussion sur l'influence de la microstructure initiale sur les cinétiques de recristallisation

La composition chimique de la poudre (différente pour P2 par rapport à Chess et Rot) semble donc être un élément déterminant sur la stabilité des grains à haute température. En effet, il a été montré dans le chapitre 3 que la composition chimique de la poudre influe significativement sur la taille de grains. Or, comme discuté dans le chapitre 3 (voir 3.4), Les métaux à grains fins recristallisent à des températures inférieures de ceux à gros grains comme observé par [246] pour des alliages d'aluminiums. Ceci s'explique en prenant en compte que les joints de grains sont des sites de stockage d'énergie interne sous la forme d'une énergie d'interface. Or c'est cette énergie interne qui est la force motrice de la recristallisation [5].

Une autre hypothèse expliquant des différences de cinétiques de recristallisation entre différents aciers 316L LPBF est avancée par De Sonis et al. [51]. Selon les auteurs, la fraction de joints de grains faiblement désorientés (*Low Angle Grain Boundaries*, LAGB) serait un paramètre gouvernant la cinétique de recristallisation : plus cette fraction serait élevée, plus la recristallisation serait rapide.

Comme dans l'étude de De Sonis et al., les LAGB sont définis comme ayant des angles de désorientations compris entre 2 et 15°. La densité de LAGB a été déterminée pour les échantillons Chess, Rot et P2 (voir tableau E2). Le tableau E2 montre que les échantillons Chess et Rot ont des densités de LAGB supérieures à celle de P2. Or, les échantillons Chess et Rot ne montrent pas de signes de recristallisation après TTH à 1200°C alors que l'échantillon P2 est partiellement recristallisé pour ce même TTh. Ainsi, ces résultats sont contraires aux prédictions de De Sonis et al..

Finalement, il semblerait donc que la composition chimique de la poudre soit un paramètre plus significatif que la fraction de LAGB pour expliquer les cinétiques de recristallisation.

Nuance	Densité de LAGB (m/m^2)
Chess	$9,1.10^4$
Rot	$1,88.10^5$
P2	$3,9.10^4$

TABLEAU E2 : Densité de LAGB à l'état as-built pour différentes nuances d'acier 316L LPBF

E.2 Influence des traitements thermiques sur le comportement mécanique quasi-statique de la microstructure P2

Cette partie rassemble les propriétés en traction des éprouvettes P2 après différents TThs. Ces propriétés ont été déterminées dans l'unique but de comprendre l'évolution des propriétés en fatigue dont l'analyse est réalisée au chapitre 4.

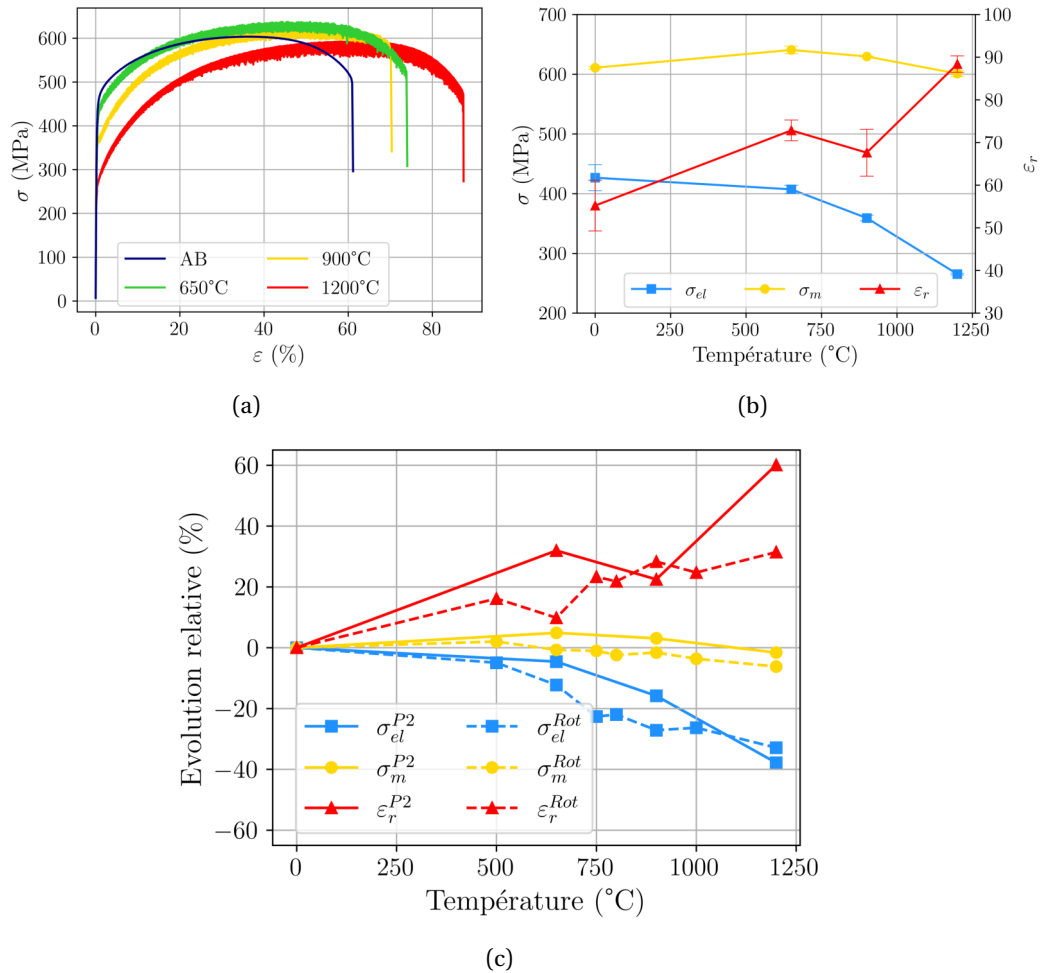


FIGURE E4 : (a) Courbes de traction, (b) évolution des propriétés en traction en fonction de la température et (c) comparaison des évolutions relatives entre les nuances P2 et Rot

Etat de TTh	σ_{el} (MPa)	σ_m (MPa)	ε_r (%)
AB	427 ± 21	611 ± 2	55 ± 6
650°C	407 ± 7	641 ± 6	73 ± 2
900°C	359 ± 5	630 ± 2	67 ± 5
1200°C	265 ± 2	601 ± 5	88 ± 2

TABEAU E4 : Propriétés mécaniques à différents états de TTh

Des essais de traction ont été réalisés sur 3 éprouvettes de chaque état de la nuance P2. Les méthodes relatives aux essais de traction sont décrites en partie 2.2.3.3. Un exemple de courbes de tractions est donné pour chaque température en figure E3a. La figure E4b représente l'évolution des propriétés avec la température de TTh alors que la figure E4c compare les évolutions de propriétés relatives des lots P2 et Rot. Les valeurs numériques d'allongement à rupture ε_r , de résistance maximale σ_m et de limite d'élasticité σ_{el} sont données dans le tableau E4

L'allongement à rupture ε_r augmente globalement de manière linéaire entre l'état as-built et 1200°C. Cette évolution est comparable à celle déjà observée sur les éprouvettes du lot Rot.

La résistance maximale σ_m en traction augmente légèrement après un TTh à 650°C. Elle diminue ensuite pour atteindre une valeur très proche de celle de l'état as-built après un TTh à 1200°C. Avec les éprouvettes Rot, la diminution de σ_m débutait dès 600°C. Néanmoins, les évolutions de cette grandeur restent assez faibles et sont donc comparables entre les deux nuances.

La limite d'élasticité σ_{el} diminue avec la température. Cette diminution est plus faible entre 750 et 1000°C pour la nuance P2 comparée aux éprouvettes Rot. Outre cette différence, les évolutions relatives globales sont proches notamment aux faibles et hautes températures de traitement.

Ainsi, les mêmes TThs entraînent globalement les mêmes effets entre les deux nuances : une augmentation de l'allongement à rupture, une légère décroissance de la résistance maximale (inférieure à 10%) ainsi qu'une diminution marquée de la limite d'élasticité. Les résultats obtenus au chapitre 3 sont donc généralisables à plusieurs microstructures as-built et pour différentes compositions chimiques de poudres.

F Diffractogrammes utilisés pour la détermination des densités de dislocations

La figure F1 rassemble les diffractogrammes des échantillons Chess réalisés après différentes températures de TThs. La figure F2 montre un zoom sur les angles 2θ compris entre 42 et 52°. La phase sigma devrait montrer plusieurs pics de diffraction dans cette gamme angulaire [111]. Or, aucun pic supplémentaire n'est détecté sur les échantillons 800 ou 900°C, ce qui indique que le taux volumique de phase σ dans les échantillons est inférieur à la limite de détection de la DRX, soit environ 2%.

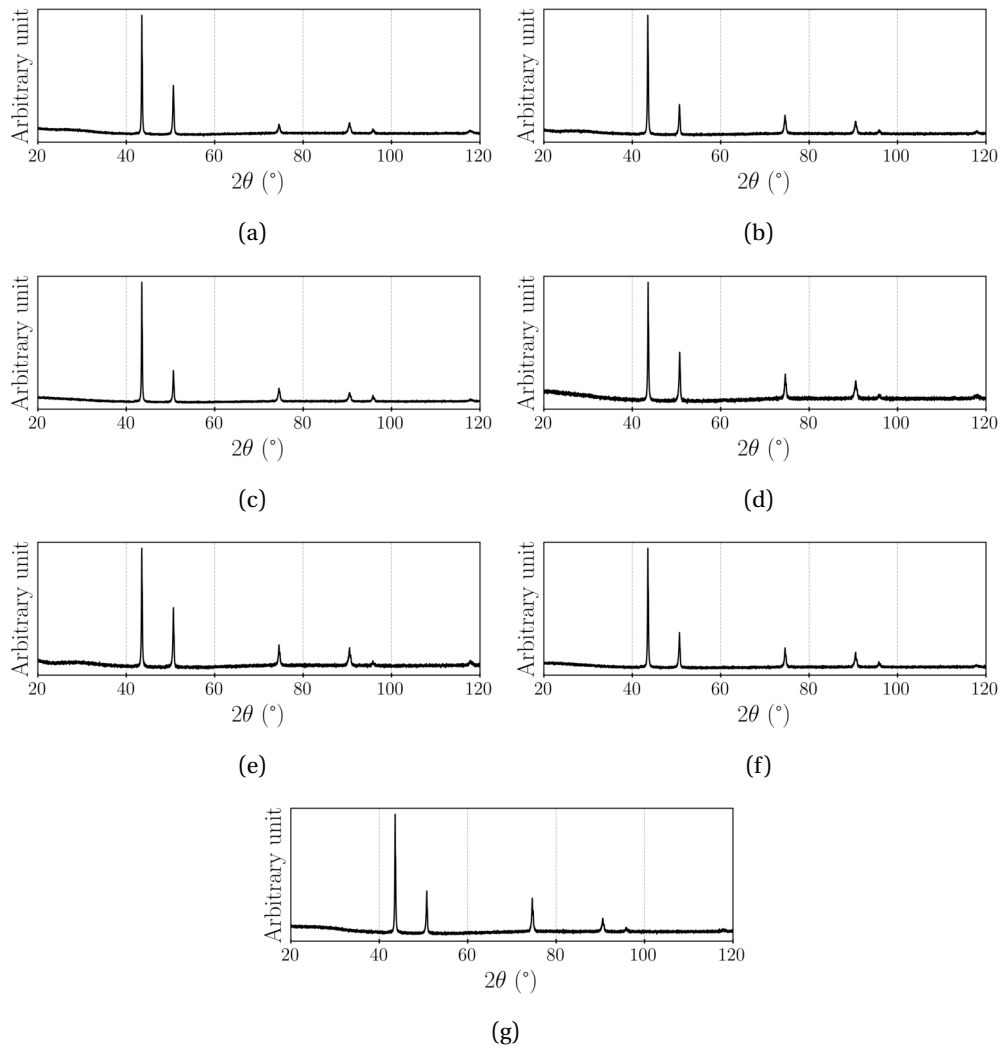


FIGURE F1 : Diffractogrammes des échantillons Chess réalisés après différentes températures de TThs : (a) AB, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 650°C, (e) 800°C, (f) 900°C, et (g) 1200°C

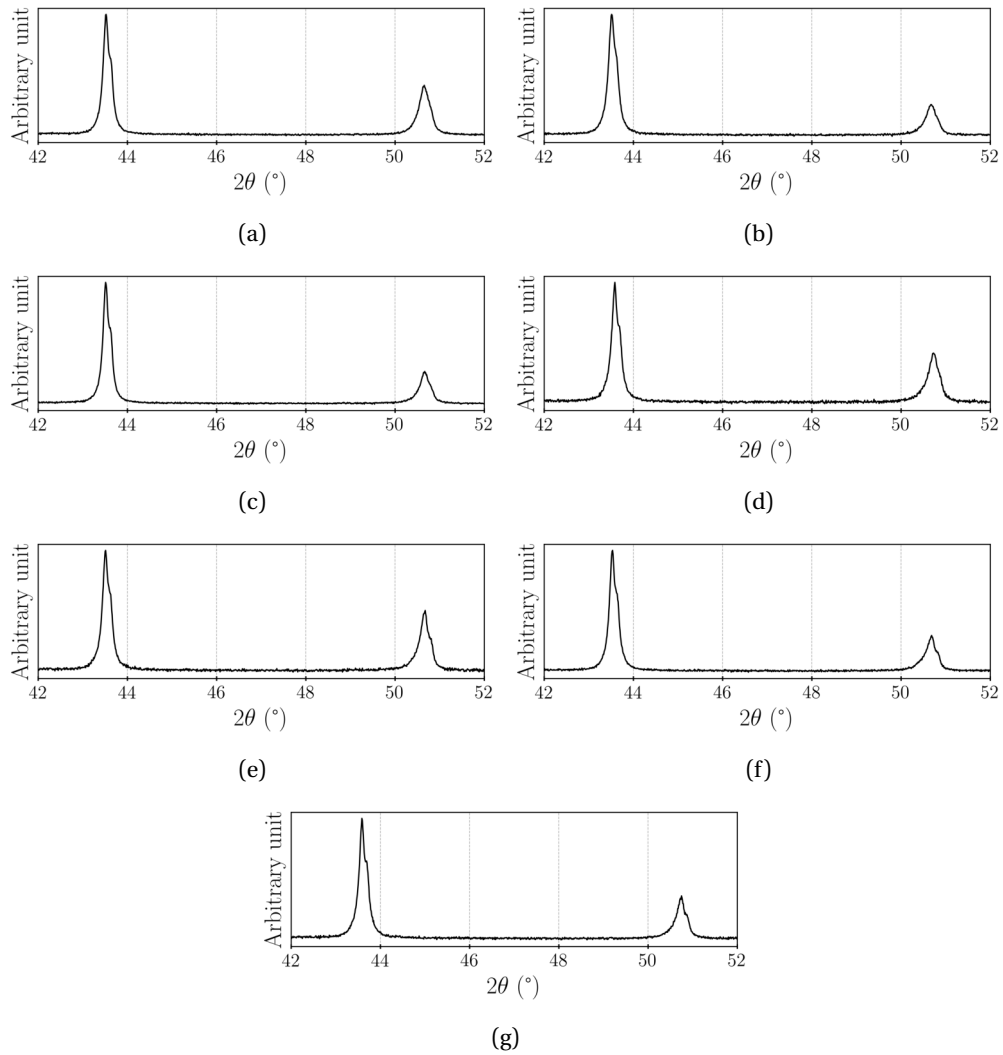


FIGURE F2 : Zoom entre 42 et 52° sur les diffractogrammes des échantillons Chess réalisés après différentes températures de TThs : (a) AB, (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 650°C, (e) 800°C, (f) 900°C, et (g) 1200°C

G Essais d'auto-échauffement

Les essais d'auto-échauffement sont communément utilisés pour estimer de façon rapide et avec un très faible nombre d'éprouvettes (dès 1-2) une limite de fatigue. Cette méthode consiste à mesurer l'évolution de la température de l'éprouvette durant un chargement cyclique à une contrainte donnée. Physiquement, l'augmentation de température dans l'éprouvette est liée à la dissipation d'énergie induite par les mécanismes de micro-plasticité [143].

Sous chargement cyclique à une amplitude de contrainte constante, la température subit un premier régime d'augmentation, puis une stabilisation et enfin, si la contrainte est supérieure à la limite de fatigue, une augmentation exponentielle finale liée à la rupture de l'éprouvette. Le principe de la détermination de limite de fatigue par auto-échauffement consiste à mesurer l'évolution de la température stabilisée pour différents niveaux d'amplitude de contrainte par niveau de contrainte croissant. L'évolution de la température stabilisée en fonction de la contrainte appliquée permet alors la détermination d'une limite de fatigue à partir de l'identification de différents régimes dissipatifs [89], [143].

G.0.1 Conditions d'essais

Les essais ont été réalisés à température ambiante, à l'air, sur des éprouvettes cylindriques avec méplats, sous chargement de traction-compression uniaxiale ($R = -1$), à force imposée suivant un signal sinusoïdal, à une fréquence de 10 Hz et avec une machine de fatigue servo-hydraulique Instron 8874 localisée à l'ICA Toulouse. Quatre thermocouples de type K ont été utilisés pour mesurer les températures :

- du mors mobile (θ^{mob})
- du mors fixe (θ^{fix})
- du méplat (thermocouple collé au centre du méplat) (θ^{mep})
- d'une zone de l'éprouvette sans méplat (thermocouple collé diamétralement opposé au méplat) (θ^{epv})

Le premier palier de contrainte correspond à une force maximale de 1414 N, soit 70 MPa au centre du méplat. L'incrément entre deux paliers est de 1414 N. 4000 cycles sont effectués à chaque palier et deux paliers sont séparés par un palier à contrainte nulle pour que l'éprouvette retrouve une température stable proche de la température ambiante initiale. Ces paramètres ont été choisis sur la base des expériences réalisées par [256]. L'incrément de contrainte entre deux paliers est suffisamment faible par rapport aux incertitudes de mesures de températures, et le nombre de cycles par palier est suffisant puisqu'il permet d'observer la stabilisation de la température comme le montre la figure G1.

La figure G1 illustre l'évolution de la température des différents thermocouples au cours d'un palier d'auto-échauffement. La zone I correspond au temps pendant lequel la température est enregistrée sans que le chargement mécanique ne soit appliqué. Elle permet de mesurer les températures initiales des différents thermocouples (θ_0^{mep} , θ_0^{mob} , θ_0^{fix}).

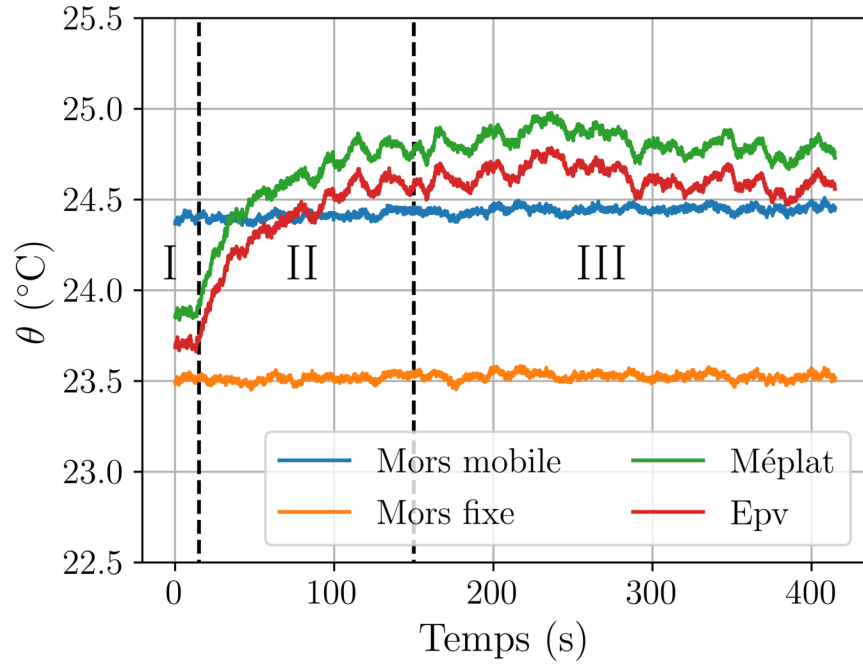


FIGURE G1 : Évolution de la température en fonction du nombre de cycles lors d'un palier d'essais d'auto-échauffement

La zone **II** correspond à l'augmentation de la température dans l'éprouvette suite à l'application du chargement en fatigue. Cette augmentation résulte de l'activation des mécanismes de micro-plasticité dans l'éprouvette. Les thermocouples positionnés sur le méplat et diamétralement opposés au méplat suivent des augmentations similaires alors que les températures des mors restent stables. Il est intéressant de noter que l'augmentation de température a tout d'abord lieu dans le méplat puis dans la zone opposée. Ceci s'explique car les mécanismes de micro-plasticité s'activent préférentiellement dans le méplat (puisque la contrainte y est supérieure), et la chaleur diffuse jusqu'au thermocouple opposé. L'augmentation de température du thermocouple opposé au méplat est donc très probablement influencée par celle du méplat. C'est pourquoi seule la température issue du thermocouple collé sur le méplat sera exploitée.

Enfin, la zone **III** correspond au domaine pour lequel la température de l'éprouvette est stabilisée. Les températures finales utilisées pour le calcul de l'élévation de température (θ_f^{mep} , θ_f^{mob} , θ_f^{fix}) seront prises comme la moyenne des températures mesurées sur les 1 000 derniers cycles, soit environ de 300 à 400 s.

Le calcul de l'élévation de température du méplat est corrigé par les possibles, bien que non observées, variations de température des mors (Eq. 15).

$$\Delta\theta = (\theta_f^{mep} - \theta_0^{mep}) - \frac{(\theta_f^{mob} - \theta_0^{mob}) + (\theta_f^{fix} - \theta_0^{fix})}{2} \quad (15)$$

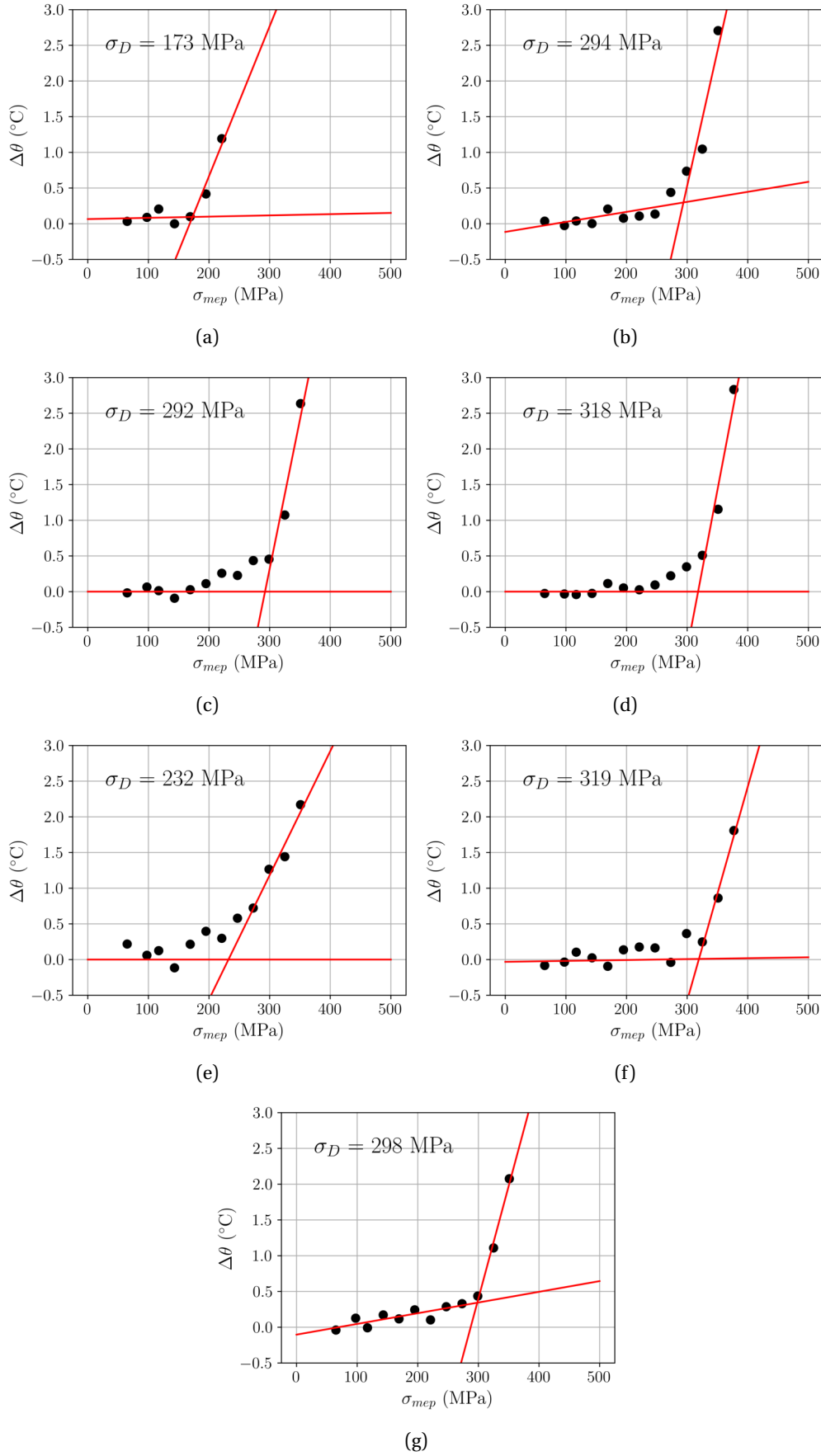


FIGURE G2 : Courbes d'auto'échauffement de (a) Chess-650°C, (b) P4-650°C, (c) C3-650°C, (d) SR-650°C, (e) P2-As buit, (f) P2-650°C, et (g) P2-900°C

G.0.2 Résultats et discussion

La figure G2 rassemble les courbes d'auto-échauffement obtenues sur les différentes éprouvettes. La détermination des deux régimes d'auto-échauffement a été réalisée comme suit.

Pour le premier régime, une régression linéaire à partir des 5 premiers points a été réalisée. Si la pente calculée est négative (du fait de la dispersion des points), le coefficient directeur de la droite a été fixé égal à zéro.

Pour le second régime, les 3 derniers points dont l'élévation de température est inférieure à 3°C ont été considérés dans la régression. En effet, au-delà de 3°C, la température n'a jamais atteint de régime stabilisé pour le nombre de cycles maximum fixé (4 000 cycles). D'après Munier et al. [143] le premier régime correspond à la réorganisation des arrangements de dislocations, tandis que le second régime correspond à des mécanismes de micro-plasticité comme le glissement de dislocations.

D'après la littérature, les points du premier régime (resp. second régime) correspondent à des niveaux de contraintes inférieurs (resp. supérieurs) à la limite de fatigue. L'intersection des deux droites de régression donne une estimation de la limite de fatigue correcte pour un certain nombre d'alliages [89]. Cependant, cette approche ne considère que la plasticité comme moteur de l'endommagement en fatigue, ce qui peut amener à des erreurs de prédiction de la limite de fatigue dans certains cas.

Pour les éprouvettes contenant de larges manques de fusion ($\sqrt{aire} > 100 \mu\text{m}$) (Chess, P4, C3) la limite de fatigue déterminée par auto-échauffement est toujours supérieure à celle déterminée par les courbes S-N (tableau 2.9). Ziri [256] considère que dans ce cas, la limite de fatigue déterminée par auto-échauffement correspond à celle de la matrice sans défaut. Cependant, ces limites de fatigue de matrices sans défaut sont très probablement sous-estimées à cause de la surface non portante occupée par les défauts. De plus, les sur-contraintes locales associées à la présence de défauts entraînent une élévation de la température pour des contraintes plus faibles qu'en l'absence de défauts. Ces deux effets (sur-contrainte moyenne liée à la surface non-portante des défauts, et sur-contrainte locale liée à la géométrie des défauts), tendent à sous-estimer la limite de fatigue de la matrice par auto-échauffement. Finalement, la méthode utilisée ici montre ses limites. Il faudrait avoir une prise en compte plus fine de la présence des défauts dans le dépouillement des courbes d'auto-échauffement pour avoir une meilleure estimation de la limite de fatigue.

Néanmoins, la limite de fatigue du lot Chess est inférieure à celle des lots C3 et P4 et les limites de fatigue de C3 et P4 sont équivalentes, comme obtenu par les courbes S-N (tableau 2.9). Ces résultats indiquent que les niveaux de variations de la microstructure des matériaux C3 et P4 ne modifient pas les seuils d'activation de la microplasticité, et donc, d'après la méthode d'auto-échauffement, de la limite d'endurance. Pourtant, les microstructures des éprouvettes C3 et P4 sont fondamentalement différentes en termes de taille de grains et d'orientations cristallines. Des essais supplémentaires seraient nécessaires pour étudier cette controverse.

Pour les éprouvettes ne contenant pas de gros manques de fusions ($\sqrt{aire} > 100 \mu\text{m}$) (SR, P2) les limites de fatigue déterminées par auto-échauffement sont directement comparables à celles des courbes S-N (tableau 2.9). Cependant, aucune différence entre les lots SR-650 et P2-650 n'est obtenue par auto-échauffement alors que les courbes S-N montrent un écart de l'ordre de 20 MPa attribué à des différences de ductilité. Enfin, concernant l'effet des TThs, l'auto-échauffement prédit une limite de fatigue du lot P2-As-built inférieure à celles

des éprouvettes traitées à 650 ou 900°C, et des limites de fatigue comparables entre les états traités à 650 ou 900°C. Un bon accord avec les courbes S-N est donc observable (tableau 2.9). Cependant, la limite de fatigue de P2-As-built est sous-estimée par rapport aux courbes S-N.

Lot	$\sigma_D^{auto-chauffement}$ (MPa)	σ_D^{S-N} (MPa)
Chess	173	115
P4	294	145
C3	292	150
SR	318	300
P2-AB	232	280
P2-650°	319	315
P2-900°C	298	320

TABLEAU G2 : Comparaison des limites de fatigue obtenues par auto-échauffement et courbes S-N

Finale­ment, les essais d'auto-échauffement ne permettent pas retrouver de manière fiable les limites de fatigue obtenues par les courbes S-N. Ces essais semblent être plus appropriés pour les microstructures ayant peu de défauts.

Une méthode pour estimer les limites de fatigue réelles des matériaux à défauts a été proposée par Ziri. Cette méthode consiste à considérer que l'élévation de température entre les régimes 1 et 2 correspond à un régime intermédiaire lié à la localisation plastique induite par les défauts. En appliquant cette méthode, deux limites de fatigue peuvent alors être déterminées, l'une pour le matériau à défauts, l'autre pour la matrice sans défaut. Cependant, en appliquant cette méthode aux matériaux P2 et SR (contenant des manques de fusions fins), la limite de fatigue "à défauts" serait largement sous estimée par rapport aux courbes S-N. Cette méthodologie d'analyse ne sera donc pas retenue ici.

D'autres auteurs considèrent que l'élévation de température entre les régimes 1 et 2 correspond plutôt à l'activation progressive des sites de micro-plasticité au sein de la microstructure. En considérant que la micro-plasticité se développe sur les systèmes de glissement [143], l'activation des sites est fonction de l'orientation cristallographique des grains. En effet, l'activation du glissement dépend de la cis­sion résolue sur le plan de glissement considéré. Dans ce cas, un matériau très texturé devrait montrer une élévation de température soudaine puisque la plupart des sites de micro-plasticité s'activeraient en même temps. Or, malgré que les éprouvettes C3 soient très texturées, l'élévation de température est progressive entre les deux régimes d'auto-échauffement G2c. Ainsi, cette hypothèse expliquant l'élévation progressive de la température en fonction de l'orientation cristallographique globale reste imparfaite.

Cette campagne d'essais d'auto-échauffement a été réalisée pour davantage investiguer l'influence de la microstructure sur les mécanismes de microplasticité. Cependant, le très faible nombre d'éprouvettes disponibles, l'incertitude reliée à la méthode d'analyse et à l'interprétation des données ne permettent pas de conclure de manière rigoureuse et fiable sur de possibles influences microstructurales sur le comportement en fatigue.

H Figures supplémentaires de 3DXRD

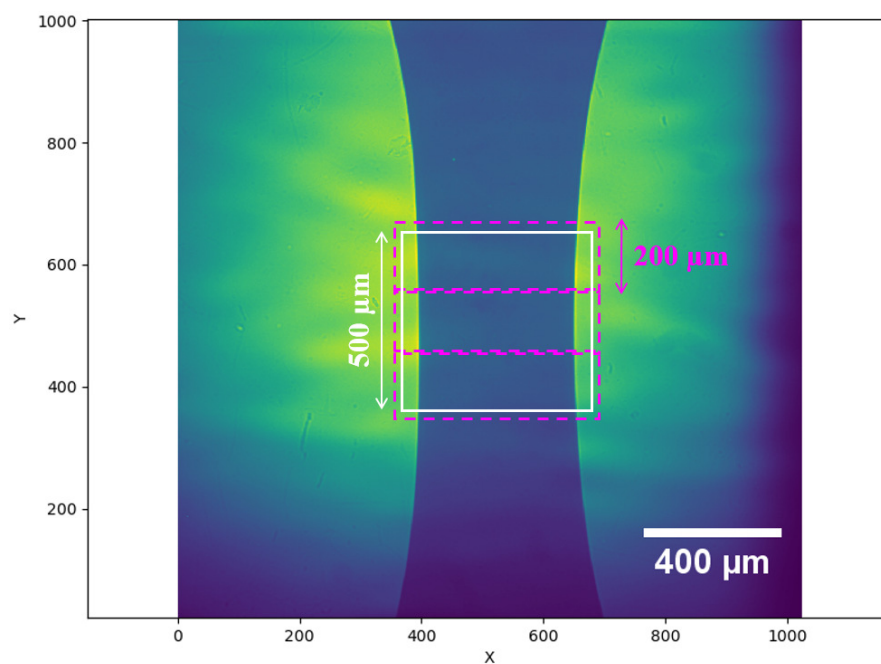


FIGURE H1 : Image de tomographie obtenue sur l'échantillon de fatigue *in-situ* B2 avant essai. Le carré blanc de 500 μm définit la zone d'analyse en 3DXRD, les trois rectangles roses montrent les zones de scan de DCT à l'état initial.

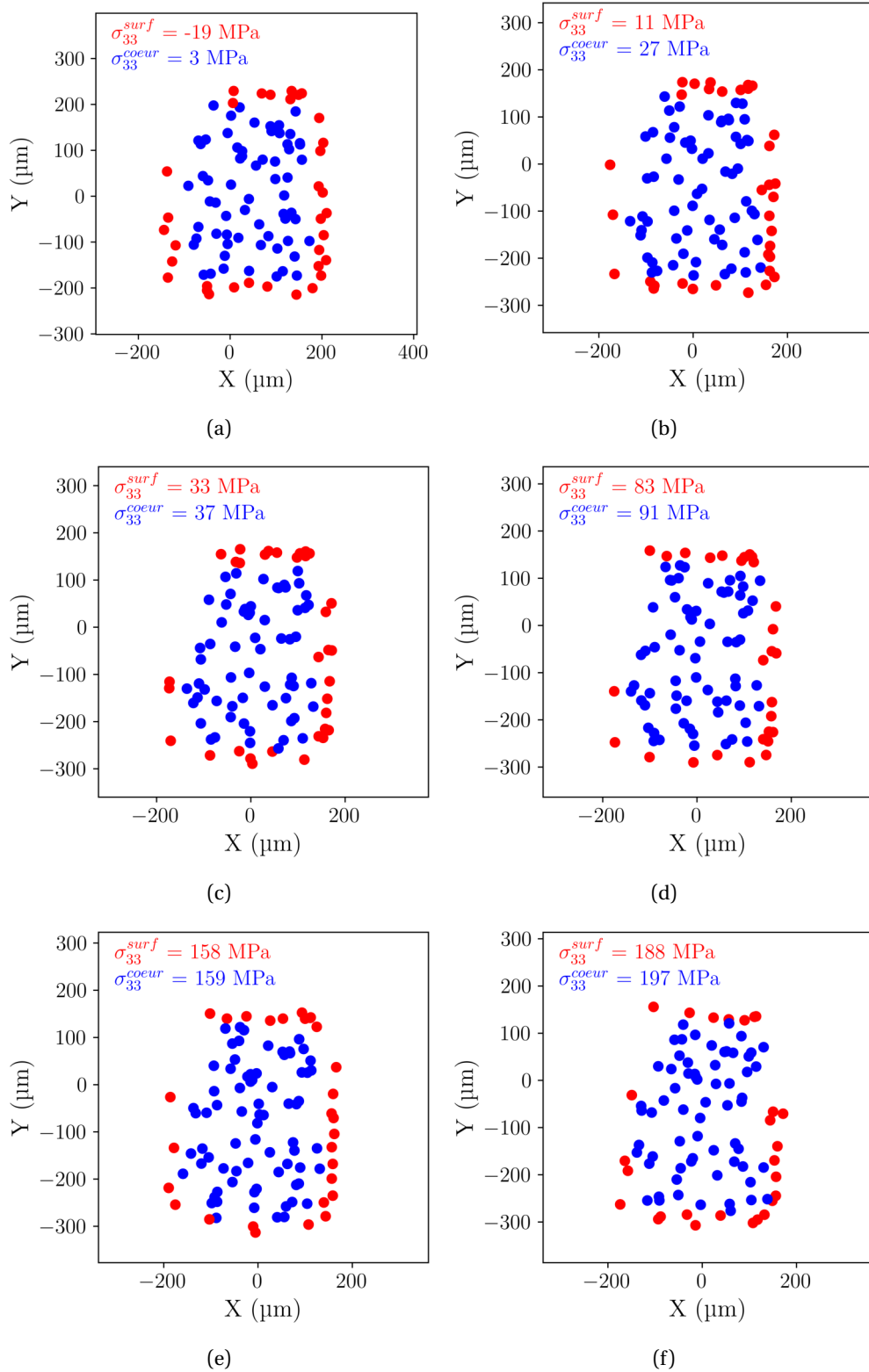


FIGURE H2 : Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction *in-situ*. Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de 30 μm de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{33}^{coeur} et σ_{33}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.

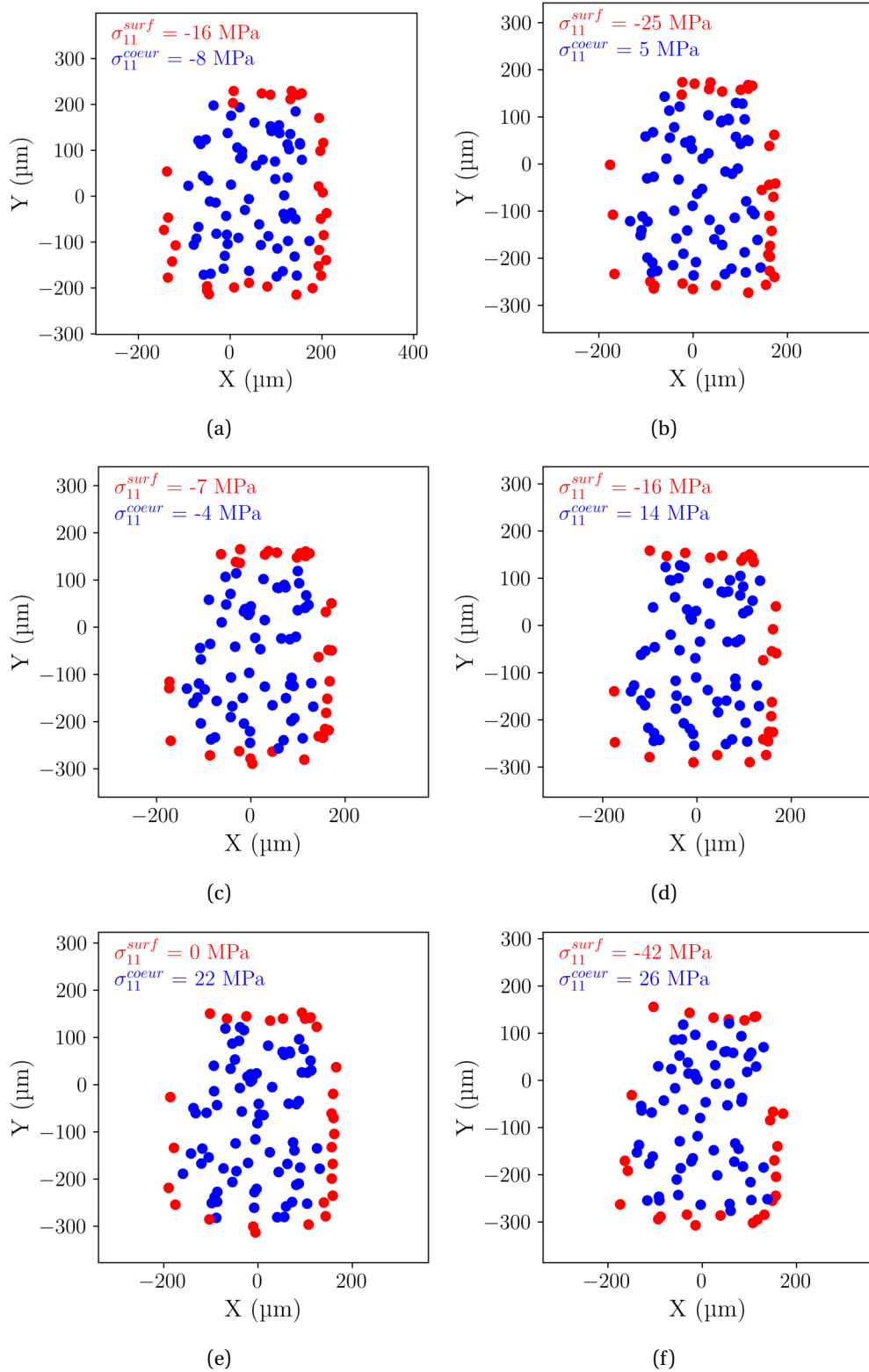


FIGURE H3 : Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction *in-situ*. Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de 30 μm de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{11}^{coeur} et σ_{11}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.

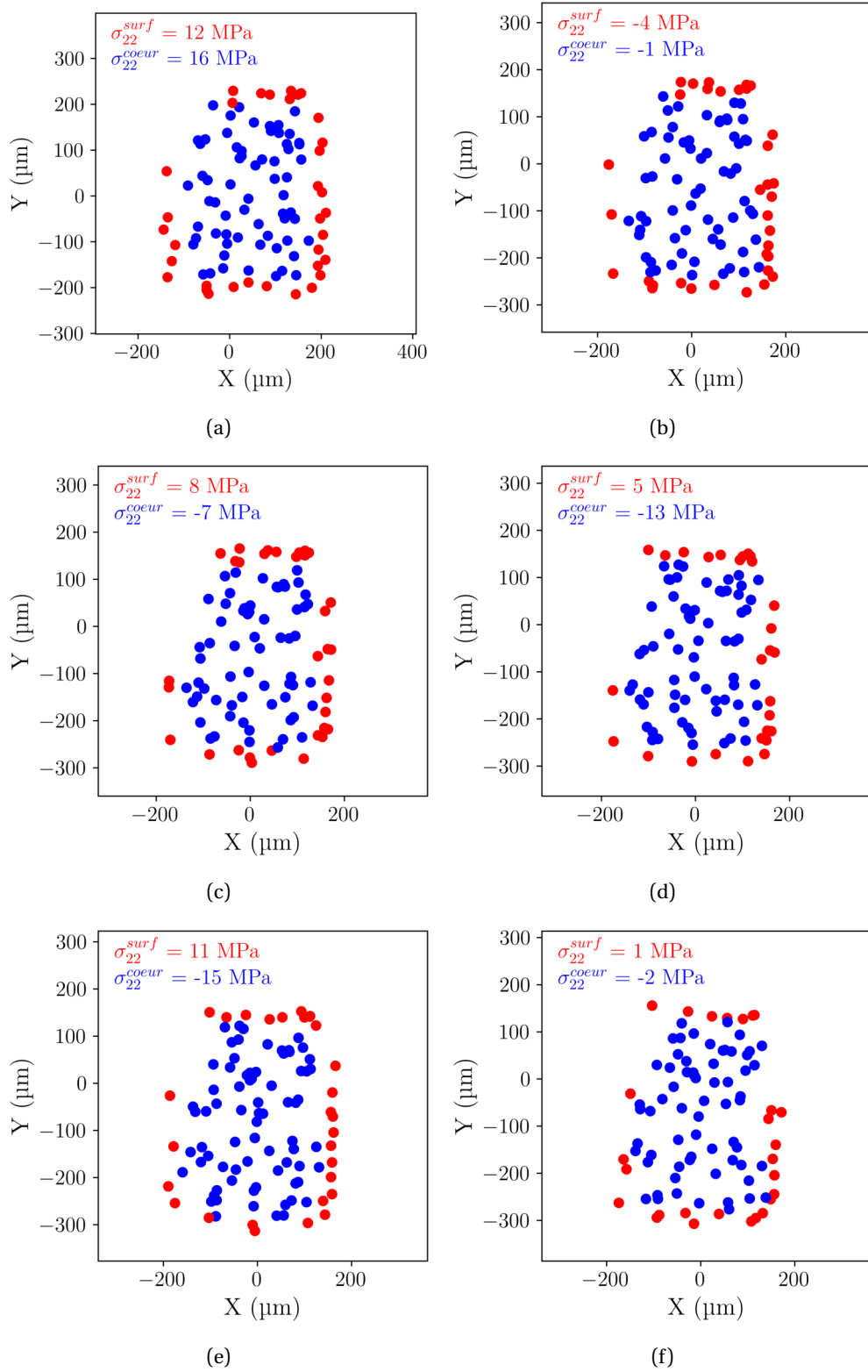


FIGURE H4 : Projection dans le plan XY des positions des grains de l'éprouvette de traction *in-situ*. Les grains dont le centre de masse est éloignée de moins de $30 \mu\text{m}$ de la surface sont considérés comme des grains ayant de surface ou proche surface (en rouge). Les autres (en bleu) sont considérés comme des grains de coeur. Les contraintes σ_{22}^{coeur} et σ_{22}^{surf} sont les moyennes des contraintes déterminées par 3DXRD de chaque groupe.

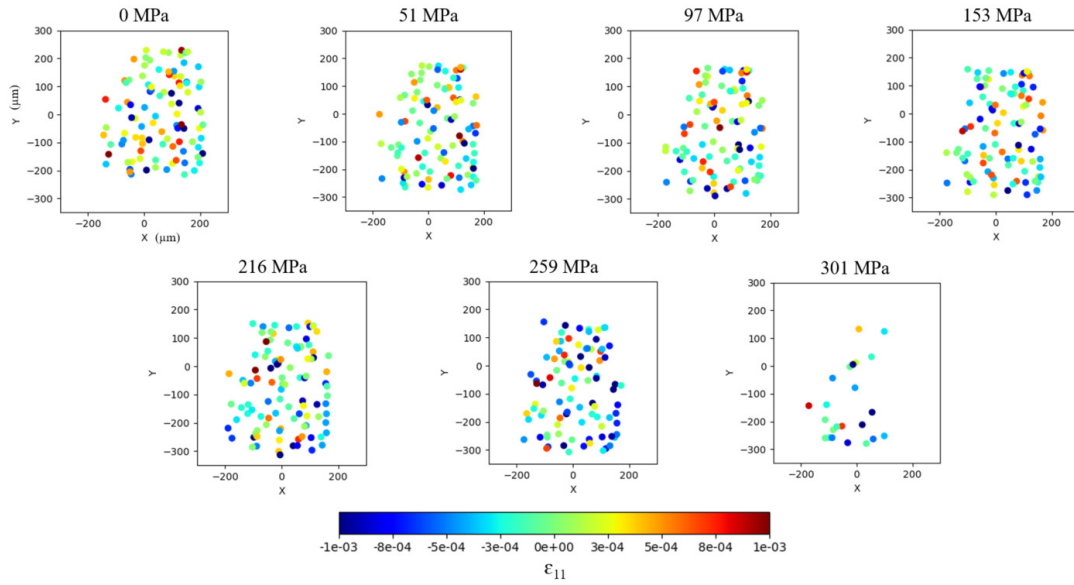


FIGURE H5 : Cartographies de l'évolution des déformations ε_{11} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains dans le plan XY de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.

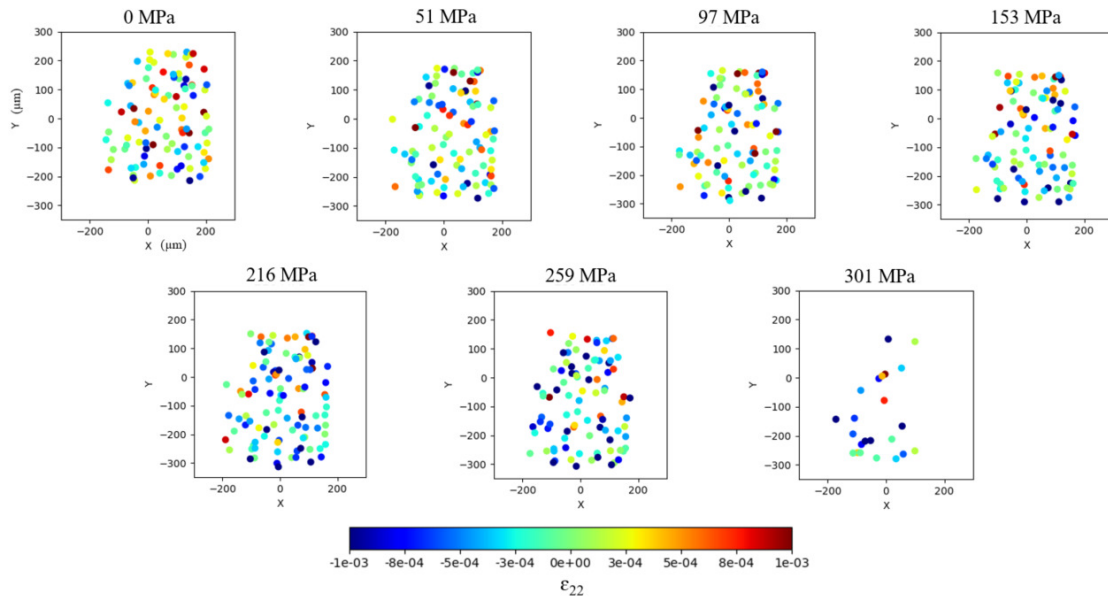


FIGURE H6 : Cartographies de l'évolution des déformations ε_{22} en fonction du pas de chargement macroscopique et de la position des grains dans le plan XY de l'échantillon. La direction de chargement est la direction Z.

I Clichés de topo-tomographie

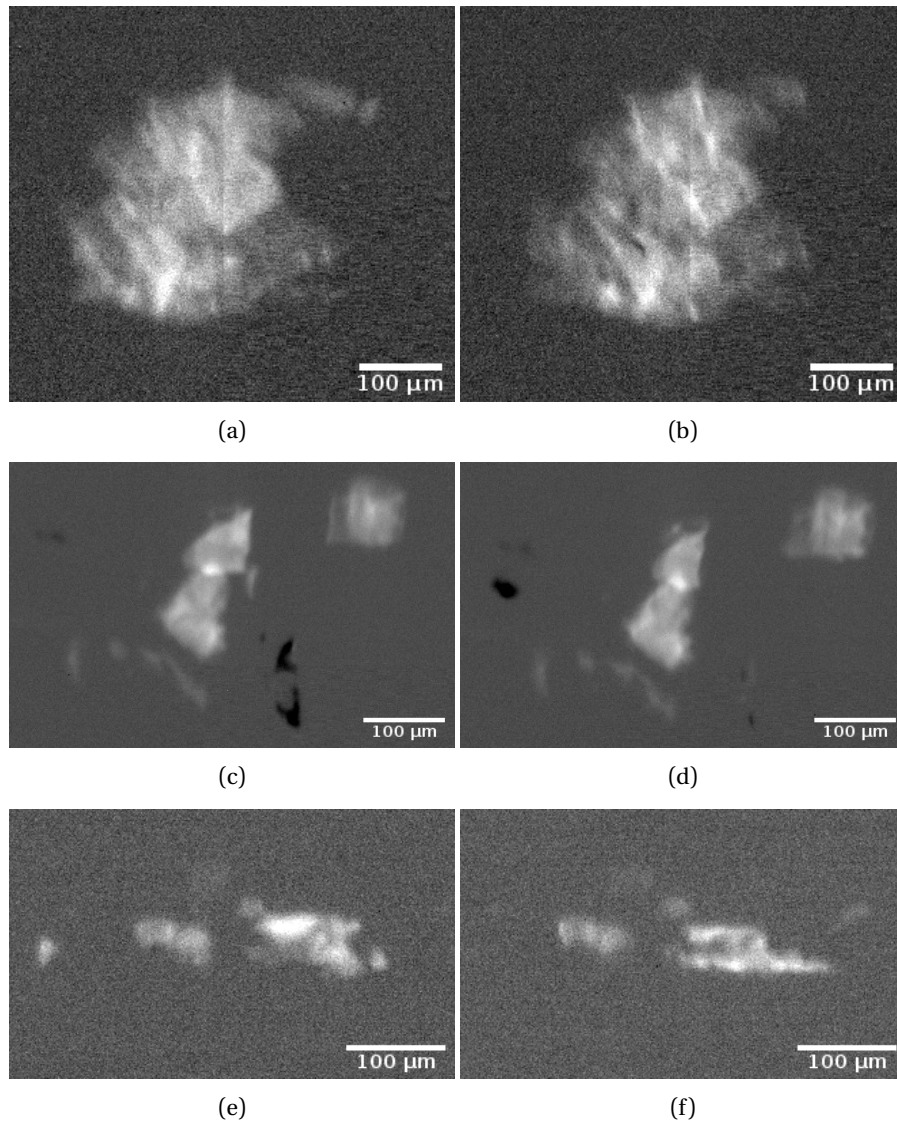


FIGURE II : Cliché intégré de topo-tomographie à un angle ω donné pour les trois grains suivis aux états initiaux (a,c,e) et après les deux blocs de chargement en fatigue (b,d,f). (a-b) Grain A, (c-d) grain B et (e-f) grain C.

Apport de la fabrication additive pour la compréhension de la compétition défauts/microstructure sur le comportement en fatigue de l'acier inoxydable 316L

RÉSUMÉ :

La fabrication additive métallique, et plus particulièrement le procédé de fusion laser sur lit de poudre (LPBF), est de plus en plus répandue dans le milieu industriel. La compréhension de l'impact de ce procédé sur la microstructure et les propriétés des alliages est primordiale pour l'optimisation des propriétés en service des pièces LPBF. D'un point de vue scientifique, les possibilités de contrôle microstructural offertes par ce procédé sont une opportunité pour l'étude de la contribution des différentes échelles de la microstructure au comportement en fatigue des métaux.

Les travaux présentés dans cette thèse sont consacrés à la compréhension de l'effet des différents constituants de la microstructure induite par le procédé LPBF sur le comportement en fatigue de l'acier 316L. Cette étude peut être divisée en deux volets majeurs. Le premier concerne l'étude du lien procédé-microstructure. L'effet des paramètres procédés sur les populations de défauts et la microstructure polycristalline a été investigué. De plus, cette étude a été complétée par une analyse de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure à plusieurs échelles. Les résultats de ce premier volet ont permis de sélectionner des lots d'éprouvettes de fatigue à populations de défauts et microstructures contrôlées.

Le second volet a été consacré à l'analyse multi-échelle de l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles. L'impact des spécificités microstructurales dues au procédé LPBF a particulièrement été investigué via les lots d'éprouvettes sélectionnés. De plus, une approche originale basée sur l'utilisation de la diffraction de neutrons couplée avec des modèles numériques basés sur une modélisation explicite de la microstructure et une loi de plasticité cristalline, a permis d'étendre l'étude du comportement macroscopique à l'analyse du comportement micromécanique de l'acier 316L LPBF.

Mots clefs: Microstructure, Fatigue, Fabrication additive, Grands instruments, Modélisation multi-échelle, Acier inoxydable 316L

Contribution of additive manufacturing to the understanding of defect/microstructure competition on the fatigue behavior of 316L stainless steel

ABSTRACT :

Metal additive manufacturing, and more specifically the Laser Powder Bed Fusion (LPBF) process, is becoming more and more widespread in the industrial environment. The understanding of the impact of this process on the microstructure and properties of alloys is essential for the optimization of the in-service properties of LPBF parts. From a scientific point of view, the possibilities of microstructural control offered by this process are an opportunity to study the contribution of the different length scales of the microstructure to the fatigue behavior of metals.

The work presented in this thesis is devoted to the understanding of the effect of the different microstructure components induced by the LPBF process on the fatigue behavior of 316L stainless steel. This study can be divided into two major parts. The first one concerns the study of the process-microstructure link. The effect of the process parameters on the defect populations and the polycrystalline microstructure was investigated. Moreover, this study was completed by an analysis of the effect of heat treatments on the microstructure at several length scales. The results of this first part allowed the selection of fatigue specimens with controlled defect population and microstructure.

The second part was devoted to the multi-scale analysis of the influence of the microstructure on the high cycle fatigue behavior. The impact of microstructural specificities due to the LPBF process was particularly investigated using the previously selected specimens. Moreover, an original approach based on the use of neutron diffraction coupled with numerical models based on an explicit modeling of the microstructure and a crystalline plasticity law, allowed to extend the study of the macroscopic behavior to the analysis of the micromechanical behavior of the 316L LPBF stainless steel.

Keywords: Microstructure, Fatigue, Additive manufacturing, Synchrotron and neutron diffraction, Multi-scale modelling, 316L stainless steel