



HAL
open science

Evolution microstructurale de l'acier 316L élaboré par fabrication additive (LPBF et WAAM) et influence sur son comportement à rupture

Edouard de Sonis

► To cite this version:

Edouard de Sonis. Evolution microstructurale de l'acier 316L élaboré par fabrication additive (LPBF et WAAM) et influence sur son comportement à rupture. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2024. Français. NNT: 2024UPSLM002 . tel-04565808

HAL Id: tel-04565808

<https://pastel.hal.science/tel-04565808>

Submitted on 2 May 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.



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à Mines Paris - PSL

Evolution microstructurale de l'acier 316L élaboré par fabrication additive (LPBF et WAAM) et influence sur son comportement à rupture

Soutenue le 16/01/2024 par
Edouard DE SONIS

Dirigée par
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON

Encadrement :
Sylvain DEPINOY,
Pierre-François GIROUX,
Hicham MASKROT, Flore VILLARET

École doctorale n° 621
**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Énergétique**

Spécialité
**Sciences et Génie des
Matériaux**

Composition du jury :

Thierry BAUDIN Directeur de recherche CNRS, ICMMO	<i>Président</i>
Thomas PARDOEN Professeur, UCLouvain	<i>Rapporteur</i>
Clément KELLER Professeur des universités, UTTOP	<i>Rapporteur</i>
Eric ANDRIEU Professeur émérite, ENSIACET	<i>Examineur</i>
Sylvain DEPINOY Chargé de recherche, Mines Paris - PSL	<i>Examineur</i>
Pierre-François GIROUX Ingénieur-chercheur, CEA Saclay	<i>Examineur</i>
Hicham MASKROT Ingénieur-chercheur, CEA Saclay	<i>Examineur</i>
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Professeur, MINES Paris - PSL	<i>Directeur de thèse</i>

Remerciements

Je veux en premier lieu adresser mes plus vifs et mes plus reconnaissants remerciements à Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon pour son admirable direction pendant ces trois années de thèse. Son exigence scientifique, ses grandes qualités d'écoute et d'enseignement, ainsi que sa gentillesse et sa disponibilité à toute épreuve ont été déterminantes dans la réussite de ces travaux et dans le plaisir que j'ai pris à les réaliser. Je remercie chaleureusement toute mon équipe d'encadrement : Sylvain Dépinoy, pour ce beau travail d'équipe, les nombreuses manip, sans oublier les passionnantes controverses scientifiques et sur d'autres sujets (aligot vs. truffade par exemple...), Pierre-François Giroux et Hicham Maskrot, pour le temps qu'ils ont consacré à monter ce projet de thèse, la mise à disposition de nombreux moyens expérimentaux du CEA, leur appui scientifique et technique, ainsi que pour les moments sympathiques et les discussions vraies que nous avons pu partager, et enfin, Flore Villaret pour le suivi de ces travaux et l'apport d'un point de vue industriel aux nombreuses questions qui ont été abordées.

Je remercie tous mes collègues doctorants, techniciens, ingénieurs, post-doctorants, ainsi que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, au Centre des Matériaux, au CEA ou à EDF, par une discussion, une manip complexe, un coup de marteau ou encore, un sourire, à la réussite de cette thèse. Je remercie tout particulièrement tous ceux que j'ai côtoyés quotidiennement (ou plutôt un jour sur deux en moyenne, certains diraient peut-être un jour par semaine mais passons...) au LTMEx et au Centre des Matériaux pour les bons moments que nous avons passés ensemble, les (nombreux) débats politiques, culinaires, philosophiques, agronomiques... des pauses café, les critiques plus ou moins justifiées au sujet de mon "vin", les promenades en kart, en Italie, ou entre deux bars parisiens et pour la bonne humeur générale. Je remercie également Léo Monier et son équipe d'encadrement à Grenoble pour les nombreux échanges scientifiques que nous avons eus au sujet de nos matériaux communs.

Enfin, je veux remercier les membres de mon jury de thèse : Thierry Baudin pour l'avoir présidé, Clément Keller et Thomas Pardoën pour leurs rapports attentifs et exigeants de mes travaux et Eric Andrieu, à qui je dois mon attrait pour la métallurgie. Ma reconnaissance va également à tous ceux qui sont venus assister à ma soutenance, parfois de loin (Saclay, Evry, Narbonne, Polminhac, Montpellier, Chalon-sur-Saône, Grenoble... ou encore de leur boucherie du 5^e arrondissement), et qui ont contribué à la joie et à la convivialité de ce moment (sans oublier la participation bienvenue de l'alarme incendie) !

Table des matières

Introduction	5
Chapitre I : État de l'art.....	7
I.1 Les procédés de fabrication additive LPBF et WAAM	7
I.1.1 Le procédé LPBF	7
I.1.2 Le procédé WAAM.....	8
I.2 L'acier 316L.....	9
I.2.1 Composition	9
I.2.2 Solidification et microstructures	10
I.2.3 Particularités induites par les procédés de fabrication additive	12
I.3 Microstructures et propriétés mécaniques de l'acier 316L LPBF	13
I.3.1 Microstructures de l'acier 316L LPBF.....	13
I.3.2 Comportement mécanique de l'acier 316L LPBF.....	24
I.3.3 Synthèse partielle : l'acier 316L LPBF	30
I.4. Microstructures et comportement mécanique de l'acier 316L WAAM.....	31
I.4.1 Microstructures de l'acier 316L WAAM.....	31
I.4.2 Comportement mécanique de l'acier 316L WAAM.....	35
I.4.3 Synthèse partielle : l'acier 316L WAAM	37
I.5 Synthèse de l'état de l'art.....	38
Chapitre II : Evolution microstructurale en température de l'acier 316L LPBF	40
II.1 Elaboration des matériaux LPBF	40
II.1.1 Aciers bruts de fabrication.....	40
II.1.2 Traitements thermiques.....	42
II.2 Evolution microstructurale en température des aciers A et B.....	42
II.2.1 Microstructures brutes de fabrication	42
II.2.2 Influence de la microstructure brute de fabrication de l'acier 316L LPBF sur sa cinétique de recristallisation	49
II.2.3 Microstructures des aciers A et B aux états détensionné, homogénéisé / partiellement restauré et recristallisé	60
II.4 Synthèse.....	67
Chapitre III : Comportement à rupture de l'acier 316L LPBF à température ambiante.....	68
III.1 Comportement en résilience et ténacité de l'acier 316L LPBF	68
III.1.1 Plan d'expériences et exploitation des essais mécaniques	68
III.1.2 Résilience	70
III.1.3 Ténacité	81
III.2 Corrélations résilience – ténacité.....	84

III.3 Effet des éléments de microstructure sur le comportement à rupture de l'acier 316L LPBF...	86
III.3.1 Comportement à rupture de l'acier A aux trois états microstructuraux.....	86
III.3.2 Comparaison entre les comportements des aciers A et B.....	90
III.4 Comparaison avec des aciers 316L mis en forme par d'autres procédés	91
III.4.1 Comparaison entre l'acier 316L LPBF TT600 et l'acier 316L forgé.....	91
III.4.2 Comparaison entre l'acier 316L LPBF et l'acier 316L CIC.....	93
III.5 Synthèse.....	95
Chapitre IV : Comportement à rupture de l'acier 316L LPBF à basse température.....	98
IV.1 Sensibilité de la résilience envers la température d'essai.....	98
IV.1.1 Comportement général	98
IV.1.2 Amorçage et propagation de fissure.....	100
IV.1.3 Mécanismes de rupture.....	104
IV.2 Interprétation de la baisse de résilience de l'acier 316L LPBF avec la température d'essai ..	109
IV.2.1 Effet des éléments de microstructure	109
IV.2.2 Baisse de résilience et durcissement	109
IV.2.3 Effet de l'activation d'un potentiel mécanisme de rupture supplémentaire à basse température.....	112
IV.3 Synthèse	115
Chapitre V : Evolution microstructurale et comportement à rupture de l'acier 316L WAAM – Comparaison avec l'acier 316L LPBF.....	117
V.1 Elaboration des matériaux WAAM.....	117
V.1.1 Fabrication de l'acier 316L WAAM	117
V.1.2 Traitements thermiques	118
V.2 Evolution microstructurale en température de l'acier 316L WAAM.....	119
V.2.1 Microstructure brute de fabrication	119
V.2.2 Etat détensionné (TT600)	123
V.2.3 Etat sigmatisé (TT900).....	125
V.2.4 Evolution à 1200 °C et état recristallisé (TT1200).....	126
V.3 Comportement à rupture de l'acier 316L WAAM	129
V.3.1 Comportement à rupture à température ambiante	129
V.3.2 Comportement à rupture à basse température	135
V.4 Comparaison 316L LPBF / 316L WAAM : vers une meilleure connaissance de l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion.....	145
V.4.1 Importance des populations d'oxydes	145
V.4.2 Effet de la concentration en oxygène.....	148
V.4.3 Grains et anisotropie.....	150
V.4.4 Sensibilité de la résilience envers la température d'essai.....	150
V.5 Synthèse.....	151

Conclusion	154
Annexe 1 : Techniques expérimentales.....	160
Annexe 2 : Comparaison des résultats obtenus avec les aciers LPBF A et B.....	173
Références bibliographiques	178

Introduction

Pallier l'obsolescence des composants des réacteurs à eau pressurisée (REP), induite par le vieillissement des installations actuellement en service sur le territoire national, est un enjeu important pour l'exploitation future du parc nucléaire français. Dans cette optique, le CEA et EDF cherchent à développer des solutions permettant de remplacer rapidement des pièces défectueuses (même anciennes) tout en optimisant les moyens investis (coûts, matière, *etc.*). Parmi ces solutions, la fabrication additive métallique apparaît comme un candidat idéal. Cette famille de procédés permet en effet l'élaboration de pièces à façon et en petite série, ce à quoi les procédés conventionnels de fonderie et de forgeage ne sont pas adaptés. Cependant, construire une pièce en fabrication additive, c'est aussi construire un matériau nouveau, et les microstructures obtenues sont généralement bien différentes de celles élaborées par procédés conventionnels. Il est donc nécessaire, avant d'envisager la mise en service de telles pièces, d'étudier le comportement de leurs matériaux constitutifs pour comprendre les relations entre leurs particularités microstructurales et leurs propriétés mécaniques. Ainsi, une évaluation des caractéristiques de ces matériaux peut être établie au regard des réglementations particulières à l'industrie nucléaire, de même que les possibilités de l'optimisation de leur comportement via le contrôle de leur microstructure.

Dans ce contexte, l'application de la fabrication additive à l'acier inoxydable austénitique 316L apparaît essentielle du fait de l'importante présence de ce matériau dans les circuits primaires et secondaires des REP. Parmi les procédés de fabrication existants, le procédé de fusion laser sur lit de poudre (LPBF), permettant l'élaboration de pièces de tailles de l'ordre du centimètre à la dizaine de centimètres, et le procédé arc-fil (WAAM), classiquement utilisé pour la fabrication de pièces de grandes dimensions (plusieurs mètres), offrent une large gamme de possibilités pour l'élaboration de composants par fabrication additive.

Bien que très nombreuses depuis ces cinq dernières années, les études menées sur l'acier 316L élaboré par les procédés LPBF et WAAM ne concernent, dans leur grande majorité, que deux sujets principaux : les relations procédé – microstructure et les propriétés mécaniques en traction. Le comportement à rupture de ces matériaux est bien moins fréquemment caractérisé et, lorsque c'est le cas, le plus souvent uniquement du point de vue de la fatigue, la résilience et la ténacité n'étant que très rarement abordées. Ces dernières sont cependant d'une importance capitale pour le dimensionnement de composants nécessitant de bonnes propriétés à rupture, particulièrement dans l'industrie nucléaire. L'évaluation de ces propriétés, ainsi que la caractérisation de leurs mécanismes sous-jacents, est donc primordiale avant l'industrialisation de ces matériaux.

Dans ce but, ces travaux de thèse s'intéressent aux relations entre la microstructure et le comportement à rupture des aciers 316L LPBF et 316L WAAM. L'étude croisée de ces deux aciers élaborés par deux procédés bien différents, ayant pour point de départ le matériau LPBF, a par ailleurs pour objectif de dresser des conclusions généralisables aux relations microstructure – propriétés de l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion. Une méthodologie d'évaluation des propriétés à rupture de ce type de matériaux est également développée.

Ces travaux ont été menés dans le cadre d'un projet de recherche initié par EDF et visant à établir une caractérisation globale du comportement mécanique de ces matériaux¹. L'approche adoptée ici est résolument expérimentale. Elle consiste à déterminer, par comparaison des comportements mécaniques de différentes microstructures, l'effet des éléments microstructuraux spécifiques à ces matériaux sur leurs mécanismes de déformation et de rupture, depuis l'échelle de l'éprouvette d'essai mécanique à celle du fond de cupule (ou de la facette de clivage). Outre les différents procédés et matières premières utilisés, l'outil principal de variation des microstructures est le traitement thermique. Une attention particulière est donc accordée à l'évolution microstructurale en température des matériaux tout au long de cette étude.

Une revue de l'état des connaissances relatives à l'évolution microstructurale en température et au comportement mécanique des aciers 316L LPBF et 316L WAAM est menée dans le premier chapitre de ce mémoire, afin de situer ces travaux dans leur contexte scientifique et de mettre en évidence les questions auxquelles ils tenteront d'apporter certaines réponses. L'étude de l'acier 316L LPBF fait l'objet des trois chapitres suivants, celle de l'acier WAAM, du dernier chapitre de ce mémoire.

Dans le cas de l'acier 316L LPBF, les microstructures obtenues en sortie de fabrication ainsi que leur évolution en température sont caractérisées. Une attention particulière est accordée à l'étude des cinétiques de recristallisation de ce matériau à haute température. Des cas microstructuraux variés sont élaborés par l'utilisation de deux types de matières premières ainsi que par l'application de différents traitements thermiques aux matériaux consolidés (chapitre II de ce mémoire).

Des essais de flexion par choc et de déchirure ductile sont mis en œuvre sur ces matériaux dans le but de déterminer leur résilience et leur ténacité à température ambiante, propriétés rarement évaluées pour les aciers élaborés par fabrication additive. La comparaison entre les résultats obtenus sur les différentes microstructures testées permet de déterminer le rôle de chaque élément de microstructure sur le comportement à rupture de cet acier, sous sollicitation quasi-statique (ténacité) et sous condition de chargement mécanique rapide (résilience). Enfin, des corrélations entre résilience et ténacité sont recherchées dans le but de valider, pour ce matériau, l'approche de dimensionnement actuellement utilisée par EDF pour les pièces en acier 316L issues de procédés conventionnels (chapitre III).

En plus des essais à température ambiante, le comportement à rupture de cet acier est également évalué à basse température, jusqu'à -193 °C. Cette partie de l'étude permet d'étendre le champ des connaissances relatives au comportement mécanique de l'acier 316L LPBF dans des domaines de température d'intérêt pour des applications autres que l'industrie nucléaire, par exemple pour le stockage et le transport de gaz liquéfié (chapitre IV).

Concernant l'acier 316L WAAM, une démarche similaire, mais appliquée à un plan d'expériences plus restreint capitalisant sur les connaissances acquises pour l'acier LPBF, permet de caractériser le comportement à rupture de ce matériau dans différents états microstructuraux, à température ambiante et à température cryogénique (chapitre V). Enfin, la comparaison des résultats obtenus sur les aciers 316L LPBF et 316L WAAM, offrant un panel de microstructures et de réponses mécaniques variées, permettra de tirer quelques conclusions générales quant au comportement à rupture de l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion (également dans le chapitre V).

¹ Ce projet comporte également les travaux de thèse de Léo Monier, portant sur les propriétés en traction des mêmes matériaux, menés à l'Université Grenoble Alpes et démarrée en parallèle de cette thèse, à l'automne 2020.

Chapitre I : État de l’art

L’objectif de ce chapitre est de donner un aperçu de l’état des connaissances relatives aux microstructures de l’acier 316L élaboré par les procédés de fusion laser sur lit de poudre et arc-fil, ainsi qu’à leur comportement mécanique. En premier lieu, les deux procédés de fabrication additive étudiés seront brièvement présentés ainsi que le matériau de l’étude, l’acier 316L, et ses microstructures de solidification. Pour chacun des deux procédés, les microstructures obtenues à l’issue de la fabrication seront décrites, ainsi que leurs évolutions sous l’effet de différents traitements thermiques. Leur comportement mécanique, d’abord en traction puis en résilience et ténacité, sera également abordé à température ambiante et à basse température. Enfin, une synthèse de cet état de l’art mettra en lumière les zones d’ombre auxquelles ces travaux de thèse proposent d’apporter certaines réponses.

I.1 Les procédés de fabrication additive LPBF et WAAM

I.1.1 Le procédé LPBF

Le procédé de fusion laser sur lit de poudre, ou procédé LPBF pour *Laser Powder Bed Fusion* en anglais, est une méthode d’élaboration de pièces par fusion-solidification de lits de poudre successifs. La première étape de ce procédé consiste en l’étalement d’une couche de poudre sur un plateau de fabrication par un système de racleurs ou de trémies. La poudre est ensuite fondue par un laser suivant un motif défini. Une fois cette action terminée, le plateau de fabrication est abaissé d’une épaisseur de couche pour recevoir le prochain chargement de poudre. Ces étapes se répètent jusqu’à obtention, par fabrication couche après couche, de la pièce voulue (Figure I.1). L’excédent de poudre est déversé à chaque étape dans des trop-pleins et récupéré en fin de fabrication. Pour limiter la quantité d’oxygène dans le milieu, la fabrication se fait sous flux de gaz inerte (généralement argon).

Parmi les nombreux paramètres que compte le procédé LPBF, certains sont liés au laser (puissance, diamètre du faisceau, longueur d’onde), d’autres à la stratégie de balayage du laser (vitesse de balayage, stratégie de balayage, écart-vecteur), à la poudre utilisée (granulométrie, morphologie, composition chimique, épaisseur des couches, ...), et enfin à l’enceinte de construction (taux d’oxygène, gaz de protection, débit de gaz, ...). Plusieurs de ces paramètres : vitesse de balayage (v), puissance du laser (P), épaisseur de la couche de poudre (e), et écart-vecteur (HD : distance entre deux passages de laser parallèles et adjacents lors du remplissage d’une surface), sont réunis par la notion de densité volumique d’énergie ($E_v = \frac{P}{v.e.HD}$) qui est un facteur important dans le réglage des différents paramètres du procédé LPBF.

Un autre de ces paramètres à ne pas négliger est la stratégie de balayage qui fixe la manière dont les passages du laser vont être agencés sur une même couche et d’une couche à l’autre. Cette stratégie influence grandement la densité des pièces obtenues, ainsi que leurs microstructures.

Une des particularités importantes de ce procédé est que les cycles thermiques mis en œuvre sont extrêmement rapides. Le matériau consolidé est en effet soumis à des vitesses d’échauffement et de refroidissement de l’ordre de 10^6 °C/s [1], là où ces vitesses n’excèdent pas 100 °C/s dans le cas de

procédés plus conventionnels, comme la fonderie ou le forgeage [2]. Une des conséquences de ces cycles thermiques rapides est l’introduction dans le matériau de contraintes résiduelles significatives [3]–[5]. De plus, l’énergie apportée par le laser est telle qu’elle induit la fusion de plusieurs couches déjà construites, situées sous la couche en consolidation (environ deux à trois pour les gammes de paramètres classiquement utilisées). Un certain nombre de couches inférieures est également thermiquement affecté lors du passage du laser. La microstructure d’un matériau élaboré par procédé LPBF est donc héritière d’une histoire thermique complexe.

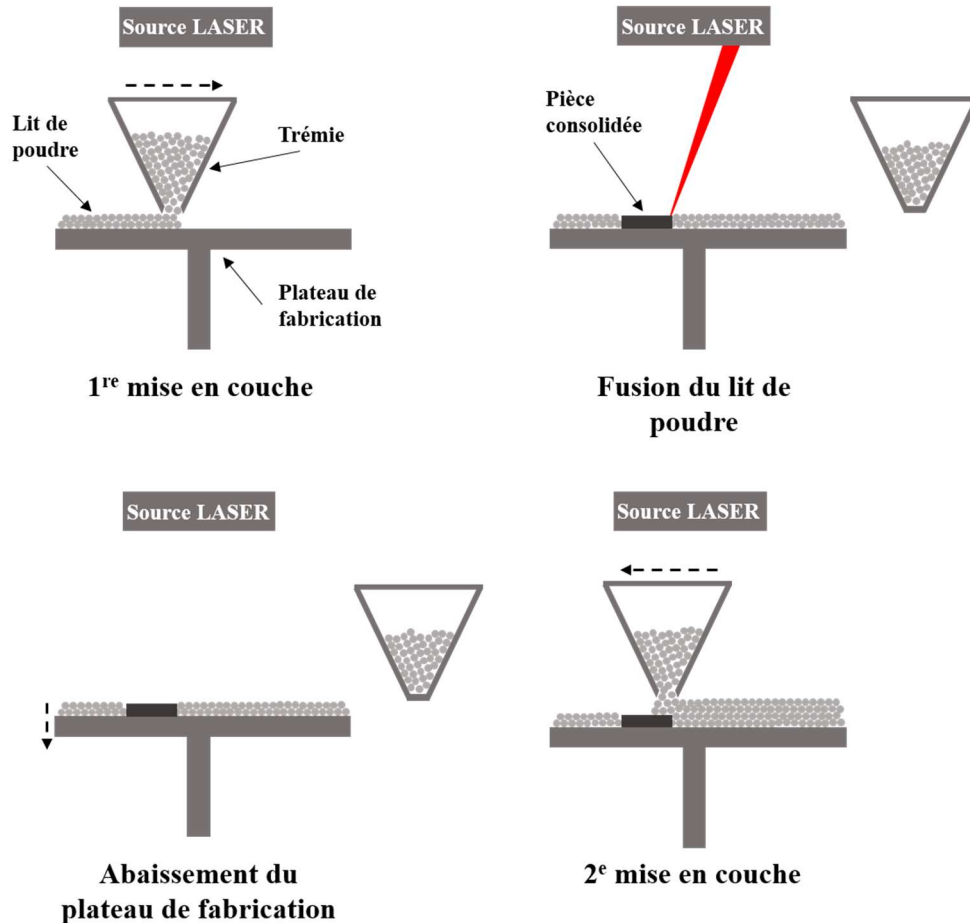


Figure I.1: Schéma de principe du procédé LPBF.

I.1.2 Le procédé WAAM

Le procédé de fabrication additive arc-fil, ou procédé WAAM pour *Wire Arc Additive Manufacturing* en anglais, consiste en l’élaboration de pièces couche par couche par le dépôt d’un fil métallique fondu par un arc électrique. Dans cette étude, la technologie CMT (pour *Cold Metal Transfer* en anglais) est utilisée, impliquant la formation de l’arc électrique entre le fil d’apport et le plateau de fabrication (Figure I.2). Pour limiter l’oxydation du fil d’apport et du matériau déposé, la fabrication se fait généralement sous un flux de gaz inerte (argon, le plus souvent). Les paramètres importants de ce procédé sont principalement la tension appliquée aux bornes du dispositif et le courant qui en résulte, la vitesse d’avance du fil d’apport et celle de la buse de dépôt, et la stratégie de dépôt (agencement des

cordons déposés au sein d’une couche de fabrication, et entre deux couches). Le temps d’attente entre deux dépôts successifs est également un paramètre important pour la maîtrise de l’échauffement de la pièce construite, ainsi que pour celle des phases constitutives de sa microstructure. Enfin, par rapport au procédé LPBF, le procédé WAAM fait intervenir des vitesses de refroidissement beaucoup plus faibles : de l’ordre de 10^2 °C/s [6]. Les vitesses d’avancée de la source de chaleur sont également plus faibles avec ce procédé : de l’ordre de 10^{-2} m/s contre 10^{-1} à 1 m/s pour le procédé LPBF ; les puissances fournies sont au contraire plus élevées (de l’ordre de 10^3 W contre 10^2 W pour le procédé LPBF) [7].

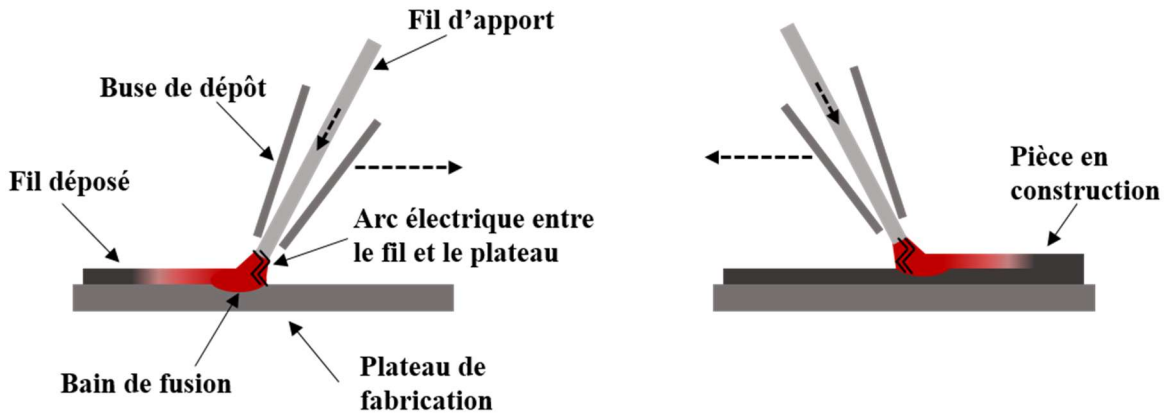


Figure I.2 : Schéma de principe du procédé WAAM CMT.

I.2 L’acier 316L

I.2.1 Composition

L’acier 316L est un acier inoxydable austénitique utilisé dans de nombreuses applications industrielles pour ses bonnes propriétés de résistance à la corrosion. Parmi ses principaux éléments d’alliage (dont les plages de concentration définies selon la norme NF EN 10088-2 sont reportées dans le Tableau I.1), le chrome est responsable du caractère inoxydable de l’acier, du fait de la formation d’une couche de chromine (Cr_2O_3) stable qu’il induit aux interfaces avec les milieux oxydants. Le molybdène contribue également à la résistance à la corrosion. Le nickel, quant à lui, permet de stabiliser la structure austénitique du matériau à température ambiante. Enfin, la teneur en carbone tolérée dans l’acier 316L est très faible, inférieure à 300 ppm, dans le but d’éviter la formation de carbures de chrome aux joints de grains et ainsi de minimiser la sensibilité du matériau à la corrosion intergranulaire que ceux-ci induisent (du fait de l’appauvrissement en chrome des joints de grains qu’ils causent).

Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	S	N	C	P
Base	16,5 – 18,5	10 – 13	2,0 – 2,5	< 2,0	< 1,0	< 0,015	< 0,10	< 0,030	< 0,045

Tableau I.1 : Limites de composition chimique, en pourcentages massiques, définies pour l’acier 316L selon la norme NF EN 10088-2 [8].

I.2.2 Solidification et microstructures

Les microstructures issues des procédés LPBF et WAAM, qui serviront de base à l’élaboration des différents matériaux de cette étude, sont des microstructures pouvant être considérées comme proches d’un état brut de solidification (le mode de fabrication couche par couche de ces procédés implique néanmoins une réaffectation thermique progressive de ces microstructures). Il apparaît donc nécessaire de décrire rapidement l’effet des différents paramètres régissant la solidification ainsi que les microstructures qui en découlent.

Le mode de solidification des aciers dépend en premier lieu de leur composition chimique. Dans le cas des aciers Fe-Cr-Ni, quatre modes de solidification sont possibles [9], [10] :

- le mode austénite (A) : $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$, lorsque le rapport $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}}$ est inférieur à 1,25,
- le mode austénite – ferrite (AF) : $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \delta + \gamma$, lorsque $1,25 < \frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} < 1,48$,
- le mode ferrite – austénite (FA) : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$, lorsque $1,48 < \frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} < 1,95$,
- et enfin le mode ferrite (F) : $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta$, lorsque $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} > 1,95$,

avec $Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 2,5(\%Al + \%Ti)$ et $Ni_{eq} = \%Ni + 30(\%C + \%N) + 0,5\%Mn$ [11]. Ces modes de solidification donnent lieu à différentes microstructures : purement austénitiques pour le mode A, purement ferritiques pour le mode F, à matrice austénitique (primaire) et ferrite interdendritique pour le mode AF et enfin à matrice austénitique et à ferrite (primaire) vermiculaire ou en dentelle pour le mode FA [2] (Figure I.3).

La vitesse de solidification (de déplacement de l’interface solide liquide, notée V_s) ainsi que le gradient thermique à cette interface (noté G) affectent la microstructure résultante. En premier lieu, plus la vitesse de solidification est élevée, plus les rapports Cr_{eq}/Ni_{eq} pour lesquels intervient la solidification en austénite primaire (modes A et AF) sont élevés [2], [12], [13]. Autrement dit, une vitesse de solidification élevée favorise la solidification en austénite. En second lieu, les valeurs de V_s et de G affectent également la morphologie des structures de solidification : planaires pour des rapports G/V_s élevés, cellulaires, dendritiques colonnaires puis dendritiques équiaxes pour des rapports G/V_s plus faibles (Figure I.4). La vitesse de refroidissement, donnée par le produit $G \times V_s$, régit quant à elle la taille de ces structures : plus elle est élevée, plus la structure de solidification est fine.

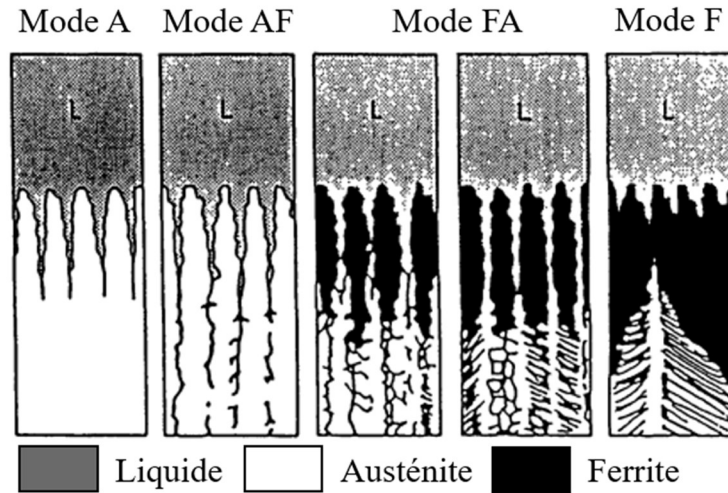


Figure I.3 : Microstructures de solidification pour les modes A, AF, FA et F, d’après [14].

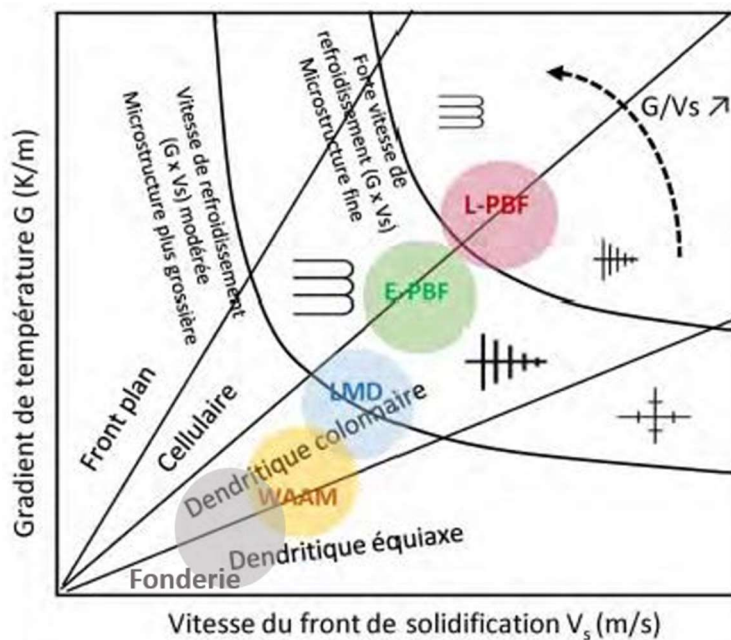


Figure I.4 : Diagramme gradient de température à l’interface solide / liquide (G) – vitesse de solidification de l’interface solide / liquide (V_s) avec leurs conséquences sur la morphologie et la taille des structures de solidification. Différents précédés d’élaboration (fonderie et fabrication additive) sont positionnés, d’après [15].

Enfin, la morphologie et la taille du volume solidifié ont un effet important sur les microstructures de solidification. Ces paramètres définissent en effet l’orientation du gradient thermique, selon laquelle les grains sont susceptibles de croître préférentiellement, ainsi que la vitesse de refroidissement (un petit volume refroidit plus vite qu’un volume plus important).

De par sa composition (Tableau I.1), l’acier 316L est susceptible de se solidifier selon les modes AF ou FA, pour les vitesses de solidification impliquées dans la fonderie ou le soudage [13]. Sa microstructure est alors composée d’une matrice austénitique dendritique (colonnaire ou équiaxe) et de

ferrite primaire ou interdendritique. Il est cependant important de noter que souvent, dans le cas d’aciers de fonderie par exemple, un traitement thermomécanique à haute température est appliqué à ces aciers, dans le but d’obtenir une microstructure recristallisée et austénitique.

I.2.3 Particularités induites par les procédés de fabrication additive

Les procédés de fabrication additive impliquent des vitesses de solidification et des gradients thermiques plus élevés que les procédés classiques de fonderie. Par conséquent, les phases et les structures de solidification obtenues sont susceptibles d’être significativement différentes de celles d’un acier 316L conventionnel. Étant donné la différence importante de paramètres de solidification entre les procédés LPBF et WAAM (Figure I.4), des différences importantes sont également attendues entre les microstructures de ces deux aciers. Celles-ci seront décrites séparément dans les parties suivantes.

Concernant les volumes de solidification, leurs types de morphologie sont similaires dans les deux procédés. En effet, le volume de matière fondue par le laser, dans le cas du LPBF, ou par l’arc électrique, dans le cas du WAAM, se présente sous la forme d’un bain de fusion dont la morphologie précise dépend des paramètres de fabrication (l’effet de ces paramètres sur la forme des bains de fusion sera décrit pour chaque procédé dans les parties suivantes). Dans ces bains de fusion, les grains croissent dans la direction cristallographique $\langle 100 \rangle$, direction de croissance préférentielle des cristaux CFC, et majoritairement dans le sens du gradient thermique, c’est-à-dire depuis la frontière du bain, région la plus froide, vers le centre de la source de chaleur, point le plus chaud. (Figure I.5a). La microstructure dans un unique bain de fusion se compose donc de grains colonnaires d’orientations cristallographiques variées (Figure I.5b). Cependant, la solidification dans le bain supérieur (lors de la couche de construction suivante) peut induire un mécanisme de croissance supplémentaire qui consiste en la croissance des grains à partir des orientations cristallographiques déjà existantes (des grains du bain précédent). Ce mode de croissance est appelé croissance par épitaxie [16]. Deux directions de croissance sont donc possibles, selon la direction du gradient thermique ou selon la direction cristalline imposée par le matériau non fondu, l’écart angulaire entre ces deux directions dépendant de la position du grain dans le bain de fusion ainsi que de la morphologie de ce dernier (Figure I.5c). La compétition entre ces deux mécanismes de croissance conduit à une sélection progressive des orientations cristallographiques des grains et ainsi à la formation de microstructures texturées [17], [18].

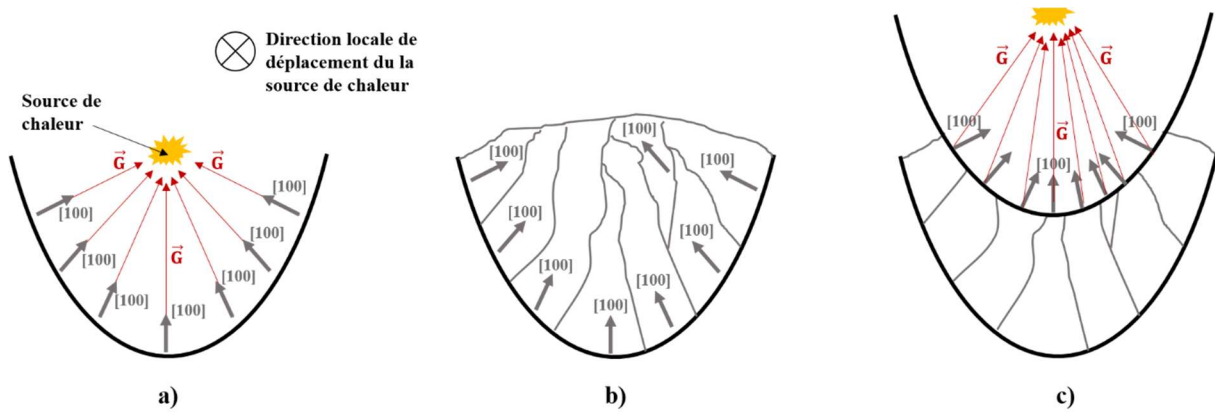


Figure I.5 : Solidification en bains de fusion : a) croissance des grains selon l’orientation du gradient thermique \vec{G} , b) gains colonnaires solidifiés présentant des orientations cristallographiques différentes, c) croissance dans le bain supérieur (couche de fabrication suivante), deux orientations de croissance possibles : selon le gradient thermique ou à partir des orientations cristallographiques du bain précédent (par épitaxie).

I.3 Microstructures et propriétés mécaniques de l’acier 316L LPBF

I.3.1 Microstructures de l’acier 316L LPBF

I.3.1.1 Microstructure brute de fabrication

Les microstructures obtenues à l’issue des procédés de fabrication additive sont qualifiées de « brutes de fabrication ». Dans le cas de l’acier 316L LPBF, ces microstructures sont significativement différentes de celles obtenues par des procédés plus conventionnels, comme par exemple par fonderie ou par forgeage. En effet, du fait des vitesses de solidification élevées induites par le procédé LPBF, la microstructure de l’acier 316L LPBF est purement austénitique (*cf.* section I.1.2), hétérogène et organisée à différentes échelles spatiales (Figure I.6). Ses différents éléments caractéristiques, traces des bains de fusion, grains, cellules de solidification et de dislocations, oxydes nanométriques, sont décrits dans cette section. Si toutes les microstructures d’acier 316L LPBF dont fait état la littérature présentent l’ensemble de ces caractéristiques, il y a autant de différences entre elles que de différences entre les paramètres de fabrication utilisés pour les obtenir. C’est pourquoi, bien que ce point ne soit pas le cœur de cette étude, le lien sera fait autant que possible entre paramètres du procédé et éléments de microstructure dans le but d’expliquer l’influence des uns sur les autres.

Par ailleurs, la réaffectation thermique de chaque couche de fabrication par les suivantes est susceptible d’avoir une influence sur leur microstructure. Ce phénomène, amenant potentiellement à des différences microstructurales par rapport aux microstructures « brutes de solidification », n’est cependant pas vraiment étudié dans la littérature et ne sera pas abordé dans cette étude.

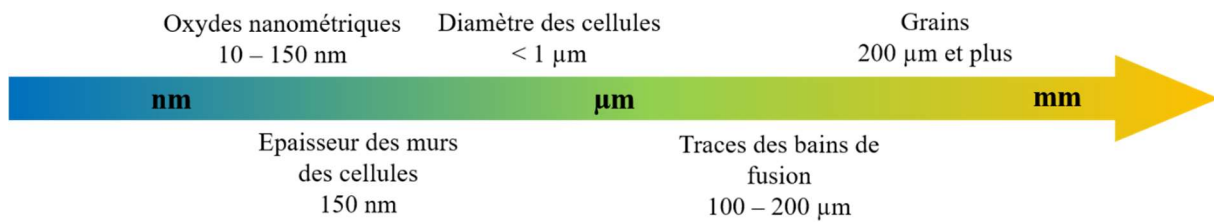


Figure I.6 : Eléments et échelles caractéristiques de la microstructure de l’acier 316L élaboré par procédé LPBF, d’après [19].

I.3.1.1.1 Les traces des bains de fusion

Les premiers éléments pouvant être observés sur un acier 316L élaboré par LPBF sont les traces des bains de fusion qui marquent les limites des zones fondues au passage du laser lors de l’élaboration de la pièce (Figure I.7). La forme et la taille de ces bains de fusion dépendent des paramètres du procédé parmi lesquels la stratégie de balayage, la puissance du laser, et la vitesse d’avancée du faisceau jouent un rôle conséquent [17], [20], [21]. La nature de ces traces de bains de fusion, visibles après attaque chimique, n’est pour l’instant pas encore bien déterminée. Celles-ci pourraient par exemple s’interpréter comme une zone de solidification planaire obtenue dans les premiers instants de la solidification du bain [22]–[24]. En effet, la périphérie du bain est caractérisée par un fort gradient thermique et une faible vitesse de solidification, ce qui est susceptible de conduire à une solidification planaire (Figure I.4).

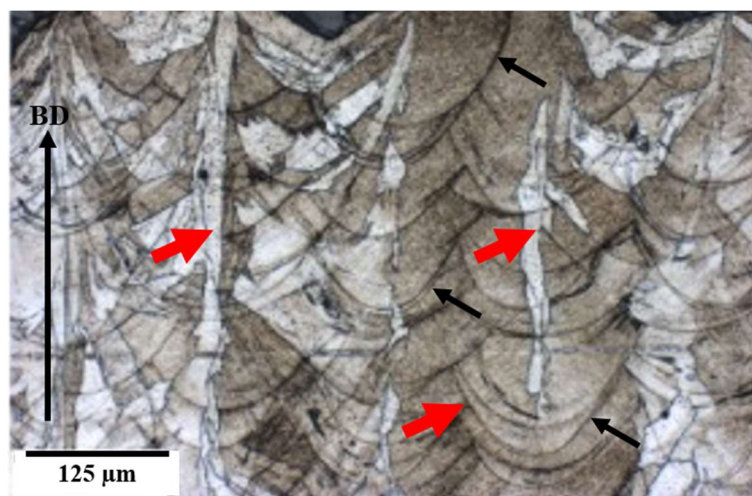


Figure I.7 : Microstructure d’un acier 316L LPBF observé au microscope optique après attaque chimique, d’après [17]. Flèches rouges épaisses : grains colonnaires ; flèches fines noires : traces des bains de fusion. BD : direction de construction.

I.3.1.1.2 Les grains

La microstructure brute de fabrication de l’acier 316L LPBF est généralement composée de grains colonnaires, alignés le long de la direction de construction et traversant plusieurs bains de fusion (Figure I.7). Elle présente le plus souvent une texture cristallographique $\langle 110 \rangle$ marquée selon cette même direction [17], [18], [25], [26]. Cependant, la taille et la morphologie des grains, ainsi que leur texture, dépendent fortement de la forme des bains de fusion obtenus, et des stratégies de balayage utilisées.

En premier lieu, la morphologie du bain de fusion a une influence importante sur la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L LPBF en ce qu’elle favorise plus ou moins la croissance par épitaxie des grains $\langle 110 \rangle // BD$, ou à l’inverse permet le développement d’autres orientations cristallographiques [21], [27] (Figure I.8). Il est important de noter cependant que la sélection d’une orientation cristallographique préférentielle ne se fait pas dès les premiers instants de la fabrication, mais progressivement au cours des premières dizaines de couches de construction [17].

La stratégie de balayage influence également la forme et la texture des grains de manière au moins aussi importante que la morphologie du bain de fusion. En effet, dans le cas d’une stratégie ne comportant pas de rotation du schéma de balayage du laser entre les couches de construction, les bains de fusion sont empilés les uns sur les autres et la croissance par épitaxie peut se dérouler librement, donnant de longs grains colonnaires (de l’ordre du millimètre) aux textures de fibre $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ bien marquées (Figure I.9a) [17], [24], [28]. Pour une stratégie plus complexe (ce qui est souvent le cas), la rotation entre les couches a pour effet de casser l’épitaxie et de fournir une microstructure de grains au caractère colonnaire moins prononcé et d’orientations cristallographiques plus diversifiées (Figure I.9) [28]–[30].

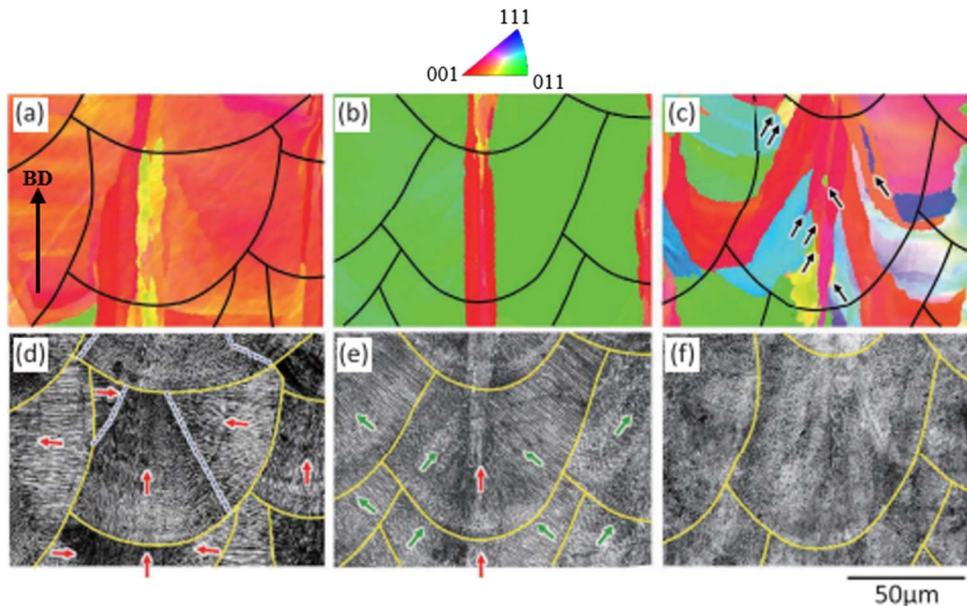


Figure I.8 : Influence de la morphologie du bain de fusion sur la texture des grains. Comparaison entre cartographies codant BD selon une figure de pôles inverse, obtenues par EBSD, et observations en microscopie électronique à balayage : a) et d) bain « en U », texture $\langle 100 \rangle // BD$ favorisée, b) et e) bain « en V », texture $\langle 110 \rangle // BD$ favorisée, c) et f) bain de morphologie intermédiaire, pas de texture préférentielle. Flèches rouges : direction de croissance $[100] // BD$; flèches vertes : $[110] // BD$, flèches noires : autres orientations. D’après [21].

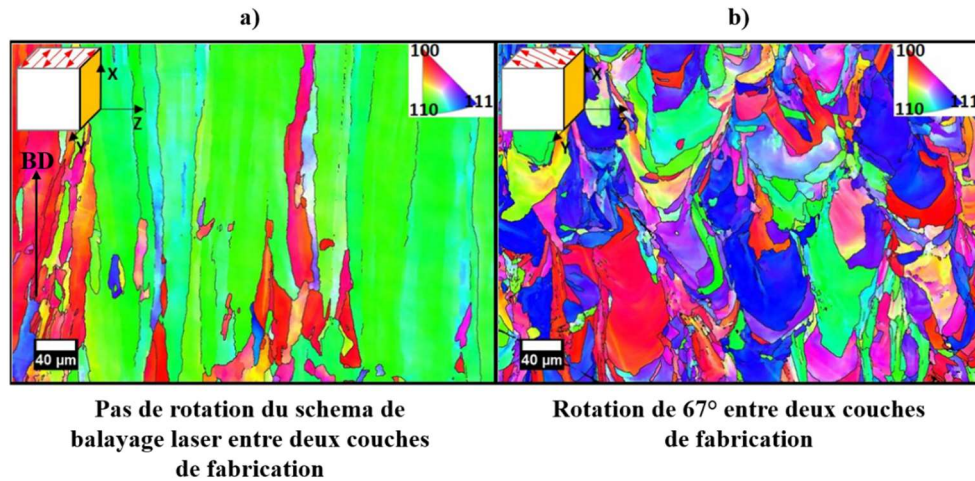


Figure I.9 : Influence de la stratégie de balayage sur la texture et la morphologie de grains (figures de pôles inverses, projection selon $x = BD$). a) Pas de rotation du schéma de balayage laser entre deux couches de fabrication, b) rotation de 67° entre deux couches de fabrication. D’après [28].

Enfin, la composition chimique de la poudre de fabrication apparaît comme un paramètre de plus à prendre en compte en vue de la maîtrise de la microstructure de l’acier 316L LPBF. Dans ce sens, les travaux de thèse d’A. Chniouel ont montré qu’il est possible d’obtenir des microstructures différentes pour une seule variation de la poudre utilisée, sans modification des paramètres du procédé (puissance du laser, vitesse, stratégie de balayage, etc.) [31]. En effet, deux microstructures significativement différentes, l’une à grains longs et colonnaires, l’autre à grains fins et quasiment équiaxes (Figure I.10), ont été élaborées dans cette étude à partir de deux poudres de granulométries, morphologies et coulabilités similaires, mais comportant des différences en concentration en éléments de trace, notamment en azote. De plus récentes études ont confirmé ce résultat, mettant en évidence l’influence de la concentration en azote des poudres sur les microstructures finales obtenues [32], [33]. Plusieurs hypothèses ont été avancées pour tenter d’expliquer la microstructure à grains fins (Figure I.10b), assez atypique pour l’acier 316L LPBF, obtenue dans l’étude de Chniouel. Parmi elles, celle de la présence d’agents de germination (encore non identifiés) dans les bains de fusion et favorisant la solidification du matériau en grains équiaxes [31], et celle d’une germination favorisée par un arrangement local du liquide dans le bain de fusion, de type ISRO [32], sont les plus développées. Les possibles relations entre la concentration en azote des poudres et l’une ou l’autre de ces hypothèses ne sont cependant pas encore déterminées et font l’objet d’études en cours².

² Ce problème des relations entre la chimie des poudres et les microstructures qui en découlent est notamment l’objet de la thèse de W. Burge-Catinot (CEA Saclay).

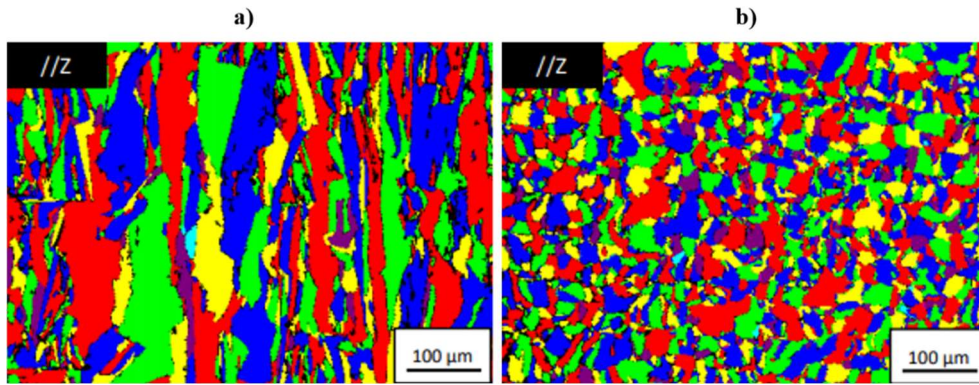


Figure I.10 : Cartographie de grains de deux microstructures obtenues avec les mêmes paramètres de procédé mais avec deux poudres différentes : a) long grains colonnaires (microstructure classique pour le 316L LPBF), b) grains fins plus équiaxes : microstructure atypique ($Z = BD$) [31].

I.3.1.1.3 Les structures cellulaires

A plus fine échelle, les grains de l’acier 316L LPBF sont composés d’une structure cellulaire où sont juxtaposés deux types de cellules différents.

Dans le procédé LPBF, le rapport gradient thermique à l’interface liquide-solide / vitesse du front de solidification est tel que la croissance des grains dans le bain liquide se fait selon un mode cellulaire (Figure I.4) [16]. Cela se traduit à l’observation par un réseau de *cellules de solidification* sub-micrométriques. Les murs de ces cellules sont des zones enrichies en éléments Cr et Mo (Figure I.11), ségrégations résultant de l’enrichissement du liquide en éléments de faible solubilité dans l’austénite et de leur piégeage aux espaces intercellulaires lors des derniers instants de la solidification [34]. L’épaisseur de ces murs avoisine 100 nm dans la plupart des cas [19], [35]–[37]. Généralement, ces *cellules de solidification* sont rassemblées en sous-grains, d’une à plusieurs dizaines de micromètres, à l’intérieur desquels leurs désorientations les unes par rapport aux autres sont relativement faibles : environ 0.5° à 1° [24], [29], [38]. Les interfaces entre ces sous-grains forment des zones de désorientation intragranulaires dont l’angle peut varier entre 2° et 15° [24], [29] (Figure I.11b-c). De par leur caractère inhérent à la solidification, ces interfaces seront appelées *sous-joints de solidification* dans la suite de l’étude.

Du fait des fortes vitesses de solidification induites par le procédé, causant une déformation plastique importante au cours du refroidissement, l’acier 316L LPBF brut de fabrication comporte une densité de dislocations élevée par rapport à un acier 316L recuit élaboré par procédés conventionnels : de l’ordre de 10^{14} m^{-2} [39]. Ces dislocations, une fois formées dans le matériau, sont épinglées par les ségrégations chimiques des murs des *cellules de solidification* [40], s’y superposant ainsi en un réseau de *cellules de dislocations* [19], [24], [29], [39]–[41] (Figure I.12).

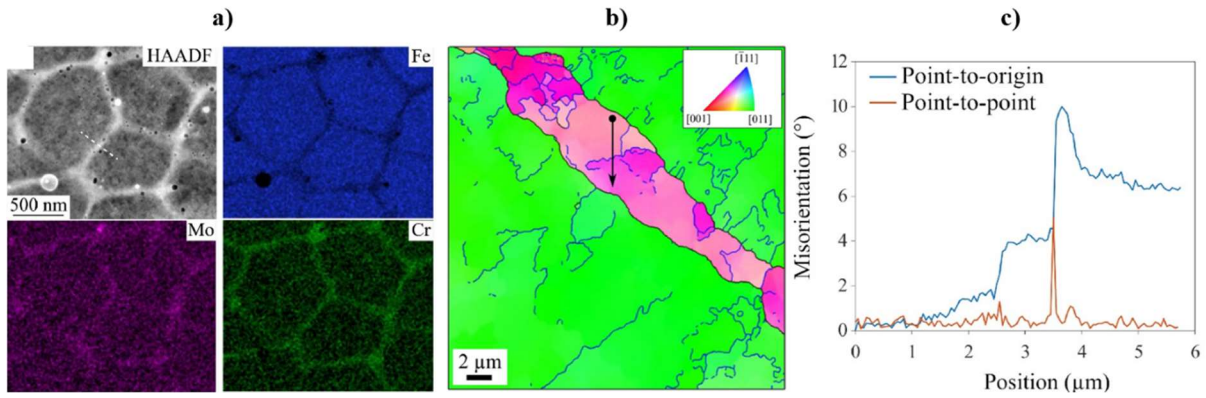


Figure I.11 : a) Cartographie STEM/EDS de la structure cellulaire présente dans l’acier 316L LPBF brut de fabrication, d’après [29]. b) Figure de pôles inverse montrant la présence de sous-joints de solidification (en bleu) dans les grains d’un acier 316L LPBF. c) Tracé des désorientations point-à-point et point-origine selon la flèche noire en b). D’après [24].

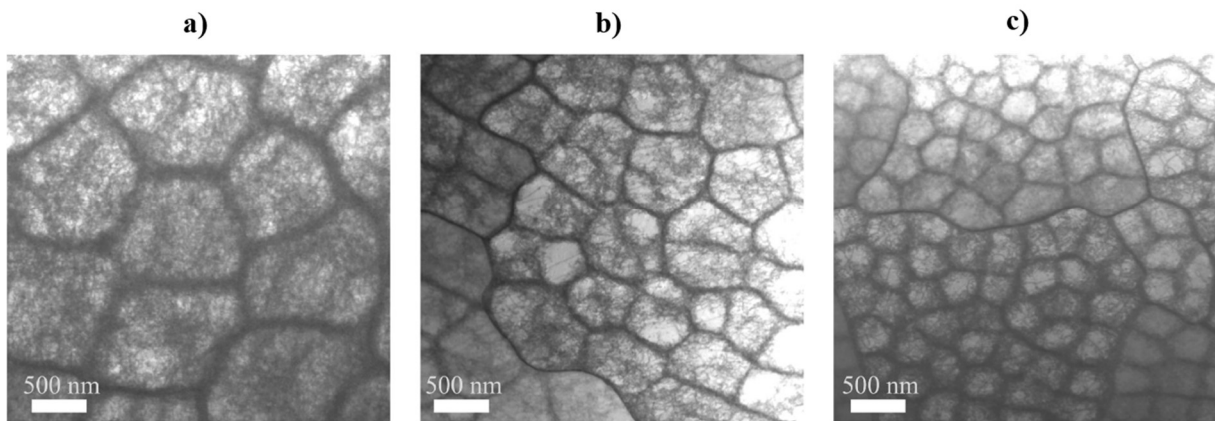


Figure I.12 : observations STEM en champ clair de la structure cellulaire de différents aciers 316L LPBF (cellules de dislocations principalement visibles). Vitesses de refroidissement estimées : a) $0,5-1 \cdot 10^6$ °C/s, b) $2 \cdot 10^6$ °C/s, c) $2 \cdot 10^7$ °C/s [24].

Comme pour les bains de fusion et les grains, les paramètres du procédé LPBF ont une influence sur ces structures cellulaires. Une récente étude a montré que des variations dans les paramètres de fabrication, conduisant à des variations significatives de vitesse de refroidissement, permet d’obtenir des structures cellulaires de tailles différentes [24]. Plus la vitesse de refroidissement augmente, plus les cellules observées sont petites (Figure I.12).

1.3.1.1.4 Les oxydes nanométriques

Enfin des oxydes nanométriques peuvent être observés au sein de la microstructure de l’acier 316L LPBF brut de fabrication, principalement dans les murs des cellules. Ils sont généralement identifiés comme des particules de silice, sphériques et de structure amorphe, riches en Mn [19], [29], [42]–[44], ou encore Cr, S, P, et Mo [45], [46] (Figure I.13a). Ces oxydes apparaissent provenir de la fusion-reprécipitation, dans le bain de fusion, d’oxydes déjà présents dans la poudre sous la forme de particules micrométriques ou formés en surface des grains de poudre (Figure I.13b) [44]. La concentration en oxygène des poudres, directement liée à leur concentration d’oxyde, dépend fortement

de leurs conditions de stockage (atmosphère, étuvage...) et de leur recyclage. Les travaux de Delacroix *et al.* ont en effet montré que plus une poudre est recyclée, plus sa prise en oxygène est importante du fait de son exposition à un environnement à haute température lors du passage du laser durant la fabrication [47].

La fraction volumique de ces oxydes apparaît augmenter de manière relativement proportionnelle avec la concentration en oxygène des pièces consolidées [44]. Généralement, ces fractions sont de l’ordre de 0,3 à 1 % volumiques [43], [44], [48]. La taille et la densité en nombre des oxydes semblent également dépendre de la concentration en oxygène, sans que des corrélations quantitatives soient toutefois établies [45]. Dans la majorité des cas, leurs diamètres moyens sont de l’ordre de 30 à 40 nm, les plus grosses particules ne dépassant que rarement 100 nm [19], [40], [43], [44]. Ils sont habituellement, mais pas exclusivement, localisés dans les murs des cellules de solidification [19], [40]. Leur distribution est alors relativement homogène à l’échelle du grain.

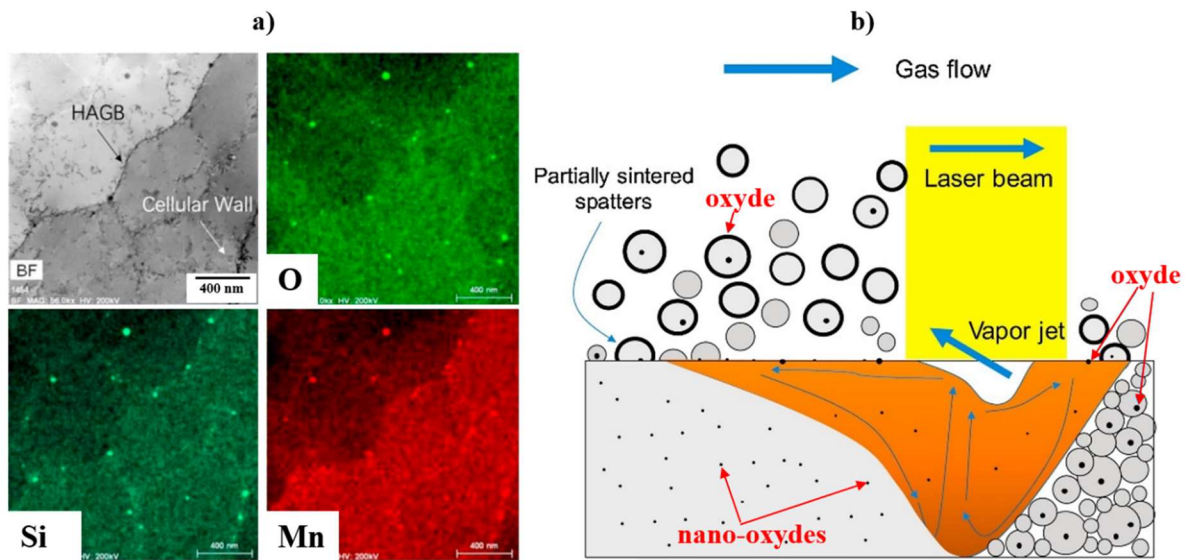


Figure I.13 : a) Cartographie STEM-EDS des oxydes observés dans l'acier 316L LPBF. b) Schéma des interactions entre les oxydes présents dans la poudre et le bain de fusion conduisant à la formation des oxydes nanométriques dans l'acier 316L LPBF. D'après [44].

En résumé, la microstructure brute de fabrication de l'acier 316L LPBF se compose de bains de fusion et de grains colonnaires, la dimension (de l'ordre d'une centaine de micromètres) et la texture de ces derniers dépendant fortement des paramètres de fabrication et des poudres utilisés. A plus fine échelle, la microstructure intragranulaire de ces matériaux est constituée de cellules de solidification (ségrégations chimiques) auxquelles se superposent des cellules de dislocations (quelques centaines de nanomètres de diamètre). Enfin, des oxydes nanométriques (30 à 40 nm de diamètres moyens) sont principalement localisés dans les murs des cellules de solidification.

I.3.1.2 Evolution microstructurale en température

Dans cette partie est présentée l’évolution en température des éléments constitutifs de la microstructure de l’acier 316L LPBF.

I.3.1.2.1 Les phases en présence

La microstructure purement austénitique de l’acier 316L LPBF apparaît stable pour une plage de températures plus large que ce qui est classiquement obtenu avec les aciers inoxydables austénitiques. La littérature rapporte en effet qu’après deux heures de maintien à 650 °C, aucune précipitation de carbures de type $M_{23}C_6$ n’est constatée pour cet acier [49], [50], contrairement à ce qui est observé dans les aciers 316L élaborés par procédés conventionnels [51]. A noter que ce type de température est classiquement employée pour relaxer les contraintes résiduelles induites par le procédé LPBF [49], [52]. La précipitation de carbures, ainsi que celle de siliciures de molybdène, intervient cependant à la température de 700 °C au bout d’une centaine d’heures, aux joints de grains et dans les murs des cellules de solidification [46]. A 800 °C, pour des temps de maintien de l’ordre d’une heure, la précipitation de phase sigma (σ), riche en éléments Cr et Mo [51], est observée aux joints de grains [52], [53]. A partir de 900 °C, la microstructure est de nouveau purement austénitique [29], [54], [55].

I.3.1.2.2 Les structures cellulaires

Les cellules de solidification sont stables jusqu’à la température de 650 °C. Au bout de quelques heures de traitement à 700 °C, une homogénéisation chimique partielle du matériau est observée : la surconcentration en chrome et en molybdène dans les murs des cellules de solidification diminue d’environ 30 % après deux heures de traitement (Figure I.14) [29]. L’homogénéisation chimique quasiment totale du matériau est quant à elle atteinte entre 800 °C et 900 °C [29], [46], [54], [55]. La restauration apparaît concomitante à la disparition des cellules de solidification : à 800 et 900 °C, une forte baisse de la densité de dislocations est constatée ainsi que la disparition partielle de leur organisation cellulaire [29], [46], [53].

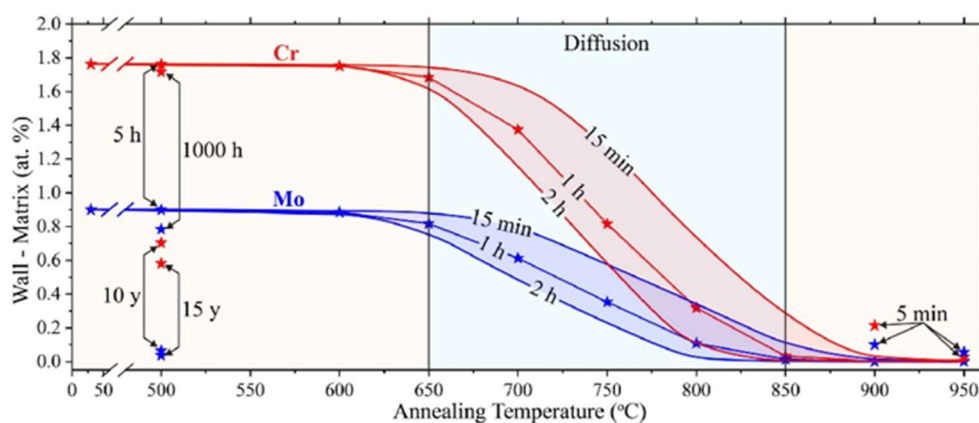


Figure I.14 : Evolution en température de la différence de concentration en Cr et Mo entre les murs et le cœur des cellules de solidification : calculs CALPHAD, Thermo-Calc / DICTRA [29].

I.3.1.2.3 Les grains

La recristallisation de l’acier 316L LPBF intervient à des températures supérieures à 1000 °C et pour des temps de maintien de l’ordre d’une à plusieurs heures [29], [31], [48], [56]–[60]. Ces conditions sont nettement plus sévères que ce qui est habituellement observé sur les aciers inoxydables austénitiques conventionnels déformés à froid [61]–[63]. A titre d’exemple comparatif, un acier 316L forgé laminé à froid à 20 %, comportant une densité de dislocations similaire à celle de l’acier 316L LPBF brut de fabrication [48], [64], atteint une recristallisation complète après seulement deux minutes de maintien à 1100 °C.

Plusieurs causes peuvent être identifiées pour expliquer cette importante différence de cinétique de recristallisation. Tout d’abord, bien que l’acier 316L LPBF comporte à l’état brut de fabrication une densité de dislocations relativement élevée par rapport à un acier recuit (*cf.* I.3.1.1.3), l’organisation cellulaire des dislocations induit une répartition spatiale sensiblement homogène de ces dernières. La différence de densité de dislocations étant la force motrice de la recristallisation [65], une répartition homogène des dislocations dans chaque grain est susceptible de ne conduire qu’à des forces motrices faibles, et à des cinétiques de recristallisation lentes, comme démontré pour l’alliage CM247LC élaboré par procédé LPBF [66]. Par ailleurs, l’épinglage des dislocations par les ségrégations chimiques des murs des cellules de solidification réduit leur mobilité et, retardant la restauration, contribue à retarder la recristallisation de ce matériau [29], [60], [67]. Enfin, l’épinglage des joints de grains recristallisés par les oxydes nanométriques (Figure I.16a), freinant la croissance des grains recristallisés, apparaît comme une des causes majeures des lentes cinétiques de recristallisation de l’acier 316L LPBF [42], [43], [48], [57].

En plus des différences de cinétiques entre les aciers LPBF et conventionnels, la littérature fait état de disparités significatives dans les temps et températures nécessaires à la recristallisation quasiment complète de l’acier 316L LPBF (Figure I.15). En effet, pour certains couples temps – température de traitement (entourés en rouge sur la Figure I.15), les effets constatés sur les microstructures d’acier 316L sont significativement différents. Les paramètres de fabrication utilisés dans le procédé sont donc susceptibles d’avoir une influence sur les cinétiques de recristallisation de ce matériau. Aota *et al.* ont en particulier montré qu’un changement de la stratégie de balayage induit un changement dans la répartition des germes des grains recristallisés, ce qui conduit à des différences sensibles de cinétique de recristallisation [48]. La poudre de base utilisée pour les fabrications apparaît également avoir un effet important sur la recristallisation de cet acier, comme le montrent les travaux de thèse de Chniouel [31]. Dans cette étude (*cf.* I.3.1.1.2), deux blocs d’acier 316L ont été élaborés avec deux poudres de base conduisant à deux microstructures différentes : l’une à longs grains colonnaires, l’autre à grains fins (Figure I.10). Ces deux blocs ont été ensuite soumis à un traitement de compression isostatique à chaud à une température de 1100 °C, sous une pression de 1800 bars, et pour une durée de trois heures. Alors que la microstructure à longs grains colonnaires est totalement recristallisée après ce traitement, aucune recristallisation n’est observée dans celle à grains fins. Des différences dans les poudres de base utilisées, ou du moins les différences de microstructures qui en résultent après fabrication, apparaissent donc avoir un effet significatif sur les cinétiques de recristallisation de l’acier 316L LPBF. Les causes de cet effet ne sont cependant pas élucidées dans la littérature.

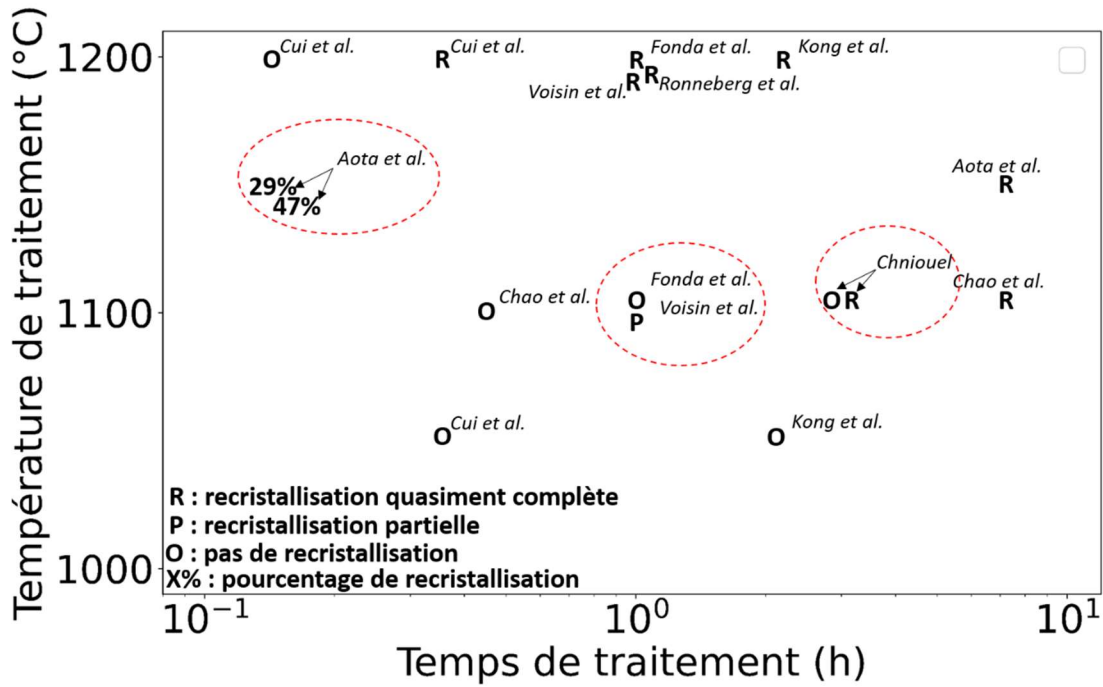


Figure 1.15 : Synthèse des traitements à haute température appliqués à l’acier 316L LPBF et effet sur la recristallisation : R : recristallisation quasiment complète, P : recristallisation partielle, O : pas de recristallisation, X% : pourcentage de recristallisation. Données provenant des études de Chniouel [31], Cui *et al.* [60], Voisin *et al.* [29], Kong *et al.* [58], Aota *et al.* [48], Ronneberg *et al.* [68], Chao *et al.* [52] et Fonda *et al.* [56]. Les couples temps – températures pour lesquels des résultats différents sont obtenus sont entourés en rouge.

1.3.1.2.4 Les oxydes

Les oxydes nanométriques présents dans la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L LPBF sont globalement stables pour des températures inférieures à 1000 °C et, de manière générale, en l’absence de recristallisation. Les travaux de Aota *et al.* et Pinto *et al.* ont montré que l’épinglage des joints recristallisés par ces oxydes nanométriques induit un couplage entre recristallisation et évolution de la population d’oxydes, résultant en des cinétiques de recristallisation gouvernées par les cinétiques de grossissement des oxydes [48], [57]. Pour expliquer ce couplage, le mécanisme suivant, schématisé sur la Figure I.16a, a été proposé par ces auteurs. Dans leur migration lors de l’étape de croissance des grains, les joints de grains recristallisés sont épinglés par les oxydes nanométriques présents dans la microstructure. Ces derniers exercent en effet sur le joint une pression, dite de Smith-Zener, P_{SZ} exprimée par :

$$P_{SZ} = \frac{3\gamma f_v}{2r_{part}} \quad (I.1)$$

avec γ l’énergie du joint de grains en question, et f_v et r_{part} respectivement la fraction volumique et le rayon (supposé unique) des particules d’oxydes considérées [69], [70]. Le mouvement du joint de grains est alors interrompu, du moins localement. Dans cette configuration momentanément stable, la coalescence des oxydes par mûrissement d’Ostwald est favorisée du fait de la diffusion préférentielle de leurs éléments constitutifs aux joints de grains [43], [48], [71], [72]. Cela se traduit à l’observation par la présence de gros oxydes au front de recristallisation (Figure I.16b). Cette coalescence ayant pour

conséquences une diminution de la densité en nombre des particules épinglantes et une augmentation de leur taille, elle entraîne naturellement une diminution de la pression de Smith-Zener exercée sur le joint de grains. Quand cette pression est suffisamment faible, le joint de grains peut reprendre sa migration avant d’être de nouveau épinglé par une population d’oxydes de tailles plus petites. Ces étapes se répètent jusqu’à la recristallisation complète du matériau.

Par conséquent, les microstructures qui résultent de ce couplage entre recristallisation et évolution des oxydes nanométriques sont caractérisées par une importante densité d’oxydes aux joints de grains (Figure I.16c) et par une fine dispersion d’oxydes au sein des grains non recristallisés. Des alignements d’oxydes sont également présents au sein des grains, témoignant des interactions joint de grains / oxydes au cours de la recristallisation. Les diamètres de ces particules sont de l’ordre d’une à plusieurs centaines de nanomètres [43], [48], [57].

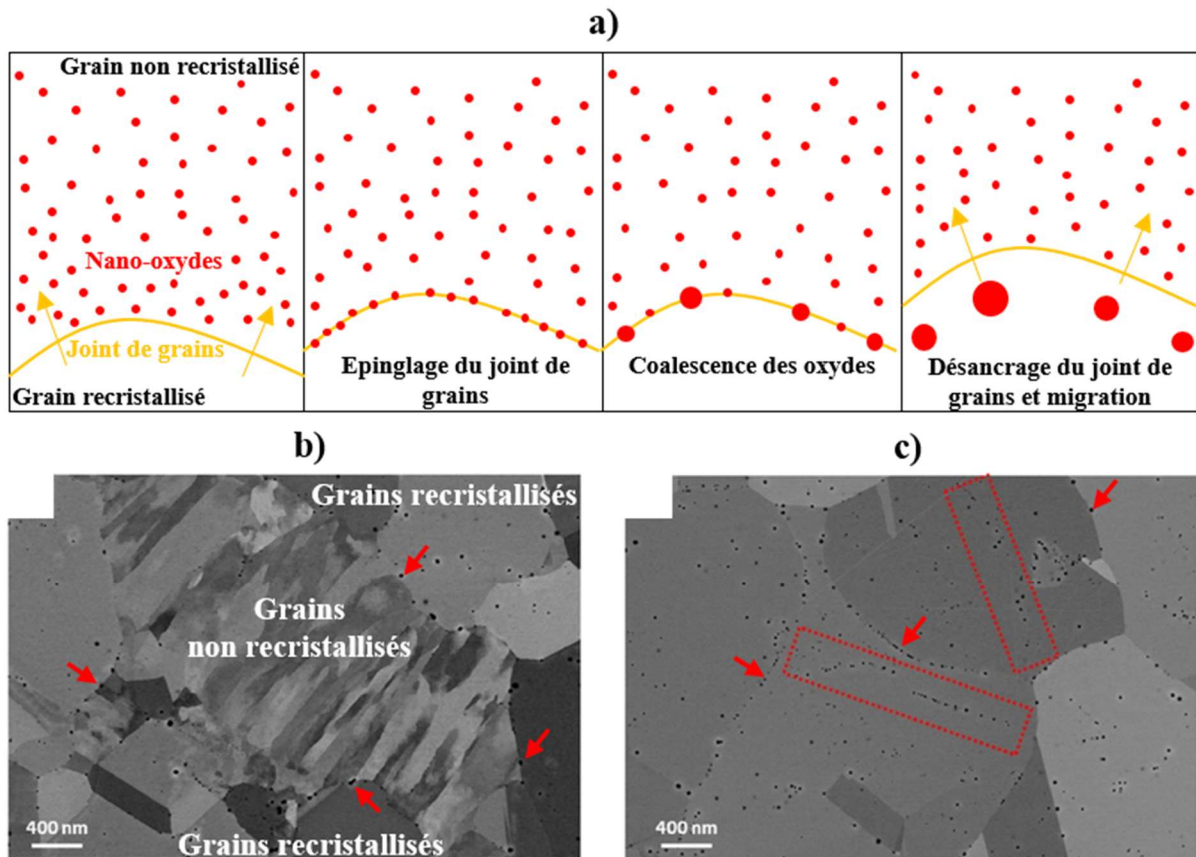


Figure I.16 : a) Etapes de la migration d’un joint de grains à travers la microstructure de l’acier 316L LPBF au cours de la recristallisation (les flèches indiquent le sens de déplacement du joint). b) Image ECCI d’une microstructure d’acier 316L LPBF partiellement recristallisée. Quelques oxydes épinglant les joints de grains recristallisés sont pointés par les flèches rouges. c) Image ECCI d’une microstructure totalement recristallisée. Flèches rouges : oxydes localisés aux joints des grains recristallisés, encadrés rouges : alignements d’oxydes formés par le passage de joints de grains. D’après [48].

Cependant, la coalescence et la localisation aux joints de grains ne sont pas les seules conséquences d’un maintien à haute température sur la population d’oxydes. Ces derniers sont en effet susceptibles de subir un changement de structure et de composition chimique. Plusieurs études ont

montré la présence d’oxydes de types $MnCr_2O_4$, de structure spinelle et de forme prismatique, dans les microstructures d’aciers 316L traités entre 1065 °C et 1200°C [42], [43], [52]. Les travaux de Deng *et al.* laissent penser que ces nouveaux oxydes apparaissent dans les zones non recristallisées, la recristallisation favorisant au contraire la coalescence d’oxydes riches en silicium, du fait de l’importante diffusion de cet élément dans les joints des grains recristallisés [43].

En résumé, la microstructure de l’acier 316L LPBF est stable jusqu’à la température de 650 °C pour des traitements thermiques de quelques heures. La précipitation de phases secondaires (carbures, siliciures et phase σ) intervient entre 700 °C et 800 °C. Sur cette plage de températures est également constatée la disparition progressive des cellules de solidification et de dislocations. La recristallisation de ce matériau est quant à elle lente à 1100 °C et 1200 °C par comparaison avec ce qui est obtenu avec les aciers 316L conventionnels déformés. Elle est caractérisée par un fort épinglage des joints de grains recristallisés, lors de l’étape de croissance de grains, par les populations d’oxydes présents dans la microstructure de l’acier brut de fabrication. Ce phénomène est considéré comme une des causes principales des lentes cinétiques de recristallisation observées dans l’acier 316L LPBF. Par ailleurs, une certaine disparité dans les conditions nécessaires à l’obtention de la recristallisation de ce matériau indique que celle-ci dépend de manière significative de sa microstructure (pouvant être affectée par les paramètres du procédé et la poudre utilisée). L’ensemble des relations entre les éléments de microstructure de l’acier 316L LPBF et ses cinétiques de recristallisation reste un point peu étudié dans la littérature.

I.3.2 Comportement mécanique de l’acier 316L LPBF

I.3.2.1 Comportement en traction

A température ambiante, l’acier 316L LPBF brut de fabrication présente des combinaisons résistance – ductilité élevées par comparaison aux aciers 316L élaborés par d’autres procédés (Figure I.17a). En particulier, les limites d’élasticité obtenues avec ce matériau sont d’un facteur 1,5 à 2 supérieures à celles des aciers 316L élaborés par procédés conventionnels puis recristallisés, témoignant d’un durcissement particulier de l’acier 316L LPBF [18], [19], [41], [52], [68], [73]–[79]. Ce durcissement proviendrait de sa structure cellulaire complexe (effet « forêt » des dislocations ou encore effet Hall-Petch des cellules de dislocations) ainsi que de sa population d’oxydes (durcissement de type Orowan) [29], [41], [60]. Les mécanismes de durcissement qu’induisent ces éléments de microstructure ne sont toutefois pas encore bien déterminés. Un important maillage mécanique confère quant à lui à ce matériau une résistance à la localisation de la déformation plastique élevée ainsi qu’une bonne capacité d’écrouissage [78].

Du fait de sa structure de grains et de sa texture anisotropes (*cf.* I.3.1.1.2), l’acier 316L LPBF présente une anisotropie de comportement en traction : ses propriétés mécaniques dépendent de l’orientation de la sollicitation mécanique par rapport à la direction de construction (BD) [31], [68], [73], [74], [80]–[82]. Des limites d’élasticité et des résistances mécaniques plus élevées sont obtenues dans

la direction perpendiculaire à BD. A l’inverse, l’allongement uniforme est maximal pour une sollicitation selon BD (Figure I.17b).

La rupture est ductile à température ambiante [31], [37], [68], [73], [80], [83]. L’observation d’oxydes nanométriques non rompus en fond de cupule par Chao *et al.* et Zhong *et al.* (Figure I.17c) indique qu’elle intervient par coalescence de cavités provenant principalement de la décohésion des interfaces oxyde / matrice [37], [52]. Des défauts de fabrication, comme des particules de poudre non ou partiellement fondues ou des pores, peuvent également agir comme des sites d’amorçage de la rupture [68], [80], [84], [85].

La baisse de la densité de dislocations provoquée par la restauration a pour principal effet une diminution de la limite d’élasticité [31], [68], [73], [83]. Après traitement thermique à de plus hautes températures, la recristallisation du matériau a pour conséquence une réduction significative de l’anisotropie de comportement élastoplastique [31], [68]. Les valeurs de limite d’élasticité, de résistance mécanique, et d’allongement à rupture obtenues rejoignent alors généralement celles d’un acier 316L forgé recristallisé [31], [86]. La coalescence des oxydes nanométriques jusqu’à des tailles avoisinant le micromètre a cependant été identifiée comme pouvant induire une baisse de la ductilité du matériau, lorsque celui-ci est soumis à des traitements de recristallisation de plusieurs heures [83].

A de plus basses températures (jusqu’à 10 K), un durcissement de l’acier 316L LPBF est observé (Figure I.18), résultant de l’augmentation de la force de friction de réseau, ainsi que de la formation de martensite α' activée par la baisse de la température [85], [87]–[90]. A travers l’effet de plasticité induite par transformation de phase (effet TRIP) [91], [92], cette formation de martensite est également responsable d’une bonne conservation de l’allongement à rupture par rapport au comportement à température ambiante. Les mécanismes de rupture, toujours totalement ductiles à -196 °C , ne semblent pas être significativement influencés par un abaissement de la température d’essai [85], [89]. Ce comportement est globalement similaire à celui observé pour un acier 316L conventionnel [93].

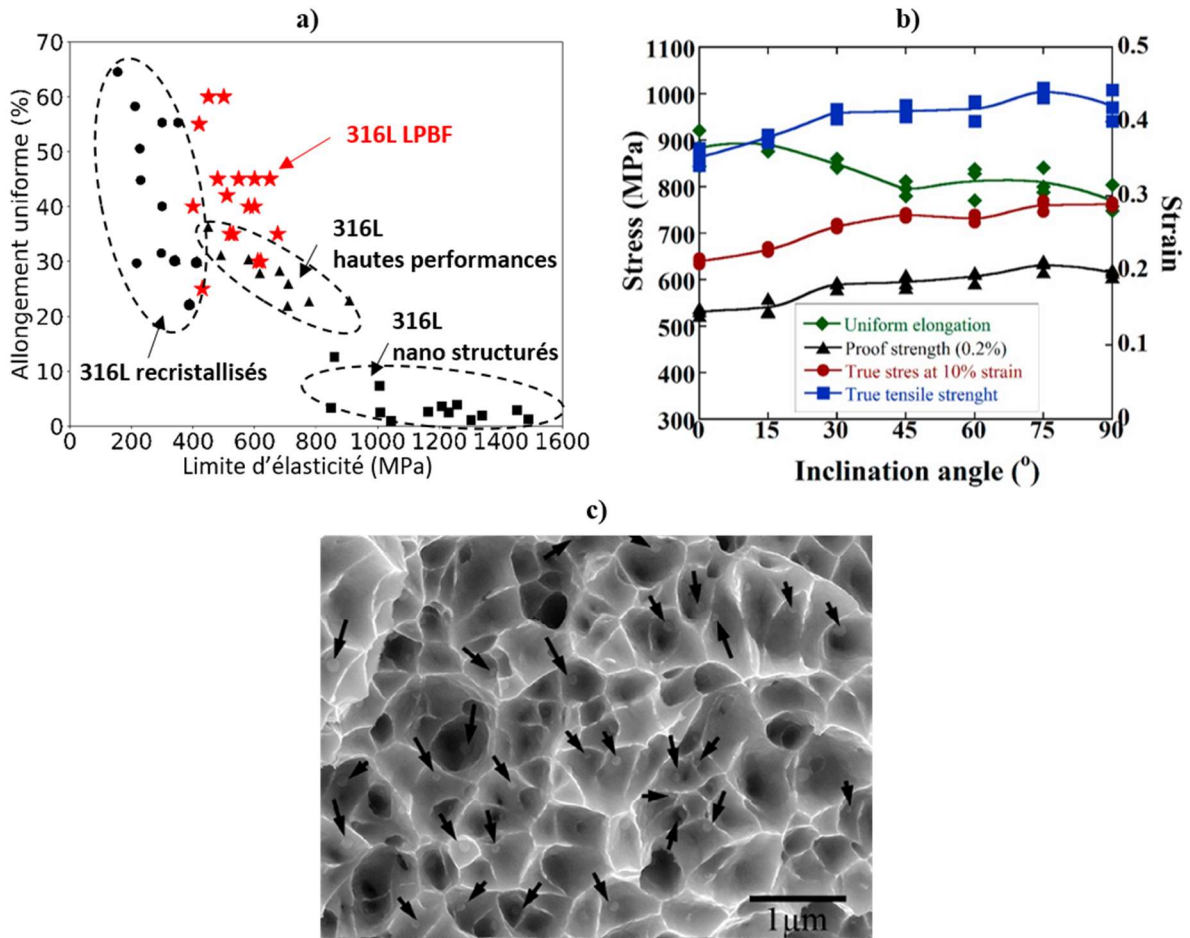


Figure I.17 : a) Diagramme limite d'élasticité – allongement uniforme pour différents types d'aciers 316L. Les valeurs de l'acier 316L LPBF proviennent des références [18], [19], [41], [52], [68], [73]–[79], celles des aciers 316L hautes performances et nano structurés ont été tirées de la référence [19]. b) Evolution de différentes contraintes vraies (limite d'élasticité, à 10 % de déformation, résistance mécanique) et de l'allongement uniforme d'un acier 316L LPBF en fonction de l'orientation de la sollicitation par rapport à la direction de construction de la pièce [82]. c) Faciès de rupture ductile d'une éprouvette de traction d'un acier 316L LPBF (MEB) montrant des oxydes nanométriques en fond de cupule (flèches noires) [37].

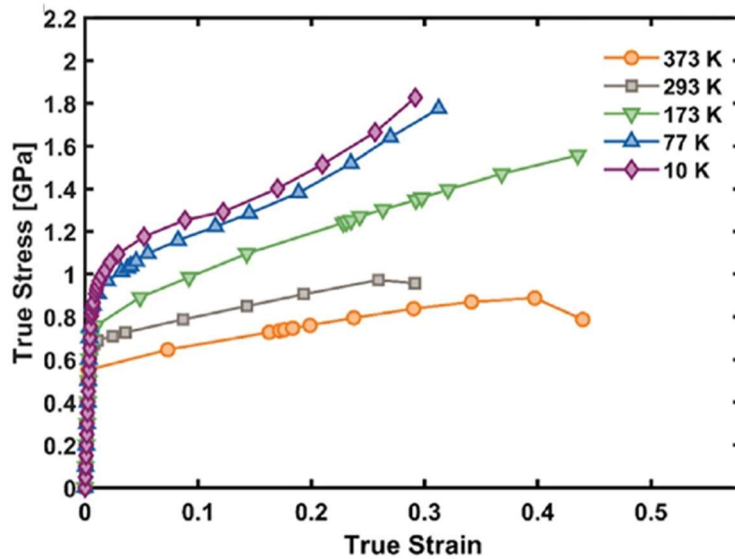


Figure I.18 : Courbes contrainte vraie – déformation vraie d’un acier 316L LPBF brut de fabrication sollicité à différentes températures d’essai [88].

I.3.2.2 Comportement en résilience et ténacité

I.3.2.2.1 Résilience

A l’inverse de ses propriétés en traction, l’acier 316L LPBF présente des résiliences significativement inférieures à celles obtenues sur des aciers conventionnels. En effet, la littérature fait état d’énergies de rupture à température ambiante allant de 15 J à 210 J (sur éprouvettes Charpy normalisées) pour l’acier 316L LPBF [43], [55], [74], [94]–[99], contre environ 350 à 425 J pour un acier 316L forgé-recristallisé testé dans les mêmes conditions [95], [100]. Les énergies de rupture les plus basses obtenues dans ces études (inférieures à 100 J) peuvent s’expliquer par des défauts de fabrication (porosité interne, particules de poudre partiellement fondues) présents dans les matériaux testés [55], [78], [97]. Les autres valeurs, correspondant à des matériaux sains, et néanmoins relativement basses, témoignent en revanche d’un comportement à rupture intrinsèque à la microstructure de l’acier 316L LPBF.

Si les dispersions d’oxydes nanométriques présents dans ce matériau sont susceptibles d’avoir un effet durcissant bénéfique pour les propriétés de traction, ces éléments de microstructure apparaissent comme la cause principale des faibles résiliences obtenues. Plusieurs auteurs ont montré que, tout comme en traction, ces oxydes agissent lors d’un chargement mécanique rapide comme des sites de germination de micro-cavités dont la croissance et la coalescence mène à la rupture du matériau [67], [94], [95]. Par ailleurs, la densité de ces sites de germination de cavités est ici significativement plus importante que dans le cas des aciers conventionnels, comme peuvent en témoigner les différences de tailles de cupules observées sur les faciès de rupture (Figure I.19) : quelques centaines de nanomètres pour l’acier 316L LPBF, plusieurs micromètres pour un acier 316L forgé recristallisé [101]. Par conséquent, l’énergie nécessaire à la croissance/coalescence des cavités, donc la résilience, est plus faible dans le cas de l’acier LPBF. Cette densité importante de sites de germination de cavités due à la présence d’oxydes nanométriques finement dispersés, donc directement liée à une teneur élevée en oxygène dans le matériau, semble être un problème inhérent à la métallurgie des poudres. Un effet

néгатif similaire de l’oxygène sur la résilience a en effet été obtenu par Cooper *et al.* sur des aciers élaborés par compression isostatique à chaud [100], [102].

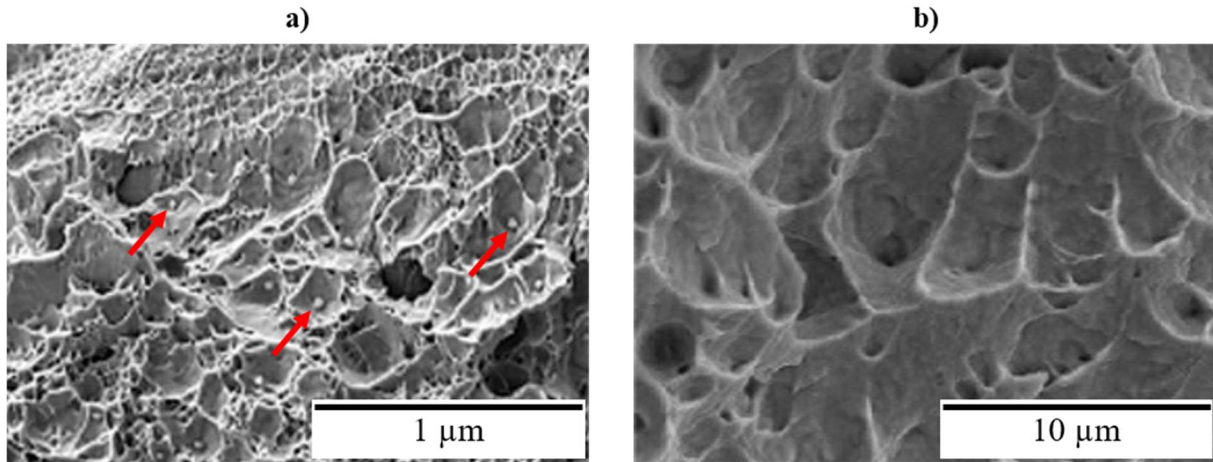


Figure I.19 : Faciès de rupture d’éprouvettes Charpy illustrant les différences de tailles de cupules entre a) un acier 316L LPBF brut de fabrication [94] et b) un acier 316L conventionnel [101]. Les flèches rouges en a) identifient des oxydes nanométriques en fond de cupule dans le cas de l’acier 316L LPBF.

Tout comme en traction, l’acier 316L LPBF présente une anisotropie de résilience à l’état brut de fabrication : l’énergie de rupture est plus élevée, d’environ 25 %, pour une sollicitation mécanique selon la direction de construction, par rapport à une sollicitation orthogonale à cette direction [43], [74]. Deng *et al.* relie cette anisotropie à l’anisotropie de la microstructure colonnaire du matériau, et à une densité de joints de grains plus importante dans le plan de propagation de fissure lorsque la sollicitation mécanique est selon la direction de construction [43]. Les mécanismes des éventuelles interactions entre la fissure et les joints de grains ne sont cependant pas clairement identifiés.

L’effet des traitements thermiques sur le comportement à rupture de l’acier 316L LPBF n’est que peu étudié dans la littérature. On peut cependant noter que les traitements à 600 °C n’ont pas d’influence significative sur la résilience de ce matériau, alors que ceux à 900 °C conduisent à une légère augmentation de l’énergie de rupture, phénomène dont l’explication reste à déterminer [55]. A plus haute température, les traitements de recristallisation induisent une transition dans le mécanisme de rupture : de ductile transgranulaire à ductile intergranulaire [43], [95], ce qui est cohérent avec la localisation des oxydes aux joints de grains à cet état microstructural (*cf.* I.3.1.2.4). Une diminution de l’anisotropie de la résilience est également observée suite à la recristallisation, et est attribuée à la disparition des grains colonnaires de la microstructure brute de fabrication [43].

A basse température, la résilience de l’acier 316L LPBF apparaît fortement dépendante de l’orientation cristallographique. Wang *et al.* ont en effet montré que pour les orientations favorisant la formation de martensite α' lors de la déformation (typiquement l’orientation $\langle 110 \rangle // BD$), l’énergie de rupture obtenue à -196 °C est similaire à celle à température ambiante (environ 210 J/cm²) [94]. Dans ce cas, le gain de plasticité causé par l’effet TRIP limite presque totalement la baisse de résilience induite par le durcissement du matériau lors de la baisse de la température d’essai. A l’inverse, pour les

orientations défavorables à la formation de martensite (principalement l’orientation $\langle 100 \rangle // BD$), une diminution significative de l’énergie de rupture est obtenue à -196 °C (environ -50%). Dans ce dernier cas, ces auteurs ont également identifié des zones à caractère relativement fragile, sur les faciès de rupture, dans lesquels ils observent ce qui leur semble être des murs de cellules de solidification et des traces de bords de fusion (Figure I.20). Ce résultat paraît donc indiquer que d’autres éléments de microstructure que les oxydes nanométriques sont susceptibles de jouer un rôle dans la rupture de l’acier 316L LPBF à basse température. Il semble être toutefois à nuancer : la taille des éléments allongés de la Figure I.20, supérieure à un micromètre dans le sens de la largeur, rendant ces derniers difficilement identifiables à des murs de cellules de solidification de diamètre classiquement nettement inférieurs (quelques centaines de nanomètres).

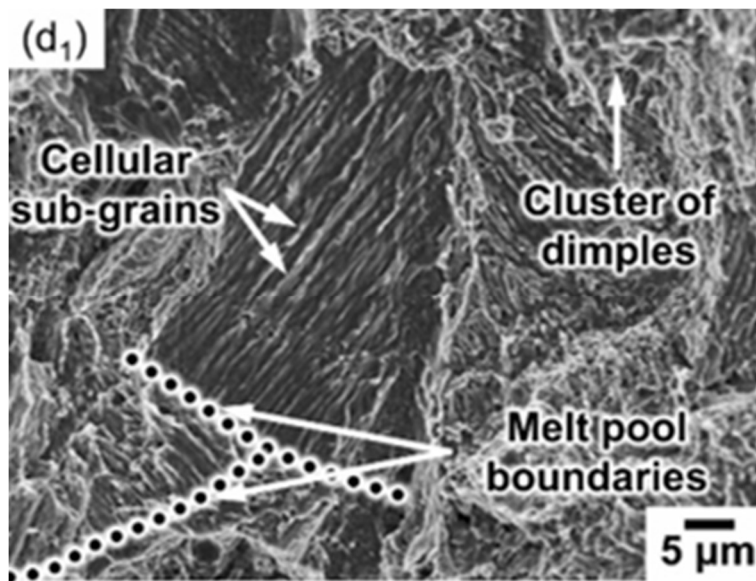


Figure I.20 : Eléments identifiés à des cellules de solidification et des bords de fusion observables sur le faciès de rupture d’une éprouvette Charpy d’un acier 316L LPBF brut de fabrication (d’orientation cristallographique majoritairement $\langle 100 \rangle$) rompue à -196 °C ($KCV = 140\text{ J/cm}^2$) [94].

1.3.2.2.2 Ténacité

La littérature fait état d’une poignée d’études abordant la ténacité de l’acier 316L LPBF à température ambiante. Si certaines d’entre elles statuent sur une ténacité de l’acier 316L LPBF significativement inférieure à celle d’un 316L conventionnel, leurs conclusions peuvent être nuancées au vu de la santé matière des matériaux testés. En effet, le niveau de porosité est élevé dans les matériaux LPBF de ces études, et la rupture s’y amorce sur des pores et des particules de poudre partiellement fondues [84], [103]. On peut donc supposer que dans ces cas, l’influence des défauts de fabrication est trop importante pour mettre en évidence les réelles relations entre éléments de microstructure et ténacité.

A l’inverse, l’étude d’un matériau LPBF brut de fabrication relativement sain (de densité supérieure à $99,5\%$) a permis à Kumar *et al.*, d’obtenir des ténacités à l’amorçage de fissure supérieures (d’environ 30%) à celles d’un acier 316L forgé – recristallisé ($J_{IC} = 203\text{ kJ/m}^2$ pour l’acier LPBF contre

156 kJ/m² pour l’acier forgé³) [104]. Une autre étude, présentant le même type de comparaison, met quant à elle en évidence des valeurs de ténacité relativement proches entre les aciers LPBF et conventionnels (276 kJ/m² pour l’acier 316L LPBF contre 262 kJ/m² pour son homologue forgé / laminé) [105]. Cette résistance à l’amorçage de fissure élevée pour l’acier 316L LPBF est attribuée à un maillage mécanique important lors de la déformation. La présence de cette densité élevée de macles est en effet susceptible, selon ces auteurs, de limiter l’amorçage de microfissures, ainsi que d’augmenter la tortuosité de chemin de la fissure lors de sa propagation [106]–[108]. En conséquence, la ténacité du matériau est augmentée.

Si la rupture de l’acier 316L LPBF apparaît ductile pour ce type de sollicitation mécanique, les mécanismes qui y conduisent ne sont pas discutés précisément dans ces études. L’observation de fines cupules sur les faciès de rupture présentés par Kumar *et al.* laissent cependant penser que, tout comme en résilience, les oxydes nanométriques ont un rôle prépondérant dans les mécanismes de rupture en ténacité de l’acier 316L LPBF [104].

1.3.3 Synthèse partielle : l’acier 316L LPBF

La microstructure de l’acier 316L LPBF est significativement différente de celle des aciers 316L conventionnels et fortement dépendante des paramètres du procédé (vitesse et puissance du laser, stratégies de balayage...) et des matières premières utilisées (la poudre). Les vitesses de solidification et de refroidissement élevées du procédé LPBF causent la formation d’une microstructure cellulaire, purement austénitique et comportant une densité de dislocations importante (par comparaison avec une microstructure recristallisée). La géométrie des bains de fusion, ainsi que le mode de construction par superposition de couches fondues impliquent la croissance des grains par épitaxie et l’obtention d’une microstructure colonnaire et anisotrope. Enfin, l’utilisation de poudres riches en oxygène induit la formation de dispersions d’oxydes nanométriques dans les pièces consolidées.

Par conséquent, l’évolution en température de ces microstructures est différente de celle des aciers 316L conventionnels. En particulier, une stabilité accrue de la phase austénitique est obtenue, due à l’inhibition de la précipitation de carbures de type $M_{23}C_6$ en dessous de 700 °C, ainsi que des cinétiques de recristallisation lentes, principalement du fait de la dispersion homogène des dislocations dans les grains et de l’épinglage des joints de grains par les oxydes nanométriques.

Enfin, les spécificités microstructurales de l’acier 316L LPBF confèrent à ce matériau des propriétés mécaniques particulières. En effet, les cellules de dislocations ainsi que les dispersions d’oxydes sont responsables de combinaisons résistance – ductilité en traction significativement supérieures à celles des aciers 316L forgés. Des résiliences bien moindres sont en revanche obtenues, ce qui est attribué à la densité importante de sites de germination de cavités induite par les dispersions d’oxydes nanométriques, la rupture ductile s’amorçant à partir de ces derniers.

³ Ces valeurs sont données en N/mm² dans la publication citée. Une unité plus adéquate et harmonisée est proposée ici : le kJ/m².

I.4. Microstructures et comportement mécanique de l’acier 316L WAAM

I.4.1 Microstructures de l’acier 316L WAAM

I.4.1.1 Microstructure brute de fabrication

Comme dans le cas de l’acier 316L LPBF, la microstructure de l’acier 316L WAAM s’organise à différentes échelles (Figure I.21). Cependant, du fait des relativement faibles vitesses de refroidissement mises en jeu, et des volumes élémentaires de fabrication (les bains de fusion) importants, ces échelles sont supérieures d’environ un ordre de grandeur par rapport à celles induites par le procédé LPBF. De même que pour l’acier 316L LPBF, l’effet de la réaffectation thermique de la microstructure de chaque couche déposée par la suivante est relativement peu étudié dans la littérature. Il est cependant important de garder à l’esprit que les microstructures présentées dans cette partie comme « brutes de fabrication » ne sont pas brutes de solidification, mais héritées d’une histoire thermique plus complexe.

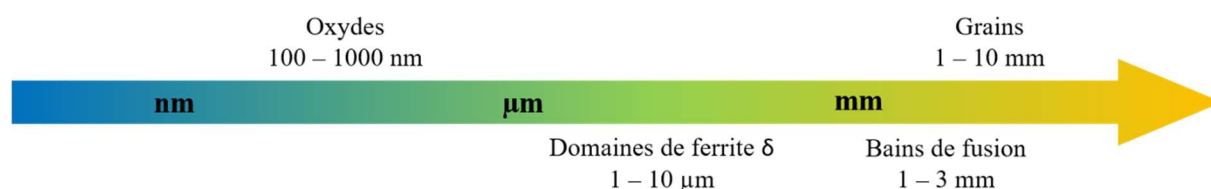


Figure I.21 : Éléments et échelles caractéristiques de la microstructure de l’acier 316L élaboré par procédé WAAM.

I.4.1.1.1 Les grains

Du fait des diamètres millimétriques des fils déposés et des puissances d’arc élevées [7], les bains de fusion impliqués dans le procédé WAAM ont des tailles de l’ordre de 1 à plusieurs millimètres. Il en résulte une microstructure à grains colonnaires d’environ 1 à 10 millimètres de long (Figure I.22) [109]–[112]. Deux types de zones différents peuvent être identifiés dans la microstructure de l’acier 316L WAAM, présentant deux types de croissance et de morphologie de grains. Dans les zones au cœur des bains de fusion, une compétition entre croissance des grains par épitaxie et croissance selon le gradient thermique est observée. Pour les grains en fond de bain, ayant par conséquent leur direction cristallographique $\langle 001 \rangle$ alignée avec le gradient thermique⁴, la croissance par épitaxie est favorisée, donnant lieu à la formation de longs grains colonnaires de plusieurs millimètres selon la direction de construction, et de texture $\langle 001 \rangle$ selon cette direction. À l’inverse, la croissance sur les bords latéraux des bains de fusion intervient principalement selon la direction du gradient thermique, ce qui favorise la formation de nouveaux grains. Il en résulte des grains d’orientations cristallographiques variées, inclinés vers le centre des bains de fusion, et dépassant rarement un millimètre de long [110], [111], [113]. Dans les zones de chevauchement entre deux cordons déposés, les zones refondues, la croissance des grains

⁴ Le raisonnement est ici pensé en 2D, dans un plan perpendiculaire à la direction de dépôt de fil. En réalité, du fait de la forme tridimensionnelle des bains de fusion, le gradient thermique est également incliné dans cette dernière direction.

intervient principalement par épitaxie. La microstructure y est par conséquent composée de grains colonnaires pouvant atteindre des tailles de l’ordre d’un centimètre et présentant une forte texture $\langle 001 \rangle$ selon la direction de construction [109], [114]. Ces grains contiennent un nombre important de joints à faible angle de désorientation ($2^\circ - 15^\circ$) traduisant une densité de dislocations géométriquement nécessaires significativement élevée dans le matériau (de l’ordre de 10^{14} m^{-2} [110]).

Les paramètres de fabrication, tels que la puissance fournie au travers de l’arc électrique et la vitesse de dépôt, sont susceptibles de modifier la forme et la taille du bain de fusion [114], [115]. Ces variations dans la morphologie du bain ont des conséquences sur la texture des grains qui s’y forment ainsi que sur leurs tailles. Par exemple, plus le bain est de volume important, plus les mouvements de convection du liquide en son sein sont importants, ce qui favorise la germination de grains selon des orientations cristallographiques aléatoires [114], [116].

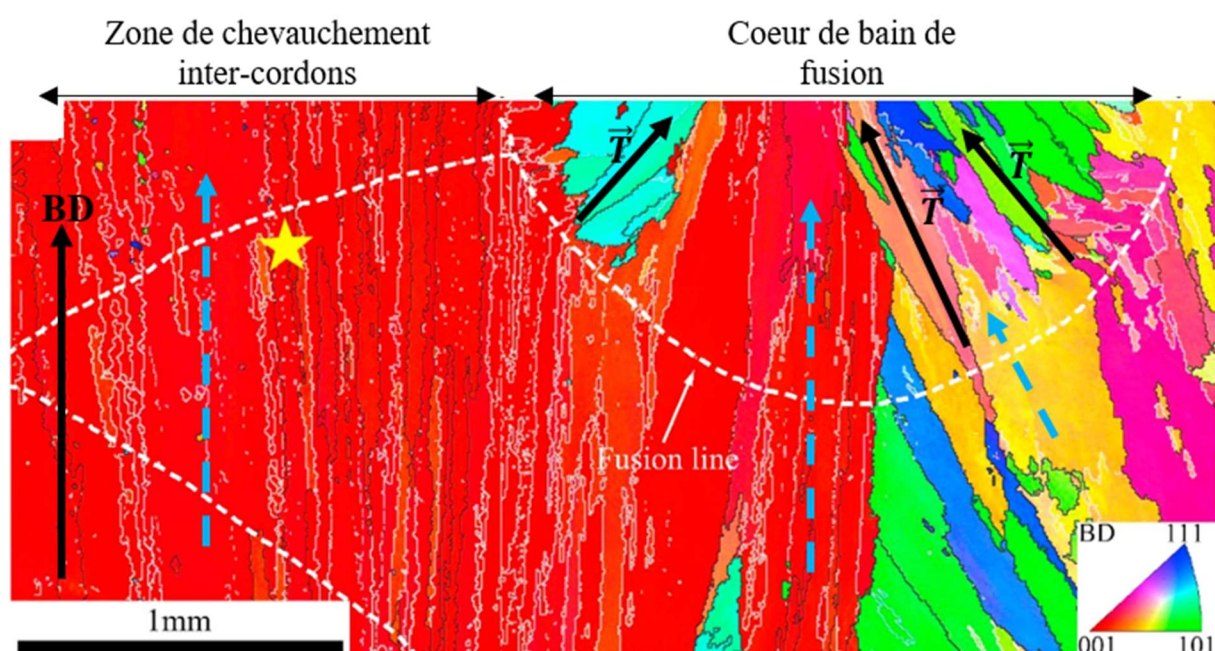


Figure I.22 : Microstructure de l’acier 316L WAAM (cartographie en figure de pôle inverse obtenue par EBSD ; traces des bords de fusion en pointillés blancs). Identification des deux zones caractéristiques : les cœurs des bords de fusion avec une compétition entre croissance des grains par épitaxie (flèches bleues en pointillés) et croissance selon le gradient thermique \vec{T} (flèches noires), les zones de chevauchement inter-cordons où la croissance des grains se fait principalement par épitaxie. Les joints de grains ($> 15^\circ$) sont tracés en noir, les joints à faible angle de désorientation ($2^\circ - 15^\circ$) en blanc. D’après [111].

I.4.1.1.2 Les domaines ferritiques

Du fait des vitesses de solidification induites par le procédé, l’acier 316L WAAM a une microstructure biphasée austénite / ferrite δ (Figure I.23) [109]–[111], [117]. La fraction volumique de cette ferrite est généralement comprise entre 5 et 7 %. Sa morphologie est principalement vermiculaire ou en dentelle, témoignant d’un mode de solidification ferrite – austénite [2]. Les vitesses de refroidissement étant plus élevées près de la frontière des bords de fusion, la microstructure biphasée est

plus fine dans ces zones (flèche en tirets bleus sur la Figure I.23) que dans le cœur des bains (flèche rouge sur la Figure I.23).

Parmi les paramètres du procédé pouvant avoir une influence sur les phases présentes dans la microstructure de l’acier 316L WAAM, la température inter-passe (entre deux cordons superposés) joue un rôle prépondérant. En effet, le dépôt d’une couche de fil induit une réaffectation thermique des couches inférieures [110]. Si la température de chaque cordon déposé n’est pas maîtrisée, un échauffement significatif de la pièce en construction peut s’ensuivre, causant l’apparition de nouvelles phases non désirées, comme par exemple la phase σ [112].

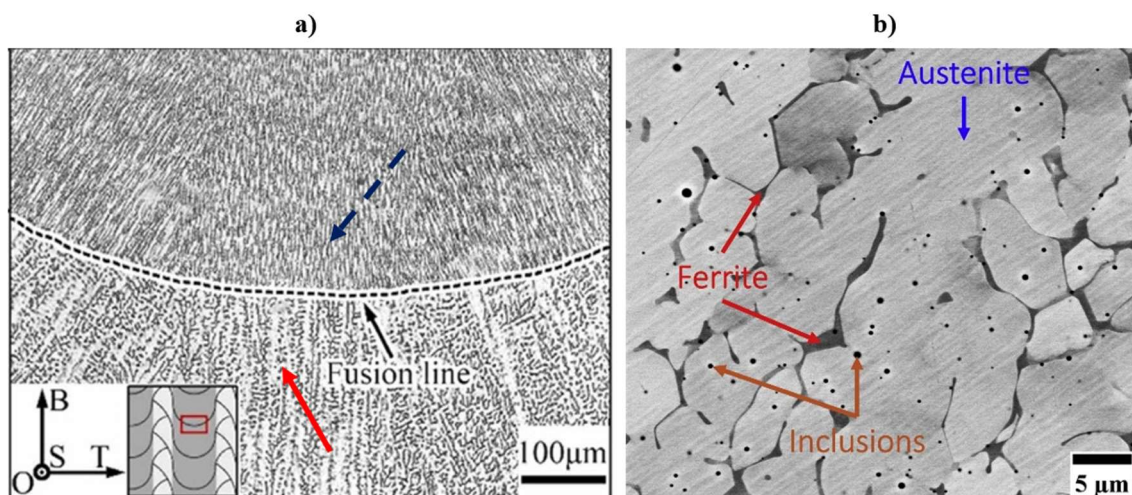


Figure I.23 : Microstructure biphasée de l’acier 316L WAAM. a) Illustration de la différence de taille de la microstructure ferritique (en nuances de gris) au sein d’un bain de fusion : microstructure fine proche du bord du bain, en début de solidification (flèche en tirets bleus), microstructure plus grossière loin du bord du bain, en fin de solidification (flèche rouge), d’après [109]. b) Microstructure de l’acier 316L WAAM à un plus fort grossissement avec identification des phases en présence [118].

I.4.1.1.3 Les inclusions

Enfin, la microstructure de l’acier 316L WAAM est caractérisée par la présence de particules de plusieurs centaines de nanomètres (Figure I.23b) dont la nature semble varier en fonction des impuretés présentes dans les matériaux étudiés. Généralement, il s’agit d’oxydes sphériques riches en silicium et manganèse [109], [114], [118]. Dans certains cas, des inclusions de type TiN ou MnS, de tailles inférieures à 100 nm, sont également observées [117]. La littérature ne fait pas état de l’effet des paramètres du procédé sur ces populations d’inclusions. Toutefois on peut supposer que, comme dans le cas de l’acier 316L LPBF, la teneur en oxygène dans le flux de gaz protecteur a une influence directe sur la taille et la fraction volumique de ces particules, lorsqu’il s’agit d’oxydes.

En résumé, la microstructure de l’acier 316L WAAM brut de fabrication se compose de grains colonnaires millimétriques et présente une texture cristallographique $\langle 001 \rangle$ marquée selon la direction de construction. A l’échelle intragranulaire, des domaines de ferrite δ sont observés, à hauteur de 5 à 7 % en volume, ainsi que des inclusions submicrométriques généralement identifiées comme des oxydes.

I.4.1.2 Evolution microstructurale en température

I.4.1.2.1 Les phases en présence

Les phases présentes dans la microstructure de l’acier 316L WAAM sont stables en dessous de 650 °C [119]. A partir de cette température est observée la précipitation d’une phase riche en éléments Cr et Mo, au sein des domaines ferritiques, identifiée comme étant la phase σ (Figure I.24a et b) [110]. A plus haute température (800 °C – 1050 °C), pour des temps de traitement d’une heure et plus, la transformation de la ferrite δ en phase σ se poursuit jusqu’au remplacement de la majorité des domaines ferritiques par cette nouvelle phase (Figure I.24c-d) [110], [119]–[121]. Sa précipitation intervient également aux joints de grains, de façon minoritaire [122]. Dans le même temps, la décomposition ferrite – austénite qui intervient sur cette plage de température conduit à une diminution de la fraction totale de phases secondaires (ferrite δ + phase σ) [110]. A la température de 1100 °C, la microstructure est purement austénitique dans les grains recristallisés [110]. Dans les grains non recristallisés, la ferrite ou la phase σ résiduelles ont une morphologie globulaire [121], [122].

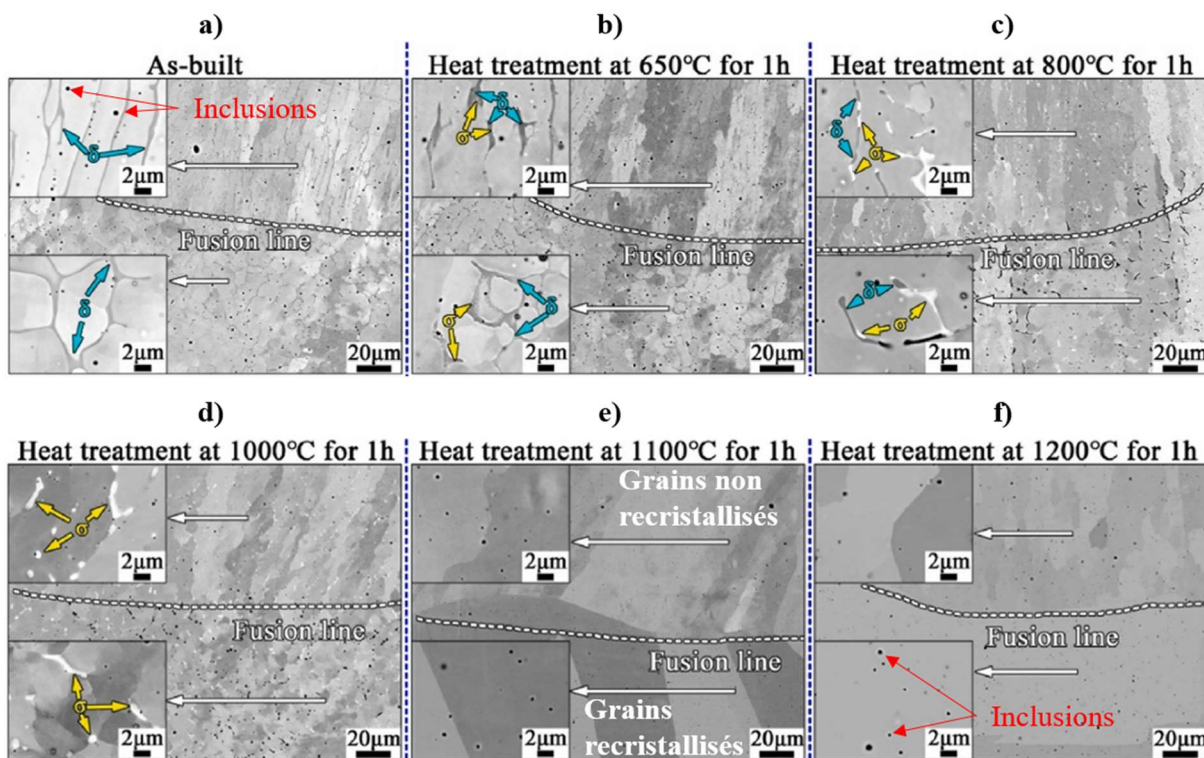


Figure I.24 : Evolution de la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L WAAM (a) après une heure de traitement à b) 650 °C, c) 800 °C, d) 1000 °C, e) 1100 °C, et f) 1200 °C, d’après [110].

I.4.1.2.2 Les grains

La recristallisation intervient à la température de 1100 °C, pour des temps de maintien de l’ordre d’une heure (Figure I.24e) [110], [122]. La germination des nouveaux grains semble se faire préférentiellement dans les zones les plus éloignées des fonds des bords de fusion et comprenant les plus fortes désorientations intergranulaires [110]. La recristallisation complète nécessite cependant des températures et temps de maintien plus élevés. Wang *et al.* ne l’obtiennent pas après 1 h de traitement à

1200 °C, les fonds des bains de fusion conservant leur microstructure originelle [110]. Chen *et al.* l’obtiennent au bout de 4 h de maintien à cette même température. Ces auteurs attribuent cette lente cinétique de recristallisation à l’épinglage des joints de grains recristallisés par les particules de ferrite et de phase σ pouvant être encore présentes sur cette plage de températures dans les grains non recristallisés [121].

I.4.1.2.3 Les inclusions

Aucune évolution significative de la population d’inclusions lors des traitements thermiques n’est mentionnée par la littérature. Contrairement à ce qui est observé pour l’acier 316L LPBF, ces dernières ne semblent pas être affectées significativement par la recristallisation du matériau : dans les grains recristallisés, leurs tailles et leur densité semblent être sensiblement les mêmes qu’à l’état brut de fabrication (Figure I.24a,f) [110].

En résumé, la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L WAAM est stable jusqu’à 650 °C. A partir de cette température, et jusqu’à 1050 °C, la précipitation de phase σ est constatée au sein des domaines ferritiques pour des temps de traitement de l’ordre d’une heure. La recristallisation intervient à partir de 1100 °C. Tout comme pour l’acier 316L LPBF, sa cinétique est lente par rapport à celle d’un acier conventionnel déformé à froid. Enfin, les inclusions présentes dans la microstructure brute de fabrication ne semblent pas être significativement affectées par les traitements jusqu’à 1200 °C.

I.4.2 Comportement mécanique de l’acier 316L WAAM

Dans cette partie, seul le comportement mécanique à la température ambiante est abordé, la littérature ne faisant pas état d’études relatives au comportement mécanique de l’acier 316L WAAM à basse température.

I.4.2.1 Comportement en traction

L’acier 316L WAAM brut de fabrication présente des combinaisons résistance – ductilité relativement comparables à celles des aciers 316L conventionnels recristallisés (Figure I.25a). La littérature fait néanmoins état de limites d’élasticité parfois assez élevées, jusqu’à 350 – 400 MPa [110], [114], [115]. Dans ces cas-là, la microstructure biphasée issue de la solidification et les densités importantes de joints à faible angle de désorientation sont considérées comme causes de ce durcissement [114], [115]. Tout comme pour l’acier 316L LPBF, la microstructure colonnaire et fortement anisotrope de l’acier 316L WAAM induit une anisotropie de comportement mécanique. Les valeurs de limite d’élasticité et de résistance mécanique obtenues pour une direction de traction parallèle à la direction de construction du matériau sont plus élevées que celles mesurées pour une direction de sollicitation perpendiculaire à cette direction. Une tendance inverse est obtenue pour l’allongement à rupture [110], [113].

La rupture est ductile à température ambiante [110], [114], [117], [123]. L’observation d’inclusions non rompues en fond de cupule (Figure I.25b) laisse penser que, comme dans le cas de l’acier 316L LPBF, celle-ci intervient par décohésion des interfaces inclusion / matrice.

La précipitation de phase σ au sein des domaines ferritiques après traitement à 650 °C et à 800 °C apparaît avoir un léger effet durcissant sur l’acier 316L WAAM (Figure I.25c) [110]. En dépit de l’augmentation de la fraction de phase σ qu’ils induisent, les traitements à plus hautes températures jusqu’à 1000 °C conduisent à un adoucissement du matériau, du fait de la diminution totale de la fraction de phases secondaires et de la baisse de la densité de dislocations (Figure I.25c) [110]. L’absence d’augmentation de l’allongement à rupture concomitant à cet adoucissement peut être attribuée à la rupture de la phase σ conduisant à une fissuration prématurée du matériau [110], [121]. A de plus hautes températures de traitement, la disparition totale des phases secondaires et la recristallisation conduisent à un adoucissement conséquent couplé avec une augmentation significative de l’allongement à rupture (Figure I.25c) [110], [121]. La recristallisation a également pour effet de réduire l’anisotropie de limite d’élasticité et d’allongement à rupture [110].

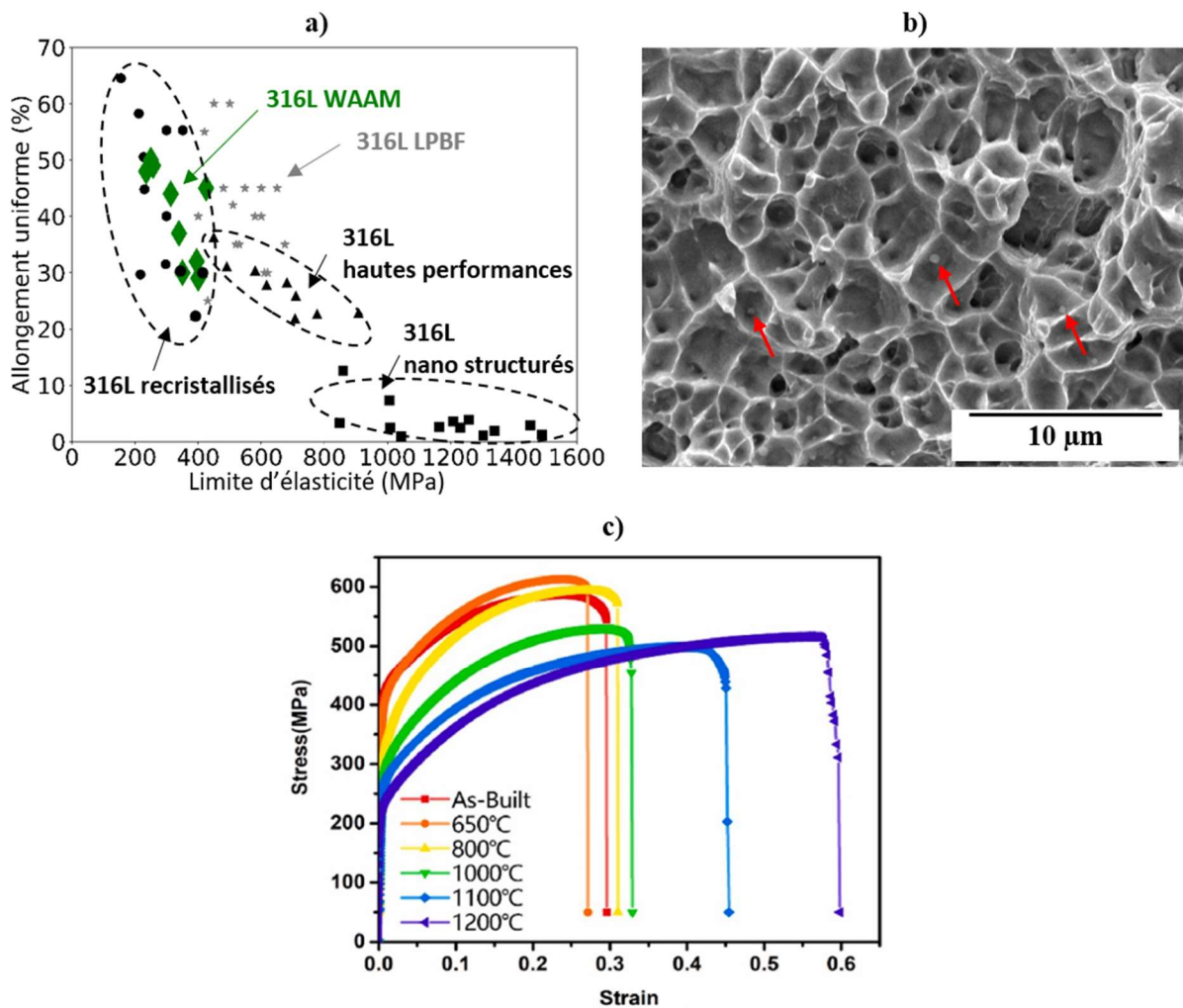


Figure I.25 : a) Diagramme limite d’élasticité – allongement uniforme pour différents types d’aciers 316L. Les valeurs de l’acier 316L WAAM proviennent des références [110], [113], [114], [118], [123], [124], celles des autres 316L (hors LPBF) ont été tirées de la référence [19]. b) Faciès de rupture ductile d’une éprouvette de traction d’un acier 316L WAAM (MEB) montrant des inclusions non rompues en fond de cupule (flèches rouges), d’après [115]. c) Courbes de traction de l’acier 316L WAAM brut de fabrication et après 1 h de traitement à différentes températures [110].

I.4.2.2 Comportement en résilience et en ténacité

Les comportements en résilience et en ténacité de l’acier 316L WAAM semblent n’avoir été que très peu étudiés. La littérature fait état de valeurs de résilience de 80 à 175 J/cm² [123], [125], ce qui est nettement inférieur (de 200 à 300 J/cm²) à ce qui est obtenu avec un acier 316L conventionnel [95], [102]. Kumar *et al.* trouvent en revanche une ténacité à l’amorçage de fissure du même ordre de grandeur que pour un acier 316L forgé ($J_{IC} = 170$ kJ/m²) [104]. La rupture est ductile pour ces deux types de sollicitation mécanique. L’observation de particules micrométriques en fond de cupule par Vora *et al.* [123], sur des faciès d’éprouvettes de résilience (Figure I.26), laisse supposer que comme en traction, les inclusions présentes dans la microstructure de l’acier 316L WAAM jouent un rôle de premier ordre dans son comportement à rupture en résilience et en ténacité. Si la littérature ne fait pas état de l’influence des évolutions microstructurales sur le comportement à rupture de l’acier 316L WAAM, une analogie avec le soudage des aciers austénitiques laisse supposer que la formation de phase σ lors de traitements thermiques sur la plage 650 °C – 1000 °C conduirait à une fragilisation du matériau et à une nette dégradation de ses propriétés à rupture [126]–[128].

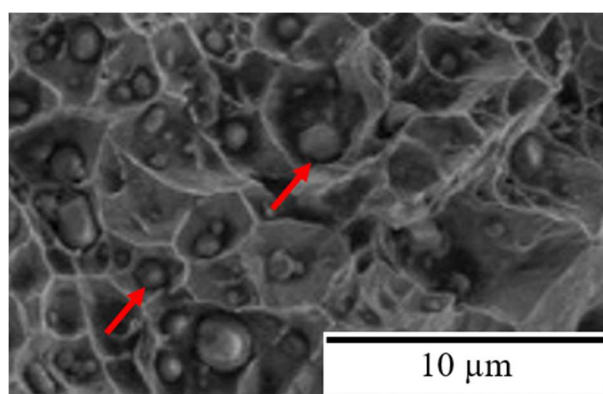


Figure I.26 : Faciès de rupture ductile d’une éprouvette de résilience d’acier 316L WAAM (des particules en fonds de cupule sont pointées par les flèches rouges). D’après [123].

I.4.3 Synthèse partielle : l’acier 316L WAAM

Tout comme l’acier 316L LPBF, l’acier 316L WAAM possède des microstructures différentes de celles des aciers 316L conventionnels dont les principaux éléments sont des grains colonnaires millimétriques, des domaines ferritiques micrométriques et des dispersions d’inclusions (principalement des oxydes) sub micrométriques. L’évolution en température de ces microstructures est caractérisée par une précipitation de phase σ significative dans les domaines ferritiques aux alentours de 650 °C à 1000 °C ainsi que par une recristallisation n’intervenant qu’à haute température (vers 1100 °C).

A l’état brut de fabrication, l’acier 316L WAAM présente en traction des combinaisons résistance – ductilité relativement similaires à celles des aciers 316L forgés – recristallisés, avec cependant des limites d’élasticité globalement supérieures. La recristallisation a pour effet d’adoucir le matériau et d’augmenter sa ductilité. Concernant les propriétés à rupture, la résilience et la ténacité n’ont été que très peu étudiées au vu de la littérature. Néanmoins, il semble que, comme dans le cas de l’acier 316L LPBF, les oxydes sub micrométriques jouent un rôle de premier plan dans les mécanismes de rupture de l’acier 316L WAAM.

I.5 Synthèse de l’état de l’art

Microstructures – Cette revue de l’état de l’art a permis de décrire la microstructure brute de fabrication des aciers 316L LPBF et WAAM. Si les deux aciers possèdent une structure de grains colonnaire, ils se différencient en premier lieu par leurs échelles caractéristiques, environ supérieure d’un ordre de grandeur dans le cas de l’acier WAAM par rapport à l’acier LPBF. Leurs microstructures diffèrent également à une échelle plus fine : structures cellulaires (de solidification et de dislocations) et oxydes nanométriques dans le cas du matériau LPBF, domaines ferritiques et oxydes submicrométriques dans le cas du matériau WAAM. Ces différences de microstructure induisent nécessairement des évolutions en température distinctes, notamment concernant l’homogénéisation chimique des matériaux et la stabilité des phases secondaires, l’évolution des populations d’oxydes et les cinétiques de recristallisation.

Dans cette étude, une attention particulière sera accordée à la recristallisation de ces matériaux. En effet, les disparités significatives dans les temps et les températures décrits dans la littérature pour obtenir la recristallisation complète de l’acier 316L LPBF, ou le manque de données dans le cas du 316L WAAM, ne permettent pas d’avoir une vision précise des cinétiques de ce phénomène dans ces deux aciers. De plus, l’effet de chaque élément de ces microstructures complexes sur leur recristallisation n’est pas encore clairement déterminé. Ces questions seront abordées dans les chapitres II (LPBF) et V (WAAM).

Traction⁵ – Du point de vue du comportement en traction, l’acier 316 LPBF présente des combinaisons résistance – ductilité élevées par rapport aux aciers 316L conventionnels. Ceci est attribué à un effet durcissant de ses structures cellulaires et de ses populations d’oxydes nanométriques. Cet effet durcissant de la microstructure apparaît moins important dans le cas de l’acier 316L WAAM, dont la limite d’élasticité et l’allongement à rupture se rapprochent de ceux des 316L forgés recristallisés. Dans les deux cas, l’anisotropie de microstructure induit une anisotropie de comportement élastoplastique.

Résilience et ténacité – Les aciers 316L LPBF et WAAM présentent des résiliences bien plus faibles que celles des aciers 316L conventionnels. Cela est attribué à la présence de populations d’oxydes dans leurs microstructures qui agissent comme des sites de germination de cavités. A l’inverse, la ténacité de ces matériaux apparaît élevée. Dans le cas de l’acier 316L LPBF, cela est attribué à un maillage important du matériau lors de la déformation. Dans le cas de l’acier WAAM, aucune hypothèse n’est avancée dans la littérature. Ces résultats opposés posent donc la question de la corrélation entre résilience et ténacité pour ces matériaux. De manière générale, la littérature fait état de lacunes manifestes dans la compréhension du rôle des éléments de microstructure de ces deux aciers sur leurs mécanismes de déformation et de rupture, à température ambiante et *a fortiori* à basse température.

Dans cette étude, l’effet de chaque élément de la microstructure des aciers 316L LPBF et WAAM sur leurs comportements à rupture sera déterminé à température ambiante et à basse température (chapitres III, IV et V). Dans le cas de l’acier 316L LPBF, des corrélations entre résilience et ténacité seront établies à température ambiante (chapitre III). Enfin, la comparaison des résultats obtenus sur les

⁵ Le comportement en traction des aciers 316L LPBF et WAAM n’est pas abordé dans cette étude. C’est en revanche l’objet de la thèse de Léo Monier (Université Grenoble Alpes), menée conjointement à ces travaux.

aciers 316L LPBF et WAAM permettra de mettre en évidence certaines conclusions générales relatives à l’évolution microstructurale et au comportement à rupture de l’acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion (chapitre V).

Chapitre II : Evolution microstructurale en température de l’acier 316L LPBF

Ce chapitre est consacré à la description des microstructures brutes de fabrication des matériaux LPBF de l’étude ainsi qu’à leur évolution en température. Plusieurs états microstructuraux sont obtenus et caractérisés en vue de la réalisation des essais de résilience et de ténacité. Une attention particulière est apportée à l’évolution de ces microstructures à haute température et à l’étude de leur recristallisation. L’ensemble des protocoles mis en œuvre dans ce chapitre et des conditions expérimentales utilisées peut être trouvé dans l’Annexe 1.

II.1 Elaboration des matériaux LPBF

II.1.1 Aciers bruts de fabrication

Trente cubes d’acier 316L LPBF, de dimensions $56 \times 56 \times 56 \text{ mm}^3$, ont été élaborés à l’aide des installations de la plateforme SAMANTA du CEA/LISL⁶. Deux poudres d’acier 316L de compositions chimiques légèrement différentes (nommées dans la suite poudre A et poudre B) ont été utilisées pour la construction des matériaux dans le but de reproduire les deux cas microstructuraux obtenus précédemment par Chniouel [31], à savoir une microstructure à longs grains colonnaires et une à grains fins (*cf.* section I.3.1.1.2). La composition chimique de ces poudres est donnée dans le Tableau II.1. Des paramètres de procédé identiques ont été utilisés pour toutes les fabrications de l’étude. Ceux-ci ainsi que des informations complémentaires relatives aux poudres peuvent être trouvés dans l’Annexe 1. La stratégie de balayage employée pour la fabrication des cubes comprend une rotation de 67° entre chaque couche de fabrication, ce qui a pour effet de fortement diminuer la croissance des grains par épitaxie ainsi que leur caractère colonnaire. Dans la suite de l’étude, les aciers obtenus par LPBF à partir des poudres A et B seront respectivement appelés acier A et acier B.

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C
Poudre A	Base	17.7	13.0	0.6	2.0	0.8	0.03*	0.08	0.02*
Poudre B	Base	16.8	12.2	1.1	2.4	0.7	0.03*	0.02	0.005*

Tableau II.1 : Composition chimique des poudres A et B (en pourcentages massiques) mesurées par spectrométrie d’émission atomique – plasma à couplage inductif (ICP-AES) pour les éléments majeurs, par spectrométrie de masse à décharge lumineuse (GDMS) pour les éléments mineurs et par combustion pour l’azote (incertitude relative de $\pm 10 \%$ pour tous les éléments). * données provenant des fournisseurs (combustion).

⁶ Parmi ces cubes, 6 ont été élaborés pour les besoins de la thèse de L. Monier (Université Grenoble Alpes).

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C
Acier A	Base	17.7	11.9	0.8	2.4	0.4	0.03	0.09	0.019
Acier B	Base	16.6	12.0	1.2	2.6	0.6	0.08	0.01	0.004

Tableau II.2 : Composition chimique des aciers A et B après construction (en pourcentages massiques) mesurées par ICP-AES pour les éléments majeurs et mineurs et par combustion pour les éléments de trace (C, N, O). Incertitude relative de $\pm 3\%$ pour les éléments majeurs et mineurs, $\pm 10\%$ pour les éléments de trace.

La densité relative de ces deux aciers est mesurée à 99,7 % par la méthode d’Archimède, ce qui témoigne d’un faible niveau de porosité. Leurs compositions chimiques sont reportées dans le Tableau II.2. Pour la majorité des éléments, celles-ci ne diffèrent pas significativement de celles des poudres (Tableau II.1). Sans cause identifiée, la concentration de silicium dans l’acier A apparaît cependant avoir diminué de moitié par rapport à ce qui est mesuré dans la poudre. Concernant l’oxygène, la concentration élevée mesurée dans l’acier B est supposée provenir de la poudre avant fabrication plutôt que d’une introduction d’oxygène lors de la fabrication, une atmosphère inerte étant conservée dans l’enceinte de construction durant toute la durée du procédé. Les valeurs des teneurs en oxygène dans les poudres reportées dans le Tableau II.1 proviennent des fournisseurs : elles correspondent par conséquent à l’état de la poudre après atomisation et pas au moment des fabrications. En effet, les poudres utilisées dans cette étude pour la fabrication des cubes d’acier LPBF sont largement recyclées : à chaque fabrication, l’excédent de poudre est récupéré pour les fabrications suivantes. Malgré les précautions pouvant être prises pour garantir la qualité des poudres réutilisées (*cf.* Annexe 1), il est bien connu que de tels cycles de recyclage favorisent la prise en oxygène des poudres d’acier 316L [47]. Il peut donc être supposé que la teneur réelle en oxygène de la poudre B au moment de la fabrication des cubes est supérieure à celle de la poudre A en raison d’un état de recyclage plus avancé (les lots de poudre employés ayant possiblement été utilisés pour de précédentes études). En conséquence, l’acier B comporte une concentration en oxygène plus élevée (environ 2,5 fois plus que l’acier A). Cependant, du fait du recyclage des poudres au cours de l’étude, la concentration en oxygène des aciers fabriqués est susceptible de varier entre les différents lots de cubes (ceux fabriqués en dernier ayant possiblement plus d’oxygène que le premier lot de fabrication). Delacroix *et al.* ont mesuré la prise en oxygène des poudres d’acier 316L à environ 15 ppm par recyclage [47]. Le nombre maximal de recyclage des poudres lors de la fabrication des aciers A et B pouvant être estimé à 10 cycles, une incertitude de ± 150 ppm est donc à considérer sur la concentration en oxygène des aciers de l’étude.

Si les deux aciers présentent des teneurs en éléments majeurs proches, des différences significatives sont à considérer concernant les éléments trace. Outre la différence en oxygène importante dont il vient d’être fait mention, l’acier A comporte près de 9 fois plus d’azote et 4 fois plus de carbone que l’acier B. Dans ces cas, ces différences peuvent être directement reliées à une différence de composition chimique des poudres A et B (Tableau II.1).

II.1.2 Traitements thermiques

Une fois fabriqués, les trois quarts des cubes d’acier A et B sont soumis à un traitement thermique de détensionnement, appelé dans la suite TT600, à 600 °C pendant 1h suivi d’un refroidissement sous air hors du four (*cf.* Annexe 1). Ce traitement a pour but de relaxer une partie des contraintes résiduelles présentes dans les matériaux en sortie de fabrication et ainsi de prévenir d’éventuelles difficultés aux étapes d’usinage précédant les essais mécaniques. Au vu de la littérature, ce type de traitement thermique a une faible influence sur la microstructure de l’acier 316L LPBF et sur son comportement à rupture [49], [50], [55], [68], [73], [129]. Le matériau traité TT600 sera donc par la suite considéré comme l’état microstructural de référence pour la caractérisation mécanique de l’acier 316L LPBF (chapitres III et IV). Le dernier quart des cubes est conservé à l’état brut de fabrication.

Dans le but d’obtenir différents cas microstructuraux, deux traitements additionnels ont été appliqués à certains des matériaux à l’état TT600 :

- un traitement à 900 °C pendant 1 heure, refroidissement par trempe à l’eau (nommé dans la suite traitement TT900), ayant pour but l’homogénéisation chimique et la restauration partielle des matériaux (*cf.* section I.3.1.2.2),
- un traitement à 1200 °C pendant 1 heure, refroidissement par trempe à l’eau (nommé dans la suite traitement TT1200), ayant pour but la recristallisation des matériaux (*cf.* section I.3.1.2.3).

Pour ces deux traitements, la trempe à l’eau est effectuée dans le but d’induire un refroidissement rapide et d’éviter la précipitation de phases secondaires lors du refroidissement (phase σ , carbures...).

Par ailleurs, dans le but de caractériser les cinétiques de recristallisation de ces aciers à haute température, des traitements thermiques additionnels à 1100 °C et 1200 °C sont également appliqués à des échantillons issus de matériaux bruts de fabrication.

II.2 Evolution microstructurale en température des aciers A et B

Dans cette partie sont décrites les microstructures brutes de fabrication des aciers A et B (section II.2.1). Le comportement en recristallisation de ces matériaux est ensuite étudié dans la section II.2.2, permettant ainsi de combler les lacunes significatives dont fait état la littérature à ce sujet. Enfin, les microstructures des aciers A et B aux états TT600, TT900 et TT1200, sur lesquelles seront effectués les essais mécaniques dans la suite de ces travaux, sont caractérisées dans la section II.2.3.

II.2.1 Microstructures brutes de fabrication

L’acier A brut de fabrication présente une structure de grains classique pour l’acier 316L LPBF (*cf.* section I.3.1.1.2). Dans les plans contenant la direction de construction (BD), ses grains sont colonnaires et allongés selon cette direction (Figure II.1a). Une texture $\langle 011 \rangle$ marquée est également observée selon BD (Figure II.1c). La microstructure de l’acier B est au contraire composée de grains plus fins et a une texture cristallographique moins marquée (Figure II.1b et d). Il est important de préciser

à ce stade que bien que les cartographies présentées pour les aciers A et B sur la Figure II.1 soient de tailles identiques, les figures de pôles de la Figure II.2 sont établies à partir de cartographies six fois plus grandes pour l'acier A, de manière à analyser un nombre de grains similaire à celui que présente la cartographie de l'acier B (environ 1000 grains). Ces détails expérimentaux, visant à conforter la représentativité des observations présentées, sont présentés dans l'Annexe 1.

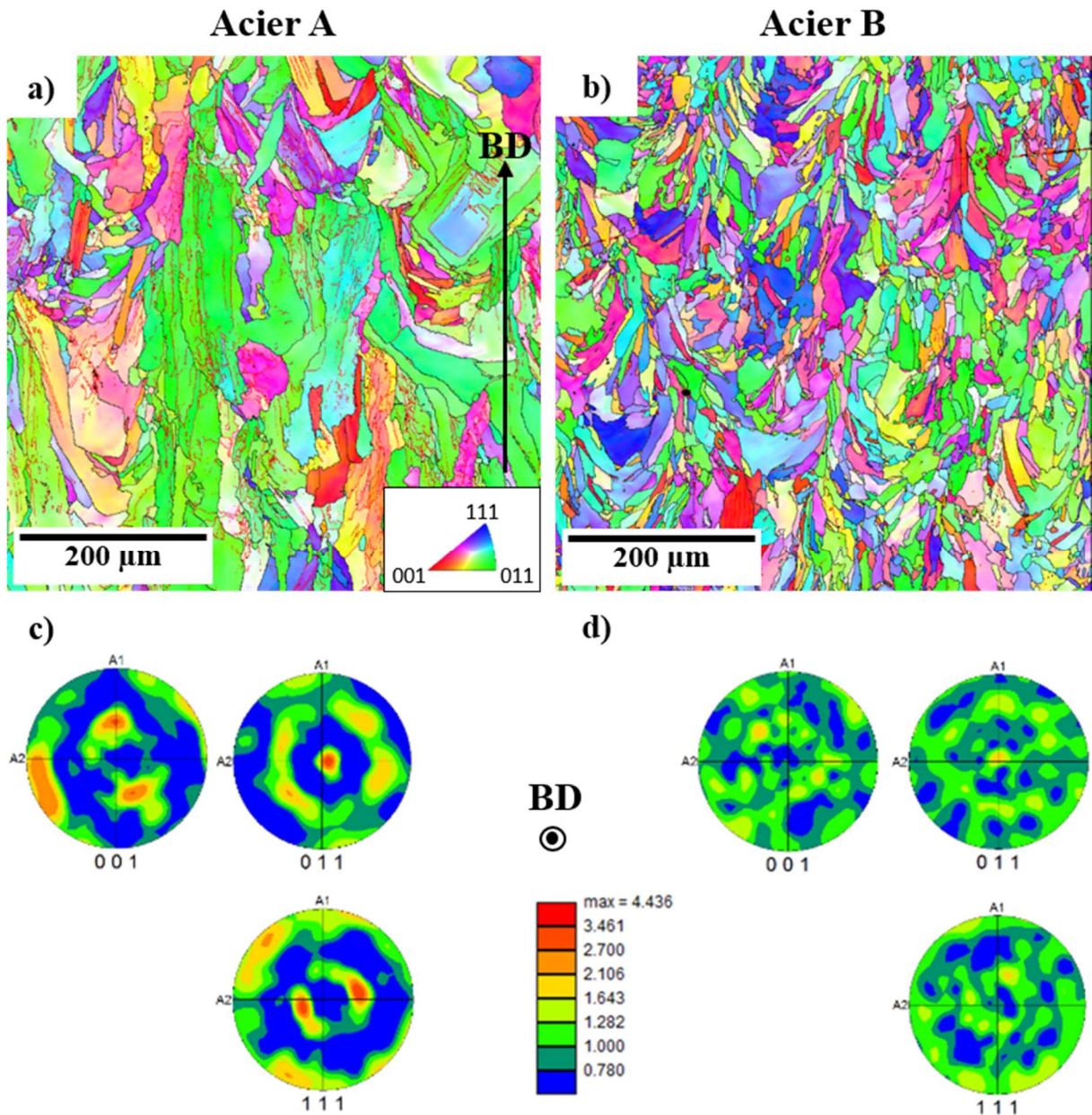


Figure II.1 : a) – b) Cartographies EBSD codées selon les figures de pôles inverses (IPF) des aciers A et B bruts de fabrication dans un plan parallèle à BD (joints de grains ($> 15^\circ$) tracés en noir, sous-joints ($2 - 15^\circ$) en rouge, codage des IPF selon BD, cf. Annexe1) ; figures de pôles des aciers c) A et d) B bruts de fabrication obtenues sur des échantillons d'environ 1000 grains (cf. Annexe 1).

Dans le plan orthogonal à BD, les grains des deux microstructures s'approchent d'une morphologie équiaxe, ou tout du moins nettement moins colonnaire que dans les plans parallèles à BD (Figure II.2). Les différences de tailles de grains et d'intensité de la texture $\langle 011 \rangle$ selon BD entre les

deux aciers, observées dans les plans parallèles à BD, sont également bien visibles dans ce plan. Par ailleurs, les deux directions des arêtes des cubes orthogonales à BD, SD1 et SD2, apparaissent équivalentes d'un point de vue microstructural. Les plans (SD1,BD) et (SD2,BD) peuvent donc être considérés comme identiques et ne seront pas différenciés dans la suite de l'étude, notamment pour le prélèvement des éprouvettes d'essais mécaniques.

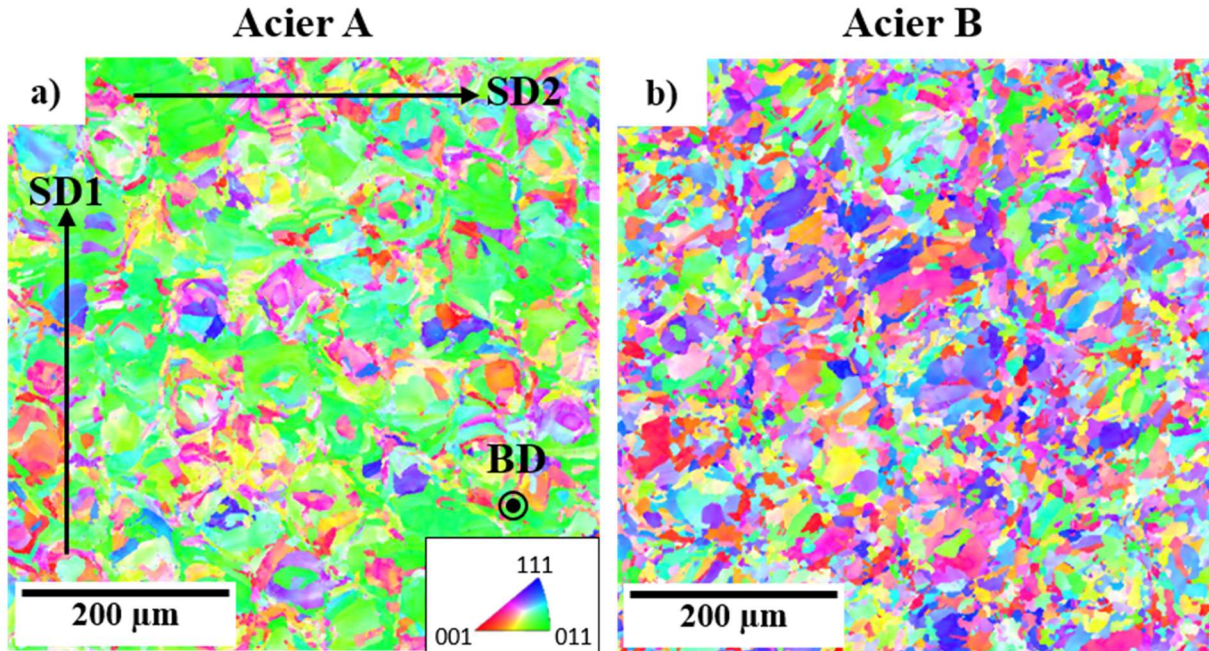


Figure II.2 : Cartographies EBSD codées en mode IPF des aciers A et B bruts de fabrication dans le plan perpendiculaire à BD (codage selon BD ; SD1 et SD2 sont les deux directions des arêtes des cubes dans un plan perpendiculaire à BD).

La différence de microstructure entre les deux aciers est confirmée par la comparaison de leurs tailles de grains moyennes (Tableau II.3) : les grains de l'acier A sont plus grands d'environ un facteur 4 que ceux de l'acier B, et ce dans les directions parallèle et perpendiculaire à BD. Cependant, la forme complexe et non convexe de ces grains dans le plan d'observation de la Figure II.1, provenant de leur forme tridimensionnelle complexe induite par la stratégie de balayage à rotation de 67° utilisée pendant la fabrication, ne permet pas une interprétation plus poussée de leurs morphologies. Il peut néanmoins être conclu que l'utilisation de deux poudres différentes a bien permis d'obtenir les deux cas microstructuraux observés pour la première fois par Chniouel [31], à ceci près que les grains de l'acier B sont indiscutablement colonnaires (voir les rapports de tailles de grains présentés dans le Tableau II.3). Cette microstructure à grains fins mais colonnaires est par ailleurs cohérente avec ce qui est présenté dans de plus récentes études [30], [32], [130].

	Acier A			Acier B		
	d_H (μm)	d_V (μm)	d_H/d_V	d_H (μm)	d_V (μm)	d_H/d_V
Etat brut	40 ± 10	80 ± 10	0.50	11 ± 5	20 ± 5	0.55

Tableau II.3 : Tailles de grains moyennes (\pm écart-type), mesurées par la méthode des intercepts linéaires selon BD (d_V) et perpendiculairement à BD (d_H), pour les aciers A et B bruts de fabrication.

Mesures réalisées sur un échantillon d'environ 1000 grains (cf. Annexe 1).

La Figure II.3, présentant les distributions de densités de joints des aciers A et B (calculées sur environ 1000 grains) met en évidence une différence supplémentaire entre les deux aciers. Dans le cas de l'acier A, en plus de la distribution aléatoire des joints de grains centrée sur 45°, une densité importante ($1,4 \cdot 10^{15} \text{ m/m}^2$) de sous joints d'angle de désorientation compris entre 2° et 15° (notés « SJ » sur la Figure II.3a) est observée. L'analyse EBSD fine des grains de cet acier (Figures II.4a et c, SJ tracés en rouge) montre que ces sous-joints délimitent des domaines micrométriques. Un tracé des désorientations à travers un grain contenant des sous-joints (Figure II.4e) indique que ces derniers induisent des désorientations ponctuelles de plusieurs degrés au sein des grains de l'acier A. Ces caractéristiques permettent d'identifier ces sous-joints aux *sous-joints de solidification* fréquemment observés dans les microstructures d'aciers 316L LPBF (cf. section I.3.1.1.3).

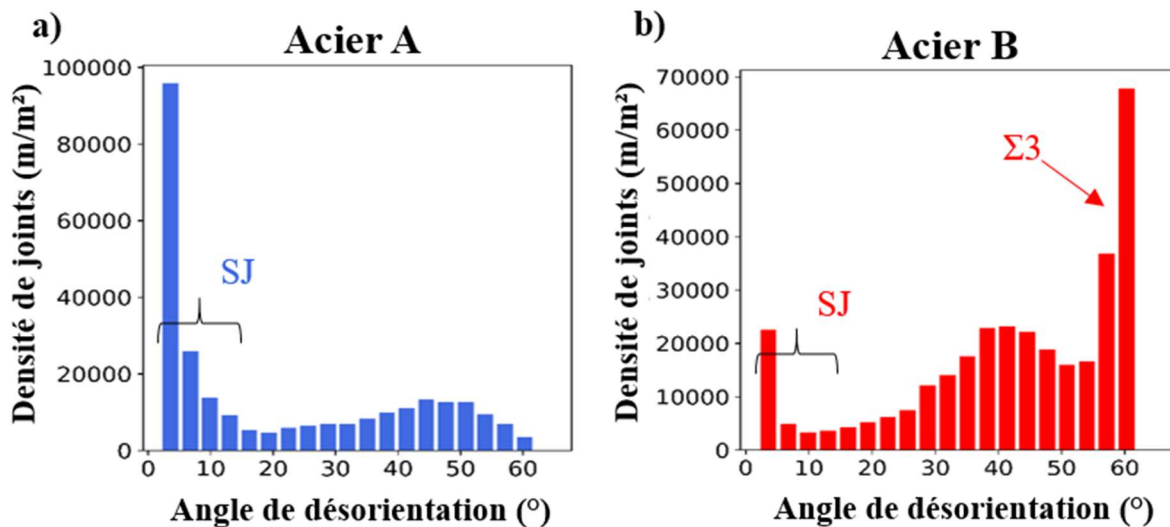


Figure II.3 : Distributions de la densité de joints dans les aciers a) A et b) B : sous-joints (SJ, 2° - 15°) et joints $\Sigma 3$ identifiés.

A l'inverse, les grains de l'acier B ne contiennent qu'une faible densité de ces sous-joints de solidification ($3,0 \cdot 10^{14} \text{ m/m}^2$, soit environ 4 fois moins que dans l'acier A, Figure II.3b et Figure II.4b et d). Des évolutions ponctuelles de désorientations n'y sont par conséquent que très rarement observées, celles-ci étant presque exclusivement graduelles (Figure II.4f). De surcroît, en plus des désorientations des sous-joints et de la distribution aléatoire des joints de grains, l'acier B comporte une densité importante de joints de type $\Sigma 3$ impliquant une désorientation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ (à quelques degrés près, évaluation par le critère classique de Brandon [131] : $\frac{15^\circ}{\sqrt{3}} \approx 10^\circ$, Figure II.3b). Ces joints sont identifiés dans la littérature comme étant des macles incohérentes [32], [132]. Une explication de la présence de telles macles dans la microstructure brute de fabrication de cet acier 316L LPBF peut être trouvée dans une récente étude de Monier *et al.* où est considérée la potentielle influence d'un ordre local des atomes dans le bain de fusion, causant des relations d'orientation particulières entre grains au cours de la solidification [32]. Les causes de l'apparition d'un tel phénomène dans certains aciers LPBF ne sont cependant pas claires.

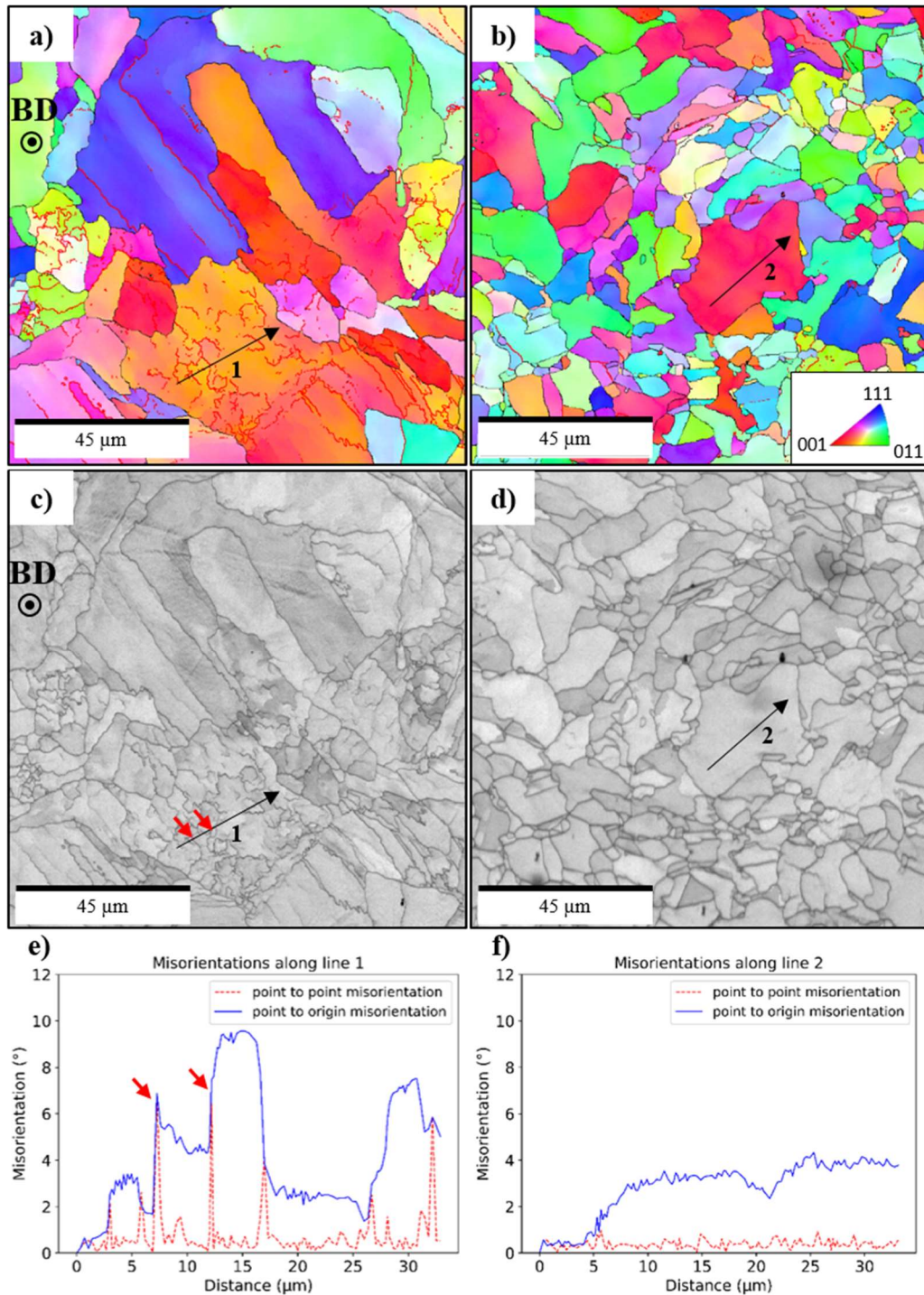


Figure II.4 : Cartographies EBSD en mode IPF des aciers a) A et b) B dans le plan perpendiculaire à BD (codage selon BD, les joints de grains $> 15^\circ$ sont tracés en noir, les sous-joints de solidification en rouge) ; c) et d) images d'indice de qualité correspondantes ; e) tracé des désorientations selon la ligne 1 en a) et c), f) tracé des désorientations selon la ligne 2 en b) et d) (quelques désorientations ponctuelles sont identifiées par les flèches rouges en c) et e).

A une échelle plus fine, l'acier A présente une microstructure intragranulaire consistant en un réseau de cellules de 400 ± 50 nm de diamètre. Celles-ci sont délimitées par des parois apparaissant en gris clair sur la Figure II.5a, du fait d'une réponse à l'attaque chimique différente par rapport au cœur

des cellules. Par comparaison à la littérature, ces cellules peuvent être identifiées aux cellules de solidification, délimitées par des parois enrichies en éléments Cr et Mo, largement observées et caractérisées dans l'acier 316L LPBF brut de fabrication (*cf.* section I.3.1.1.3). La microstructure de l'acier B n'est en revanche que partiellement cellulaire et comprend de grandes zones où aucune cellule de solidification n'est observée (Figure II.5b). Une telle microstructure, atypique pour l'acier 316L LPBF, a été observée la première fois par Birnbaum *et al.* [133]. A ce jour, aucune explication n'est avancée dans la littérature pour expliquer ce phénomène. L'hypothèse de la coexistence de deux modes de solidification dans les bains de fusion de l'acier B, l'un en austénite primaire induisant la formation de ségrégations chimiques cellulaires, l'autre en ferrite primaire suivi d'une transformation austénitique n'impliquant pas de telles ségrégations, peut être envisagée mais reste à étayer.

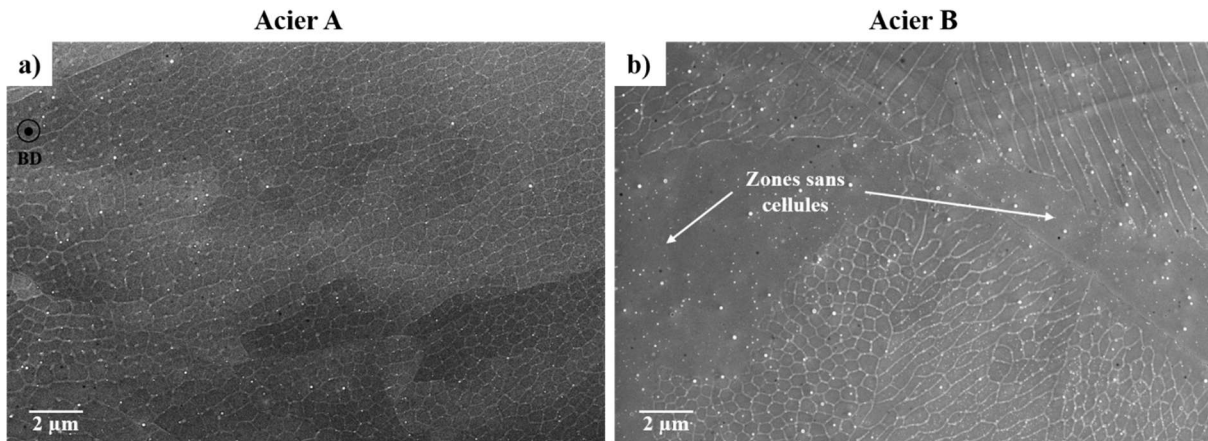


Figure II.5 : Microstructures intragranulaires typiques des aciers de l'étude : a) acier A : structure totalement cellulaire, acier B : structure partiellement cellulaire.

Cependant, dans les zones où l'acier B en comporte, les cellules de solidification dans les deux aciers sont de tailles similaires (Figures II.6a et b). Un réseau de dislocations superposé aux parois des cellules de solidification, formant des cellules de dislocations, est observé de manière identique dans les deux cas (Figures II.6c et d). Ce type de double structure cellulaire est caractéristique de l'acier 316L LPBF et est largement décrit dans la littérature (*cf.* section I.3.1.1.3).

Enfin, des particules nanométriques sont présentes dans les deux microstructures, principalement dans les murs des cellules de solidification (quelques-unes sont pointées par des flèches rouges sur la Figure II.6a-b). Comme mentionné dans la section I.3.1.1.4, ces particules sont généralement identifiées comme étant des oxydes riches en silicium et manganèse. Elles ne seront pas caractérisées plus précisément dans la suite de cette étude. La Figure II.7 présente les distributions de tailles des oxydes mesurées dans chaque acier. Alors que leurs diamètres moyens et leurs densités en nombre sont similaires dans les deux matériaux, leur fraction volumique est plus importante dans l'acier B (Tableau II.4). Cela est dû à la présence de plus grosses particules d'oxyde, de diamètres supérieurs à 100 nm (Figure II.7), dans l'acier B, qui peut être directement reliée à la teneur en oxygène plus élevée dans ce matériau (Tableau II.2).

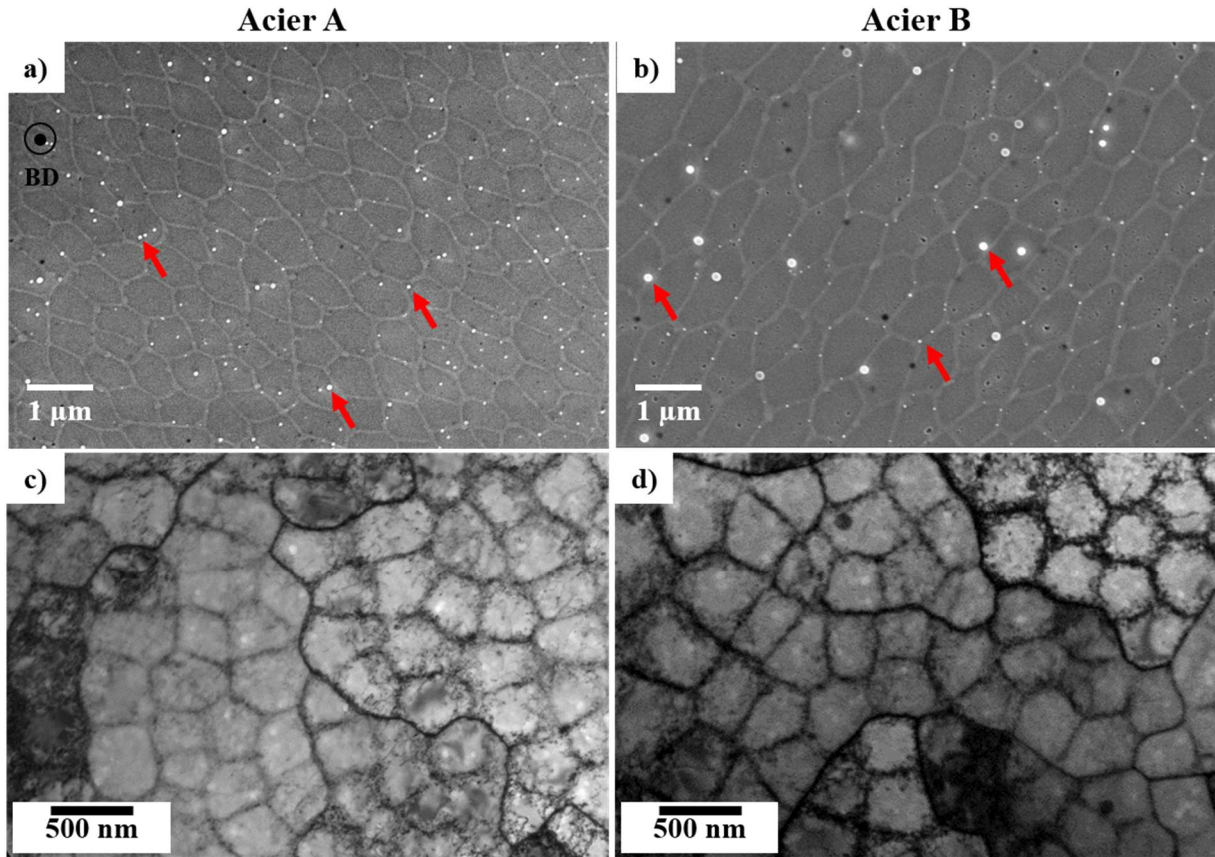


Figure II.6 : Cellules de solidification des aciers a) A et b) B (MEB/SE sur lames minces) ; c) et d) Cellules de dislocations des mêmes aciers (MET champ clair, proche d'un axe de zone [001]). Les flèches rouges en a) et b) identifient quelques oxydes nanométriques.

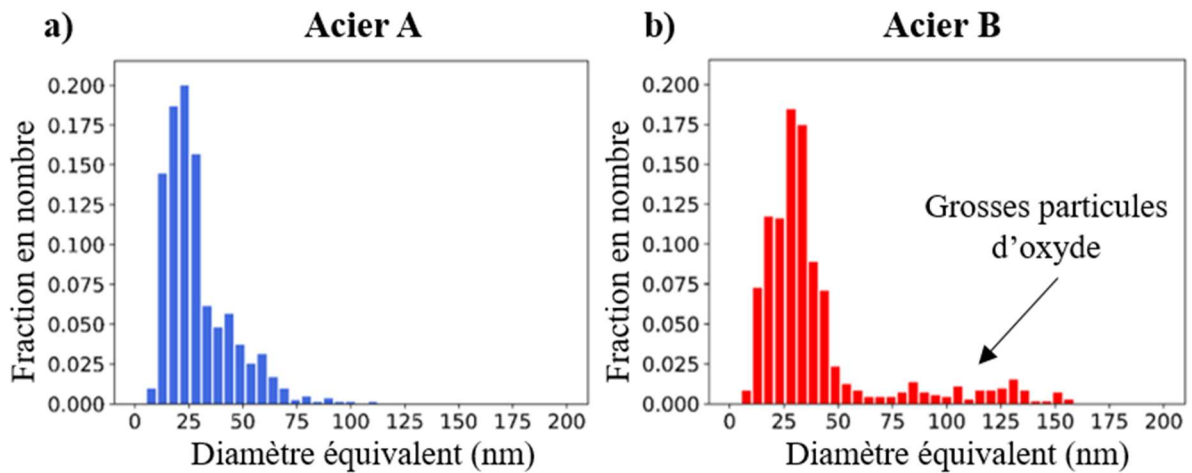


Figure II.7 : Distribution des diamètres équivalents de cercles des populations d'oxydes nanométriques présentes dans les aciers a) A et b) B (cf. Annexe I).

	Acier A					Acier B				
	Diamètre (nm)			f_v (%)	n (m ⁻²)	Diamètre (nm)			f_v (%)	n (m ⁻²)
	d_{10}	d_{90}	$d_{moy} \pm sd$			d_{10}	d_{90}	$d_{moy} \pm sd$		
Etat brut	10	65	30 ± 20	0.3 ± 0.1	10^{12}	10	100	30 ± 20	0.7 ± 0.1	10^{12}

Tableau II.4 : Moyenne (d_{moy}), écart-type (sd), premier décile (d_{10}) et dernier décile (d_{90}) des distributions de diamètre des oxydes nanométriques dans les aciers A et B bruts de fabrication. Les valeurs de fraction volumique (f_v) et de densité en nombre (n) d’oxydes sont également reportées pour ces mêmes aciers.

En résumé, il peut être conclu de ces observations que les microstructures brutes de fabrication des aciers A et B comportent les caractéristiques habituelles de l’acier 316L LPBF : grains colonnaires, cellules de solidification et de dislocations, oxydes nanométriques. Cependant, deux cas microstructuraux distincts ont été obtenus avec des tailles de grains, des distributions de joints de grains et des populations d’oxydes nanométriques différentes.

II.2.2 Influence de la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L LPBF sur sa cinétique de recristallisation

Si la détermination des traitements thermiques nécessaires à l’obtention des microstructures détensionnées (TT600) et homogénéisées / partiellement restaurées (TT900) s’est avérée relativement simple, ces traitements étant largement étudiés dans la littérature [29], [49], [50], [52], il n’en a pas été de même en ce qui concerne la recristallisation des aciers A et B. En effet, des différences significatives de cinétiques de recristallisation entre les deux aciers de l’étude ont été constatées, ce qui est cohérent avec la variabilité importante des conditions expérimentales menant à la recristallisation complète de l’acier 316L LPBF rapportée dans la littérature (*cf.* section I.3.1.2.3).

Ces différences de cinétique, ainsi que leurs relations avec la microstructure brute de fabrication des deux aciers, font l’objet de cette section dont le but est d’éclaircir la compréhension du phénomène de recristallisation dans l’acier 316L LPBF⁷. Les microstructures des états détensionné (TT600), homogénéisé / partiellement restauré (TT900) ainsi que quasiment recristallisé (TT1200) seront quant à elles présentées dans la section II.2.3.

II.2.2.1 Cinétiques de recristallisation des aciers A et B à 1100 °C et 1200 °C

Les cinétiques de recristallisation des aciers A et B aux températures de 1100 °C et 1200 °C, déterminées par analyses EBSD (à l’aide des cartographies de GOS, *Grain Orientation Spread*, *cf.* Annexe 1), sont présentées sur la Figure II.8. L’acier A présente un comportement proche de ce qui est habituellement observé pour l’acier 316L LPBF à ces températures. La recristallisation quasiment complète (95 %) est en effet atteinte en 4 h à 1100 °C ainsi qu’en 1 h à 1200 °C (*cf.* section I.3.1.2.3). A l’inverse, aucune recristallisation n’est observée pour l’acier B à 1100 °C pour les temps de maintien considérés, ni après 20 min à 1200°C. La recristallisation quasiment complète de cet acier est néanmoins obtenue après 1 h de maintien à 1200 °C. A noter que cette importante différence de cinétique à 1100

⁷ Les résultats de cette partie ont fait l’objet de la publication suivante : E. de Sonis *et al.*, *Mater. Charact.*, 194 (2022), 112370.

°C est très similaire au résultat qu'obtient Chniouel avec deux aciers de microstructures semblables à celles des aciers A et B (*cf.* section I.3.1.2.3), prouvant ainsi la reproductibilité de son résultat et l'importance de l'influence de la microstructure de solidification de l'acier 316L LPBF sur son comportement en recristallisation.

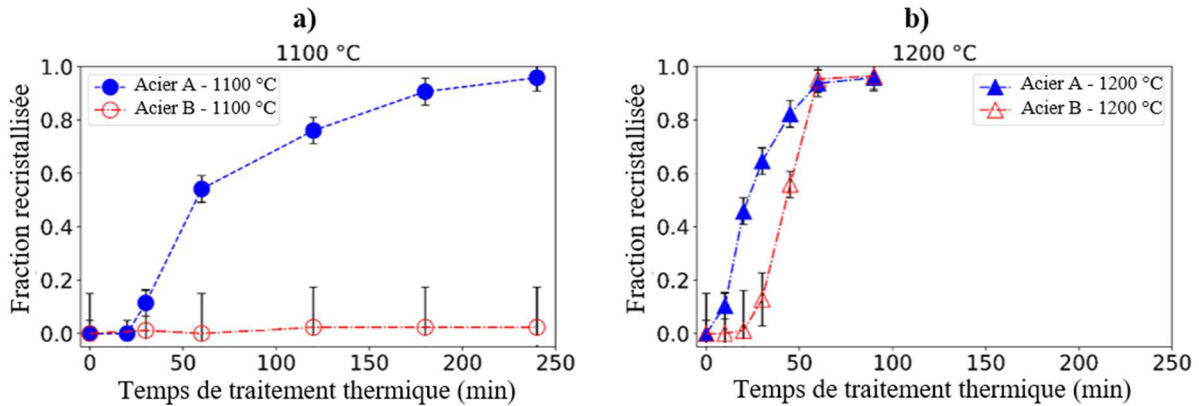


Figure II.8 : Cinétiques de recristallisation des aciers A et B à a) 1100 °C et b) 1200 °C. Pour l'interprétation des barres d'erreur et le calcul des fractions recristallisées, voir Annexe 1.

La comparaison des cinétiques de recristallisation à 1200 °C montre qu'au bout d'un temps de traitement de 20 min, l'acier A est recristallisé à environ 50 % tandis que la fraction recristallisée obtenue avec l'acier B est proche de 0. Cependant, une fois amorcée, la recristallisation apparaît intervenir de manière plus rapide dans l'acier B : après 60 min de maintien, les deux aciers présentent des fractions recristallisées similaires (Figure II.8b). Il semble donc probable que les différences de cinétique entre les deux aciers proviennent d'une différence dans les premiers stades de la recristallisation, ce qui correspond essentiellement à l'étape de germination des grains recristallisés [65].

Pour confirmer cette hypothèse, un échantillon d'acier B est soumis à deux traitements thermiques consécutifs : un premier maintien de 30 min à 1200 °C ayant pour effet la recristallisation d'environ 15 % du matériau, puis un maintien de 1 h à 1100 °C suivant directement le premier chauffage sans retour à la température ambiante. Bien qu'aucune évolution de la recristallisation ne soit en principe attendue suite à ce seul second traitement (*cf.* la cinétique de recristallisation de la Figure II.8a), la fraction recristallisée de l'échantillon à la fin de l'expérience est de 0,81 (Figure II.9). Il apparaît donc qu'une fois la recristallisation démarrée à haute température, elle peut se continuer à des températures plus basses bien que ces dernières ne soient pas suffisantes pour l'amorcer dans la durée considérée. A l'inverse, un seul maintien, même court, à 1100 °C suffit pour amorcer la recristallisation de l'acier A. Les différences de cinétiques entre les deux aciers se situent par conséquent au démarrage de la recristallisation, c'est-à-dire à la germination des grains recristallisés, celle-ci étant retardée dans l'acier B par rapport à l'acier A.

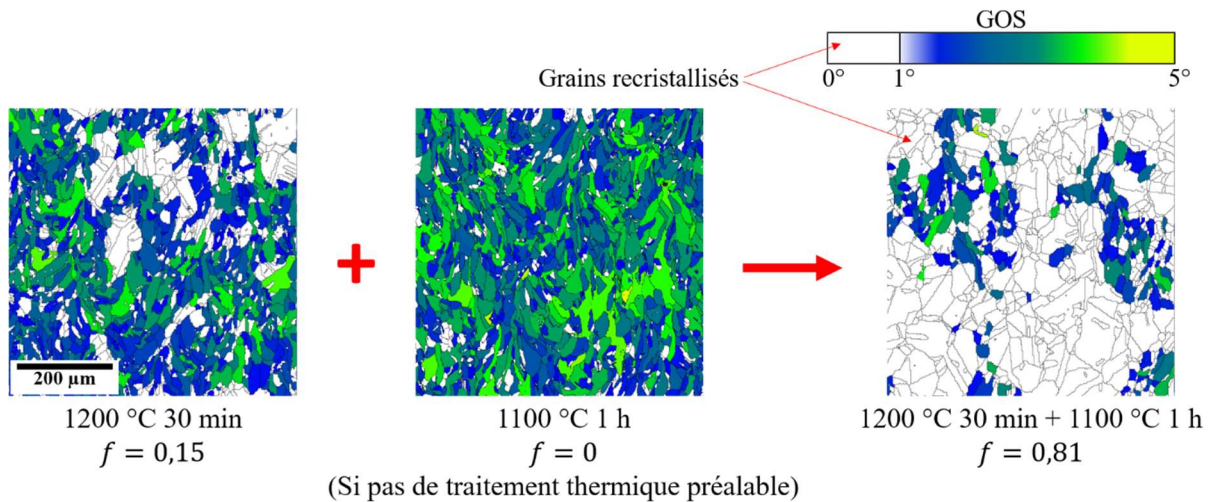


Figure II.9 : Cartographies de GOS obtenues par EBSD d'échantillons d'acier B ayant été soumis à trois traitements thermiques différents : 1200 °C 30 min, 1100 °C 1 h et 1100°C 1 h + 1200 °C 30 min (les grains recrystallisés apparaissent en blanc, cf. Annexe 1). f : fraction recrystallisée obtenue à l'issue de ces traitements.

II.2.2.2 Relations entre différences microstructurales et germination de la recrystallisation des aciers A et B

II.2.2.2.1 Microstructures restaurées

La description des microstructures des aciers A et B à l'état restauré est nécessaire à la compréhension de leur recrystallisation. En effet, les aciers de l'étude présentent des cinétiques aux démarrages assez lentes : la détection de grains recrystallisés n'intervient le plus souvent qu'après plusieurs minutes de traitement (Figure II.8). Une restauration, au moins partielle, précédant la recrystallisation peut donc être supposée. Les évolutions microstructurales possiblement induites par ce phénomène, par rapport aux microstructures brutes de fabrication, sont susceptibles d'avoir un effet direct sur la germination et la croissance des grains recrystallisés.

Si la restauration n'est pas supposée avoir d'effet sur la taille des grains ou leur morphologie, elle est en revanche susceptible de modifier leur structure interne. La Figure II.10a présente une analyse EBSD d'un échantillon d'acier A traité 1 h à 1100 °C, recrystallisé à 56 %. Une observation importante est que les sous-joints de solidification, caractéristiques de la microstructure brute de fabrication de cet acier, sont toujours présents dans les grains non recrystallisés de l'échantillon. Ces grains, compte tenu du temps et de la température mis en jeu, peuvent être considérés comme totalement ou partiellement restaurés (une restauration partielle intervenant déjà dans ces matériaux après 1 h de traitement à 800 °C et 900 °C, cf. section I.3.1.2.2). Le suivi de l'évolution de la densité de sous-joints de solidification sous l'effet d'un traitement à 1200 °C (Figure II.10b) confirme cette observation. Au bout de 10 min, l'acier A, faiblement recrystallisé (environ 10 %), comporte la même densité de sous-joints qu'à l'état brut de fabrication. Plus qu'une augmentation de 10 % de la densité de sous-joints dans les grains non-recrystallisés, ces valeurs témoignent plus certainement d'une incertitude de mesure d'au moins 10 % sur la densité de sous-joints qui n'évolue que faiblement après 10 min de traitement. Cette densité ne décroît significativement qu'entre 10 et 30 min de traitement, plage où la fraction recrystallisée augmente

fortement : de 10 à 50 % (Figure II.10b). Il peut donc être supposé que les sous-joints de solidification sont présents en densités similaires dans les microstructures brutes de fabrication et restaurées.

En revanche, dans le cas de l'acier B, la densité de sous-joints ne varie que très peu tout au long de la recristallisation (Figure II.10b). Ce constat permet de préciser les différences de structures de grains entre les deux aciers. La densité de sous-joints que comporte l'acier B aux états brut de fabrication et restauré n'est pas seulement plus faible que celle de l'acier A : elle est précisément négligeable en ce qu'elle est la même que celle des microstructures recristallisées où un très faible taux de désorientations intragranulaires est attendu.

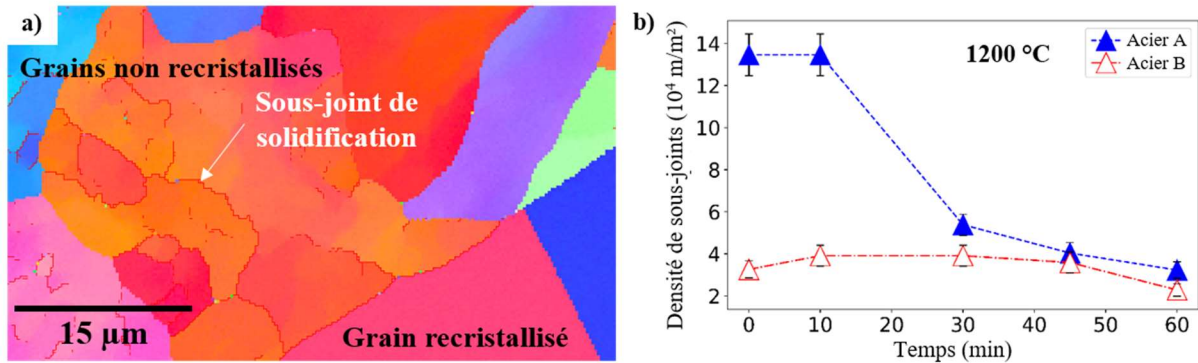


Figure II.10 : a) Cartographie EBSD en mode IPF d'un échantillon d'acier A partiellement recristallisé (1100 °C – 1 h), les sous-joints de solidification sont affichés en rouge. b) Evolution de la densité de sous-joints (2 – 15°) dans les aciers A et B lors d'un traitement thermique à 1200 °C, cf. Annexe 1.

Cependant, l'analyse couplée EBSD / MET d'une même zone partiellement recristallisée (Acier B, 1200 °C 30 min) permet d'observer une nouvelle organisation des dislocations pouvant être identifiée comme des cellules de restauration (Figure II.11 a-b). Ces cellules sont délimitées par des murs appelés dans la suite *sous-joints de restauration* (SJR). Un tracé des désorientations à travers le grain non recristallisé montre que ces sous-joints de restauration n'induisent que des désorientations très faibles, inférieures à 1°, dans les grains non recristallisés (Figure II.11c). Ces désorientations sont comparables à ce qui est obtenu dans le grain recristallisé (Figure II.11d) et sont par conséquent du même ordre que la résolution angulaire de l'EBSD. Ils n'entrent donc pas dans les effectifs des sous-joints (2 – 15 °) de la Figure II.10b. L'ensemble de ces désorientations constitue néanmoins une désorientation progressive du grain significative. A noter que toutes les dislocations ne sont pas organisées en sous-joints de restauration dans les grains non recristallisés des microstructures étudiées : de nombreux enchevêtrements y sont également observés. Ces zones peuvent être considérées comme en cours de restauration.

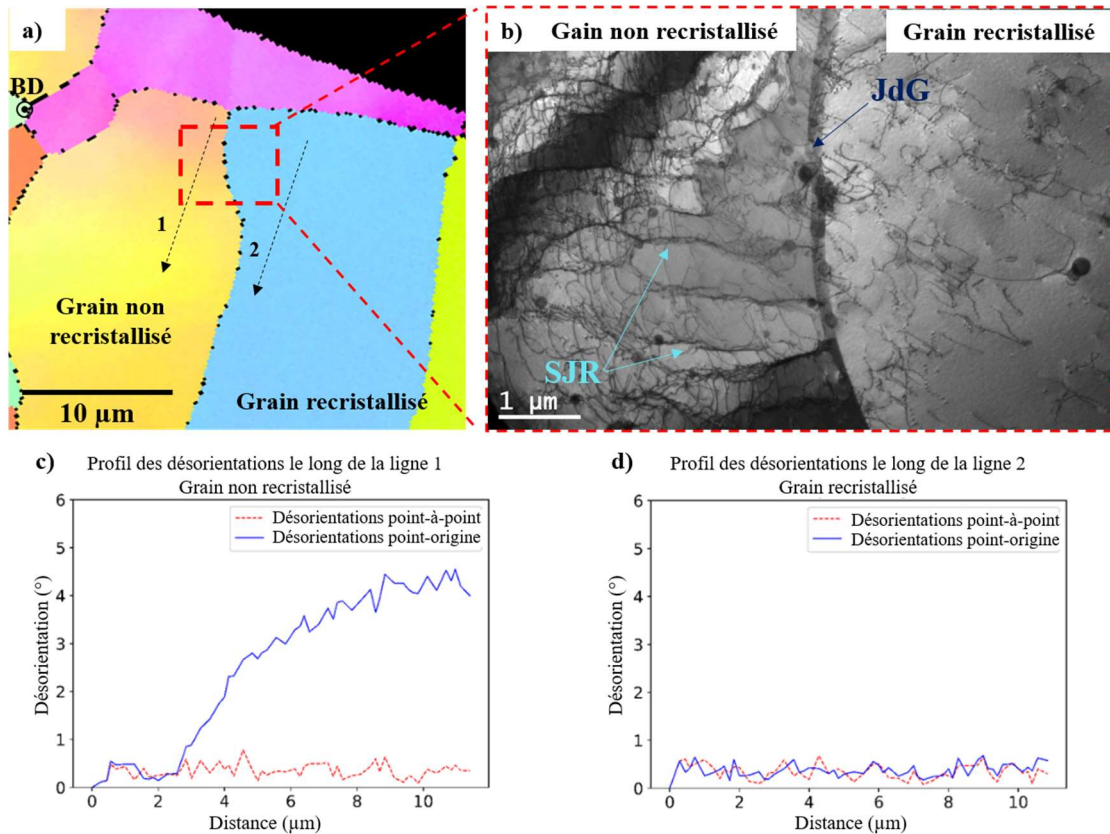


Figure II.11 : a) Cartographie EBSD en mode IPF d'un échantillon d'acier B partiellement recrystallisé (1200 °C – 30 min), la région noire étant le trou de la lame mince sur laquelle a été réalisée l'analyse EBSD ; b) Image MET en champ clair de la zone encadrée en rouge en a) montrant un joint de grains (JdG) délimitant un grain recrystallisé d'un grain non recrystallisé. Des sous-joints de restauration (SJR) sont visibles dans le grain non recrystallisé. c) et d) Profil des désorientations le long des lignes 1 et 2 tracées en a).

II.2.2.2.2 Mécanisme de germination

Avant de passer en revue les différentes hypothèses susceptibles d'expliquer les différences de cinétiques de recrystallisation des aciers A et B, il est nécessaire de faire une hypothèse sur le mécanisme de germination dans ces matériaux. Dans le cas des aciers A et B, la germination des grains recrystallisés est supposée intervenir selon le mécanisme de *strain induced grain boundary migration* (SIBM) qui est généralement considéré comme le mécanisme de germination prédominant dans les aciers austénitiques faiblement à moyennement déformés [134]. Le fait que les aciers 316L LPBF comportent une densité de dislocations proche de celle d'un acier 316L forgé laminé à 20 % à froid (*cf.* section I.3.1.2.3) motive cette hypothèse.

Ce mécanisme implique la croissance d'un sous-grain vierge de dislocations dans la proximité d'un joint de grains, et la formation d'un germe recrystallisé stable par bombement de ce sous-grain dans le grain adjacent davantage écroui (Figure II.12a) [65], [135]. Le bombement intervient lorsque le sous-grain atteint un rayon critique R_{crit} défini par :

$$R_{crit} = \frac{2\gamma}{\Delta E} \quad (II.1)$$

avec γ l'énergie du joint de grains considéré et $\Delta E = E_2 - E_1$ où E_1 et E_2 sont les énergies stockées par les dislocations dans les grains de chaque côté du joint de grains. La force motrice de la germination dans le cadre du mécanisme SIBM est donc la différence d'énergie de part et d'autre du joint de grains : plus cette différence est importante, plus le rayon critique à atteindre pour la formation d'un germe est faible et plus la germination est favorisée. La migration du joint de grains, dont la mobilité est accrue du fait de sa courbure induite par son bombement, permet ensuite la croissance du grain recristallisé dans la matrice déformée. Dans le cas des aciers LPBF, la répartition des dislocations est relativement homogène à l'échelle du grain, celles-ci étant organisées à l'échelle des cellules de solidification, beaucoup plus fines et sensiblement identiques d'un grain à l'autre (cf. section I.3.1.2.3). Par conséquent, seules de faibles différences de densité de dislocations, donc d'énergie stockée, sont attendues entre les grains de ce type de matériaux, ce qui y induit de faibles forces motrices pour la recristallisation dans le cadre du mécanisme SIBM.

Des observations MET conduites sur un échantillon d'acier B traité 10 min à 1200 °C, pour lequel la recristallisation n'a pas encore démarré (cf. Figure II.8b), ont permis de mettre en évidence les conditions nécessaires à la formation d'un germe recristallisé dans le cadre du mécanisme SIBM. La Figure II.12b en montre un exemple : la formation d'un sous-grain relativement vierge de dislocation est observée dans la proximité d'un joint de grains. Cela permet de conclure que le mécanisme SIBM est bien un mécanisme de germination de la recristallisation possible pour les aciers de l'étude et pour l'acier 316L LPBF en général.

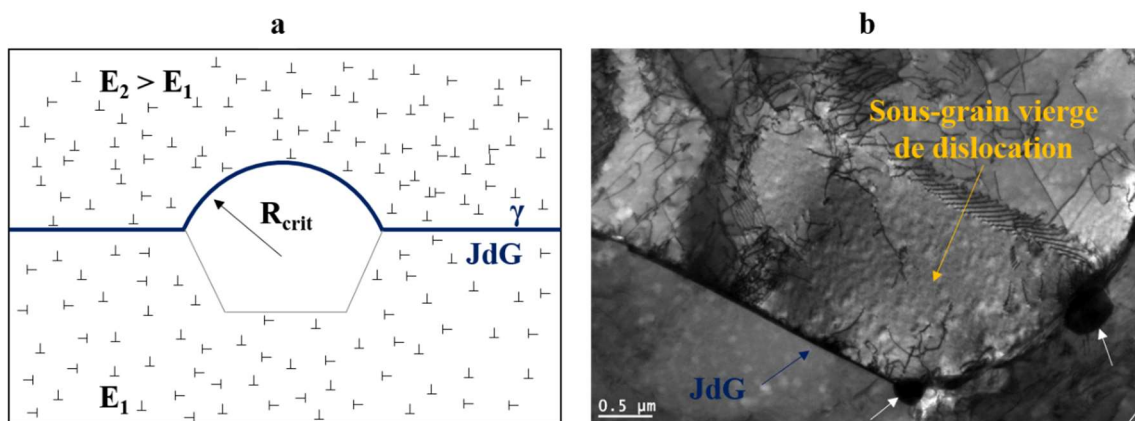


Figure II.12 : a) Représentation schématique du mécanisme SIBM : formation d'un germe recristallisé par bombement d'un sous-grain vierge de dislocation ayant atteint son rayon critique (R_{crit}) ; b) Conditions nécessaires à la formation de germes recristallisés, selon le mécanisme SIBM, observées dans l'acier B traité 10 min à 1200 °C : formation d'un sous-grain vierge de dislocation à la proximité d'un joint de grains (JdG). Les flèches blanches indiquent des oxydes épinglant le joint de grains.

II.2.2.2.3 Effet de la différence de densité de joints de grains

Dans le cadre du mécanisme SIBM, la germination intervient aux joints de grains [65]. L'acier B ayant une taille de grains plus petite que l'acier A (Tableau II.3), il comporte par conséquent une densité de joints de grains plus importante. Si ce paramètre était prédominant, la recristallisation devrait donc être favorisée dans cet acier du fait de sa densité plus importante de sites de germination potentiels.

Cependant, le contraire est observé : les cinétiques de recristallisation sont plus rapides dans l'acier A (Figure II.8). La différence de densité de joints de grains entre les aciers A et B ne permet donc pas d'expliquer leurs cinétiques différentes de germination des grains recristallisés.

De plus, la densité élevée de macles incohérentes dans l'acier B (*cf.* section II.2.1), dont les joints sont connus pour avoir une mobilité élevée et ainsi favoriser la recristallisation [65], [132], permet de préciser l'hypothèse énoncée précédemment. Les lentes cinétiques de recristallisation de l'acier B ne viennent pas d'une croissance ralentie des germes déjà formés, qui est au contraire favorisée du fait de la densité importante d'interfaces à forte mobilité (macles incohérentes et autres joints de grains), mais d'une inhibition de la formation de ces germes (*cf.* l'expérience des traitements thermiques à 1200 puis 1100 °C de la section II.2.2.1). C'est donc le temps d'incubation des germes, c'est-à-dire le temps nécessaire à leur croissance jusqu'au rayon critique, qui est plus long dans l'acier B par rapport à l'acier A.

II.2.2.2.4 Effet de la différence de structures cellulaires

Les ségrégations chimiques des cellules de solidification sont supposées avoir un effet d'épinglage des dislocations et ainsi inhiber leur mouvement et, *in fine*, la restauration et la recristallisation du matériau (*cf.* section I.3.1.2.3). Des différences dans les structures cellulaires des aciers de l'étude pourraient donc causer des différences de mobilité des dislocations dans leurs microstructures et ainsi potentiellement des cinétiques de germination différentes. Cependant, c'est dans l'acier B que, suivant cette hypothèse, la mobilité des dislocations est supposée être la plus élevée du fait de sa microstructure seulement partiellement cellulaire (Figure II.5b). La germination étant au contraire retardée dans cet acier, les différences de structures cellulaires des aciers A et B ne peuvent par conséquent pas expliquer leur différence de cinétiques recristallisation.

II.2.2.2.5 Effet de la densité de dislocations

Parmi les éléments de microstructure pouvant influencer le temps d'incubation, la densité de dislocations dans les deux aciers apparaît comme un facteur de premier ordre à considérer. En effet, une densité de dislocations potentiellement plus faible dans l'acier B, conduisant à une énergie stockée plus faible, pourrait contribuer à y induire des rayons critiques pour la germination plus élevés et des temps d'incubation plus longs que dans l'acier A. La densité de dislocations dans les matériaux LPBF est connue pour être dépendante de la vitesse de refroidissement et de la géométrie des bains de fusion [39]. Ces paramètres pouvant être supposés identiques pour les deux aciers, du fait des mêmes paramètres de procédé utilisés pour leur fabrication, une importante différence de densité de dislocations n'est pas attendue entre les aciers A et B. Ceci est confirmé par les observations MET de leurs microstructures brutes de fabrication (Figure II.6c-d) : les dislocations dans les deux aciers sont majoritairement localisées dans les murs de cellules de tailles similaires. Leurs densités peuvent donc être considérées comme relativement proches dans les deux aciers. Les évolutions similaires de l'adoucissement des aciers A et B au cours des traitements thermiques à 1100 °C et 1200 °C confortent cette hypothèse (Figure II.13). En effet, la quantité $HV - HV_b$, où HV_b est la dureté du matériau brut de fabrication et HV la dureté du matériau testé après différents traitements thermiques, est la même pour les deux aciers après restauration (points marqués par une flèche noire sur la Figure II.13) ainsi que pour un état de recristallisation donné. Cela suggère que la baisse de la densité de dislocations est la même dans les

deux aciers lors de la restauration et de la recristallisation, impliquant des densités de dislocations similaires dans les aciers A et B aux états brut de fabrication et restaurés.

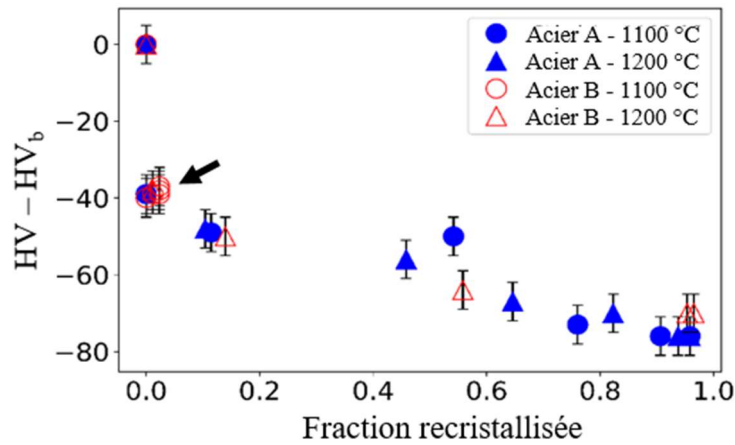


Figure II.13 : Adoucissement ($HV - HV_b$) en fonction de la fraction recristallisée. La flèche noire identifie les points correspondant aux matériaux restaurés ou très faiblement recristallisés.

II.2.2.2.6 Effet des populations d'oxydes nanométriques

Comme mentionné dans la section I.3.1.2.4, un couplage important entre recristallisation et mûrissement des oxydes nanométriques aux joints des grains recristallisés intervient lors de la recristallisation de l'acier 316L LPBF. L'examen par EBSD et imagerie MEB d'un échantillon d'acier A partiellement recristallisé permet de vérifier la présence de ce couplage dans les matériaux de l'étude (Figure II.14). Les joints de grains recristallisés apparaissent clairement épinglés par de gros oxydes (flèches roses sur la Figure II.14b), tandis que les grains non recristallisés comportent des oxydes de tailles plus faibles. La migration des joints de grains recristallisés dans la matrice déformée a donc une influence directe sur la croissance et la taille de ces oxydes.

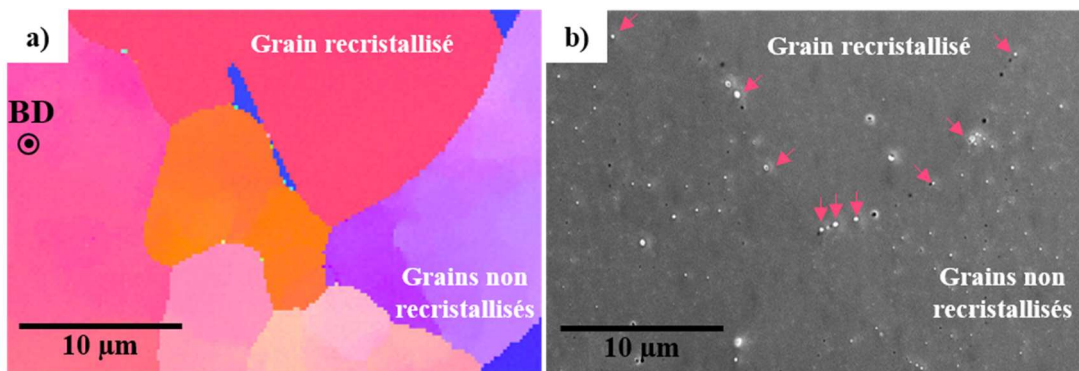


Figure II.14 : a) Cartographie EBSD en mode IPF d'un échantillon d'acier A partiellement recristallisé (1100 °C - 1 h) et b) image MEB/SE correspondante montrant le grain recristallisé relativement vierge de particules d'oxyde, la présence de gros oxydes au front de recristallisation (flèches roses) et de petits oxydes dans les grains non recristallisés.

Cet épinglage des joints recristallisés par les oxydes nanométriques est considéré comme une des causes principales expliquant les lentes cinétiques de recristallisation de l'acier 316L LPBF par

rapport à leurs homologues forgés, du fait de la croissance freinée des grains recristallisés qui en résulte (*cf.* section I.3.1.2.3). Concernant la germination des grains recristallisés, aucun effet des oxydes nanométriques n'a été mis en évidence à ce jour dans la littérature pour cet acier. Toutefois, il apparaît probable que les oxydes localisés dans la proximité des joints de grains, comme ceux pointés par des flèches blanches sur la Figure II.12b, puissent limiter le bombement de ce dernier, ceci ayant déjà été observé par Ariasetta *et al.* sur un alliage 718 élaboré par procédé LPBF [136].

L'effet d'une population de particules sphériques de tailles uniformes sur la migration et, par extension, sur le bombement d'un joint de grains peut être décrit par la pression de Smith-Zener (P_{SZ}) exprimée par l'équation (II.2) :

$$P_{SZ} = \frac{3\gamma f_v}{2r_{part}} \quad (II.2)$$

avec f_v la fraction volumique des particules et r_{part} leur rayon (*cf.* section I.3.1.2.4).

Dans le cas des aciers A et B, où les oxydes nanométriques n'ont pas tous la même taille mais obéissent à une distribution plus complexe (Figure II.7), l'équation (II.2) a été réécrite sous la forme :

$$P_{SZ} = \frac{3\gamma}{2} \sum_i \frac{f_{v,i}}{r_{part,i}} \quad (II.3)$$

avec $f_{v,i}$ et $r_{part,i}$ la fraction volumique et le rayon de chaque classe de particules considérée. Cette équation permet ainsi de prendre en compte la contribution de chaque population d'oxydes nanométriques, définies par un pas de diamètre de 5 nm (Figure II.7), sur l'épinglage d'un joint de grains. Les interactions entre ces contributions ne sont cependant pas prises en compte dans cette approche qui ne peut donc être considérée que comme une approximation.

Cependant, en prenant $\gamma = 0,7 \text{ J/m}^2$ pour l'énergie d'un joint de grains dans l'acier 316L [137] et en considérant les distributions des oxydes nanométriques des aciers A et B présentées sur la Figure II.7, il est possible de comparer les pressions de Smith-Zener obtenue dans les deux cas. Celles-ci sont très proches : 0,19 MPa pour l'acier A et 0,21 MPa pour l'acier B. Par conséquent, bien que les oxydes nanométriques puissent avoir un effet d'inhibition de la germination des grains recristallisés, en freinant le bombement des joints de grains, les pressions de Smith-Zener similaires qui en résultent dans les deux aciers ne permettent pas d'expliquer les différences de cinétiques observées.

Une conséquence importante de ce résultat est que le démarrage de la recristallisation, mais aussi l'étape de croissance des grains recristallisés, ne semblent que peu affectés par une augmentation de la concentration d'oxygène dans le matériau brut de fabrication. En effet, l'acier B a une teneur en oxygène environ 2,5 fois plus élevée que l'acier A (Tableau II.2), ce qui y entraîne une fraction volumique plus élevée d'oxydes nanométriques (Tableau II.4). Toutefois, cette augmentation de la fraction volumique est principalement due à la formation d'oxydes de tailles plus importantes que dans l'acier A et non à une augmentation de leur densité numérique totale. Cela n'implique donc qu'une pression de Smith-Zener légèrement plus élevée dans l'acier B que dans l'acier A, et ainsi une faible variation globale de cette contribution à la cinétique de recristallisation. Du point de vue du procédé, il s'ensuit que l'état de la poudre utilisée pour l'élaboration de l'acier 316L LPBF, vierge avec une faible

teneur en oxygène ou recyclée et riche en oxygène [47], n'apparaît pas influencer au premier ordre ses cinétiques de recristallisation.

II.2.2.2.7 Effet de la densité de sous-joints de solidification

L'acier A brut de fabrication, comme la majorité des aciers 316L LPBF, comporte une importante densité de sous-joints de solidification (*cf.* sections II.2.1 et I.3.1.1.3). A l'inverse, l'acier B n'en contient que très peu (Figure II.4). Comme montré dans la section II.2.2.2.1, cette différence de structure intragranulaire persiste après restauration. Ce constat mène à considérer deux cas schématiques permettant d'apporter une explication plausible aux différences de germination observées.

A l'état restauré, les dislocations dans la microstructure de l'acier B sont présentes sous la forme d'enchevêtrements ou organisées en sous-grains de restauration délimités par des sous-joints de très faibles désorientations, inférieures à 1° (Figure II.15a). Compte tenu de leur organisation en cellules de tailles bien inférieures à celles du grain (Figure II.6c-d), les dislocations peuvent être considérées comme réparties de manière relativement homogène entre les grains à l'état brut de fabrication. A l'état restauré, cela se traduit par des densités de dislocations similaires entre les différents grains. Par conséquent, la différence d'énergie stockée entre deux grains, ΔE_B , est faible, et le rayon critique que doit atteindre un sous-grain pour former un germe recristallisé, $R_{crit,B}$, est élevé (Figure II.15b). La germination intervient dans ce cas après un temps d'incubation, $t_{inc,B}$, relativement long, comparé par exemple à ce qui est observé dans les aciers 316L conventionnels.

Dans le cas de l'acier A, la microstructure à l'état restauré est également composée d'enchevêtrements de dislocations et de sous-joints de restauration mais comprend une densité non négligeable de sous-joints de solidification (Figure II.15c). Du fait de leur angle de désorientation relativement important (de 2° à 15°), ces sous-joints, lorsqu'ils sont à proximité d'un joint de grains, sont susceptibles d'induire une différence d'énergie entre grains localement plus élevée que dans le cas de l'acier B. Dans ces zones, le rayon critique pour la germination est par conséquent plus faible qu'en d'autres parties du joint de grain : la formation de germes recristallisés y est donc favorisée et intervient pour des temps d'incubation plus courts que dans l'acier B (Figure II.15d). La différence de densité de sous-joints de solidification entre les aciers A et B semble donc être l'explication la plus plausible de leurs différences de germination et de cinétiques de recristallisation : plus cette densité est élevée, plus les sites de germination favorisée sont susceptibles d'être nombreux, plus la recristallisation est rapide.

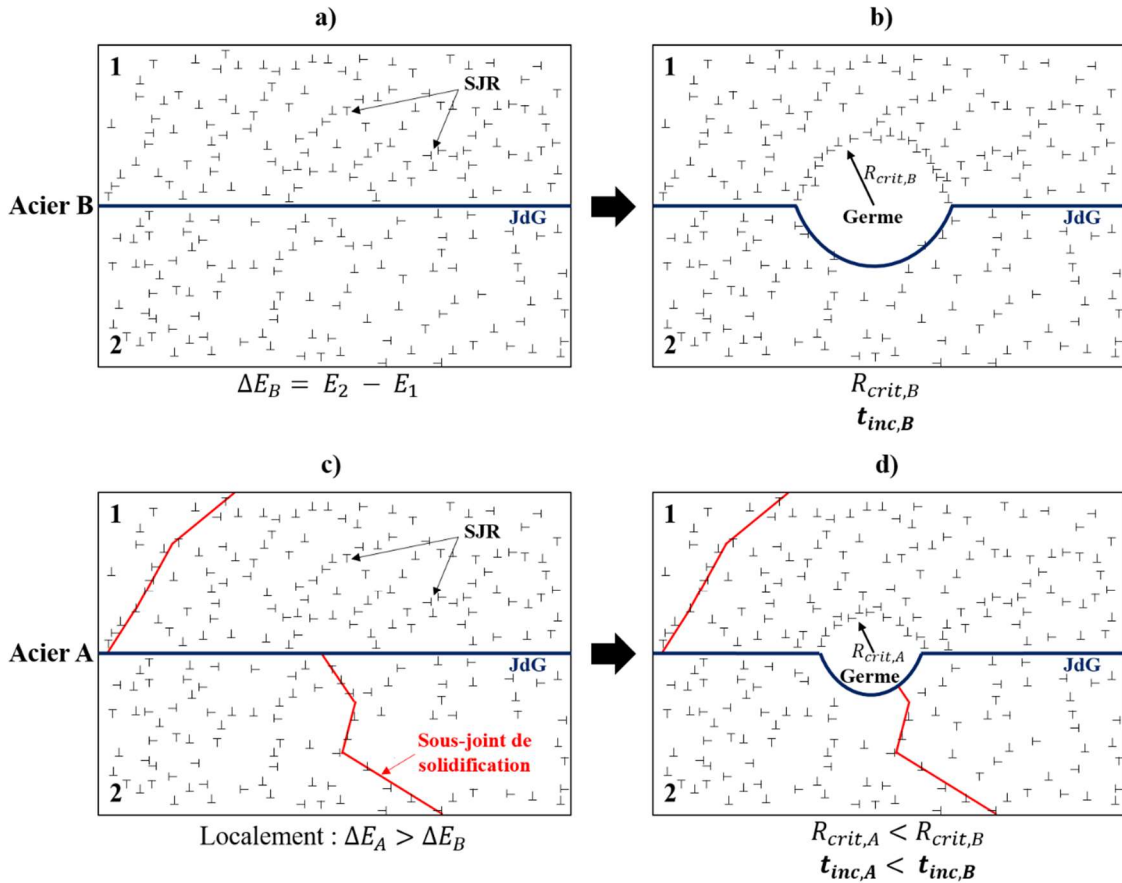


Figure II.15 : Illustration schématique des différences de germination de la recristallisation entre les deux aciers : a) microstructure de l'acier B restauré – enchevêtrements de dislocations et sous-joints de restauration (SJR) dans les grains ; b) formation d'un germe recristallisé lorsqu'un des sous-grains atteint le rayon critique ($R_{crit,B}$) défini par la différence d'énergie entre les deux grains considérés (ΔE_B) au bout d'un temps d'incubation $t_{inc,B}$; c) microstructure de l'acier A restauré – présence de sous-joints de solidification induisant une différence d'énergie localement plus importante que dans le cas précédent ; d) formation d'un germe recristallisé pour un rayon critique plus faible et un temps d'incubation plus court : germination favorisée.

En plus des faibles différences de densité de dislocations entre grains et des populations d'oxydes nanométriques connues pour inhiber et ralentir la recristallisation de l'acier 316L LPBF, les sous-joints de solidification apparaissent jouer un rôle clé dans la cinétique de germination des grains recristallisés. Par conséquent, élaborer des microstructures d'acier 316L LPBF comprenant des densités de sous-joints contrôlées pourrait être une voie pour maîtriser l'évolution microstructurale de ce matériau à haute température.

II.2.3 Microstructures des aciers A et B aux états détensionné, homogénéisé / partiellement restauré et recristallisé

Dans cette section sont décrites les microstructures des aciers A et B obtenues suite aux traitements thermiques présentés dans la section II.1.2. Sur ces différents cas microstructuraux seront réalisés les essais de résilience et de ténacité dont l'exploitation fait l'objet des chapitres III et IV.

II.2.3.1 Microstructures à l'état détensionné (TT600) : état de référence de l'étude.

A l'état détensionné (TT600), les microstructures des aciers A et B ne présentent pas de différence significative par rapport à celles brutes de fabrication, tant au niveau des structures et des morphologies de grains (Figure II.16 & Tableau II.5) que des cellules de solidification et de dislocations (lorsqu'elles sont présentes dans l'acier B) (Figure II.17) et des populations d'oxydes nanométriques (Tableau II.6). Concernant la variation de fraction volumique d'oxydes pour l'acier B entre l'état brut de fabrication et l'état TT600, il est plus probable que celle-ci provienne d'une différence de teneur en oxygène en sortie de fabrication qu'à un réel effet du traitement thermique. Cela implique que les mesures des concentrations en oxygène réalisées sur un cube de chacun des deux aciers en sortie du procédé LPBF (Tableau II.2) ne sont peut-être pas exactement représentatives de l'ensemble des pièces fabriquées. Elles sont donc à considérer avec une certaine précaution (et en particulier avec une incertitude de ± 150 ppm, cf. section II.1.1).

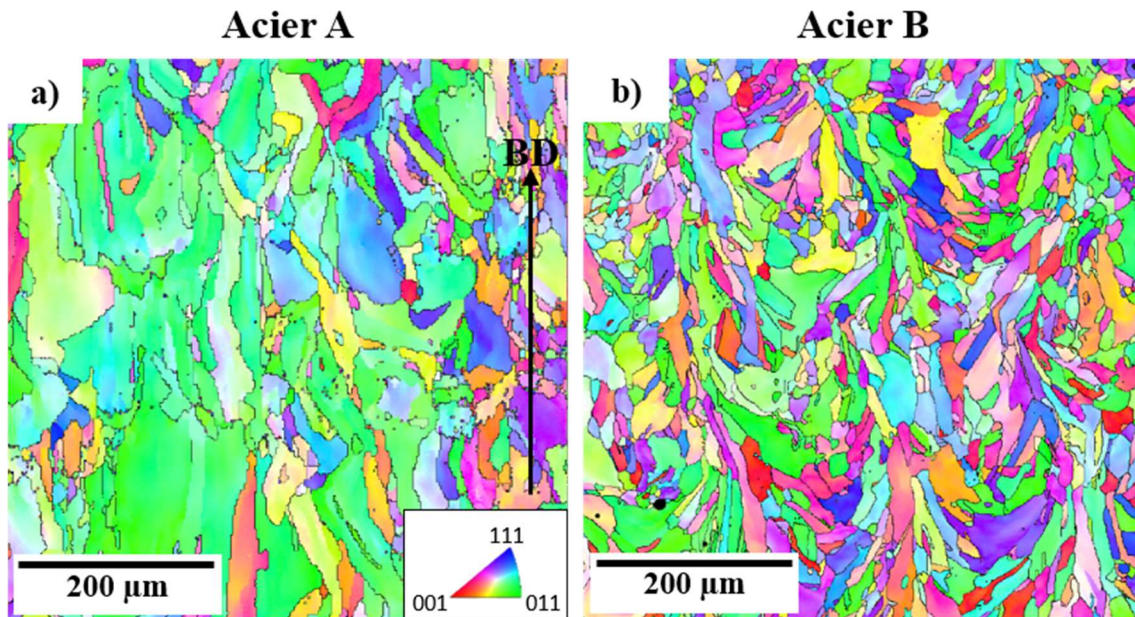


Figure II.16 : Cartographies EBSD en mode IPF des aciers a) A et b) B à l'état TT600 (joints de grains tracés en noir).

La dureté des deux aciers après avoir été soumis au traitement TT600 est sensiblement plus basse que celles obtenues à l'état brut de fabrication (Tableau II.7). A noter que la différence de dureté entre les aciers A et B, quasiment constante à chaque état microstructural, pourrait être attribuée aux concentrations en éléments interstitiels C et N plus élevée dans l'acier A, lui conférant un effet de durcissement de solution solide potentiellement plus important. Cette baisse de dureté après traitement

à 600 °C ne peut pas être attribuée à un quelconque effet de précipitation : en accord avec la littérature, aucun carbure de type $M_{23}C_6$ n'est observé dans les microstructures des aciers A et B à l'état TT600 (cf. section I.3.1.2.1). Cet adoucissement est plus sûrement le résultat des effets conjugués d'un début de restauration, limité toutefois car aucune évolution significative des cellules de dislocations n'est constatée (Figure II.17), et de la relaxation d'une partie des contraintes résiduelles présentes dans ce type de matériaux à l'état brut de fabrication.

De manière cohérente avec la littérature, ces observations montrent qu'un tel traitement de détensionnement n'a pas d'effet significatif sur la microstructure de l'acier 316L LPBF. Etant donné que le comportement mécanique de ces microstructures est connu pour être proche de ce qui est obtenu à l'état brut de fabrication [49], [50], l'état détensionné sera considéré dans la suite comme l'état microstructural de référence de cette étude.

	Acier A			Acier B		
	d_H (μm)	d_V (μm)	d_H/d_V	d_H (μm)	d_V (μm)	d_H/d_V
Etat brut	40 ± 10	80 ± 10	0.50	11 ± 5	20 ± 5	0.55
TT600	40 ± 10	85 ± 10	0.47	11 ± 5	20 ± 5	0.55
TT900	35 ± 10	65 ± 10	0.53	11 ± 5	20 ± 5	0.55
TT1200	55 ± 5	60 ± 5	0.92	45 ± 5	45 ± 5	1

Tableau II.5 : Tailles moyennes de grains (\pm écart-type), mesurées par la méthode des intercepts linéaires selon BD (d_V) et perpendiculairement à BD (d_H), pour les aciers A et B aux états microstructuraux brut de fabrication, TT600, TT900 et TT1200. Mesures réalisées sur des échantillons de 500 à 1000 grains.

	Acier A					Acier B				
	Diamètre (nm)			f_v (%)	n (m^{-2})	Diamètre (nm)			f_v (%)	n (m^{-2})
	d_{10}	d_{90}	$d_{\text{moy}} \pm \text{sd}$			d_{10}	d_{90}	$d_{\text{moy}} \pm \text{sd}$		
Etat brut	10	65	30 ± 20	0.3 ± 0.1	10^{12}	10	100	30 ± 20	0.7 ± 0.1	10^{12}
TT600	12	49	30 ± 20	0.3 ± 0.1	10^{12}	13	101	45 ± 30	0.5 ± 0.1	10^{12}
TT900	14	48	40 ± 20	0.4 ± 0.1	10^{12}	28	75	30 ± 20	0.5 ± 0.1	10^{12}
TT1200	123	567	340 ± 200	0.3 ± 0.1	5×10^{10}	124	471	300 ± 150	0.4 ± 0.1	5×10^{10}

Tableau II.6 : Moyenne (d_{moy}), écart-type (sd), premier décile (d_{10}) et dernier décile (d_{90}) des distributions de diamètre des oxydes nanométriques dans les aciers A et B aux états microstructuraux TT600, TT900 et TT1200. Les valeurs de fractions volumiques (f_v) et de densités en nombre (n) d'oxydes sont également reportées pour ces mêmes aciers. Mesures réalisées sur des échantillons de 500 oxydes.

	Acier A (dureté HV_{10})	Acier B (dureté HV_{10})
Etat brut	225 ± 10	202 ± 10
TT600	210 ± 10	190 ± 10
TT900	195 ± 10	175 ± 10
TT1200	150 ± 10	130 ± 10

Tableau II.7 : Dureté (HV_{10} , cf. Annexe 1) des aciers A et B aux états brut de fabrication, TT600, TT900 et TT1200.

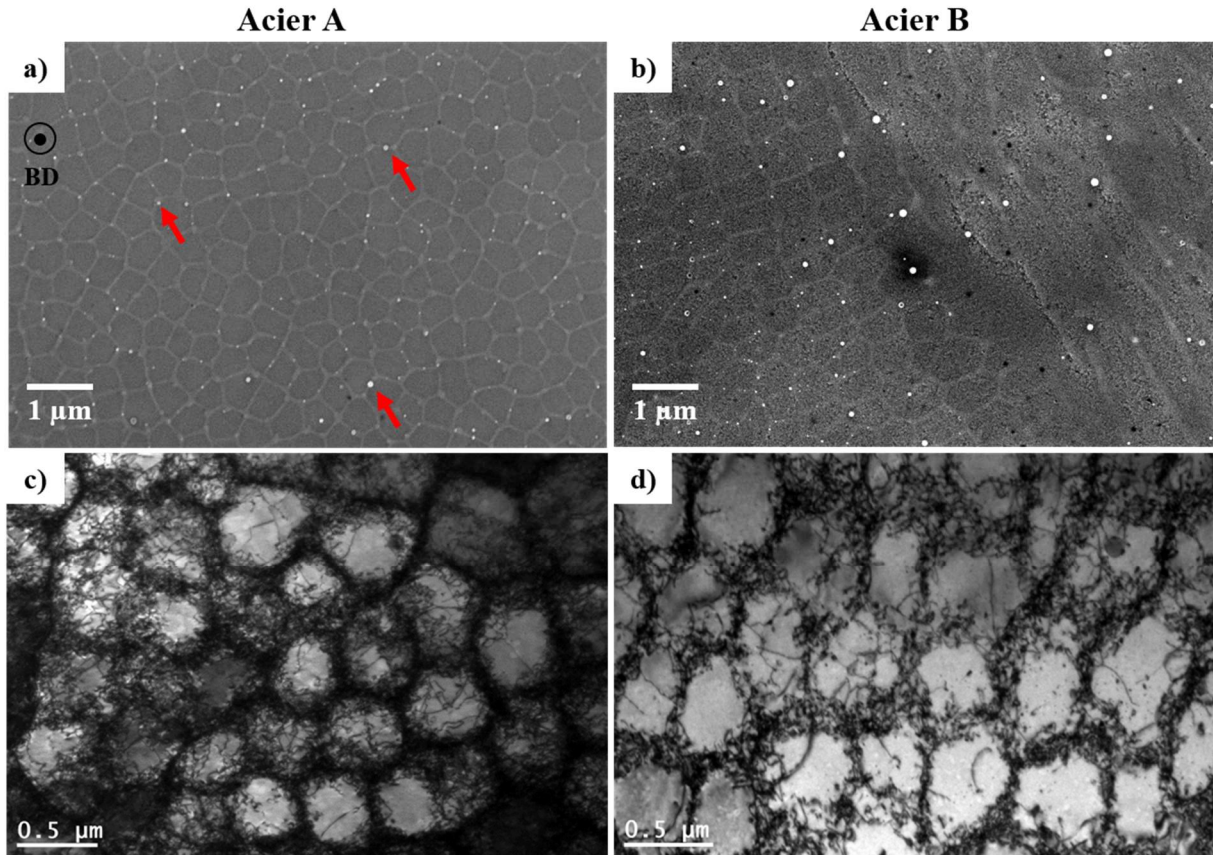


Figure II.17 : Microstructure cellulaire des aciers A et B à l'état TT600 : a) et b) cellules de solidification (MEB/SE sur lames minces) ; c) et d) cellules de dislocations (MET champ clair, c) proche d'un axe de zone [001], d) proche d'un axe de zone [110]). Les cellules en d) apparaissent légèrement plus grandes que celles en c) du fait de leur inclinaison à 45° par rapport au plan d'observation.

II.2.3.2 Etat homogénéisé / partiellement restauré (TT900)

Le traitement thermique TT900 n'apparaît pas avoir d'influence significative sur la structure de grains des deux aciers de l'étude. Des morphologies et tailles de grains similaires à celles observées à l'état TT600 sont obtenues, ainsi qu'une forte texture $\langle 110 \rangle //$ BD dans le cas de l'acier A, moins marquée pour l'acier B (Tableau II.5 et Figure II.18). Cependant, ce traitement a pour effet d'homogénéiser la composition chimique des microstructures, comme en témoigne la disparition des zones de ségrégations chimiques intercellulaires (Figure II.19a et b, à comparer avec la Figure II.6). L'organisation spatiale des dislocations ainsi que leur densité ont également évolué par rapport à l'état TT600. Ici, un amincissement des murs des cellules de dislocations est qualitativement observé ainsi qu'un remplacement partiel de ces dernières par des zones d'enchevêtrements de dislocations (Figure II.19c-d). Pour les deux aciers, le traitement TT900 conduit donc à une restauration partielle de leurs microstructures. Concernant les oxydes nanométriques, aucun changement significatif dans leurs tailles, morphologies ou distributions spatiales n'est détecté par rapport à l'état TT600 (Tableau II.6). De manière cohérente avec un état de restauration avancé et une baisse de la densité de dislocations, la dureté des deux aciers à l'état TT900 est inférieure à celles mesurées à l'état TT600 (Tableau II.7).

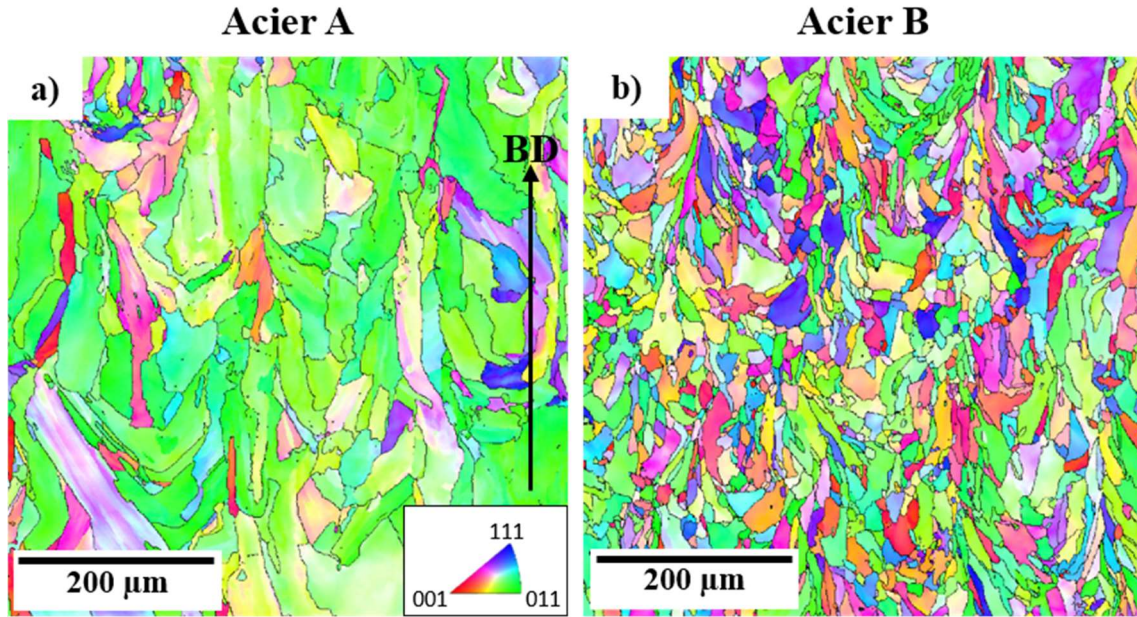


Figure II.18 : Cartographies EBSD en mode IPF codé selon BD des aciers a) A et b) B à l'état TT900 (joints de grains ($> 15^\circ$) tracés en noir).

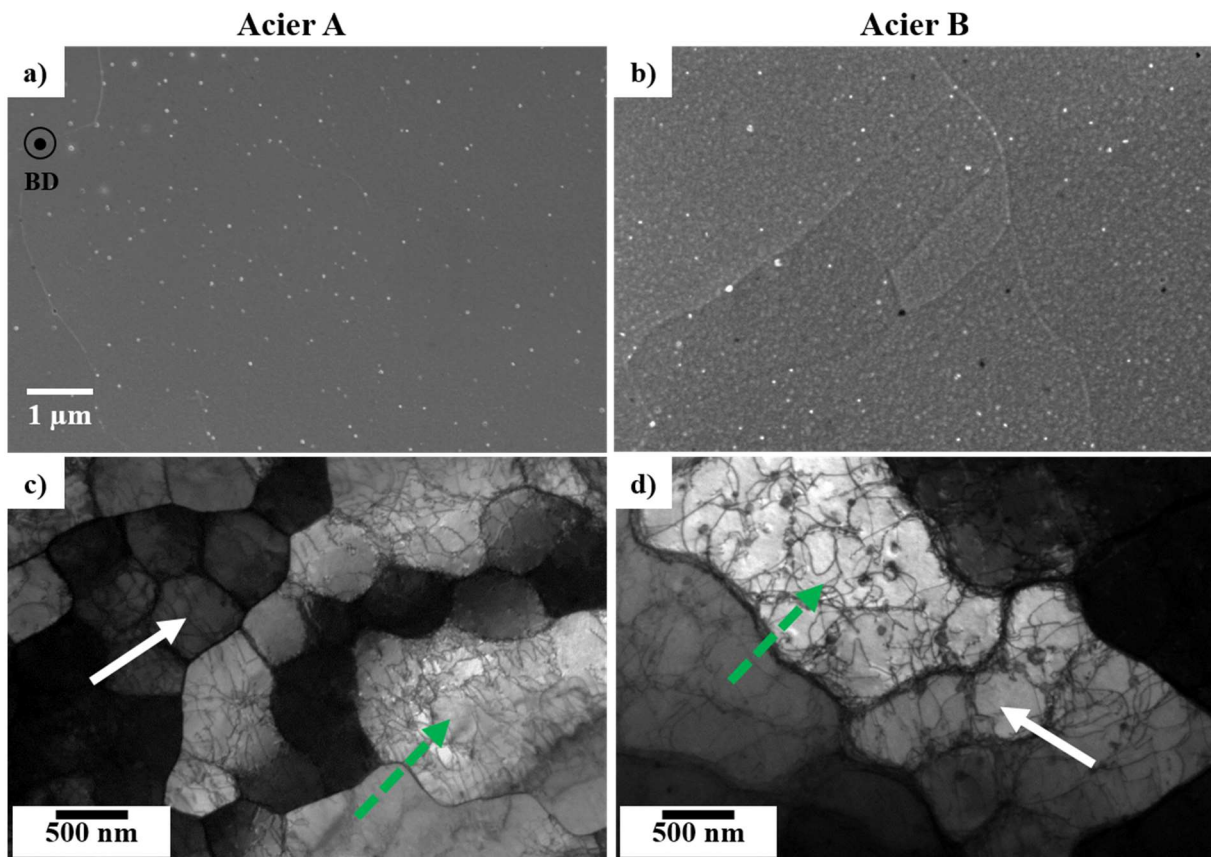


Figure II.19 : Microstructure des aciers A et B à l'état TT900 : a) et b) disparition des cellules de solidification (MEB/SE) ; c) et d) cellules de dislocations persistantes (flèches blanches) et enchevêtrements de dislocations (flèches en tirets verts) (MET champ clair, proche d'un axe de zone $[100]$).

Les microstructures des aciers A et B à l'état TT900 sont par conséquent en accord avec ce qui est rapporté dans la littérature pour l'acier 316L LPBF traité à 900 °C, à savoir une absence de recristallisation et d'évolution de la population d'oxydes nanométriques conjuguée à une homogénéisation chimique de la microstructure intergranulaire et à sa restauration partielle (*cf.* section I.3.1.2.2). Il apparaît cependant important de noter que, contrairement à ce qui est rapporté par la littérature, la présence d'une phase secondaire aux joints de grains est observée dans l'acier B de manière très locale (Figure II.20). Il s'agit possiblement de phase σ dont la précipitation est généralement attendue à plus basse température dans l'acier 316L LPBF (*cf.* section I.3.1.2.1). Etant donné que cette phase n'est observée qu'en très faible quantité⁸, et qu'elle n'apparaît pas avoir d'influence sur le comportement à rupture de l'acier B à l'état TT900 (*cf.* chapitres III et IV), les caractérisations nécessaires à la détermination de sa nature n'ont pas été menées.

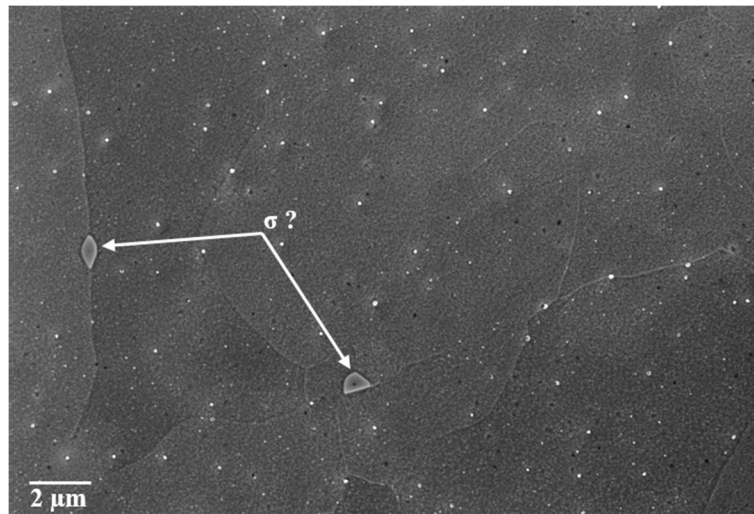


Figure II.20 : Observation d'une phase secondaire (possiblement de la phase σ) aux joints de grains de l'acier B à l'état TT900.

II.2.3.3 Etat recristallisé (TT1200)

Après avoir été soumis au traitement thermique TT1200, les deux aciers sont recristallisés à environ 95 % (mesure effectuée par analyse EBSD, *cf.* Annexe 1). La recristallisation peut donc être considérée comme quasiment complète à cet état. Les microstructures se composent de grains quasiment équiaxes (Tableau II.5 et Figure II.21) et présentent une faible texture $\langle 110 \rangle // BD$ (Figure II.22). Les tailles de grains diffèrent légèrement entre les deux aciers, l'acier A ayant des grains de 20 à 30 % plus grands que l'acier B (Tableau II.5). Dans l'hypothèse d'une germination des grains recristallisés aux joints de grains (*cf.* section II.2.2), cela pourrait être dû à la différence de taille de grains des deux aciers à l'état TT600, avant recristallisation. L'acier A ayant des grains plus gros que l'acier B, les sites de germination des grains recristallisés y sont plus espacés, par conséquent ces derniers y sont plus gros une fois la recristallisation complète. De manière cohérente avec la recristallisation, les deux aciers ne

⁸ L. Monier, travaillant sur ce même matériau dans le cadre de sa thèse, évalue la quantité de cette phase à 0,02% surfaciques.

comportent plus qu'une faible densité de sous-joints, et présentent à l'inverse de nombreux joints $\Sigma 3$ qui peuvent être identifiés comme étant des macles de recuit (Figure II.21c-d).

Concernant les oxydes, une augmentation de leurs tailles, de plusieurs centaines de nanomètres jusqu'à un micromètre, et une diminution de leur densité est observée dans les deux aciers (Tableau II.6) témoignant de leur mûrissement. Ils sont en grande partie localisés aux joints de grains (Figure II.23a-b), ce qui résulte du couplage recristallisation / épinglage des joints de grains par les oxydes nanométriques mis en évidence pour les aciers de l'étude dans la section II.2.2. Enfin, la comparaison des observations MET de la Figure II.23c et d avec celles des autres états microstructuraux montre que la recristallisation induit une importante baisse de la densité de dislocations dans les deux matériaux. De manière cohérente, les duretés mesurées dans les deux aciers sont plus basses que celles obtenues dans tous les autres cas microstructuraux (Tableau II.7).

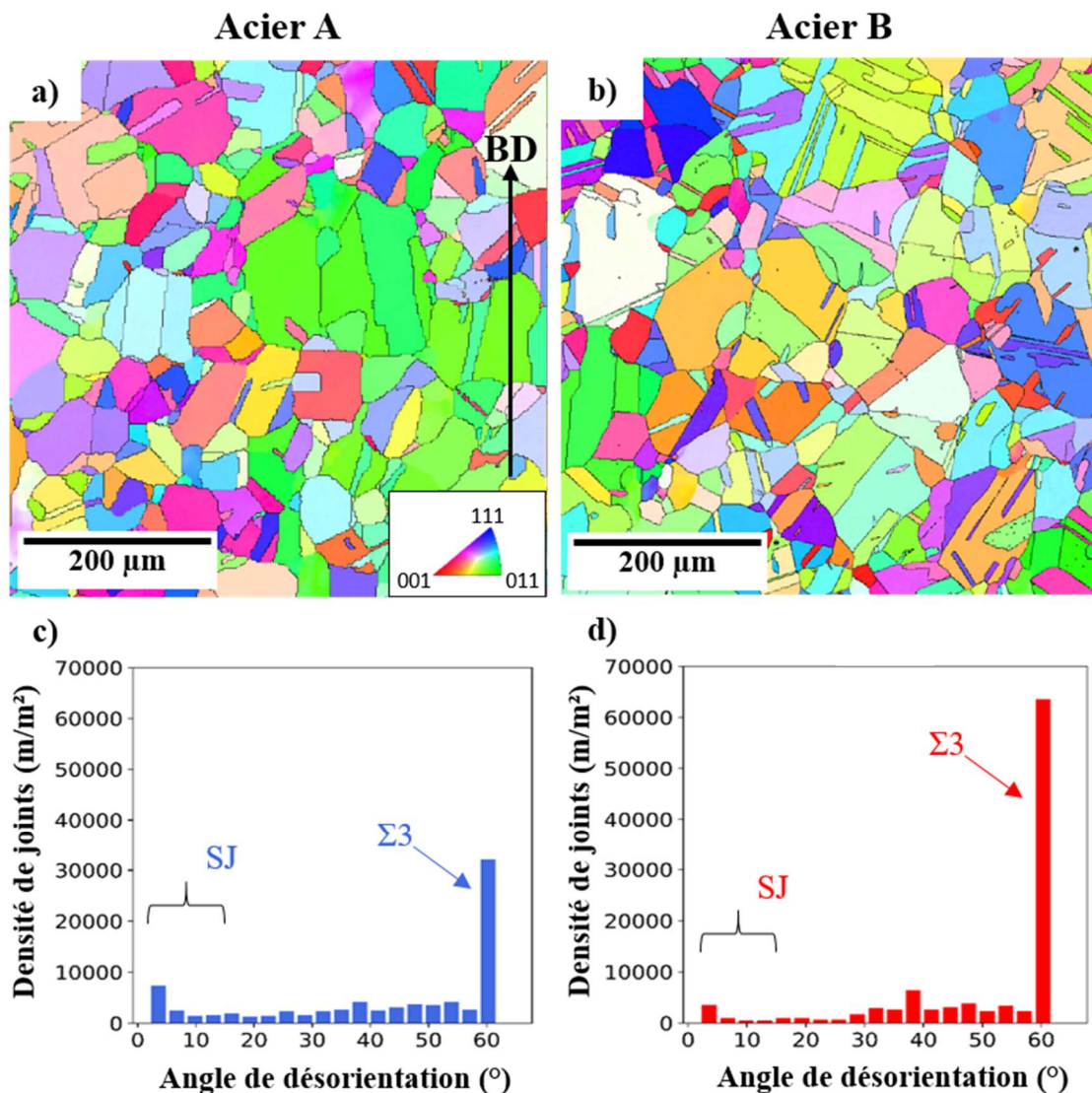


Figure II.21 : a) – b) Cartographies EBSD en mode IPF codée selon BD des aciers A et B à l'état TT1200 (joints de grains tracés en noir) ; c) – d) Distributions de la densité de joints dans les aciers A et B : sous-joints (SJ, 2° – 15°) et joints $\Sigma 3$ identifiés.

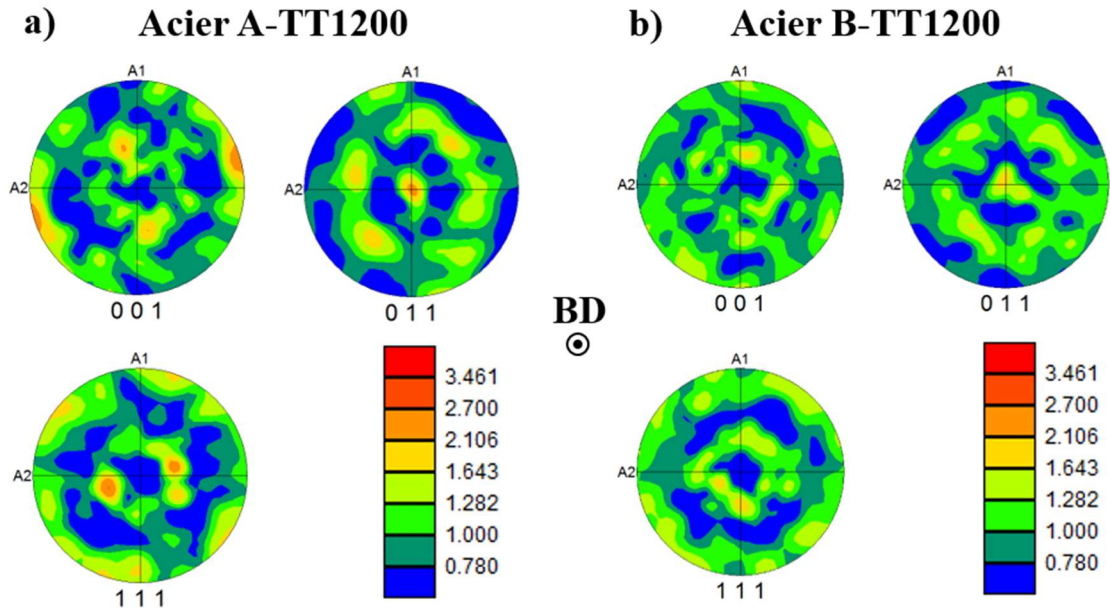


Figure II.22 : Figures de pôles des aciers a) A-TT1200 et b) B-TT1200 (mesures effectuées sur un échantillon de 500 grains).

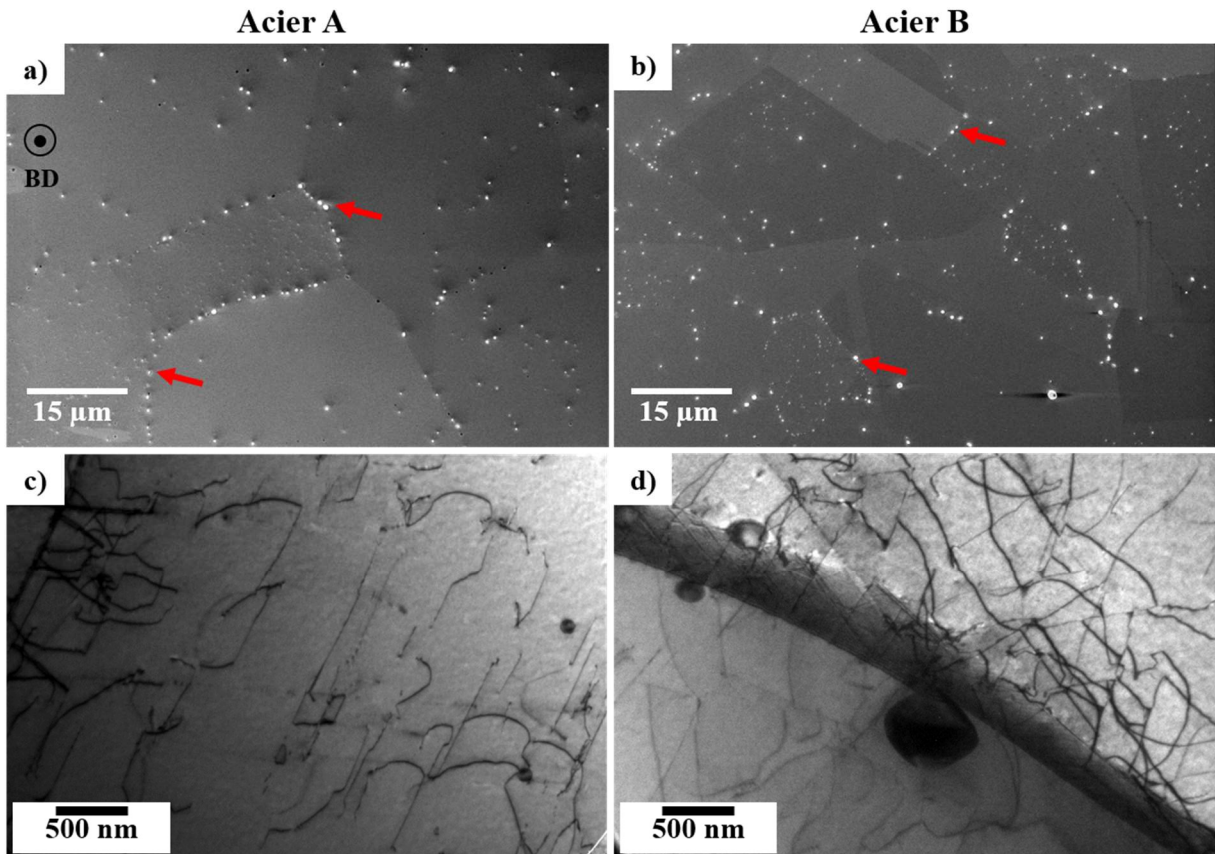


Figure II.23 : Microstructure des aciers A et B à l'état TT1200 : a) et b) oxydes submicrométriques localisés aux joints de grains (flèches rouges) (MEB/SE sur lames minces) ; c) et d) Images MET en champ clair des mêmes aciers.

II.4 Synthèse

Dans ce chapitre, les microstructures des aciers LPBF bruts de fabrication de l’étude ont été caractérisées ainsi que leurs évolutions en température. Les principales conclusions établies sont rapportées ci-dessous.

Aciers bruts de fabrication – L’utilisation de deux poudres de chimies légèrement différentes, mais des mêmes paramètres de procédé, a permis l’élaboration de deux aciers 316L LPBF ayant des microstructures significativement différentes. Bien que les deux aciers présentent les caractéristiques générales de l’acier 316L, leurs tailles de grains, leurs textures, leurs structures cellulaires (totale ou partielle), leurs distributions de joints de grains et les tailles de leurs oxydes sont différentes. Ce résultat, en accord avec de précédentes études, confirme l’importance de l’influence de la composition de la poudre sur la microstructure des matériaux fabriqués par procédé LPBF.

Cinétiques de recristallisation – Les deux aciers bruts de fabrication étudiés présentent des cinétiques de recristallisation significativement différentes, la germination des grains recristallisés étant retardée dans l’acier ayant des grains plus fins, une plus faible densité de sous-joints de grains et une plus grande fraction volumique d’oxydes nanométriques. La différence de densité de sous-joints de solidification entre les deux aciers apparaît comme l’explication la plus plausible de leurs différences de germination et de cinétiques de recristallisation : plus cette densité est élevée, plus des sites de germination favorisée sont susceptibles d’être nombreux, et plus la recristallisation est précoce.

Cas microstructuraux élaborés – Trois traitements thermiques ont été appliqués aux deux aciers bruts de fabrication dans le but d’obtenir différents états microstructuraux (détensionné, homogénéisé chimiquement / partiellement restauré et recristallisé) sur lesquels seront réalisés les essais de résilience et de ténacité. A l’état détensionné, les microstructures sont similaires à celles de l’état brut de fabrication. A l’état homogénéisé chimiquement / partiellement restauré, la disparition totale des cellules de solidification et partielle des cellules de dislocations est observée. A l’état recristallisé, les deux aciers présentent des microstructures équiaxes et faiblement texturées. La localisation de gros oxydes aux joints de grains observée dans ces microstructures provient d’un couplage entre recristallisation et mûrissement des oxydes nanométriques aux joints de grains.

Chapitre III : Comportement à rupture de l’acier 316L LPBF à température ambiante

Ce chapitre est consacré à l’analyse du comportement à rupture de l’acier 316L LPBF à température ambiante. Des essais de résilience et ténacité sont réalisés sur les microstructures décrites au chapitre précédent. Les comparaisons des résultats obtenus sur ces différents états microstructuraux, détensionné (TT600), homogénéisé / partiellement restauré (TT900) et recristallisé (TT1200), permettent de déterminer l’influence de chaque élément de microstructure de l’acier 316L LPBF (grains colonnaires, cellules de solidification et de dislocations, oxydes nanométriques, ...) sur ses propriétés à rupture. Par ailleurs, des corrélations entre résilience et ténacité sont établies pour les aciers de l’étude, répondant ainsi à un objectif double. Du point de vue scientifique, la corrélation de ces propriétés, ainsi que des mécanismes de déformation et de rupture sous-jacents, permet de donner une vision globale du comportement à rupture de ce matériau à différentes vitesses de sollicitation, la sollicitation mécanique étant rapide lors des essais de résilience, quasi-statique lors des essais de ténacité. Du point de vue industriel, ces corrélations rendent possible la détermination des propriétés de ténacité de l’acier 316L LPBF par de simples essais de flexion par choc, permettant des économies de coûts et de matière⁹.

III.1 Comportement en résilience et ténacité de l’acier 316L LPBF

III.1.1 Plan d’expériences et exploitation des essais mécaniques

Les essais de flexion par choc (Charpy) et de déchirure ductile, permettant respectivement de déterminer les propriétés de résilience et de ténacité des matériaux de l’étude, sont réalisés sur les différentes microstructures caractérisées dans le chapitre précédent, soit les deux aciers (A et B) aux états détensionné (TT600), homogénéisé / partiellement restauré (TT900), recristallisé (TT1200). Deux directions de sollicitation sont considérées dans le but de caractériser l’anisotropie de comportement mécanique de chacun de ces matériaux : l’une parallèle à BD (notée V dans la suite) et l’autre perpendiculaire à BD (notée H). Dans le cas de la direction de sollicitation V, le plan de fissuration est orthogonal à BD, dans le cas de la direction H, celui-ci contient BD. La Figure III.1a présente l’orientation des éprouvettes utilisées pour les essais de flexion par choc (Charpy) et de déchirure ductile (CT). Au total, ce sont donc 12 configurations qui sont testées dans cette étude (deux aciers + trois états microstructuraux + deux directions de sollicitation). Par souci de concision, il sera fait référence à ces

⁹ Les résultats de ce chapitre ont fait l’objet de la publication suivante : E. de Sonis *et al.*, *Mater. Sci. Eng. A.*, 877 (2023), 154179.

configurations dans la suite sous la forme "acier – état microstructural – direction de sollicitation". Pour chaque configuration, trois éprouvettes sont testées en résilience, deux en ténacité.

Les détails expérimentaux de la mise en œuvre de ces essais peuvent être trouvés en Annexe 1. Cependant, il apparaît nécessaire de donner à ce stade quelques précisions quant à leur exploitation. Un exemple des courbes force – déplacement (du marteau Charpy) obtenues par l'essai de flexion par choc instrumenté est donné par la Figure III.1b. Dans la suite de l'étude, trois valeurs caractéristiques de ces courbes sont utilisées :

- la force à la fin de la pente linéaire, F_{gy} , considérée comme correspondant à la force à laquelle la plasticité généralisée intervient dans l'éprouvette,
- la force maximale mesurée, F_{max} , associée par convention à l'amorçage de fissure du point de vue macroscopique,
- le déplacement correspondant, d_{max} , étant par conséquent le déplacement du marteau à l'amorçage de fissure. Il est important de préciser que les valeurs précises de d_{max} sont parfois difficiles à déterminer, certaines courbes présentant un plateau $F \approx F_{max}$ au lieu d'un maximum bien défini. Dans ces cas, les valeurs de d_{max} ont été arbitrairement prises au milieu du plateau.

Lorsque les éprouvettes sont totalement rompues après les essais, ce qui est le cas pour tous les matériaux de cette étude, l'énergie totale de rupture (KV) correspond à l'aire sous la courbe force – déplacement. Cette énergie totale est partagée en deux contributions :

- l'énergie absorbée à l'amorçage de fissure, KV_a , mesurée comme l'aire sous la courbe force – déplacement entre le début de l'essai (à un déplacement $d = 0$ mm, début de l'augmentation de la charge) et d_{max} ,
- l'énergie absorbée lors de la propagation de fissure, KV_p , mesurée comme l'aire sous la courbe force – déplacement entre d_{max} et la fin de l'essai, à $F = 0$ kN.

Plus qu'à ces valeurs, il est fait référence dans ces travaux aux valeurs d'énergies par unité d'aire, c'est-à-dire rapportées à la section des éprouvettes Charpy (dans cette étude : $0,8 \text{ cm}^2$), et notées respectivement KCV , KCV_a et KCV_p .

Concernant les essais de déchirure ductile, deux valeurs d'intérêt sont extraites des courbes ténacité – avancée de fissure ($J - \Delta a$) (Figure III.1c) :

- la ténacité à l'amorçage de fissure, $J_{0,2}$, déterminée en suivant les prescriptions de la norme ISO12135 :2021 [138], correspond à l'intersection de la courbe $J - \Delta a$ et de la droite d'émoussement de fissure d'équation $J = 3.75 Rm(\Delta a - 0.2)$, avec Rm la résistance mécanique du matériau en traction (en MPa),
- la résistance à la déchirure, dJ/da , mesurée comme la pente de la courbe $J - \Delta a$ après l'amorçage.

A noter que pour être considérées comme valides au sens de la norme ISO12135 :2021, les valeurs de $J_{0,2}$ ne doivent pas excéder une valeur limite $J_{limit} = x\sigma_y/10$, avec x la plus petite dimension

entre l'épaisseur de l'éprouvette CT et la longueur du ligament originel. Dans cette étude, toutes les valeurs de $J_{0,2}$ déterminées dans le cadre de la norme ISO12135 :2021 sont valides.

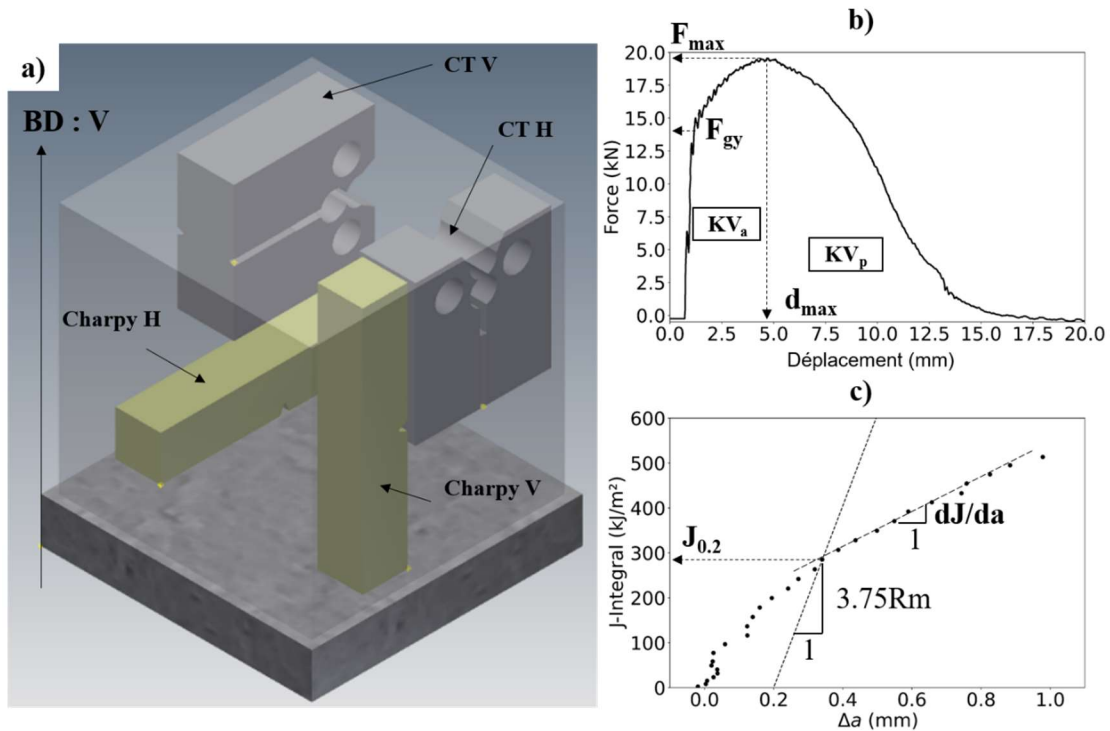


Figure III.1 : a) Orientation des éprouvettes Charpy et CT dans les cubes d'aciers 316L LPBF : configurations V et H différenciées ; b) Courbe force – déplacement obtenue par essai de flexion par choc instrumenté : détermination de F_{gy} , F_{max} , d_{max} , KV_a , et KV_p . c) Courbe $J-\Delta a$ obtenue par essai de déchirure ductile : détermination de $J_{0,2}$ et dJ/da .

Dans la suite de ce chapitre, les propriétés en résilience puis en ténacité des aciers de l'étude sont caractérisées. Les corrélations entre ces deux propriétés ainsi que le rôle des éléments de microstructure typiques de ces matériaux sur leur comportement à rupture sont ensuite discutés.

III.1.2 Résilience

III.1.2.1 Energie absorbée totale

Les énergies totales absorbées par unité d'aire (KCV) pour chaque acier et configuration testés sont présentées dans la Figure III.2. Pour les aciers A-TT600 et B-TT600, ces valeurs sont comprises entre 170 J/cm^2 et 250 J/cm^2 , ce qui est significativement bas en comparaison de ce qui est généralement obtenu pour l'acier 316L conventionnel ($350 - 400 \text{ J/cm}^2$) mais cohérent avec les résiliences connues pour l'acier 316L LPBF (cf. section I.3.2.2.1). En dépit d'une dispersion des résultats non négligeable, l'acier B-TT600 apparaît plus résistant que l'acier A-TT600. Un effet de la direction de sollicitation est également constaté, la résilience des éprouvettes d'orientation H étant environ 25 % plus basse en moyenne que celle des éprouvettes d'orientation V.

Cette anisotropie est également constatée pour les aciers A-TT900 et B-TT900 qui présentent des résiliences similaires à celles des aciers correspondants à l’état TT600. A l’état TT1200, les deux aciers présentent une baisse significative de résilience, de 20 à 40 % en moyenne par rapport à l’état TT600 sans réduction de la dispersion des résultats. En dépit d’une microstructure équiaxe (*cf.* section II.2.3.3), une anisotropie significative est conservée, les éprouvettes d’orientation V ayant une résilience plus élevée que celles d’orientation H. Cependant, à l’exception de l’acier B-TT1200 sollicité dans la direction H, tous les matériaux de l’étude présentent des résiliences supérieures à 125 J/cm², valeur minimale prescrite par le code RCC-MRx utilisé dans l’industrie nucléaire [139].

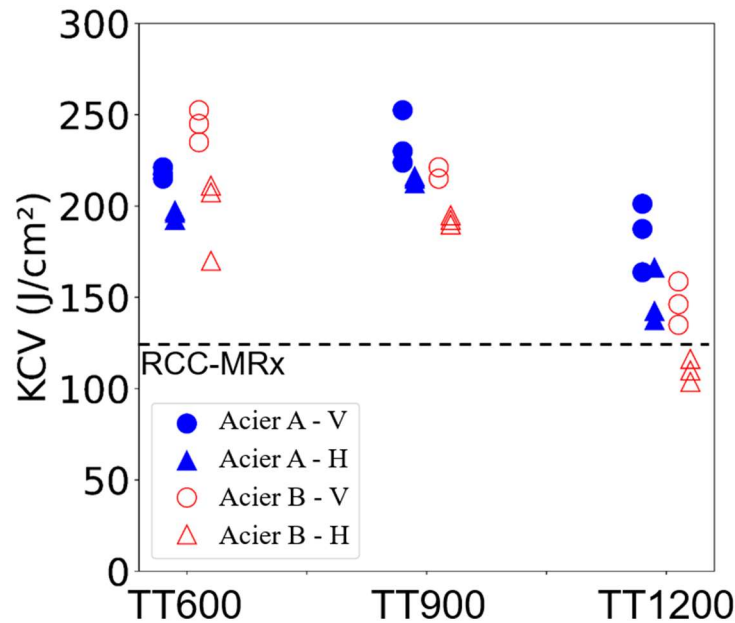


Figure III.2 : Energie totale absorbée par unité d’aire (KCV) lors des essais de flexion par choc sur les aciers A et B dans les deux orientations d’intérêt et aux trois états microstructuraux considérés (les séries de points sont décalées horizontalement les unes par rapport aux autres pour permettre une meilleure lisibilité des données). La valeur de résilience minimale prescrite par le code RCC-MRx [139] est indiquée par la ligne en pointillés noirs.

III.1.2.2 Comportement élastoplastique en condition de chargement mécanique rapide

La Figure III.3 présente les courbes force – déplacement des aciers A et B testés aux trois états microstructuraux et dans leurs deux directions d’intérêt. Pour chaque configuration considérée, les trois courbes apparaissent généralement très similaires, témoignant de la reproductibilité des résultats fournis par ces essais. Cependant, un petit nombre d’entre-elles (3 sur 36, flèches noires sur la Figure III.3) présentent une allure différente, notamment concernant leur comportement élastoplastique, de ce qui semble être le cas général (ce dernier pouvant être considéré comme donné par les deux autres courbes correspondantes). L’examen des éprouvettes rompues ne permettant pas la détermination des éventuelles causes d’un comportement mécanique particulier, ces cas ne seront pas pris en compte dans la suite.

Dans cette section, seule sera considérée la première partie des courbes, jusqu’à F_{max} , gouvernée par le comportement élastoplastique du matériau lors des essais de flexion par choc [140]. Les aciers A-

TT600 et B-TT600 présentent des valeurs de F_{gy} , F_{max} et d_{max} similaires pour les deux orientations d'éprouvettes (Figure III.4a). Ceci est cohérent avec la superposition des courbes force – déplacement pour les deux orientations de sollicitation, indiquant que les deux aciers ont des comportements élastoplastiques similaires.

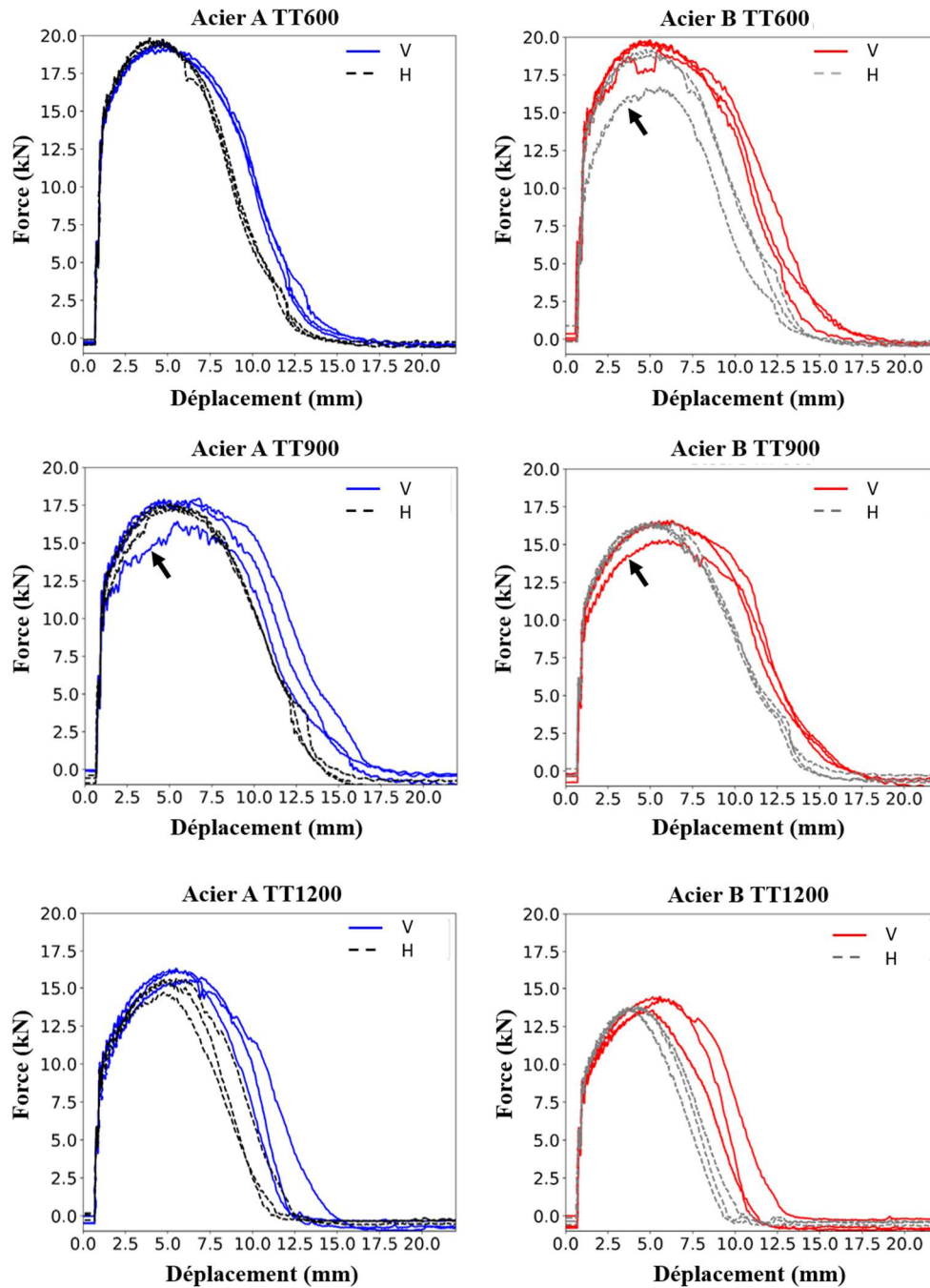


Figure III.3 : Courbes force – déplacement des essais de flexion par choc instrumentés réalisés sur les aciers A et B, dans les deux directions d'intérêt et aux trois états microstructuraux considérés. Les flèches noires identifient les courbes dont le comportement élastoplastique est différent de celui du cas général (non prises en compte par la suite).

Cependant, ce résultat peut paraître surprenant au vu de l’anisotropie significative de limite d’élasticité que présentent ces matériaux en traction uniaxiale quasistatique (valeurs reportées dans le Tableau III.1). Bien que les mécanismes sous-jacents à cette différence d’anisotropie élastoplastique ne soient pas clairs, celle-ci pourrait être liée aux vitesses de sollicitation radicalement différentes imposées au matériau pour les deux types d’essai ; 10^{-3} s^{-1} en traction contre 100 s^{-1} près du fond d’entaille dans le cas des essais de résilience.

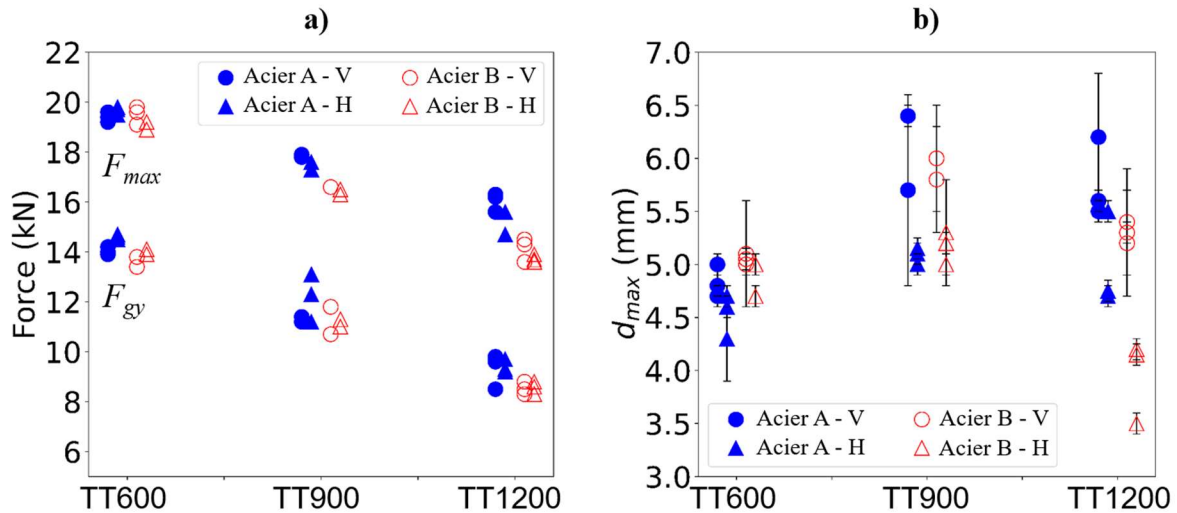


Figure III.4 : a) F_{gy} et F_{max} , b) d_{max} mesurés sur les courbes force – déplacement pour les aciers A et B dans chacune de leurs configurations considérées (les séries de points sont décalées horizontalement les unes par rapport aux autres pour permettre une meilleure lisibilité des données).

A l’état TT900, les deux aciers présentent des valeurs de F_{gy} et de F_{max} inférieures à celles de l’état TT600 (Figure III.4a), ce qui apparaît cohérent avec leur baisse de $R_{p0,2}$ et de R_m (Tableau III.1). En dépit d’une incertitude expérimentale importante, une augmentation des valeurs de d_{max} par rapport à l’état TT600 peut être observée (Figure III.4b), témoignant d’un amorçage de fissure pour des déformations plus élevées et, par conséquent, d’une augmentation de la ductilité. Cette augmentation de d_{max} apparaît significativement plus importante pour les éprouvettes d’orientation V que pour celles d’orientation H, conduisant à des énergies d’amorçage de fissure plus élevées dans l’orientation V.

	Acier A				Acier B			
	V		H		V		H	
	$R_{p0,2}$	R_m	$R_{p0,2}$	R_m	$R_{p0,2}$	R_m	$R_{p0,2}$	R_m
TT600	470	610	540	690	380	590	410	630
TT900	400	590	410	690	330	580	340	610
TT1200	270	570	270	610	230	540	230	540

Tableau III.1 : Limite d’élasticité ($R_{p0,2}$) et résistance mécanique (R_m) des aciers A et B pour chacune de leurs configurations. Ces données ont été fournies par L. Monier et déterminées dans le cadre de sa thèse [141].

A l’état TT1200, les deux aciers sont plus doux qu’aux deux autres états précédents, ce qui est cohérent avec leurs microstructures recristallisées (cf. section II.2.3.3) ainsi qu’avec leur comportement

en traction (Tableau III.1). Si des valeurs proches de F_{gy} et F_{max} sont obtenues dans les deux directions de sollicitation, une anisotropie importante de d_{max} est toujours observée. L’acier B-TT1200 présente par ailleurs des valeurs de d_{max} significativement plus faibles que l’acier A-TT1200 (Figure III.4b).

III.1.2.3 Amorçage et propagation de fissure

Pour une configuration donnée, les comportements généraux des aciers A et B après l’amorçage de fissure apparaissent proches (la Figure III.5 offre une comparaison de ces comportements pour la configuration V). De même, leurs mécanismes de rupture, présentés dans cette section, s’avèrent identiques (se reporter aux faciès de rupture de l’acier B en Annexe 2 pour s’assurer de cette identité). De ce fait, et par souci de concision, seuls les résultats relatifs au comportement à rupture de l’acier A seront présentés ici en détail. Ils peuvent être étendus à l’acier B. Les effets, de second ordre, des différences microstructurales des aciers A et B sur leur comportement mécanique seront néanmoins abordés dans la section III.3.2 de ce chapitre.

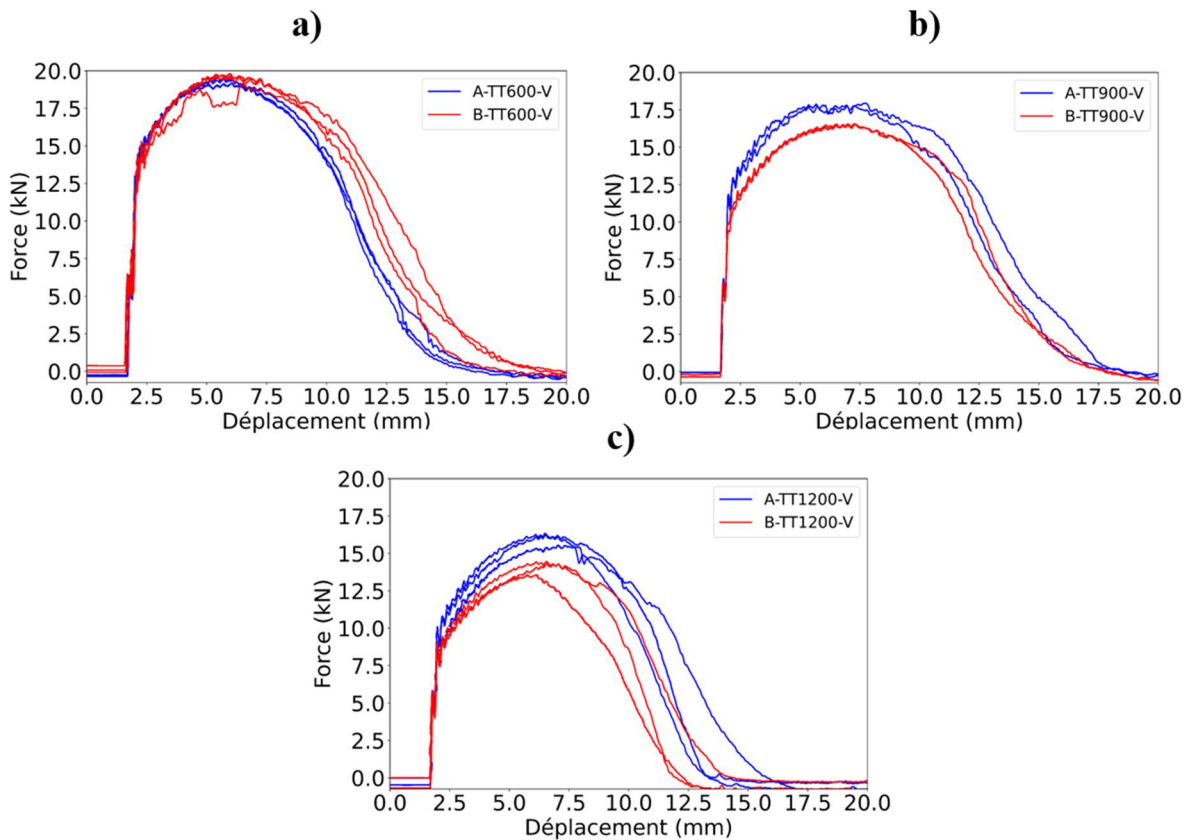


Figure III.5 : Comparaison des courbes force – déplacement (tirées de la Figure III.3) obtenues avec les aciers A et B testés dans la configuration V aux états a) TT600, b) TT900 et c) TT1200.

Les Figures III.6a, b et c présentent un échantillon représentatif des courbes force – déplacement après amorçage de fissure (c.-à-d. tracées à partir d’un déplacement $d = d_{max}$) de l’acier A dans chacune des configurations testées. Les macrographies des faciès de rupture correspondants sont mises en regard de ces courbes dans les Figures III.6d à i tandis que des images à plus forts grossissements de leurs éléments et de leurs microstructures sous-jacentes sont présentées dans les Figures III.7 à III.9.

Du point de vue macroscopique, un mode de rupture ductile est observé pour chaque configuration (Figures III.6d-i), ainsi que des expansions latérales supérieures à 1.5 mm, témoignant d’une importante déformation plastique des éprouvettes durant l’essai. De manière cohérente, un faciès de rupture à cupules est observé dans tous les cas (Figure III.8, résultats présentés pour les configurations V uniquement) indiquant un mécanisme de rupture par germination et croissance de cavités. Il est important de mentionner qu’aucun pore de fabrication n’a été observé sur ces différents faciès : leur influence sur les mécanismes de rupture des aciers de l’étude apparaît donc négligeable, ce qui est cohérent avec le faible taux de porosité mesuré dans ces matériaux (*cf.* section II.1.1).

L’association du faciès de rupture de l’acier A-TT600-V (Figure III.6d) avec la courbe force – déplacement correspondante (Figure III.6a) suggère que deux stades de propagation de fissure sont à considérer dans ce matériau. Un premier stade, appelé dans la suite stade I, peut être caractérisé par la présence de fissures secondaires macroscopiques alignées dans la direction de construction et perpendiculaires à la direction de propagation de la fissure principale (flèches rouges sur la Figure III.6d) et pourrait correspondre à la première partie (à faible pente) de la courbe force – déplacement de la Figure III.6a. La seconde partie du faciès de rupture ne comportant pas de telles fissures secondaires, la présence d’un second stade de propagation, appelé stade II, est probable. Ce stade pourrait correspondre à la seconde partie de la courbe force – déplacement, dont la pente, plus raide que celle de la première, laisse supposer une propagation de fissure plus instable. Dans l’acier A-TT600-H, l’absence de fissures secondaires visibles sur le faciès de rupture (Figure III.6g) indique que la propagation intervient uniquement en stade II. De façon cohérente, la courbe force – déplacement présente une pente similaire à celle de la configuration V en stade II (Figure III.6a), sans comporter de première partie clairement plus stable.

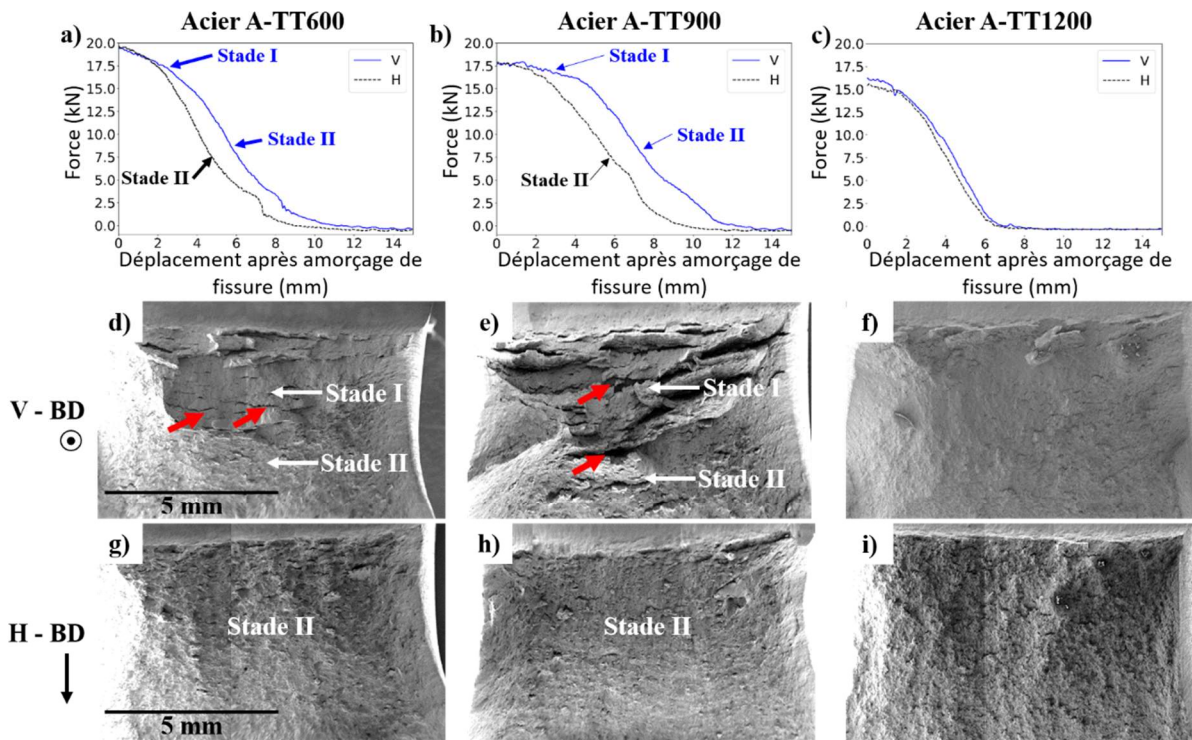


Figure III.6 : (a-c) courbes force – déplacement après amorçage de fissure de l'acier A pour chaque configuration testée (échantillon représentatif de l'ensemble des données de la Figure III.3), (d-i) macrographies des faciès de rupture correspondants : (d-f) orientation V, (g-i) orientation H ; a, d, g) A-TT600 ; b, e, h) A-TT900 ; c, f, i) A-TT1200. Quelques fissures secondaires sont identifiées par les flèches rouges.

Des conclusions similaires peuvent être tirées des résultats présentés par les Figures III.6b, e et h concernant les aciers A-TT900 : deux stades de propagation sont observés dans la configuration V, un seul dans la configuration H. Par comparaison avec le cas des éprouvettes A-TT600-V, la baisse de force avec la propagation de fissure associée au stade I est plus faible pour les éprouvettes A-TT900-V, indiquant une propagation de fissure initialement plus stable. Ceci apparaît cohérent avec les fissures secondaires plus nombreuses et plus étendues pouvant être observées sur le faciès de rupture correspondant à cet état microstructural (comparer la Figure III.6e avec la Figure III.6d) qui suggèrent une propagation de fissure nécessitant plus d'énergie qu'à l'état TT600.

Dans le but de caractériser plus en détail la nature des stades I et II, des observations en microscopie optique et des analyses EBSD sont conduites sur une coupe longitudinale d'une éprouvette d'acier A-TT600-V rompue, dans une zone contenant une fissure secondaire (Figure III.7a). La comparaison de la figure de pôles inverse (Figure III.7b) avec la cartographie d'indice de qualité correspondante (Figure III.7c) montre que des zones de propagation intergranulaire sont présentes à la pointe des fissures secondaires caractéristiques du stade I. De manière cohérente, de l'endommagement intergranulaire est également observé près de la fissure (flèches en pointillés blancs sur les Figures III.7b et c) ainsi qu'une importante déformation près des joints de grains. Il paraît donc raisonnable de conclure que la propagation de ces fissures secondaires est intergranulaire.

A une échelle plus fine, des particules nanométriques, sphériques et non rompues, identifiables aux oxydes présents dans ces matériaux aux états TT600 et T900 (cf. sections II.2.1 et II.2.2), sont visibles en fond de cupule (certaines d'entre elles sont pointées par des flèches rouges sur les Figures III.8d et e). Cette observation permet de conclure que la rupture ductile de ces aciers intervient par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Concernant les tailles moyennes de cupules, celles-ci sont similaires aux états TT600 et TT900 ainsi que dans les deux aciers (Tableau III.2). Ceci est cohérent avec la non-évolution des oxydes entre ces deux états microstructuraux (cf. chapitre II). Par ailleurs, aucune différence significative de tailles de cupules et de mécanismes de rupture n'est observée entre les stades I et II de propagation de fissure, de même qu'entre les configurations V et H.

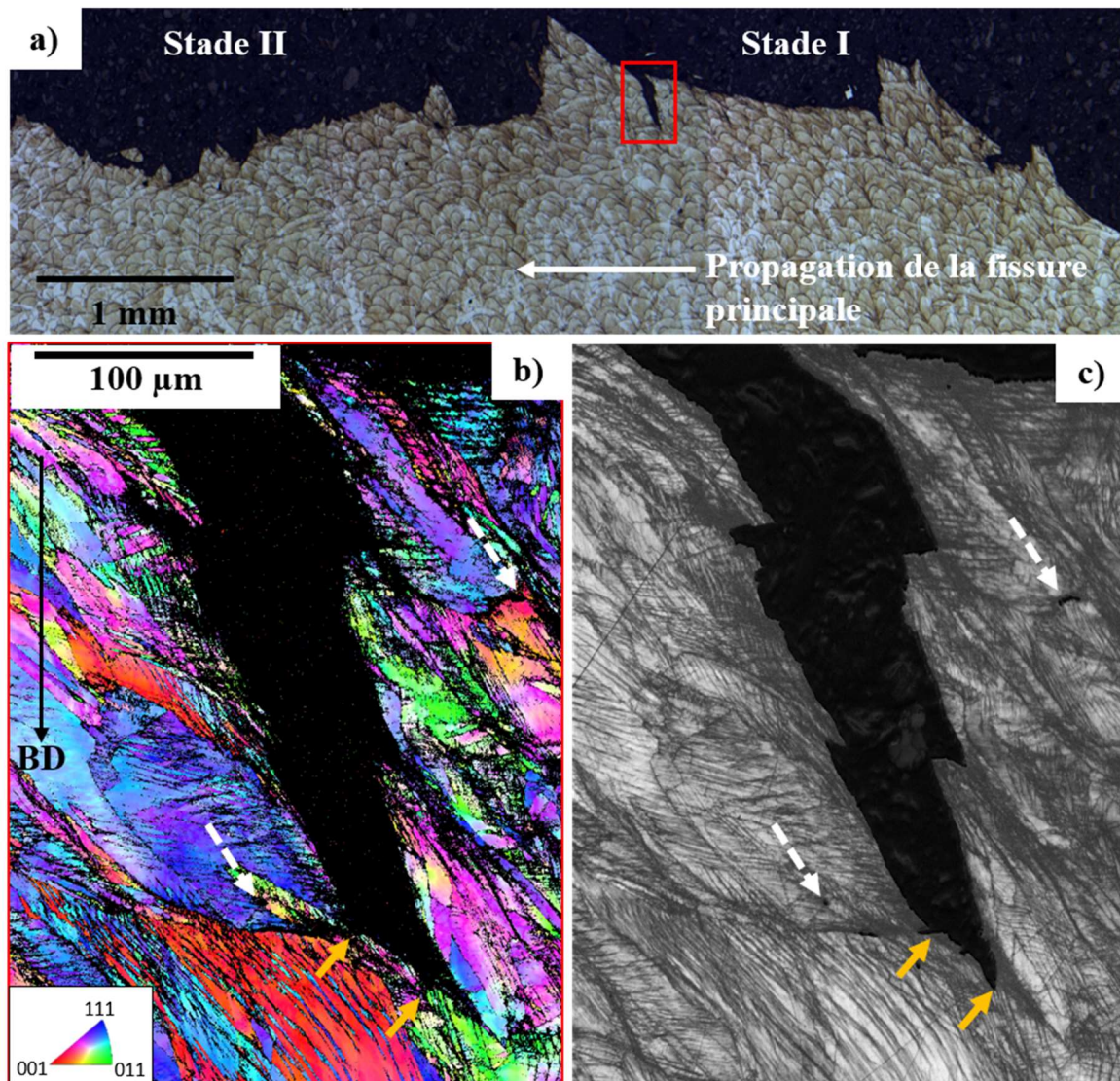


Figure III.7 : a) Micrographie optique d'une coupe longitudinale (après attaque chimique, cf. Annexe 1) d'une éprouvette d'acier A-TT600-V rompue (propagation de la fissure principale de droite à gauche) ; b) cartographie EBSD en mode IPF de la zone encadrée en rouge en a) contenant une fissure secondaire ; c) cartographie d'indice de qualité correspondante (flèches pleines jaunes : fissures intergranulaires, flèches en pointillés blancs : cavités intergranulaires). Les pixels d'indice de confiance $< 0,1$ ayant été retirés de la figure b), la fissure n'y a pas exactement la même forme que sur la figure c).

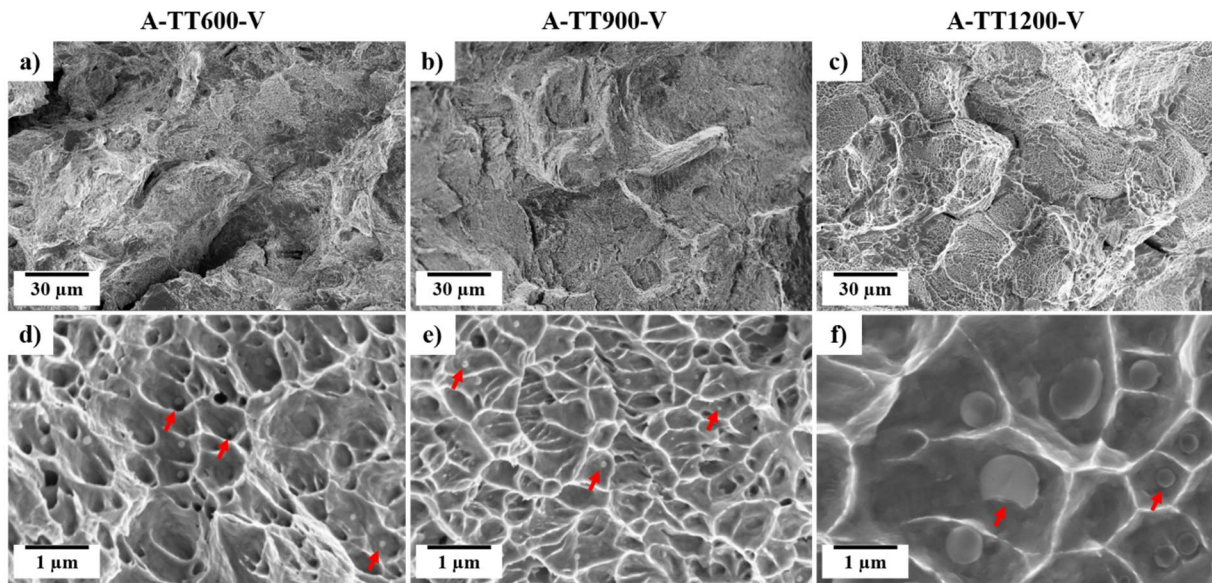


Figure III.8 : Faciès de rupture ductile d'éprouvettes de résilience à deux grossissements différents, (a, d) éprouvette A-TT600-V, (b, e) éprouvette A-TT900-V, (c, f) éprouvette A-TT1200-V. Des oxydes en fond de cupule sont pointés par les flèches rouges en d, e, et f).

	Acier A-V		Acier B-V	
	Résilience	Ténacité	Résilience	Ténacité
TT600	320 ± 50	310 ± 50	310 ± 50	260 ± 50
TT900	280 ± 50	350 ± 50	350 ± 50	380 ± 50
TT1200	1200 ± 100	1100 ± 100	800 ± 100	1000 ± 100

Tableau III.2 : Tailles moyennes de cupules (nm) mesurées sur les éprouvettes de résilience et de ténacité des aciers A et B testés aux trois états microstructuraux dans la configuration V.

A l'inverse des deux autres cas, les aciers A et B à l'état TT1200 ne présentent qu'un seul stade de propagation quelle que soit la configuration considérée (Figures III.6c , f et i et Annexe 2). Bien qu'aucune fissuration secondaire ne semble avoir lieu lors de la propagation de fissure, celle-ci ne peut cependant pas être associée au stade II précédemment décrit. En effet, des facettes de plusieurs dizaines de micromètres, par conséquent de tailles similaires à celles des grains recristallisés de ces aciers (*cf.* section II.2.3), sont visibles sur les faciès de rupture (Figure III.8c et Annexe 2). Ceci, confirmé par la présence d'endommagement intergranulaire observé sous les faciès de rupture correspondants (Figure III.9), indique que la propagation de fissure est intergranulaire dans les aciers A et B à l'état TT1200. L'observation de cupules sur ces facettes (Figure III.8f) traduit cependant une rupture ductile. Les particules observées au fond de ces cupules sont significativement plus grosses qu'aux deux autres états microstructuraux. Ces changements dans les mécanismes de rupture sont cohérents avec les microstructures de l'état TT1200, comportant de gros oxydes localisés aux joints de grains (*cf.* section II.2.3). Enfin, bien que les deux aciers présentent les mêmes mécanismes de rupture, des cupules de tailles sensiblement inférieures à celles de l'acier A sont observées sur les faciès de rupture en résilience de l'acier B (Tableau III.2).

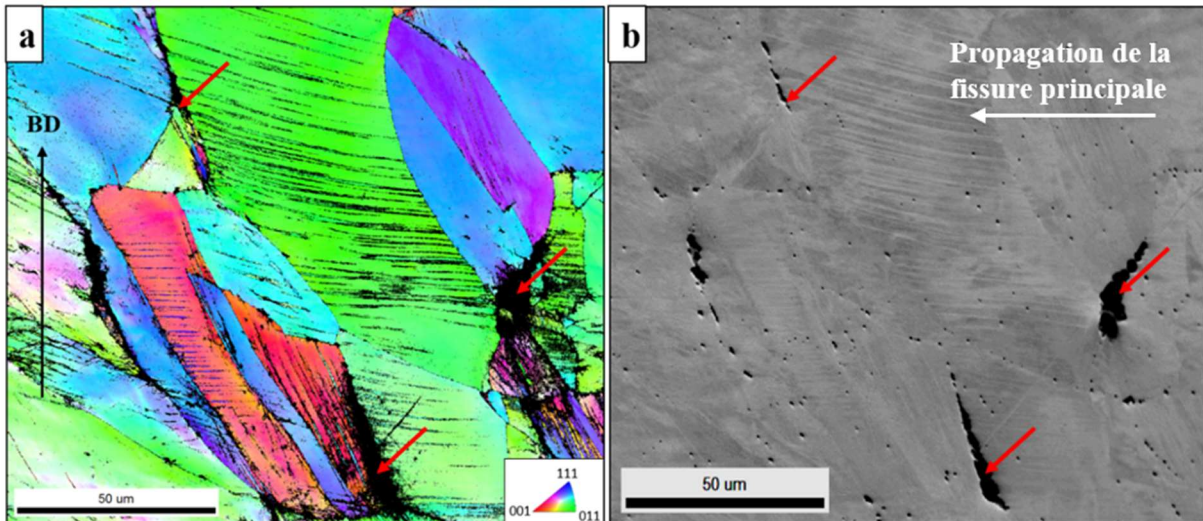


Figure III.9 : a) Cartographie EBSD en mode IPF prise sous le faciès de rupture d'une éprouvette de résilience d'acier A-TT1200-V, b) image en électrons rétrodiffusés correspondante. Des zones d'endommagement intergranulaire sont pointés par les flèches rouges.

III.1.2.4 Mécanismes de déformation

La Figure III.10 rassemble les analyses EBSD conduites sur une coupe longitudinale, proche du faciès de rupture, des éprouvettes A-TT600-V, A-TT900-V et A-TT1200-V. Dans le cas de l'acier A-TT600-V, la microstructure déformée comporte de nombreuses et fines bandes parallèles (Figure III.10a) délimitées par des joints $\Sigma 3$ (déterminés par un critère de Brandon, tracés en rouge sur la Figure III.10d). Ces bandes, absentes des microstructures non déformées (Figure II.15), peuvent par conséquent être identifiées comme étant des macles de déformation. Le maclage mécanique est en effet bien connu pour jouer un rôle important dans les mécanismes de déformation de l'acier 316L LPBF brut de fabrication [78], [94]. Les observations de cette étude permettent d'étendre ce résultat à l'état détensionné. La forme courbe de ces macles, ainsi que la présence de ce qui peut être identifié comme des sous-joints de déformation (dont certains sont pointés par les flèches bleues sur la Figure III.10d), indique que du glissement de dislocations est également actif lors de la déformation et après le début du maclage.

Une diminution de la densité de macles et de leurs épaisseurs est observée dans la microstructure déformée de l'acier A-TT900 par rapport à celle de l'état TT600 (Figures III.10b et e). Néanmoins, les gradients d'orientation cristalline observés sur la cartographie IPF suggèrent un niveau de déformation toujours élevé. Des densités et épaisseurs de macles encore plus faibles sont observées à l'état TT1200 (Figures III.10c et f). De forts gradients d'orientation, donc des concentrations locales de déformation plastique, sont présentes dans des régions proches des joints de grains (zones identifiées par les flèches noires sur la Figure III.10c), ce qui est cohérent avec l'endommagement et la rupture intergranulaires ductiles observés à l'état TT1200 (Figure III.9).

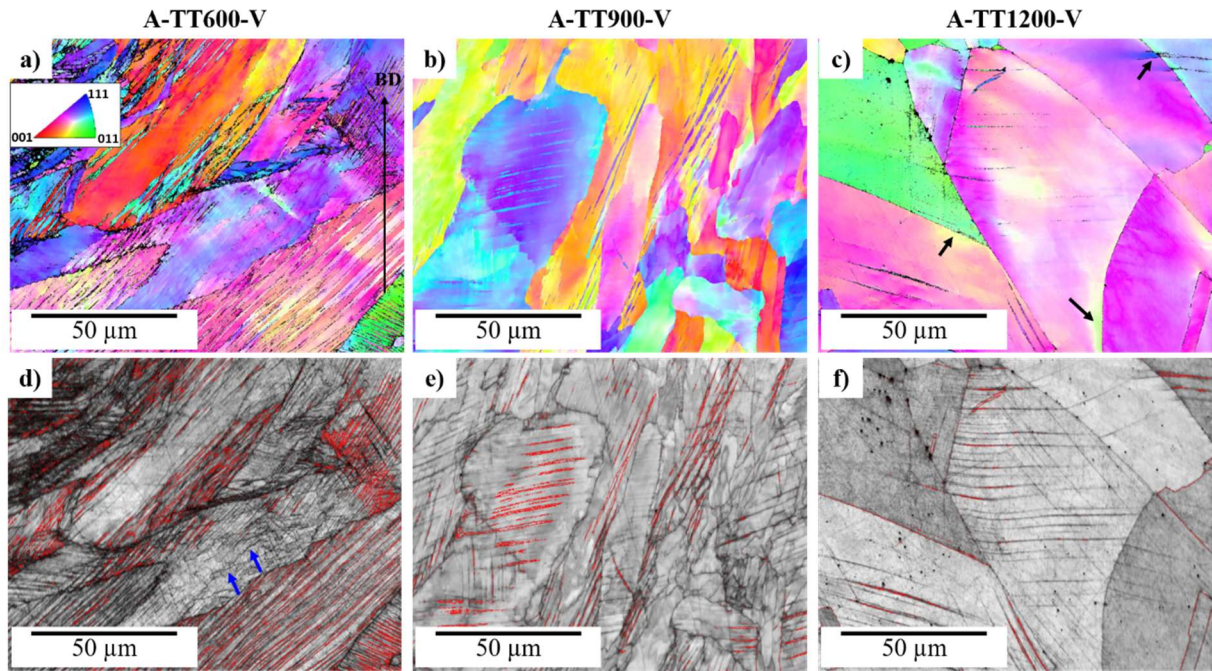


Figure III.10 : Cartographies EBSD codée en modes IPF prises dans une coupe longitudinale, 200 µm sous le faciès de rupture, d'éprouvettes Charpy a) A-TT600-V, b) A-TT900-V et c) A-TT1200-V ; (d-f) cartographies d'indice de qualité correspondantes (joints $\Sigma 3$ tracés en rouge, sous-joints de déformation pointés par des flèches bleues en d), désorientations intragranulaires aux joints de grains pointées par des flèches noires en c).

A l'état TT1200, les aciers de l'étude subissent une recristallisation complète et peuvent donc être considérés comme très proches de l'acier 316L conventionnel. A l'état TT900, ceux-ci ne connaissent qu'une évolution partielle de leurs structures de dislocations au cours du traitement thermique (*cf.* section II.2.2). Les sites de germination potentiels des macles mécaniques, telles que les cellules de dislocations contenant une densité importante de défauts d'empilement [29], sont donc partiellement éliminés. Par conséquent, le maillage se produit à cet état pour des niveaux de déformation plastique plus élevés que pour les matériaux à l'état TT600.

En résumé, les aciers A et B ont des résiliences similaires à l'état TT600 (entre 170 J/cm² et 250 J/cm²). Pour les deux matériaux, la rupture est ductile et intervient par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Leur comportement à rupture se caractérise par une anisotropie de résilience et de résistance à la propagation de fissure. Dans la configuration H, les résiliences obtenues sont d'environ 25 % plus basses que celles obtenues dans la configuration V. De même, la propagation de fissure dans la configuration V se caractérise par un premier stade de propagation relativement stable, par rapport à la propagation en configuration H, et impliquant une fissuration secondaire intergranulaire parallèle à BD. Enfin, si aucune modification de premier ordre sur le comportement à rupture de ces aciers n'est constatée à l'état TT900, une diminution significative de la résilience (de 20 à 40 % par rapport à l'état TT600) est observée à l'état TT1200 ainsi qu'un changement de mécanisme de rupture, de ductile transgranulaire à ductile intergranulaire, et une diminution importante de l'intensité du maillage mécanique.

III.1.3 Ténacité

Les valeurs de ténacité obtenues avec les aciers A et B, aux trois états microstructuraux et dans les deux directions de sollicitation, sont résumées dans la Figure III.11. Quelle que soit l'orientation de l'éprouvette testée, l'acier B-TT600 apparaît plus résistant à l'amorçage et à la propagation de fissure que l'acier A-TT600. De plus, les valeurs de la ténacité à l'amorçage de fissure, $J_{0,2}$, sont 30 % plus élevées pour les configurations V par rapport aux configurations H, et ce pour les deux aciers. Une anisotropie similaire, bien que plus faible, est constatée pour les valeurs de résistance à la déchirure, dJ/da . A l'état TT900, des valeurs de $J_{0,2}$ plus faibles sont obtenues pour les deux aciers pour les configurations H ; concernant les configurations V, ces valeurs n'évoluent pas de manière significative pour l'acier B mais augmentent pour l'acier A. Les valeurs de dJ/da semblent quant à elles légèrement supérieures à celles de l'état TT600, dans toutes les configurations. Cependant, il est difficile de conclure sur la signification de ces variations compte tenu de la dispersion des mesures et du faible nombre d'éprouvettes testées.

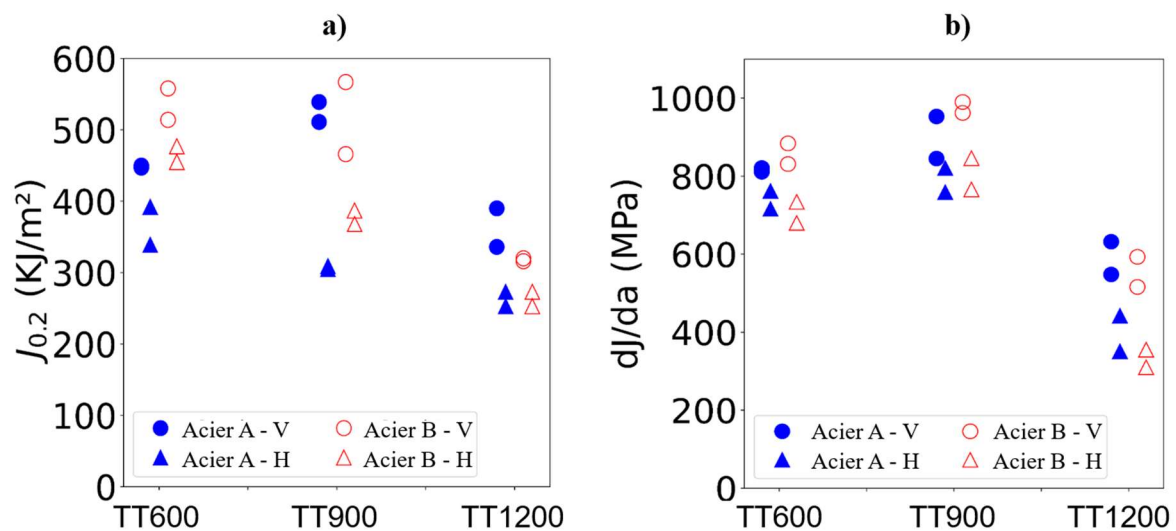


Figure III.11 : a) Ténacité à l'amorçage de fissure ($J_{0,2}$) et b) résistance à la déchirure (dJ/da) mesurées lors des essais de déchirure ductile sur les aciers A et B dans les deux directions de sollicitation et aux trois états microstructuraux considérés.

Les courbes $J - \Delta a$ obtenues avec l'acier A sont présentées sur les Figures III.12a à c (celles de l'acier B, d'allures similaires, peuvent être trouvées dans l'Annexe 2). Les faciès de rupture correspondants, après essais dans les configurations V et H, sont quant à eux présentés par les Figures III.12d à i. Des images à plus fort grandissement de ces faciès sont montrées sur la Figure III.13. Comme déjà observé pour les essais de résilience, l'anisotropie de propagation de fissure des aciers TT600 et TT900 peut être associée à la présence de fissures secondaires macroscopiques parallèles à BD sur les faciès de rupture des configurations V (flèches rouges sur les Figures III.12d et e), aucune de ces fissures secondaires n'ayant été détectée sur les faciès des configurations H (Figures III.12g à i). Il peut donc être supposé que, pour les aciers de l'étude, la propagation de fissure intervient majoritairement en stade I dans la configuration V, uniquement en stade II dans la configuration H.

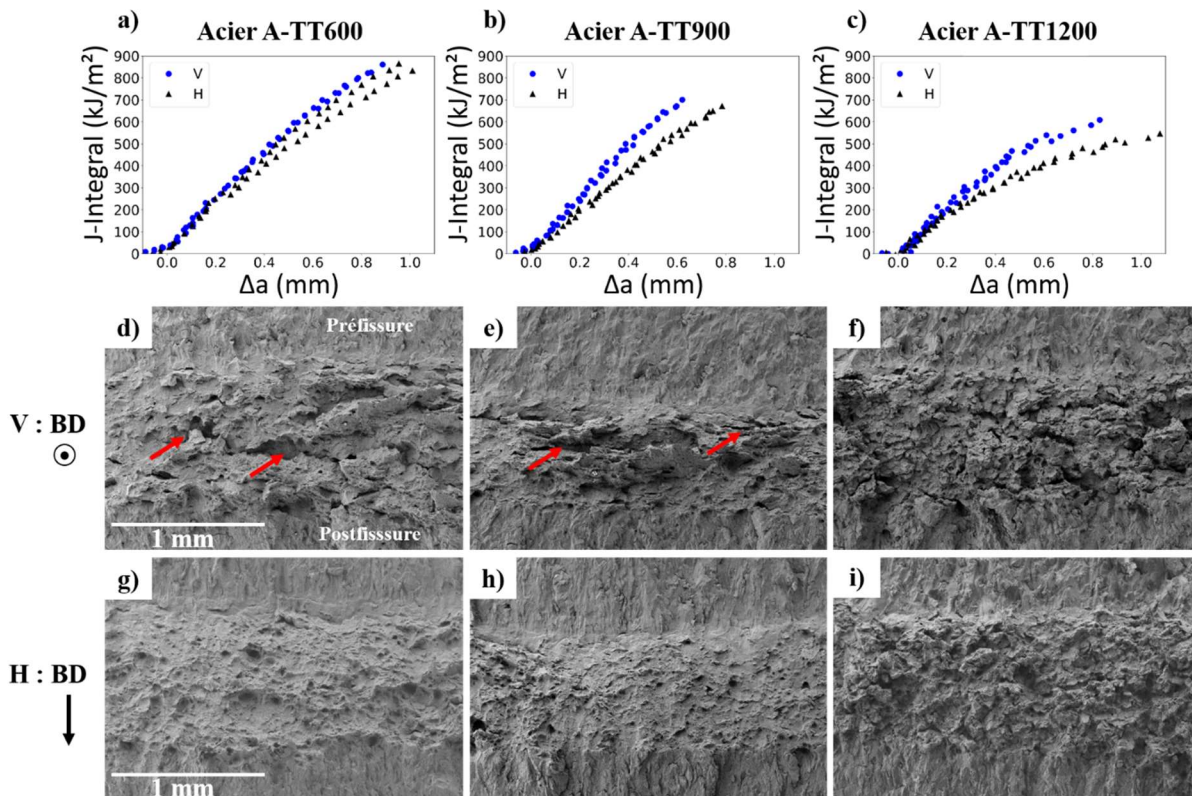


Figure III.12 : (a à c) courbes $J-\Delta a$ de l'acier A pour chaque configuration testée, (d à i) macrographies des faciès de rupture correspondants : (d-f) orientation V, (g à i) orientation H ; (a, d, g) A-HT600; b, e, h) A-HT900; et c, f, i) A-HT1200. Quelques fissures secondaires sont identifiées par les flèches rouges.

A partir des observations réalisées sur les faciès de rupture (Figures III.13a et b) il est difficile de conclure quant au caractère transgranulaire ou intergranulaire de la fissure principale. Cependant, le mécanisme de rupture semble être le même qu'en flexion par choc : l'observation de faciès de rupture ductile à cupules (Figures III.13d et e) et la présence d'oxydes nanométriques en fond de cupule témoignent d'une rupture intervenant par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Les tailles de ces cupules sont par ailleurs similaires à celles observées sur les faciès de rupture des éprouvettes de résilience (Tableau III.2). Les mécanismes de déformation sont également similaires à ceux décrits dans la section III.1.2, impliquant du maillage mécanique et du glissement de dislocations (Figures III.14a,b,d et e).

A l'état TT1200, une diminution de $J_{0,2}$ de 15 % à 40 %, selon l'acier, est observée par rapport à l'état TT600 (Figure III.11a). Les valeurs de dJ/da suivent une tendance similaire (- 50 % pour les deux aciers, Figure III.11b), ce qui suggère une propagation de fissure moins stable dans les microstructures recristallisées. L'anisotropie de comportement à l'amorçage et à la propagation de fissure est toujours présente. Cependant, comme pour la résilience, les faciès de rupture des éprouvettes CT dans les configurations H et V sont similaires (Figures III.12f et i), et présentent des facettes intergranulaires ductiles et des cupules de grandes tailles (Figures III.13c et f). Les mécanismes de déformation correspondent également à ceux décrits dans la section III.1.2, avec des macles mécaniques

plus fines par rapport aux deux autres états (Figures III.14c et f) et d'importantes concentrations de déformation près des joints de grains (flèches noires sur la Figure III.14c).

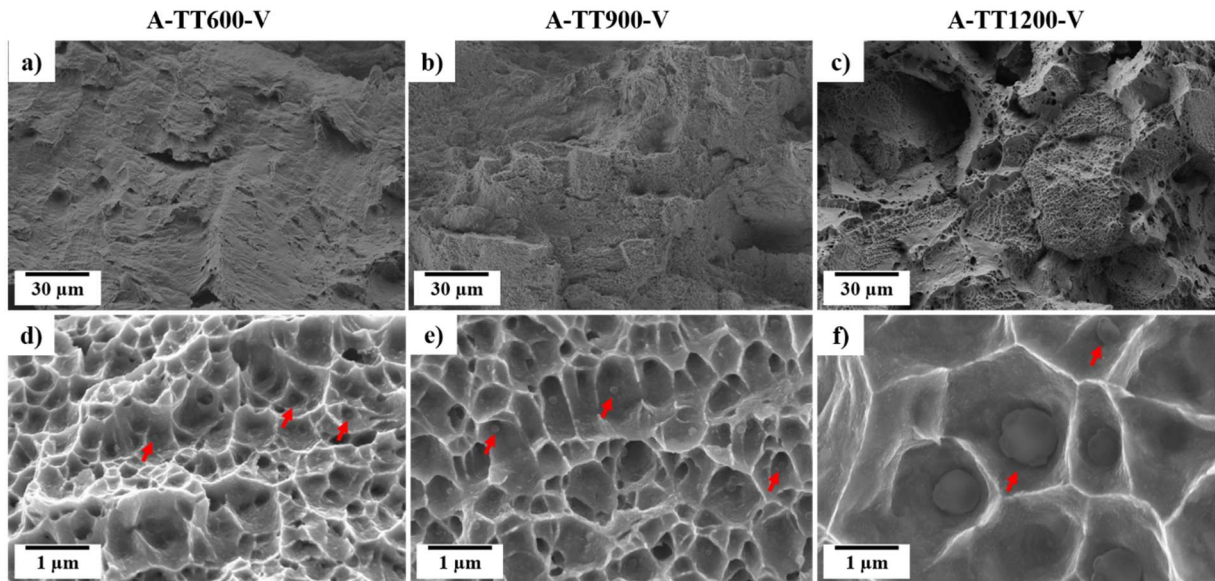


Figure III.13 : Faciès de rupture ductile d'éprouvettes CT à deux grossissements différents, (a, d) éprouvette A-TT600-V, (b, e) éprouvette A-TT900-V, (c, f) éprouvette A-TT1200-V. Des oxydes en fond de cupule sont pointés par les flèches rouges en d, e et f).

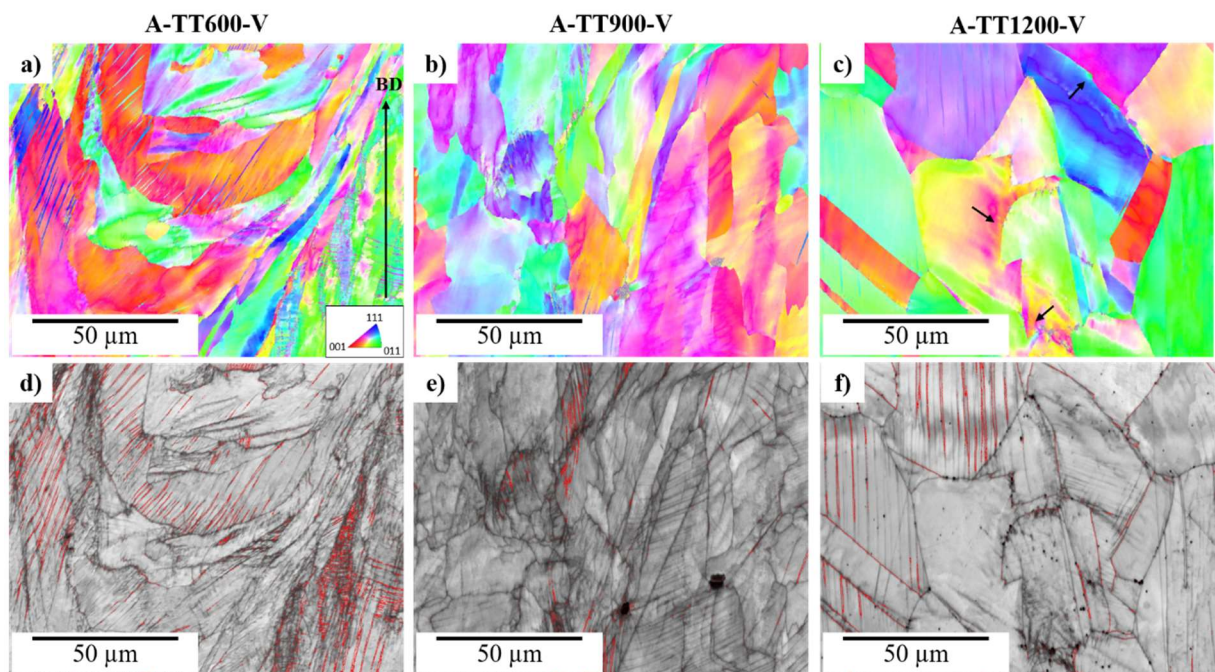


Figure III.14 : Cartographies EBSD en mode IPF prises dans une coupe longitudinale, 200 μm sous le faciès de rupture, des éprouvettes CT a) A-TT600-V, b) A-TT900-V et c) A-TT1200-V ; (d à f) cartographies d'indices de qualité correspondantes (joints $\Sigma 3$ tracés en rouge, désorientations intragranulaires près de joints de grains pointées par des flèches noires en c).

En résumé, des résultats similaires sont obtenus pour la ténacité par rapport à la résilience. Les valeurs de $J_{0,2}$ et de dJ/da aux états TT600 et TT900 sont plus élevées (de 30 à 40 %) dans la configuration V que dans la configuration H, ce qui est corrélé à la présence de fissures secondaires parallèles à BD sur les faciès de rupture des éprouvettes de configuration V. La rupture ductile intervient également par décohésion des interfaces oxyde / matrice ; les mécanismes de déformation impliquent du glissement de dislocations et du maillage mécanique. Enfin, une diminution significative des propriétés à rupture est observée à l'état TT1200 (- 15 à 40 % sur la valeur de $J_{0,2}$ par rapport à l'état TT600, - 50 % pour dJ/da) ainsi qu'une évolution du mécanisme de rupture de ductile transgranulaire à ductile intergranulaire.

III.2 Corrélations résilience – ténacité

Les résultats de la partie précédente montrent que pour une configuration donnée, les mécanismes de déformation et de rupture des aciers A et B sont très similaires en résilience et en ténacité. Les mêmes phénomènes apparaissent à l'œuvre pour ces deux types de sollicitation, bien que ces dernières impliquent des vitesses de déformation radicalement différentes. En effet, du maillage mécanique, une rupture intervenant par décohésion des interfaces oxydes / matrice et des cupules de tailles similaires sur les faciès de rupture sont observés après les essais de flexion par choc et les essais de déchirure ductile.

Cette similarité de mécanismes physiques se traduit par des corrélations entre résilience et ténacité du point de vue macroscopique. Celles-ci sont quantifiées sur la Figure III.15.

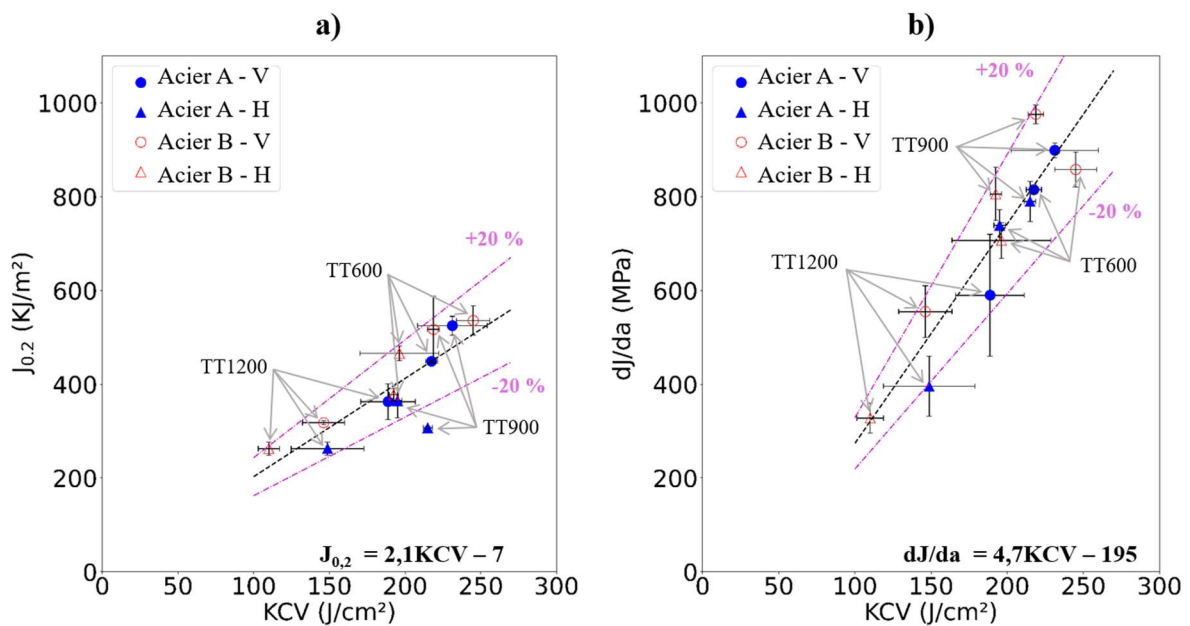


Figure III.15 : Corrélations résilience – ténacité obtenues avec les aciers A et B : a) KCV – $J_{0,2}$, b) KCV – dJ/da . Un ajustement linéaire ainsi qu'un domaine d'incertitude à +/- 20 % sont tracés pour chaque corrélation.

Pour chaque configuration testée, les moyennes des trois valeurs de résilience et des deux valeurs de ténacité obtenues sont considérées. En dépit d'une dispersion non négligeable des résultats de ces essais, des corrélations linéaires positives, à +/- 20 % près, peuvent être établies entre les valeurs de KCV et de $J_{0,2}$, et entre celles de KCV et de dJ/da . L'instrumentation des essais de flexion par choc permet de considérer séparément les contributions d'amorçage et de propagation de fissure : des corrélations similaires peuvent ainsi être établies entre la résilience à l'amorçage de fissure, KCV_a , et $J_{0,2}$ et entre la résilience à la propagation de fissure, KCV_p , et dJ/da (Figure III.16). Ceci confirme que les deux essais mécaniques impliquent des phénomènes physiques corrélés, tant à l'amorçage qu'à la propagation de fissure.

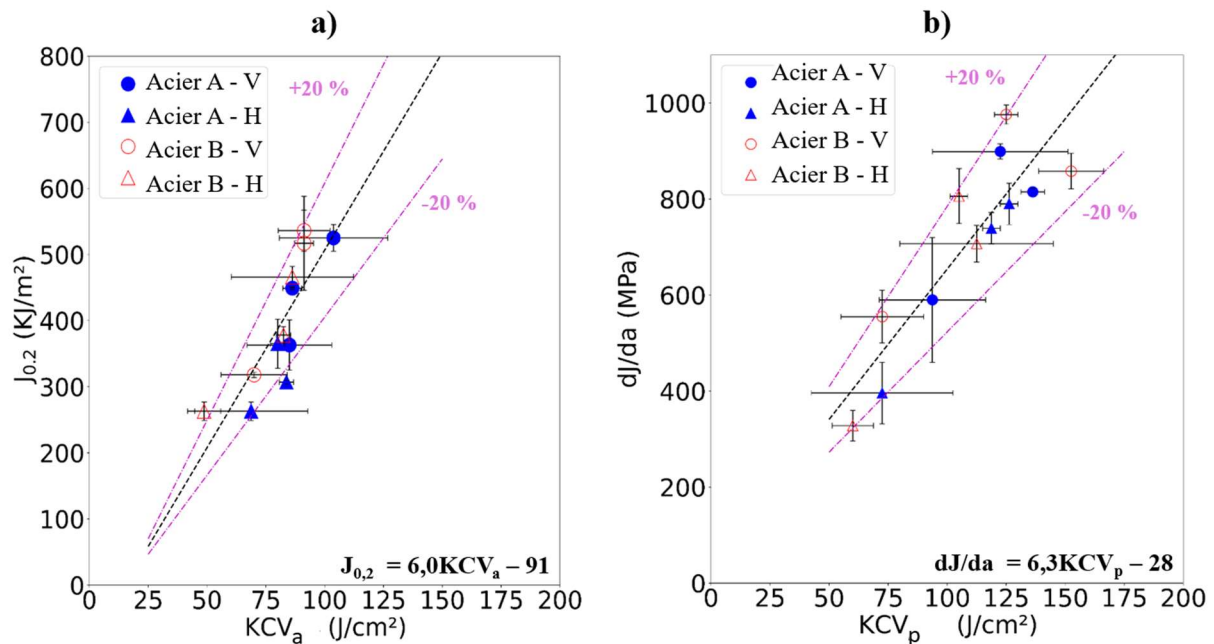


Figure III.16 : Corrélations résilience – ténacité établies pour les contributions d'amorçage et de propagation de fissure : a) $KCV_a - J_{0,2}$; b) $KCV_p - dJ/da$. Un ajustement linéaire ainsi qu'un domaine d'incertitude à +/- 20 % sont tracés pour chaque corrélation.

Ces corrélations résilience – ténacité sont semblables à celles, également linéaires positives, déterminées par Le Delliou *et al.* pour un acier 316L soudé à l'arc (Figure III.17) [142]. La comparaison des données de cette étude avec celles de Le Delliou *et al.* permet d'estimer que la résilience et la ténacité à l'amorçage de fissure sont corrélées de manières similaires dans les aciers 316L LPBF et soudés (les coefficients directeurs des droites $J_{0,2} = aKCV + b$ sont de 2,1 pour les aciers LPBF de cette étude contre 2,3 pour l'acier de Le Delliou *et al.*). En revanche, à résilience donnée, la résistance à la déchirure, dJ/da , apparaît près de deux fois supérieure dans les aciers LPBF que dans l'acier 316L soudé (coefficients directeurs des droites $dJ/da = aKCV + b$ de 4,7 MPa·cm²/J pour les aciers de l'étude contre 2,4 pour l'acier de Le Delliou *et al.*). L'acier 316L LPBF apparaît donc avoir une meilleure résistance à la déchirure que son homologue soudé à l'arc ayant la même résilience. Les caractérisations mises en œuvre dans cette étude ne permettent cependant pas de déterminer les causes de ce comportement particulier. De même, l'absence de données chiffrées dans la littérature ouverte relatives au

comportement à rupture des aciers 316L conventionnels ne rend pas possible une comparaison des corrélations résilience – ténacité de l'acier 316L LPBF avec ses homologues forgés ou de fonderie.

La détermination de ces corrélations pour les aciers de l'étude permet néanmoins de répondre à un des objectifs industriels de ces travaux : il apparaît possible d'estimer les propriétés de ténacité de l'acier 316L LPBF par de simples essais de flexion par choc, et ce pour un large panel de cas microstructuraux. De plus ces corrélations permettent de considérer, non plus les comportements en résilience et en ténacité séparément, mais un comportement à rupture général du matériau. Cette approche sera employée dans la suite de ce chapitre.

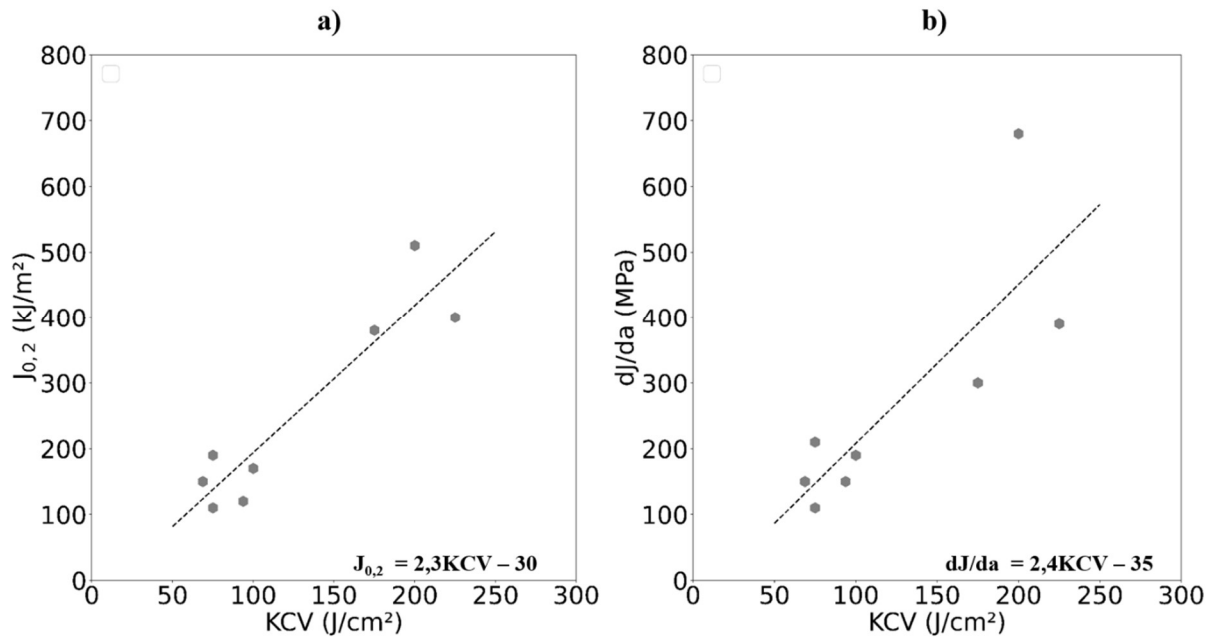


Figure III.17 : Corrélation a) KCV – $J_{0,2}$ et b) KCV – dJ/da déterminées par Le Delliou et al. sur un acier 316L soudé [142].

III.3 Effet des éléments de microstructure sur le comportement à rupture de l'acier 316L LPBF

III.3.1 Comportement à rupture de l'acier A aux trois états microstructuraux

III.3.1.1 Microstructure détensionnée (TT600)

À l'état détensionné (TT600), un maillage mécanique significatif est observé ainsi qu'une rupture intervenant par la décohésion des interfaces oxyde/matrice. Ce comportement correspond à ce qui est rapporté dans la littérature pour l'acier 316L LPBF brut de fabrication (*cf.* section I.3.2.2). L'anisotropie significative de résilience et de ténacité observée peut quant à elle être interprétée en tenant compte de plusieurs phénomènes.

En premier lieu, comme l'illustre la Figure III.3, les aciers A et B présentent des comportements élastoplastiques similaires dans les deux configurations de sollicitation, V et H, au cours des essais de flexion par choc. Ce résultat peut sembler inattendu au vu des propriétés de traction correspondantes qui, elles, montrent une anisotropie significative de limite d'élasticité et de résistance mécanique (Tableau III.1). L'apparente baisse d'anisotropie de comportement élastoplastique avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation est plutôt surprenante et reste inexplicée à ce stade. Des essais de traction à des vitesses de déformation élevées pourraient être utiles pour mieux caractériser et expliquer ce phénomène. La triaxialité des contraintes, plus élevée en fond d'entaille, pourrait également avoir un effet sur l'anisotropie macroscopique de l'écoulement plastique des éprouvettes Charpy, par rapport au cas plus simple de la traction uniaxiale. Cependant, les valeurs de d_{\max} légèrement inférieures obtenues dans les configurations H (Figure III.4b) suggèrent une légère anisotropie de ductilité, conduisant à une possible anisotropie de résistance à l'amorçage de fissure. Cette anisotropie est plus visible pour la ténacité où des valeurs $J_{0,2}$ nettement plus faibles sont obtenues pour l'orientation H, par rapport à l'orientation V (Figure III.11a). Wang *et al.* ont montré que la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ procure une ductilité maximale à l'acier 316L LPBF lorsqu'elle est alignée avec la direction de sollicitation [78], [94]. L'acier A-TT600 et, dans une moindre mesure, l'acier B-TT600, présentant une fibre $\langle 110 \rangle // BD$, une meilleure ductilité peut être attendue dans la configuration V, ce qui est cohérent avec les résultats de cette étude. Par conséquent, la texture de solidification de l'acier 316L LPBF pourrait induire une résistance à l'amorçage de fissure anisotrope.

En second lieu, l'anisotropie de propagation de fissure observée de manière similaire en résilience et en ténacité (*cf.* sections III.1.2.3 et III.1.3) apparaît liée à la présence, dans la configuration V, de fissures secondaires orientées parallèlement à BD donc parallèlement à la direction principale de propagation (Figure III.6a, d et g et Figure III.12a, d et g), comme l'ont déjà rapporté Deng *et al.* [43]. Cette fissuration secondaire augmente la quantité d'énergie nécessaire à la propagation de la fissure principale qui est, par conséquent, supérieure à celle nécessaire dans la configuration H. Comme montré dans la section III.1.2.3 les observations en coupe longitudinale de la Figure III.7 révèlent le caractère intergranulaire de ces fissures secondaires. Les joints de grains des microstructures à l'état TT600 étant en partie parallèles à BD (du fait de la microstructure colonnaire selon BD), cette fissuration secondaire n'intervient logiquement que dans la configuration V (BD et la direction de propagation étant confondues dans la configuration H, *cf.* Figure III.1). Cependant, si les joints de grains agissaient comme des zones de propagation préférentielle de fissure, la propagation de la fissure principale dans la configuration H devrait également être intergranulaire. Cela n'a pas pu être confirmé par les observations des faciès de rupture en raison de la forme tridimensionnelle complexe des grains avant recristallisation. Néanmoins, il peut raisonnablement être supposé que la structure anisotrope des grains de l'acier 316L LPBF est responsable de son anisotropie de résistance à la propagation de fissure. Par ailleurs, une éventuelle anisotropie liée à une distribution d'oxydes anisotrope semble être à exclure, ces derniers étant localisés dans les parois des cellules de solidification, elles-mêmes alignées selon des orientations diverses, ou à 45° par rapport à BD (dans les grains de texture $\langle 110 \rangle // BD$), ce qui n'induit pas d'anisotropie entre les directions V et H.

III.3.1.2 Etat homogénéisé / partiellement restauré (TT900)

A l'état TT900, la microstructure de l'acier A est homogénéisée à l'échelle de la cellule de solidification et une partie des dislocations a été annihilée du fait de la restauration en cours (Figure II.18b et e). L'effet de l'homogénéisation chimique sur le comportement mécanique, pouvant difficilement être découplé de celui de la restauration partielle, est assez peu significatif d'après la littérature [143]. Il ne sera pas considéré explicitement dans la suite. La restauration partielle induit quant à elle un adoucissement significatif de l'acier (une baisse de 15 à 25 % de $R_{p0,2}$ est constatée par rapport à l'état TT600, cf. Tableau III.1). Ceci mène à deux effets contrastés sur l'amorçage de fissure par rapport à l'état détensionné.

(1) La diminution de F_{gy} qui résulte de l'adoucissement (Figure III.4a), si elle est considérée seule, contribue à réduire l'énergie d'amorçage de fissure. En effet, le contraste mécanique entre la matrice et les particules d'oxyde, plus dures, est plus sévère. Par conséquent, le développement de contraintes locales aux interfaces oxyde / matrice est également plus important, ce qui tend à diminuer la déformation macroscopique nécessaire à la germination de cavités à ces interfaces. Dans le même temps, aucun changement significatif dans les tailles ou les distributions spatiales des oxydes (Tableau II.4) ni dans les tailles de cupules mesurées sur les faciès de rupture (Tableau III.2) n'est constaté par rapport à l'état TT600. La quantité de déformation localement nécessaire à la croissance des cavités jusqu'à la coalescence en une fissure est donc probablement la même à l'état TT900 qu'à l'état TT600. La conjugaison de l'adoucissement et de la non-évolution des populations d'oxydes tend donc à diminuer l'énergie de rupture du matériau.

(2) Cependant, d'un point de vue macroscopique, l'amorçage de fissure se produit pour des déplacements critiques d_{max} plus élevés qu'à l'état TT600 (Figure III.4b), ce qui contribue à augmenter l'énergie d'amorçage de fissure. Cette augmentation de d_{max} , malgré une déformation critique locale pour déclencher la fissuration ductile apparemment similaire, pourrait être due à une zone plastique plus étendue qu'à l'état TT600, directement induite par l'adoucissement du matériau. Cette augmentation de la zone plastique est supposée causer une augmentation de l'énergie dissipée par déformation plastique lors de la rupture du matériau, et par conséquent, augmenter l'énergie absorbée lors de l'amorçage de la fissure, KV_a .

Dans la configuration V, la combinaison de ces deux effets concurrents (diminution de F_{gy} et augmentation de la taille de la zone plastique en fond d'entaille) conduit à des valeurs de résilience et de ténacité légèrement plus élevées par rapport à l'état TT600. Dans la configuration H, une tendance similaire est observée pour la résilience, tandis que la valeur de $J_{0,2}$ diminue de manière significative. La prépondérance de l'un ou l'autre effet de l'adoucissement sur la ténacité à l'amorçage de fissure semble ainsi dépendre des conditions d'essai et reste encore incomprise.

De manière similaire, pendant la propagation de fissure, l'adoucissement causé par la restauration implique une augmentation de la taille de la zone plastique en pointe de la fissure [144]. La quantité d'énergie dissipée par déformation plastique pendant la progression d'une fissure est donc également augmentée, ce qui conduit à une propagation de la fissure légèrement plus stable qu'à l'état TT600 comme le montrent les valeurs dJ/da sensiblement plus élevées à l'état TT900 (Figure III.11b). L'anisotropie des propriétés à rupture provient quant à elle des mêmes mécanismes qu'à l'état TT600,

comme le montre la fissuration secondaire observée sur les faciès de rupture dans la configuration V (Figure III.6e et Figure III.12e).

III.3.1.3 Etat recristallisé (TT1200)

La recristallisation conduit à une diminution significative de la résilience et de la ténacité de l'acier A. Plusieurs effets concurrents peuvent expliquer cette évolution du comportement à rupture. Un adoucissement supplémentaire induit les mêmes contributions qu'à l'état TT900, tendant globalement à augmenter la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure, comme observé pour les aciers inoxydables 316L conventionnels [145], [146]. Cependant, la recristallisation entraîne le mûrissement des oxydes et leur localisation aux joints de grains (*cf.* section II.2.3). La plupart des oxydes est donc située aux joints de grains, et non à l'intérieur des grains comme dans les microstructures des états TT600 et TT900, causant une rupture intergranulaire ductile. D'autre part, le mûrissement des oxydes a considérablement réduit leur densité en nombre (Tableau II.4).

La distance bord-à-bord moyenne des particules impliquées dans la rupture peut être estimée en soustrayant la taille moyenne des oxydes concernés à celle des cupules correspondantes. D'après les données des Tableaux II.4 et Tableau III.2, cette distance est d'environ 800 à 900 nm pour l'acier A-TT1200, soit environ trois fois plus élevée que pour l'acier A-TT600 (environ 250 nm). Par conséquent, le grossissement des oxydes en lui-même ne devrait pas diminuer la résistance à la propagation de fissure du matériau, étant donné que des distances plus importantes entre les particules induisent une déformation critique plus élevée pour déclencher la coalescence de cavités (la question de l'amorçage plus ou moins facile sur des particules de tailles différentes serait néanmoins à discuter). Cependant, comme les régions proches des joints de grains sont des zones d'incompatibilités locales de déformation, des concentrations locales de contraintes et de déformations y sont présentes (Figure III.10c et Figure III.14c). La quantité d'énergie locale requise pour la germination et la croissance de cavités peut donc y être atteinte pour une déformation macroscopique plus faible, et ainsi pour une plus faible énergie absorbée. C'est donc la localisation des oxydes dans ces zones d'incompatibilité de déformation, aux joints de grains, qui diminue la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure globale du matériau. Par conséquent, tout traitement thermique de recristallisation conduisant à la localisation des oxydes aux joints de grains, y compris la plupart des post-traitements de compaction isostatique à chaud (CIC) [31], [81], [86], [129], [147], devraient être évités, au moins pour les conditions de fabrication conduisant à de faibles niveaux de porosité (comme c'est le cas dans cette étude).

Il est intéressant de noter qu'une anisotropie significative de résilience et de ténacité subsiste dans les microstructures recristallisées, malgré une structure de grains quasiment équiaxe, avec des valeurs dJ/da , d_{max} et $J_{0,2}$ plus élevées dans la configuration V par rapport à la configuration H. Ce résultat s'inscrit en opposition aux conclusions de Deng *et al.* qui ont constaté une réduction drastique de l'anisotropie de résilience du fait de la disparition de la fissuration secondaire après un traitement thermique de recristallisation similaire [43]. Alors que la disparition de cette fissuration secondaire est bien constatée pour l'acier A-TT1200, l'anisotropie persistante pourrait être imputée à la texture résiduelle $\langle 110 \rangle // BD$, cependant très faible, observable après recristallisation dans ce matériau (Figure II.21).

III.3.2 Comparaison entre les comportements des aciers A et B

III.3.2.1 Comportement élastoplastique

Dans cette section, le comportement élastoplastique des aciers A et B n'est pas étudié pour lui-même mais pour sa contribution aux propriétés à rupture de ces matériaux. L'acier B-TT600 apparaît plus résistant à la fissuration que l'acier A-TT600, comme le montre sa résilience légèrement plus élevée dans les deux configurations testées (Figure III.2). Des valeurs de $J_{0,2}$ plus élevées, mais des valeurs de dJ/da similaires (Figure III.11), indiquent que la différence entre les aciers A et B est principalement une différence de résistance à l'amorçage de fissure. Malgré une taille de grains plus petite, l'acier B-TT600 a une limite d'élasticité plus faible que l'acier A-TT600 (Tableau III.1), possiblement en raison d'une quantité d'atomes interstitiels (carbone et azote, les atomes d'oxygène étant principalement piégés dans les oxydes nanométriques) significativement plus faible que dans l'acier A (Tableau II.2) [148]. Comme mentionné dans la section précédente, une limite d'élasticité plus basse tend à augmenter le contraste mécanique oxyde / matrice et ainsi à diminuer la résistance à l'amorçage de fissure [144], [149]. Cependant, il peut être supposé que la zone plastique en fond d'entaille soit plus étendue dans l'acier B, plus mou que l'acier A, ce qui tendrait à augmenter la quantité macroscopique d'énergie dissipée lors de la déformation plastique. Une prédominance de cette contribution dans l'acier B-TT600 par rapport à la précédente (limite d'élasticité plus basse) permettrait ainsi d'expliquer sa plus grande ténacité par rapport à l'acier A-TT600. Cependant, cette hypothèse n'a pas pu être confirmée, attendu que la détermination des tailles des zones plastiques nécessiterait une analyse mécanique détaillée des essais de flexion par choc, par exemple à l'aide d'une modélisation par éléments finis, prenant en compte le comportement des matériaux aux vitesses de déformation considérées ($>10 \text{ s}^{-1}$). Une étude aussi détaillée du comportement d'érouissage, sous charge triaxiale, dépasserait le cadre de cette étude. La modélisation pourrait être en revanche envisagée dans le cas des essais de déchirure ductile (vitesse de sollicitation beaucoup plus faible).

III.3.2.2 Influence de la taille de grains

La taille de grains n'apparaît pas avoir d'influence sur les mécanismes de rupture des aciers de l'étude, ceux-ci intervenant à une échelle bien plus petite. En effet, les faciès de rupture des aciers A et B présentent les mêmes morphologies macroscopiques dans les configurations V et H (voir Annexe 2). En particulier, une fissuration secondaire similaire en stade I (densité de fissures et étendue du stade I similaires) est observée pour les deux aciers dans la configuration V. Bien que l'anisotropie de propagation de fissure de l'acier 316L LPBF TT600 soit attribuée à sa structure de grains colonnaire et anisotrope, la taille de grains ne semble donc pas affecter de manière significative l'intensité de cette anisotropie, comme le confirment les valeurs de résilience proches pour les deux aciers de l'étude (Figure III.2).

III.3.2.3 Influence de la teneur en oxygène

L'acier B comporte une fraction volumique d'oxydes significativement supérieure à celle de l'acier A (Tableau II.4) directement due à une différence de concentration en oxygène en sortie de fabrication : $800 \pm 150 \text{ ppm}$ pour l'acier B contre $300 \pm 150 \text{ ppm}$ pour l'acier A (Tableau II.2).

Cependant, cette différence de fraction volumique reflète, dans les états non recristallisés, la présence d'inclusions de tailles plus importantes dans l'acier B que dans l'acier A sans pour autant impliquer de différence significative dans leurs densités en nombre (Tableau II.4). La densité des sites de germination de cavités potentiels est donc du même ordre de grandeur dans les deux aciers. Par conséquent, la résilience et la ténacité de l'acier B ne sont pas détériorées par cette fraction volumique d'oxydes plus élevée. Cette observation permet de conclure qu'une variation de la teneur en oxygène dans la plage 300 - 800 ppm (explorée ici) n'affecte pas de manière significative les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF. Ce résultat vient compléter ceux qu'obtiennent Delacroix *et al.* en traction : pour des aciers 316L LPBF comportant de 400 à 550 ppm (élaborés à partir de poudres à différents niveaux de recyclage), les différences de comportement mécanique sont négligeables [47].

Cependant, cette conclusion n'apparaît valable que pour les microstructures non recristallisées. En effet, l'acier B-TT1200 présente, après essai de flexion par choc, des cupules intergranulaires de tailles sensiblement plus faibles que celles de l'acier A-TT1200 (Tableau III.2). Ceci indique que les distances bord à bord des particules impliquées dans la rupture sont plus faibles dans cet acier, et par conséquent, que la densité d'oxydes sur le chemin de fissure y est plus importante. De manière cohérente, l'acier B a des valeurs de résilience plus faibles à l'état TT1200 (Figure III.2). Ainsi, contrairement à ce qui est observé à l'état TT600 non recristallisé, la concentration en oxygène affecte probablement directement les propriétés de rupture de l'acier 316L LPBF recristallisé. Cette apparition d'un effet de l'oxygène est vraisemblablement dû aux interactions entre la population (instable) d'oxydes et les phénomènes associés à la recristallisation dans la solution solide (mûrissement des oxydes). Cependant, la quantité totale d'oxygène n'apparaît pas être le paramètre le plus pertinent à prendre en compte pour l'étude des propriétés à rupture : mieux vaut considérer directement la densité des oxydes impliqués dans la rupture.

III.4 Comparaison avec des aciers 316L mis en forme par d'autres procédés

III.4.1 Comparaison entre l'acier 316L LPBF TT600 et l'acier 316L forgé

A l'état TT600, les aciers A et B ont une résilience bien plus faible que celles obtenues traditionnellement avec des aciers 316L conventionnels : de 170 à 250 J/cm² pour les aciers de l'étude contre 350 à 450 J/cm² pour l'acier 316L forgé [94], [100]. Pour analyser plus précisément ces différences, les courbes force – déplacement de l'acier A-TT600-V et d'un acier 316L forgé recristallisé (données provenant de la réf. [100]) sont superposées sur la Figure III.18. Deux différences de comportement sont identifiables entre les deux aciers. Concernant le comportement élasto-plastique, l'acier A-TT600-V apparaît plus dur que l'acier 316L forgé (valeur de F_{gy} plus élevée), ce qui peut être attribué à l'effet durcissant de ses éléments de microstructure (cellules de dislocations, oxydes nanométriques, *etc.*, *cf.* section I.3.2.1). De manière cohérente avec les arguments avancés lors de la comparaison de la résistance à l'amorçage de fissure d'aciers ayant des duretés différentes (*cf.* sections III.3.1.2 et III.3.2.1), cela résulte en un déplacement macroscopique d_{max} inférieur à celui de l'acier

forgé, et ainsi en une énergie à l’amorçage de fissure plus basse. Concernant la propagation de fissure, à l’inverse de ce qui est obtenu avec l’acier A-TT600-V, la courbe force – déplacement de l’acier forgé ne présente qu’une faible baisse de charge après l’amorçage, témoignant d’une propagation très stable. Cette différence de propagation peut être liée à des différences de faciès de rupture entre ces deux types d’acier. En effet, l’acier 316L forgé présente habituellement des cupules de plusieurs micromètres (*cf.* section I.3.2.2), ce qui est significativement supérieur à celles observées sur les faciès de rupture des aciers de l’étude à l’état TT600, allant de 260 à 320 nm (Tableau III.2). La déformation locale nécessaire pour atteindre la coalescence de cavités est par conséquent bien plus importante dans le cas de l’acier forgé, tout comme son énergie de propagation de fissure. Cette différence d’énergie de propagation comptant pour la majeure partie de la différence d’énergie totale entre les deux aciers (comparer les aires sous les courbes de la Figure III.18a), il peut être conclu que les oxydes sont les éléments de microstructure principalement responsables des faibles résiliences des aciers de l’étude, en particulier, et de l’acier 316L LPBF en général.

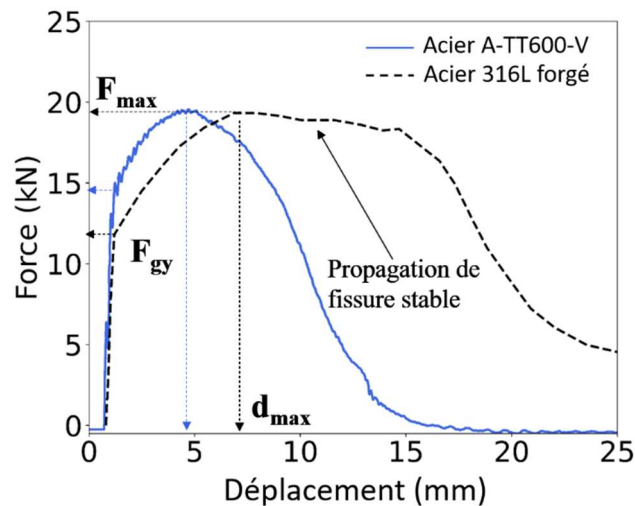


Figure III.18 : Courbes force – déplacement d’un essai de flexion par choc réalisé sur l’acier A-TT600-V (éprouvette normée entaillée en V) et sur un acier 316L forgé – recristallisé (éprouvette de mêmes dimensions et également entaillée en V) ; données extraites de la réf. [100].

Bien que les comportements en résilience et ténacité des matériaux de l’étude soient corrélés, une comparaison de leurs propriétés de ténacité avec celles des aciers 316L forgés permettrait d’étayer les conclusions avancées dans cette section quant à la résilience. Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques forgés, la littérature fait état de valeurs de $J_{0,2}$ comprises entre 350 et 550 kJ/m² et de dJ/da entre 600 et 850 MPa [106], [150]. Cependant, ces valeurs ont toutes été déterminées suivant la norme ASTM E1820 [151], qui considère une droite d’émoussement d’équation : $J = 2\sigma_y(\Delta a - 0,2)$, avec $\sigma_y = 0,5(Rp_{0,2} + Rm)$, au lieu de $J = 3,75Rm(\Delta a - 0,2)$ préconisée par la norme ISO suivie dans cette étude (*cf.* section III.1.1). $2\sigma_y$ étant significativement plus faible que $3,75Rm$ dans le cas des aciers inoxydables austénitiques (voir le Tableau III.3 pour les aciers de l’étude), les deux familles de droites d’émoussement ont des pentes relativement différentes. Les valeurs de $J_{0,2}$ et de dJ/da obtenues avec ces deux différentes normes ne peuvent donc pas être directement comparées. Les courbes J - Δa de cette

étude ne peuvent pas non plus être exploitées selon la norme ASTM, les valeurs de $J_{0,2}$ obtenues dans ce cas excédant toutes la limite de validité J_{limit} de la norme ASTM (égale à celle de la norme ISO, cf. section III.1.1), à l’inverse de celles déterminées suivant la norme ISO. L’absence de courbes J - Δa dans la littérature rend leur (re)dépouillement selon la norme ISO également impossible. Ainsi, aucune comparaison quantitative ne peut être établie entre les valeurs de ténacité des aciers de l’étude et celles des aciers 316L forgés étudiés dans la littérature. Des essais sur des éprouvettes CT de plus grandes dimensions (par exemple CT25 ou CT50) pourraient être envisagés pour obtenir des valeurs valides au regard de la norme ASTM.

	Acier A				Acier B			
	V		H		V		H	
	$2\sigma_y$	3,75Rm	$2\sigma_y$	3,75Rm	$2\sigma_y$	3,75Rm	$2\sigma_y$	3,75Rm
TT600	1080	2288	1230	2588	970	2213	1040	2363
TT900	990	2213	1100	2588	910	2175	950	2288
TT1200	840	2138	880	2288	770	2025	770	2025

Tableau III.3 : Valeurs de $2\sigma_y$ et 3,75Rm calculées pour les aciers A et B à partir des données du Tableau III.1.

III.4.2 Comparaison entre l’acier 316L LPBF et l’acier 316L CIC

La Figure III.19 présente la superposition d’une courbe force – déplacement typique, donnée par l’essai de flexion par choc de l’acier A-TT1200-V avec celle d’un acier 316L élaboré par CIC contenant 190 ppm d’oxygène¹⁰ [100]. Cette comparaison a été choisie du fait que les deux aciers, tous deux issus de métallurgie des poudres, ont des microstructures très proches, composées de grains équiaxes de plusieurs dizaines de micromètres et comportant des dispersions d’oxydes submicrométriques intergranulaires (pour une description plus détaillée de la microstructure des aciers CIC, voir la réf. [102]).

¹⁰ Autres éléments d’alliage (concentrations en % massiques) : 16,9 % Cr ; 13,3 % Ni ; 1,4 % Mn ; 2,4 % Mo ; 0,55 % Si ; 0,004 % C ; 0,0034 % N.

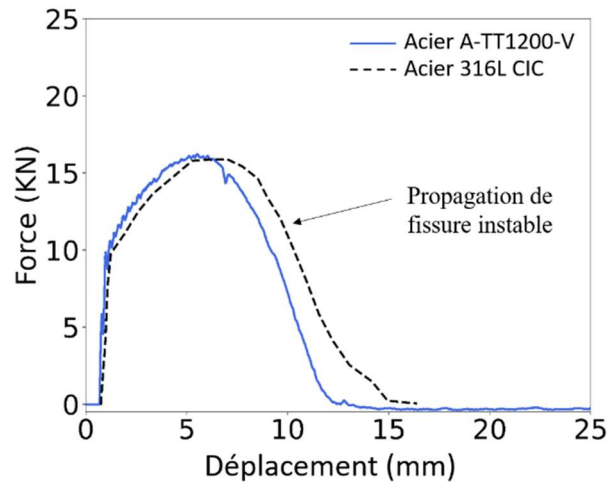


Figure III.19 : Courbes force – déplacement d’un essai de flexion par choc réalisé sur l’acier A-TT1200-V (éprouvette normalisée entaillée en V) et sur un acier 316L élaboré par compaction isostatique à chaud (éprouvette de mêmes dimensions et également entaillée en V), d’après [100].

De manière cohérente avec leur similarité de microstructure, les courbes des deux aciers sont quasiment superposées : ceux-ci présentent donc des comportements élastoplastiques et des propagations de fissure très similaires pour ce type d’essai. Comme dans le cas de l’acier A-TT1200-V, les oxydes intergranulaires jouent un rôle prépondérant dans les mécanismes de rupture de l’acier 316L CIC. Il apparaît donc que des propriétés de résilience dégradées par une population d’oxydes soient un caractère inhérent à la fabrication par métallurgie des poudres y compris après recristallisation à très haute température.

Comme ces populations d’oxydes sont directement reliées à la concentration en oxygène de ces aciers, il peut être intéressant de comparer l’effet de cette concentration sur la résilience des aciers 316L CIC et de ceux de l’étude. La Figure III.20 montre que l’acier 316L CIC de la réf. [100] présente une grande sensibilité à la concentration en oxygène : sur la plage 25 à 190 ppm, la résilience tombe de 430 J/cm² à 190 J/cm². A l’inverse, et comme mentionné dans la section III.3.2.3, la résilience de l’acier 316L LPBF à l’état TT600 apparaît à peu près stable sur la plage 300 – 800 ppm. Ces valeurs sont par ailleurs supérieures à celles obtenues avec les aciers CIC les plus concentrés en oxygène : 220 J/cm² en moyenne pour les aciers de LPBF contre 180 à 190 J/cm² pour les aciers CIC comprenant 150 à 190 ppm d’oxygène. Ce résultat implique qu’en sortie de fabrication, pour peu que la teneur en oxygène dans les matériaux élaborés dépasse 150 ppm, des pièces en acier 316L LPBF seront susceptibles d’avoir une résilience plus élevée, de 15 à 20 %, que les mêmes pièces issues de CIC par métallurgie des poudres conventionnelle.

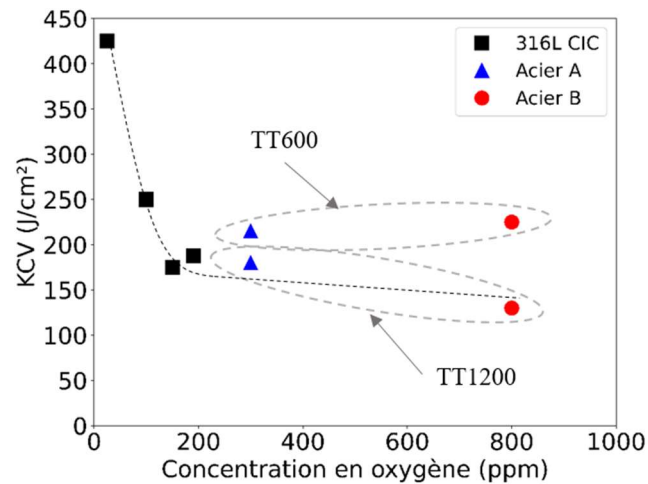


Figure III.20 : Résilience en fonction de la concentration en oxygène pour des aciers 316L CIC [100] et les deux aciers de l'étude aux états TT600 et TT1200 (valeurs moyennes pour les deux orientations de sollicitation). La courbe d'un "comportement général" supposé pour l'acier 316L issu de métallurgie des poudres et recristallisé est tracée en pointillés noirs.

A l'état TT1200, l'acier 316L LPBF est en revanche un peu plus sensible à la teneur en oxygène sur la plage 300 – 800 ppm (cf. section III.3.2.3), présentant un comportement en cohérence avec celui de l'acier 316L CIC. Au vu des valeurs de résilience très proches des aciers CIC sur la plage 150 – 190 ppm et de l'acier A-TT1200, l'hypothèse d'une continuité des deux comportements peut être avancée. Les comportements des aciers CIC et LPBF à l'état TT1200 pourraient donc être rapprochés pour obtenir un comportement général de l'acier 316L recristallisé issu de la métallurgie des poudres (courbe en pointillés sur la Figure III.20). Dans le cadre de cette hypothèse, qui reste une supposition non encore prouvée par l'expérience, deux régimes de sensibilité de la résilience envers la concentration d'oxygène pourraient être établis : un premier régime de forte sensibilité sur la plage 0 – 150 ppm, puis une résilience bien plus faiblement décroissante sur la plage 150 – 800 ppm. Des essais de flexion par choc sur des aciers CIC à fortes concentrations en oxygène (supérieures à 200 ppm) seraient cependant nécessaires pour confirmer une telle hypothèse. De même, des essais similaires sur des aciers LPBF à faibles teneurs en oxygène (inférieures à 300 ppm) pourraient permettre d'obtenir des résiliences plus élevées avec ce matériau.

III.5 Synthèse

Dans ce chapitre, le comportement en résilience et en ténacité des aciers de l'étude a été caractérisé à température ambiante. La comparaison des résultats obtenus avec les différents cas microstructuraux décrits dans le chapitre II, et avec des aciers 316L élaborés à partir d'autres procédés, a permis de donner une vision globale du comportement à rupture de l'acier 316L LPBF pour différentes vitesses de sollicitation (rapide et quasi-statique). Les principaux résultats de cette étude sont rapportés ci-dessous.

Corrélations résilience – ténacité – Des corrélations linéaires positives ont pu être établies entre la résilience et la ténacité des aciers LPBF de l'étude, tant à l'amorçage qu'à la propagation de fissure. Les mécanismes de déformation et de rupture s'avèrent également corrélés. Dans toutes les configurations testées, la rupture ductile intervient par décohérence des interfaces oxyde / matrice. Les mécanismes de déformation impliquent du glissement de dislocations et du maillage mécanique. L'intensité de ce dernier dépend de l'état microstructural des matériaux testés et diminue avec la disparition des éléments de microstructure caractéristiques de l'acier 316L LPBF brut de fabrication (cellules de dislocations, défauts d'empilement...).

Influence des éléments de microstructure sur le comportement à rupture – La réalisation d'essais de flexion par choc et de déchirure ductile sur les différents états microstructuraux de l'étude (aciers A et B, états TT600, TT900 et TT1200) a permis de déterminer l'influence des éléments de microstructure de l'acier 316L LPBF sur son comportement à rupture. A l'état TT600 (détensionné), les aciers de l'étude présentent des résiliences significativement inférieures à celle d'un acier 316L forgé (170 à 250 J/cm² contre environ 400 J/cm²). Elles sont cependant supérieures à la valeur minimale prescrite par le code RCC-MRx (125 J/cm²). Cette différence peut directement être imputée aux oxydes nanométriques présents dans leurs microstructures et créant une importante densité de sites potentiels de germination de cavités. Une anisotropie de résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure est par ailleurs observée. Elle est liée à l'anisotropie de texture et de structure de grains caractérisant la microstructure de l'acier 316L LPBF dans cet état. Curieusement, la taille des grains ne semble pas avoir d'influence significative sur l'intensité de cette anisotropie qui est relativement la même dans les aciers A et B.

La restauration partielle et l'homogénéisation chimique du matériau obtenues à l'état TT900 n'apparaissent pas avoir d'influence significative sur les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF. L'effet de ses structures cellulaires, de solidification ou de dislocations, apparaît donc de second ordre par rapport à celui des oxydes.

Enfin, à l'état TT1200 (recristallisé), les aciers de l'étude présentent une baisse significative de leur résistance à la rupture, tant en résilience qu'en ténacité. Ce phénomène peut être attribué à la localisation des oxydes aux joints des grains recristallisés favorisant une rupture intergranulaire ductile. Par conséquent, tous les traitements thermiques de recristallisation ou de type CIC, conduisant à la localisation des oxydes aux joints de grains, sont susceptibles de détériorer les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF et devraient être évités. Dans cet état, le comportement mécanique de l'acier 316L LPBF est par ailleurs très proche de celui d'un acier 316L CIC.

Influence de la teneur en oxygène – La comparaison des valeurs de résilience obtenues avec les aciers A et B à l'état TT600 montre que sur la plage 300 – 800 ppm, une variation de la concentration en oxygène n'a pas d'effet significatif sur les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF détensionné. Cependant, à l'état recristallisé, du fait des synergies entre la recristallisation et l'évolution de la population des oxydes nanométriques, une augmentation de cette concentration a pour effet une diminution de la résilience et de la ténacité. Une conclusion de ce résultat est que la teneur en oxygène de la poudre utilisée pour la fabrication est de relativement peu d'importance pour la maîtrise des propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF brut de fabrication ou détensionné. Dès lors, l'utilisation de

poudres recyclées et présentant des teneurs en oxygène élevées est tout à fait envisageable, pourvu que le matériau élaboré ne subisse pas de post-traitement de recristallisation. Néanmoins, comme le montrent les différences de résilience que présentent les aciers de l'étude avec l'acier 316L forgé, l'élaboration d'aciers 316L LPBF ayant une très faible teneur en oxygène, et par conséquent une faible densité d'oxydes, serait susceptible d'augmenter de manière conséquente les propriétés à rupture de ce type d'aciers.

Ce chapitre a permis de mettre en valeur les relations microstructure – comportement à rupture de l'acier 316L LPBF à température ambiante. Dans le chapitre suivant, l'effet de la baisse de la température d'essai (modification du comportement élastoplastique, formation de martensite...) sera étudié. Dans le chapitre V, une étude similaire sera appliquée à l'acier 316L WAAM dans le but d'élargir le panel des microstructures étudiées et de tirer certaines conclusions générales relatives au comportement à rupture de l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion.

Chapitre IV : Comportement à rupture de l’acier 316L LPBF à basse température

Il a été montré dans le chapitre précédent que la résilience et la ténacité de l’acier 316L LPBF sont corrélées à température ambiante, indépendamment des microstructures et des directions de sollicitation considérées. Sur la base de ce constat, le plan d’expériences mis en œuvre dans ce chapitre, ayant pour objectif la caractérisation du comportement à rupture de l’acier 316L LPBF à basse température, a été simplifié par rapport au chapitre précédent. Un seul acier est étudié : l’acier B, ce choix ayant été motivé par le fait que cet acier présente une résilience faible à l’état recristallisé, pouvant être considérée comme la borne inférieure des matériaux de l’étude. Seule la direction V est considérée, dans le but d’évaluer l’effet de la température d’essai sur le stade I de propagation de fissure. Enfin, seuls des essais de flexion par choc sont réalisés.

Dans un premier temps, la sensibilité globale de la résilience envers la température d’essai sera étudiée pour les trois états microstructuraux considérés dans ces travaux (TT600 : détensionné, TT900 : homogénéisé / partiellement restauré et TT1200 : recristallisé). Elle sera comparée à celles d’aciers 316L élaborés par d’autres procédés (CIC et forgeage). L’effet des éléments de microstructure hérités du procédé LPBF ainsi que de la formation de martensite induite par la déformation à basse température sera ensuite étudié pour tenter de déterminer les causes de l’évolution de la résilience de l’acier 316L LPBF en fonction de la température d’essai.

IV.1 Sensibilité de la résilience envers la température d’essai

IV.1.1 Comportement général

La Figure IV.1a présente l’évolution de la résilience des matériaux TT600, TT900 et TT1200 sur une plage de températures d’essai allant de la température ambiante à -193 °C (les détails relatifs aux conditions d’essai de flexion par choc à basse température peuvent être trouvés dans l’Annexe 1). Pour les trois microstructures, la baisse de la température induit une baisse graduelle de la résilience. Aucune transition abrupte n’est observée, ce qui est cohérent avec le comportement d’un acier austénitique inoxydable conventionnel (un exemple d’évolution de la résilience en fonction de la température d’essai est donné par la Figure IV.1b pour un acier 316L forgé) [102], [106], [127].

Sur la base de ce qui a été réalisé dans des études similaires [100], [102], [152], un ajustement linéaire est appliqué aux trois jeux de valeurs de résilience (Figure IV.1a). Si cette approximation linéaire apparaît justifiée pour les aciers de la littérature (par exemple dans le cas des aciers 316L forgés ou élaborés par CIC de la Figure IV.1b) ainsi que pour le matériau TT1200, elle apparaît plus discutable

pour les aciers TT600 et TT900 dont l'évolution de la résilience en fonction de la température n'est pas clairement linéaire. Cette approche permet cependant une évaluation globale de l'évolution de la résilience de ces matériaux, ainsi que leur comparaison avec les données de la littérature. Compte tenu du faible nombre de mesures par condition (seulement deux essais par couple matériau – température), l'incertitude sur les coefficients directeurs des ajustements linéaires proposés est, à l'évidence, importante. Les pentes de ces ajustements, reportées dans le Tableau IV.1, peuvent donc être considérées comme proches dans le cas des trois aciers. Leurs différences ne sont tout du moins pas supérieures à celles dont témoigne la littérature pour différents aciers CIC et forgés (Tableau IV.1). Ainsi, bien que les différentes microstructures testées présentent des écarts de résilience, leurs sensibilités de cette dernière envers la température d'essai sont proches. De plus, la comparaison de ces dépendances avec celles (très similaires) obtenues avec des aciers 316L CIC et forgés (Tableau IV.1) indique que la baisse de résilience des matériaux de l'étude avec la baisse de la température d'essai n'est pas spécifique à l'acier 316L LPBF mais semble intrinsèque à l'acier 316L.

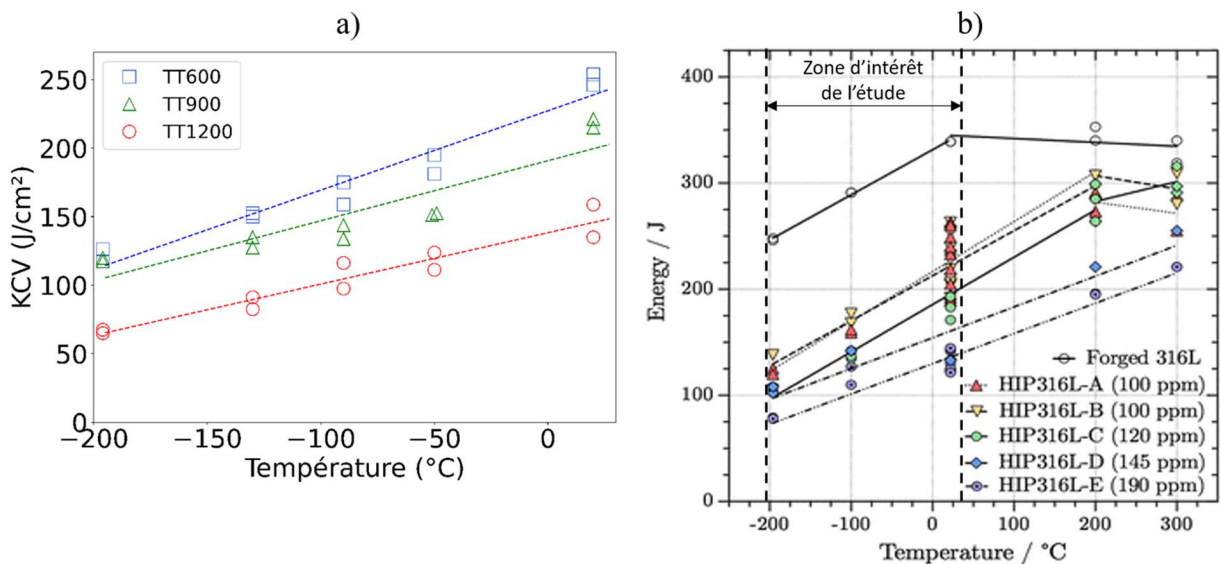


Figure IV.1 : a) Evolution de la résilience de l'acier étudié aux états microstructuraux TT600, TT900 et TT1200 en fonction de la température d'essai ; b) évolution de l'énergie de rupture (mesurée par essai de flexion par choc sur éprouvette normalisée entaillée en V) d'un acier 316L forgé et de plusieurs aciers 316L élaborés par CIC en fonction de la température [100].

	Pente de la droite KCV vs T ($J \cdot cm^{-2} \cdot ^\circ C^{-1}$)
Acier TT600	0,55
Acier TT900	0,47
Acier TT1200	0,38
316L CIC [100]	0,35 à 0,58
316L CIC [152]	0,48
316L forgé [100]	0,58
316L forgé [152]	0,45

Tableau IV.1 : Pentas des ajustements linéaires tracés sur la Figure IV.1a pour les matériaux TT600, TT900 et TT1200. Comparaison avec des valeurs tirées de la littérature pour des aciers 316L issus de compression isostatique à chaud (CIC) et forgé.

IV.1.2 Amorçage et propagation de fissure

Pour les matériaux détensionnés et homogénéisés / partiellement restaurés (TT600 et TT900), l’énergie d’amorçage de fissure, KV_a , est quasiment constante sur la plage de température considérée, tout du moins jusqu’à $-130\text{ }^\circ\text{C}$ (Figure IV.2a). La comparaison des courbes force – déplacement correspondantes (Figure IV.2b à d) indique cependant une évolution de comportement mécanique lorsque la température d’essai baisse. En effet, plus la température diminue, plus la force nécessaire à l’amorçage de fissure, F_{max} , est élevée, et plus le déplacement correspondant, d_{max} , diminue.

La compensation mutuelle de ces deux conséquences de la baisse de la température, ayant respectivement pour effet de contribuer à augmenter et à diminuer l’énergie d’amorçage de fissure, peut expliquer la stabilité de KV_a sur une large plage de température. Dans le cas des matériaux TT600 et TT900, l’essentiel de la diminution de la résilience avec la baisse de la température est donc dû à une diminution de l’énergie de propagation de fissure, KV_p .

A l’inverse, pour l’acier TT1200, l’énergie d’amorçage de fissure décroît avec la baisse de la température, de manière linéaire (pente de $0,1\text{ }J \cdot cm^{-2} \cdot ^\circ C^{-1}$). La baisse de résilience totale est donc ici partagée entre la baisse de ses composantes d’amorçage et de propagation. Cette diminution de KV_a est due à une diminution plus importante du déplacement à l’amorçage de fissure dans ce cas que dans les deux autres : la baisse maximale de d_{max} est en effet de 2,5 mm entre la température ambiante et $-193\text{ }^\circ\text{C}$ pour l’acier TT1200, contre seulement 0,8 et 0,9 mm pour les aciers TT600 et TT900. Une sensibilité plus importante de l’amorçage de fissures envers la température est donc à considérer pour cet état microstructural par rapport aux microstructures détensionnées et homogénéisées / partiellement restaurées.

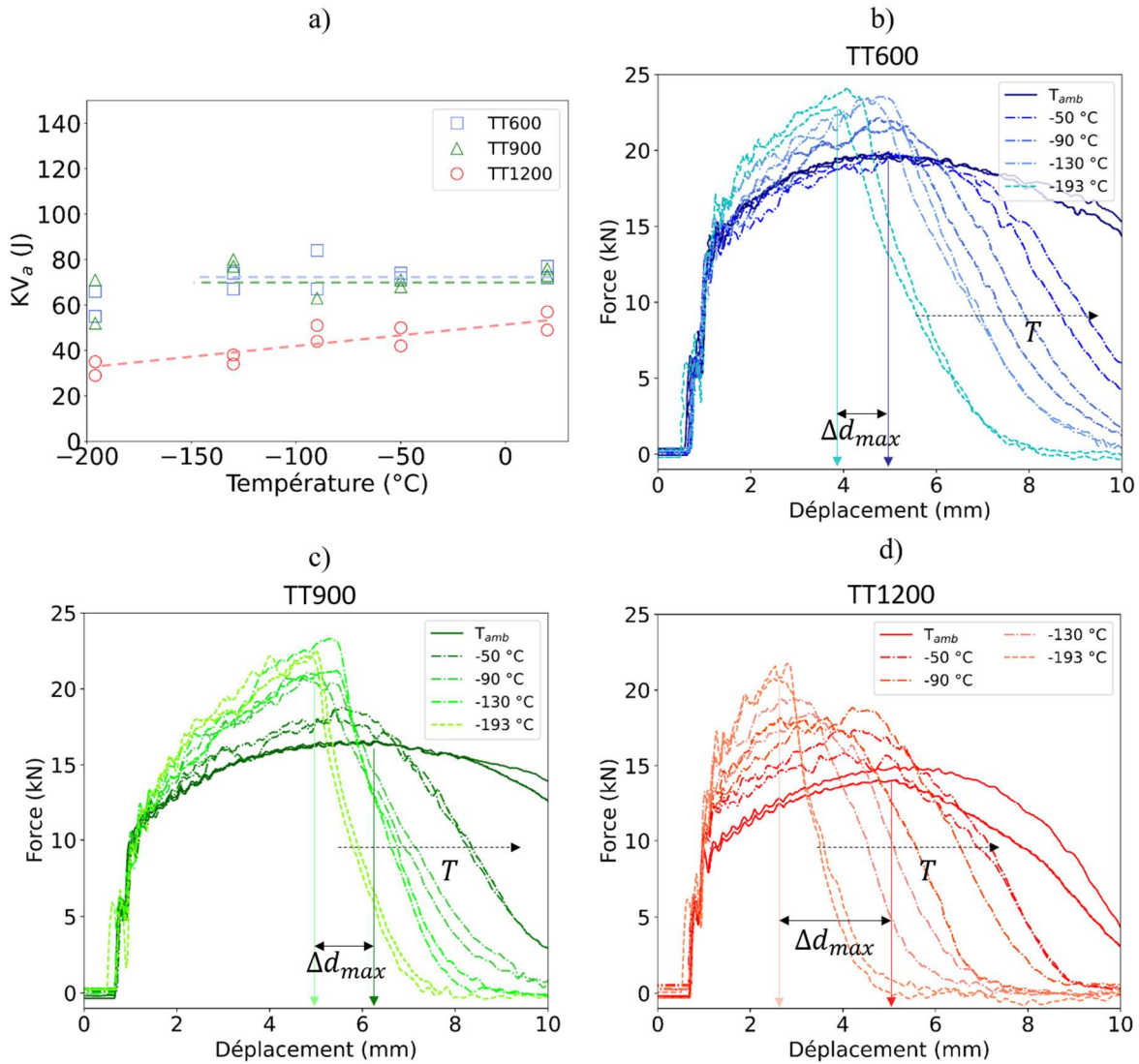


Figure IV.2 : a) Evolution de l'énergie d'amorçage de fissure, KV_a , en fonction de la température d'essai pour les trois matériaux de l'étude ; courbes force – déplacement des essais de flexion par choc instrumentés réalisés à température ambiante (T_{amb}) ainsi qu'à -50 °C, -90 °C, -130 °C et -193 °C sur les matériaux b) TT600, c) TT900 et d) TT1200. La différence de déplacement à l'amorçage de fissure entre T_{amb} et -193 °C, Δd_{max} est illustrée dans chacun des cas pour un jeu de courbes (T : température d'essai croissante).

Pour les trois matériaux, l'énergie de propagation de fissure (KV_p) diminue lorsque la température d'essai baisse (Figure IV.3a). Ceci peut être directement relié à une propagation de fissure beaucoup moins stable à basse température qu'à température ambiante, comme le montrent les courbes force – déplacement après amorçage de fissure correspondantes (Figure IV.3b à d). Par exemple, pour l'acier TT600, juste après l'amorçage de fissure la pente de la courbe force-déplacement est de $-0,3$ kN/mm à T_{amb} contre près de -10 kN/mm à -193 °C.

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes Charpy des aciers TT600 et TT900 après essais à T_{amb} , -50 °C, -90 °C et -130 °C indique l'absence de fissures secondaires dès -50 °C (un exemple de ces faciès est donné par la Figure IV.4 pour l'acier TT900). La fissuration secondaire

caractéristique de la propagation en stade I dans ces matériaux sollicités dans la configuration V apparaît donc dépendante de la température d'essai, et disparaît (ou devient négligeable) entre la température ambiante et -50 °C . Cette inhibition de la propagation en stade I visible sur les faciès est cohérente avec l'allure des courbes force déplacement des Figures IV.3b et c : le plateau de faible pente associé au stade I à la température ambiante pour les aciers TT600 et TT900 n'est presque plus présent sur les courbes à -50 °C .

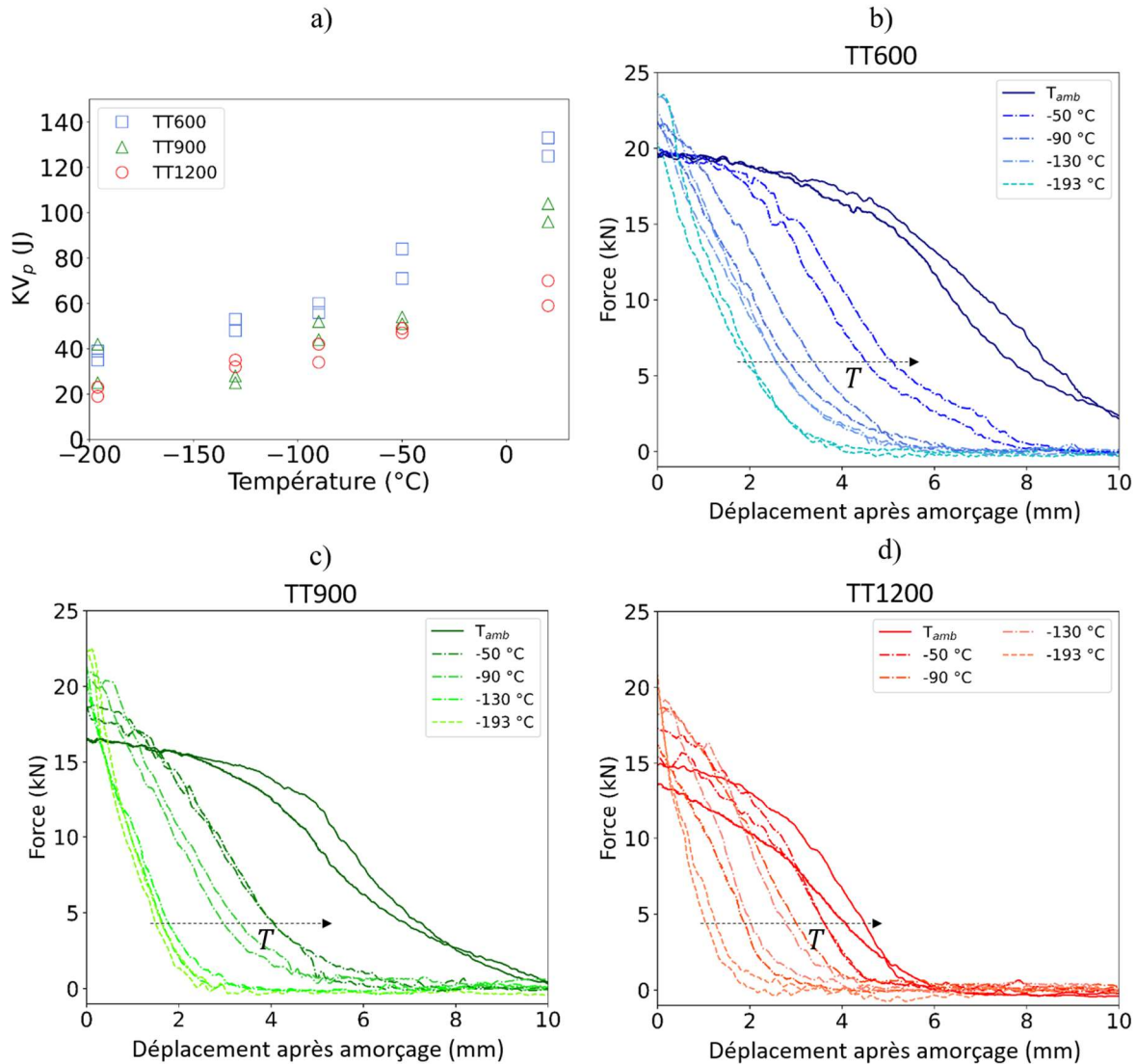


Figure IV.3 : a) Evolution de l'énergie de propagation de fissure, KV_p , en fonction de la température d'essai pour les trois matériaux de l'étude ; courbes force – déplacement, après amorçage de fissure, des essais de flexion par choc instrumentés réalisés à température ambiante (T_{amb}) ainsi qu'à -50 °C , -90 °C , -130 °C et -193 °C sur les matériaux b) TT600, c) TT900 et d) TT1200 (T : température d'essai).

La disparition du stade I explique certainement, pour les aciers TT600 et TT900, la baisse importante d'énergie de propagation observée entre la température ambiante et -50 °C , comptant pour 45% de la baisse de KV_p totale observée (entre T_{amb} et -193 °C) pour l'acier TT600, et pour 63% de la baisse de KV_p totale dans le cas de l'acier TT900. La diminution de l'énergie de propagation de fissure

entre T_{amb} et -50 °C est en revanche moins prononcée pour l'acier TT1200, où KV_p évolue de manière plus linéaire avec la baisse de la température que dans les deux autres aciers (Figure IV.3a). Dans ce matériau, l'absence de propagation stable en stade I (*cf.* chapitre III) apparaît par conséquent induire une dépendance de l'énergie de propagation envers la température moindre que dans les aciers TT600 et TT900 entre T_{amb} et -193 °C . Le stade I apparaît donc responsable du caractère sensiblement non linéaire de l'évolution de l'énergie de propagation de fissure des aciers TT600 et TT900 avec la température d'essai. La baisse importante de KV_p qu'induit la disparition du stade I, entre T_{amb} et -50 °C , peut expliquer une sensibilité de la résilience envers la température légèrement plus élevée dans ces matériaux par rapport à l'acier TT1200.

Enfin, de manière cohérente avec les observations menées entre T_{amb} et -130 °C , les faciès de rupture des aciers TT600 et TT900 obtenus à -193 °C ont des morphologies macroscopiquement similaires, sans fissuration secondaire ni stades de propagation différenciés (Figure IV.5a et b). A l'état TT1200, les faciès sont macroscopiquement similaires à ceux obtenus après essais à la température ambiante (Figure IV.5c), qui ne comportaient pas non plus de fissuration secondaire (*cf.* Figure III.6).

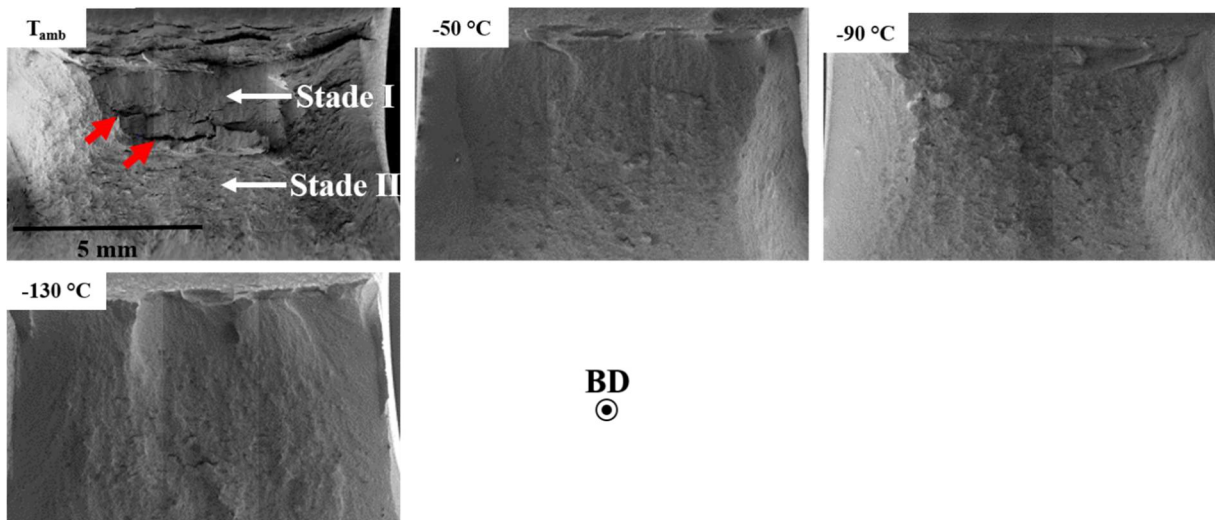


Figure IV.4 : Macrographies des faciès de rupture des éprouvettes Charpy d'acier B-TT900 après essais de flexion par choc à T_{amb} , -50 °C , -90 °C et -130 °C (fissures secondaires caractéristiques du stade I identifiées par les flèches rouges).

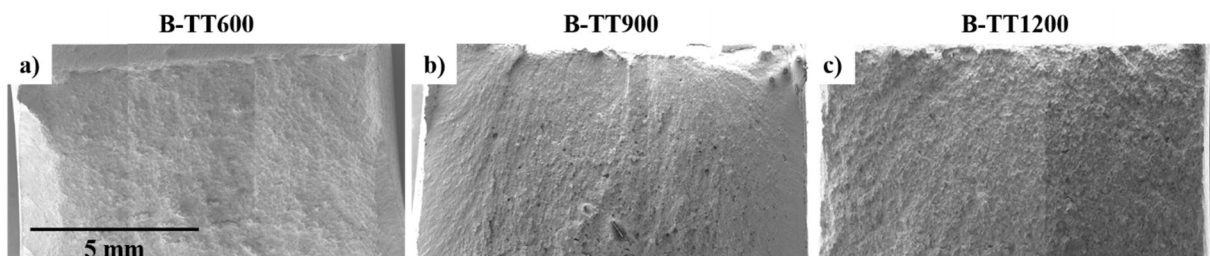


Figure IV.5 : Macrographies des faciès de rupture obtenus après essais Charpy à -193 °C : matériaux a) TT600, b) TT900 et c) TT1200.

IV.1.3 Mécanismes de rupture

La Figure IV.6 présente les faciès de rupture des trois matériaux étudiés après essai à -193 °C à deux grossissements différents. Ces faciès sont représentatifs de l’ensemble des observations réalisées sur les éprouvettes Charpy rompues à basse température. Les conclusions pouvant en être tirées sur le comportement à rupture à -193 °C sont donc généralisables à toute la plage de température testée, de T_{amb} à -193 °C .

Comme à température ambiante (*cf.* section III.1.2.2), une rupture ductile transgranulaire est observée à -193 °C pour les microstructures détensionnées et homogénéisées / partiellement restaurées (TT600 et TT900) alors que le faciès de rupture de l’acier recristallisé (TT1200) est caractéristique d’une rupture ductile intergranulaire (Figure IV.6a, b et c). La présence d’oxydes non rompus en fond de cupule (flèches rouges sur les Figures IV.6d, e et f) indique que la rupture intervient par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Les tailles de cupules sont, pour les trois aciers, similaires à celles mesurées à température ambiante (Tableau IV.2). Cependant, la présence sur les faciès des aciers TT600 et TT900 de plages de fines cupules, de diamètres inférieurs à 100 nm (Figure IV.7), peut laisser supposer que la baisse de température induit l’activation d’un mécanisme de rupture supplémentaire. L’absence d’observations nettes du fond de ces cupules, les limites des moyens de caractérisation étant atteintes (Figure IV.7c), ne permet pas de statuer sur la nature du mécanisme de rupture ni d’identifier les éléments de microstructure qui en sont responsables. L’hypothèse d’une population de fins oxydes, plus petits que ceux jouant un rôle dans la rupture à température ambiante, dont la décohésion des interfaces avec la matrice pourrait être induite par la baisse de la température peut être avancée mais sans preuve. Néanmoins, ces zones de fines cupules n’ont été observées que très localement et ne peuvent pas être considérées comme représentatives de l’ensemble, ni même d’une fraction significative, des faciès de rupture étudiés. L’effet d’un éventuel mécanisme de rupture activé par la baisse de la température est donc négligeable.

Enfin, il est important de noter que, contrairement à ce qui a été rapporté par Wang *et al.* après essais de flexion par choc à -196 °C (*cf.* section I.3.2.2.1), aucun élément indentifiable à des parois de cellules de solidification ou des traces de bains de fusion n’a été observé après essai à -193 °C , et ce pour les trois aciers. Comme à la température ambiante, les oxydes sont les éléments de microstructure impliqués au premier ordre dans les mécanismes de rupture, ces derniers restant globalement invariants sur toute la plage de température considérée.

Taille moyenne (nm)	TT600	TT900	TT1200
T_{amb}	310 ± 50	350 ± 50	1000 ± 100
-193 °C	300 ± 50	390 ± 50	1000 ± 100

Tableau IV.2 : Tailles moyennes de cupules mesurées pour les trois aciers après essai à la température ambiante (T_{amb}) et à -193 °C .

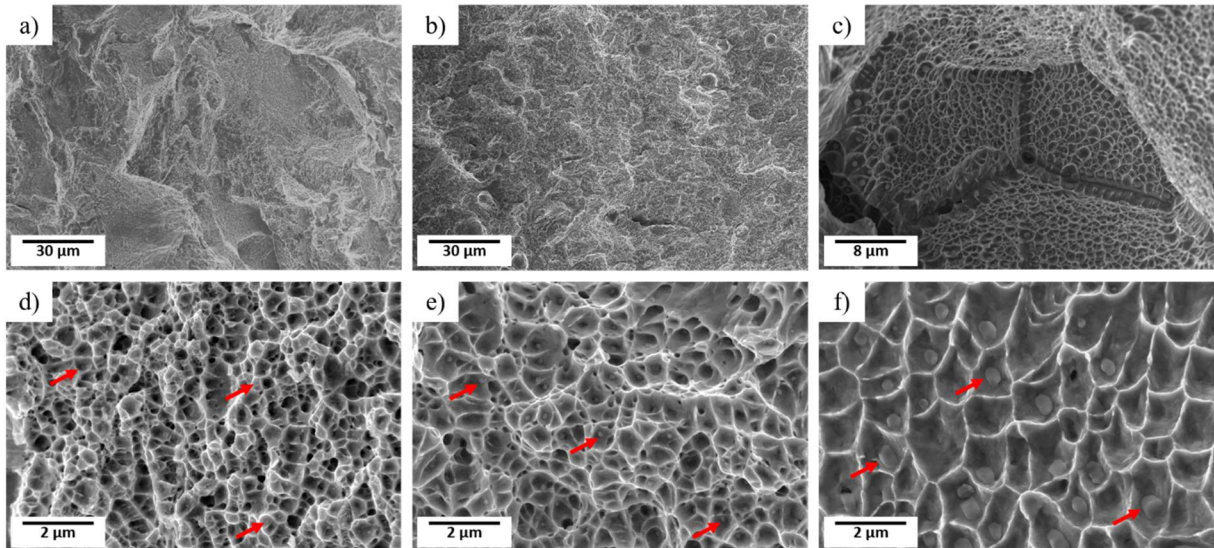


Figure IV.6 : Faciès de rupture ductile des aciers a) TT600, b) TT900 et c) TT1200 après essais de flexion par choc à $-193\text{ }^{\circ}\text{C}$; d), e) et f) images à plus fort grandissement des mêmes faciès (quelques oxydes en fond de cupule sont identifiés par les flèches rouges).

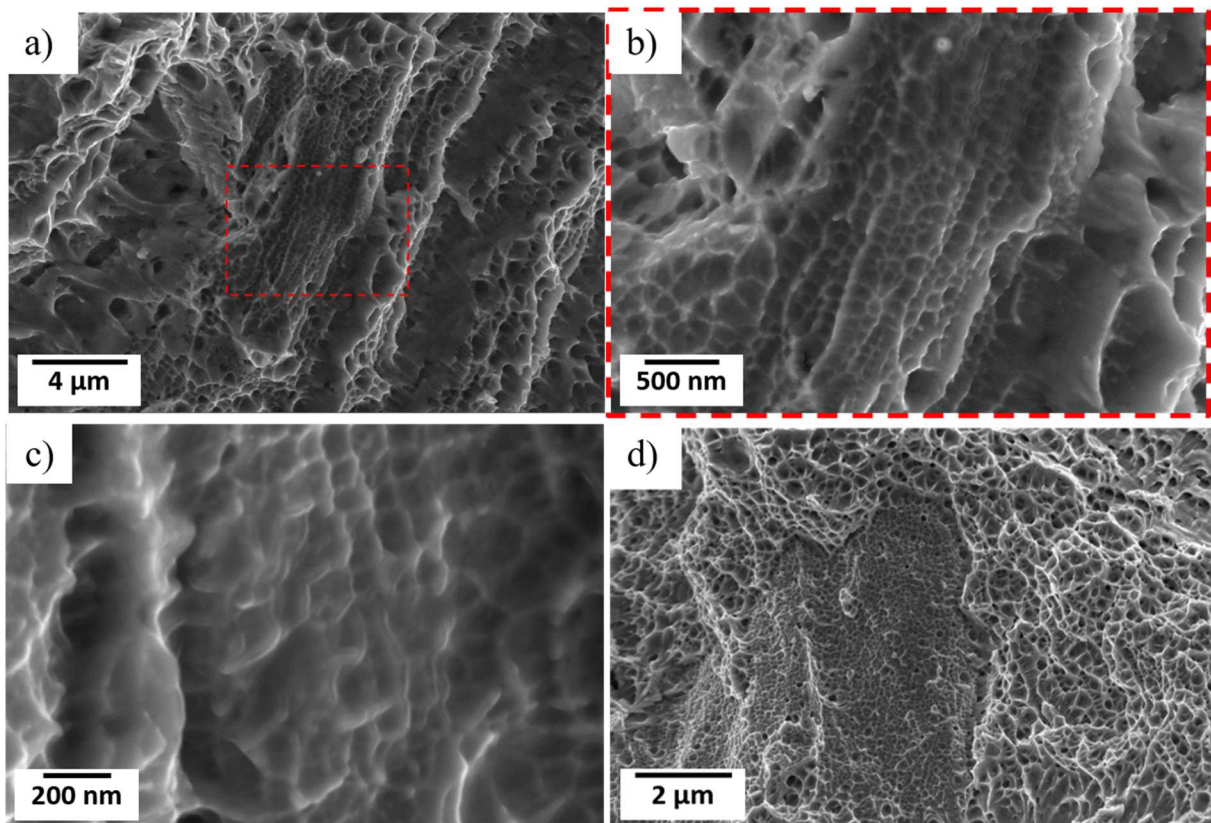


Figure IV.7 : Zones à fines cupules (diamètres inférieurs à 100 nm) observées sur les faciès de rupture après essai de flexion par choc à $-193\text{ }^{\circ}\text{C}$, a) éprouvette d'acier TT600, b) image à plus fort grandissement de la zone encadrée en rouge en a), c) image à fort grandissement de ces fines cupules, d) zone similaire observée sur le faciès d'une éprouvette d'acier TT900.

IV.1.4 Mécanismes de déformation

Les analyses EBSD conduites dans une coupe longitudinale d'éprouvettes Charpy après essais à -193 °C (sous la surface de rupture, à $500\text{ }\mu\text{m}$ du fond d'entaille) permettent l'observation de martensite α' sous les faciès de rupture des trois aciers (Figure IV.8). Les domaines martensitiques se présentent sous la forme de lattes, ou de paquets de lattes, de plusieurs micromètres d'épaisseur ou de paquets plus ramassés et de tailles plus importantes (de l'ordre d'une dizaine de micromètres).

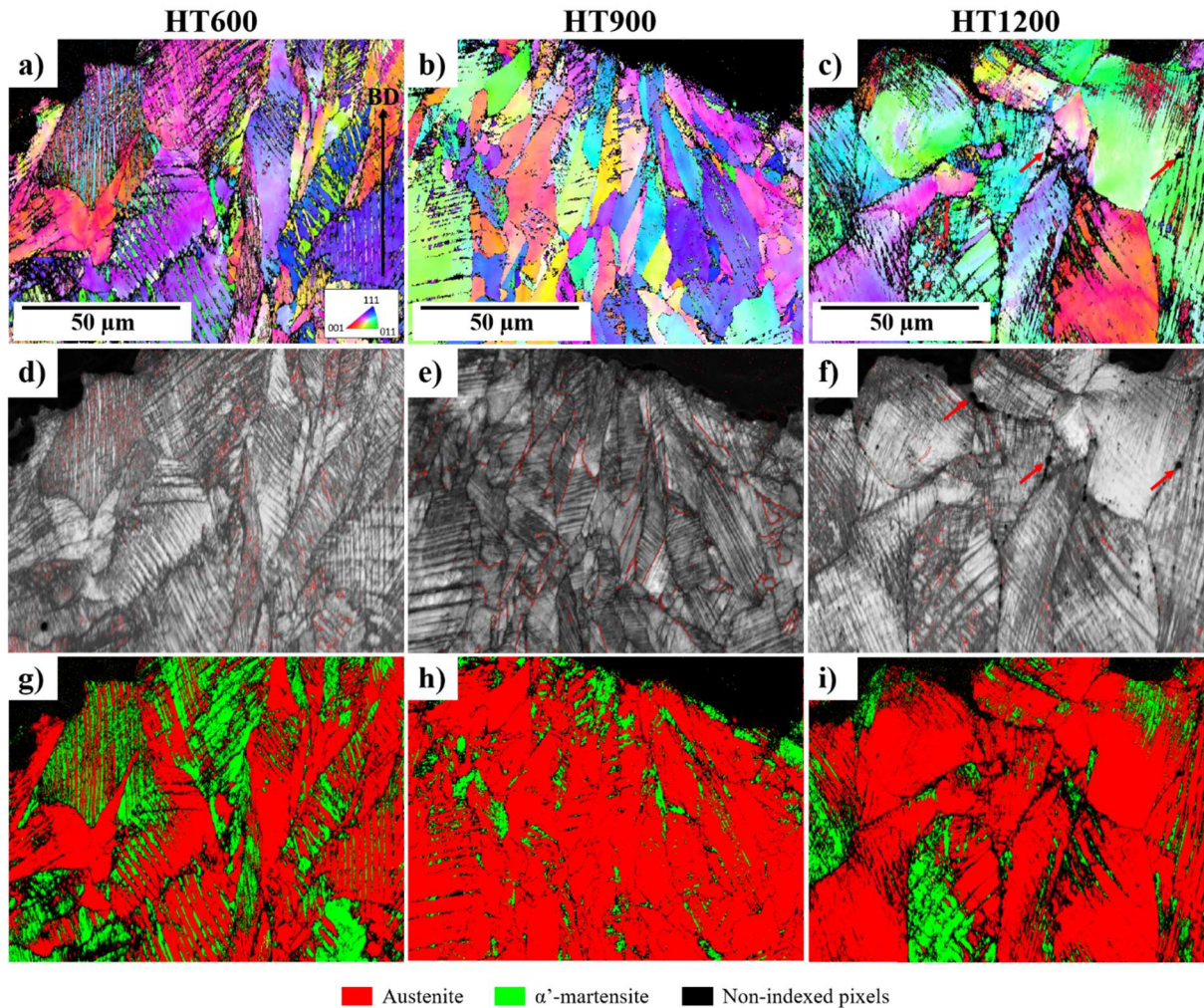


Figure IV.8 : Cartographies EBSD codées en mode IPF (selon BD) d'une zone prise dans une coupe longitudinale sous le faciès de rupture, à $500\text{ }\mu\text{m}$ du fond d'entaille, après essai à -193 °C : matériaux a) TT600, b) TT900 et c) TT1200. d), e) et f) images en indice de qualité correspondantes (joints $\Sigma 3$ tracés en rouge ; endommagement intergranulaire pointé par les flèches rouges en f). g), h) et i) Cartographies de phases (austénite / martensite α') correspondantes.

La formation de martensite α' est bien connue pour les aciers 316L conventionnels et LPBF déformés à basse température [85], [87], [88], [90]–[92], [94] (cf. section I.3.2). Il peut donc être conclu que la martensite α' observée sous les faciès des éprouvettes des matériaux de l'étude a été induite par leur déformation à -193 °C . Du maillage mécanique est également visible dans les microstructures déformées, principalement pour l'acier TT600 (joints de macles tracés en rouge sur les Figures IV.8d, e

et f) mais de moindre intensité qu’à température ambiante (*cf.* Figure III.10). Pour l’acier TT1200, de l’endommagement intergranulaire est également observé (flèches rouges Figure IV.8d, e et f).

Dans l’acier 316L, tant conventionnel qu’élaboré par procédé LPBF, l’apparition de martensite α' est favorisée énergétiquement par la baisse de l’énergie de défaut d’empilement (EDE), celle-ci pouvant être causée par une baisse de la température, induisant une transition dans les mécanismes de déformation prédominants [87], [88], [92], [153]. Tang *et al.* ont mesuré que la valeur de l’EDE de l’acier 316L LPBF brut de fabrication baisse de 23 mJm^{-2} , à $20 \text{ }^\circ\text{C}$, à moins de 10 mJm^{-2} , à $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ [88]. La transition entre maclage mécanique et transformation martensitique ayant lieu dans les aciers austénitiques pour des EDE généralement inférieures à $18 - 20 \text{ mJm}^{-2}$ [154]–[156], il n’est pas surprenant que ce dernier mécanisme soit prépondérant dans les matériaux de l’étude à la température de $-193 \text{ }^\circ\text{C}$.

L’évolution de la fraction de martensite formée lors de l’amorçage et du début de la propagation de fissure dans les trois matériaux de l’étude, mesurée par sigmamétrie sous le faciès de rupture des éprouvettes Charpy (sur une zone de 1 mm de profondeur, *cf.* Annexe 1), est présentée sur la Figure IV.9a en fonction de la température d’essai. Ces évolutions sont similaires dans les aciers TT600 et TT900. De manière cohérente avec les résultats de Tang *et al.*, les fractions de martensite des aciers TT600 et TT900 augmentent significativement entre $-50 \text{ }^\circ\text{C}$ (entre 1 et 2 % vol.) et $-90 \text{ }^\circ\text{C}$ (entre 10 et 15 % vol.), plage de températures sur laquelle ces auteurs situent la transition de mécanisme de déformation pour l’acier 316L LPBF [88]. A $-193 \text{ }^\circ\text{C}$, l’acier TT900 comporte plus de 40 % vol. de martensite alors que la fraction mesurée dans l’acier TT600 est de l’ordre de 30 % vol. A l’inverse, la formation de martensite apparaît beaucoup plus limitée pour l’acier TT1200 : une fraction négligeable est obtenue à $-90 \text{ }^\circ\text{C}$, proche de 5 % vol. à $-193 \text{ }^\circ\text{C}$.

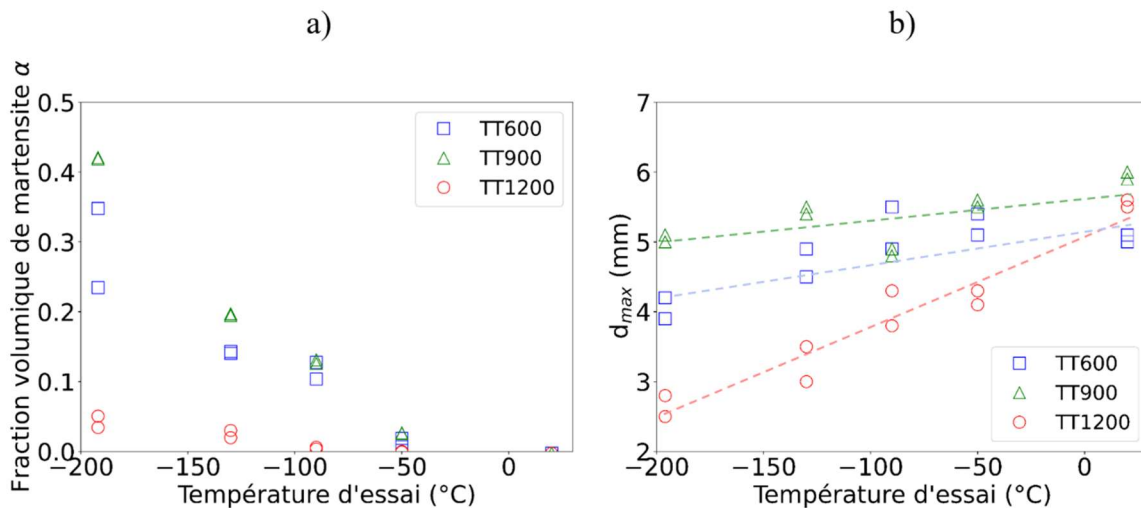


Figure IV.9 : a) Fraction de martensite formée (mesurée par sigmamétrie, *cf.* Annexe 1) sous le faciès de rupture des éprouvettes Charpy pour les trois aciers en fonction de la température d’essai ; b) Evolution en fonction de la température d’essai des valeurs de déplacement à l’amorçage de fissure, d_{max} , pour ces trois mêmes aciers.

Ces différences de fraction de martensite formée à basse température peuvent, d’une part, s’expliquer par des EDE potentiellement différentes dans les matériaux de l’étude, notamment pour les

aciers TT600 et TT900 du fait de la présence ou non de zones ségréguées en Cr et Mo [157], [158] pouvant impliquer une différence d’intensité de la transformation martensitique. Il est également possible que les différences de densités de dislocations entre les trois aciers induisent des microstructures de stabilités différentes, les dislocations ayant pour effet la stabilisation de l’austénite et l’inhibition de la formation de martensite dans l’acier 316L [87].

D’autre part, il apparaît que l’état de déformation n’est pas le même pour les trois matériaux après les essais de flexion par choc à basse température. En effet, les déplacements à l’amorçage de fissure, d_{max} , mesurés à -130 °C et -193 °C pour l’acier TT900 sont supérieurs à ceux de l’acier TT600, eux même significativement supérieurs à ceux de l’acier TT1200 (Figure IV.9b). Ces différences de d_{max} , assimilables à des différences de déformation à l’amorçage de fissure entre les trois matériaux, sont cohérentes avec les différences entre les fractions de martensite formée sous les faciès de rupture correspondants (Figure IV.9a) : plus d_{max} est faible, plus la fraction de martensite est faible. Dans le but de prendre en compte la déformation lors de la propagation de fissure, susceptible elle aussi de causer la formation de martensite, les maxima de réduction latérale ont été mesurés sur les éprouvettes Charpy des trois matériaux après essais à température ambiante et à -193 °C (Tableau IV.3). A température ambiante, ces réductions latérales apparaissent corrélées aux d_{max} : plus ces derniers sont élevés, et plus les réductions sont importantes, traduisant des niveaux de déformation plus élevés. A -193 °C , la même tendance est conservée, la plus grande réduction étant obtenue dans l’acier présentant le d_{max} le plus élevé (TT900), la plus faible dans celui ayant le d_{max} le plus bas (TT1200), ce qui permet de considérer les valeurs de d_{max} comme marqueurs de la déformation au cours de l’essai de flexion par choc (au moins de manière comparative et en première approximation). Il apparaît donc que les différences de niveaux de déformation, que ce soit à l’amorçage uniquement ou lors de la propagation, contribuent aux différences entre les fractions de martensite mesurées sous les faciès de rupture après les essais à basse température. En particulier, les faibles fractions de martensite formées dans l’acier TT1200 peuvent être directement reliées aux faibles d_{max} correspondants ainsi qu’à une déformation très faible lors de la propagation de fissure.

	TT600	TT900	TT1200
d_{max} à T_{amb} (mm)	5.3 ± 0.5	5.8 ± 0.5	5.5 ± 0.5
Réduction latérale maximale à T_{amb} (%)	-11 ± 1	-28 ± 1	-15 ± 1
d_{max} à -193 °C (mm)	4.1 ± 0.5	5.1 ± 0.5	2.7 ± 0.5
Réduction latérale maximale à -193 °C (%)	-3 ± 1	-4 ± 1	-1 ± 1

Tableau IV.3 : d_{max} et réductions latérales maximales mesurées sur les éprouvettes Charpy des trois matériaux étudiés après essais à T_{amb} et à -193 °C .

IV.2 Interprétation de la baisse de résilience de l'acier 316L LPBF avec la température d'essai

IV.2.1 Effet des éléments de microstructure

Les sensibilités de la résilience des trois matériaux de l'étude envers la température d'essai sont proches, de même que ces sensibilités sont également proches de celles des aciers 316L CIC et forgés (Tableau IV.1). Par conséquent, les éléments de microstructure particuliers de l'acier 316L LPBF, grains colonnaires, cellules de solidification et de dislocations, oxydes submicrométriques, n'apparaissent pas avoir d'influence significative sur l'évolution globale de sa résilience avec la température d'essai. Cependant, l'étude séparée de l'amorçage et de la propagation de fissure a révélé des différences de comportement, notamment à l'amorçage, entre les différentes microstructures testées (différences d'évolution du comportement élastoplastique, de fraction de martensite formée...). En particulier, la rapide diminution de d_{\max} avec la baisse de la température pour l'acier recristallisé, par comparaison avec les deux autres (Figure IV.2b à d et Figure IV.9b), laisse supposer un amorçage de fissure plus sensible à la température lorsque les oxydes, sur lesquels s'amorce la rupture, sont localisés aux joints de grains. De plus, l'inhibition de la fissuration secondaire et de la propagation de fissure en stade I entre la température ambiante et -50°C augmente significativement la baisse de résilience des aciers TT600 et TT900 sur cet intervalle de température par rapport à ce qui est observé avec l'acier TT1200. La structure de grains colonnaire de l'acier 316L LPBF, supposée être une cause de la propagation de fissure en stade I, apparaît ainsi avoir une influence (de second ordre) sur la sensibilité de la résilience de ce matériau envers la température.

IV.2.2 Baisse de résilience et durcissement

Si l'effet des éléments de microstructure particuliers à l'acier 316L LPBF sur la sensibilité de la résilience des matériaux de l'étude envers la température apparaît relativement négligeable, ou de second ordre, la baisse de leur résilience avec la température d'essai, constatée pour tous les états microstructuraux, reste à expliquer.

La Figure IV.10 présente l'écart entre la résilience à température ambiante, KCV_{Tamb} , et celles aux différentes températures d'essai, $KCV(T)$, en fonction des forces maximales à l'amorçage de fissure correspondantes (F_{\max}). Pour les trois aciers, une corrélation linéaire négative existe entre la baisse de résilience et F_{\max} . Ce résultat apparaît à première vue contre intuitif : plus la force à l'amorçage de fissure de ces matériaux est élevée, plus leurs résiliences totales sont faibles. Une diminution de ductilité accompagne donc très certainement le durcissement de ces aciers sous l'effet de la baisse de la température.

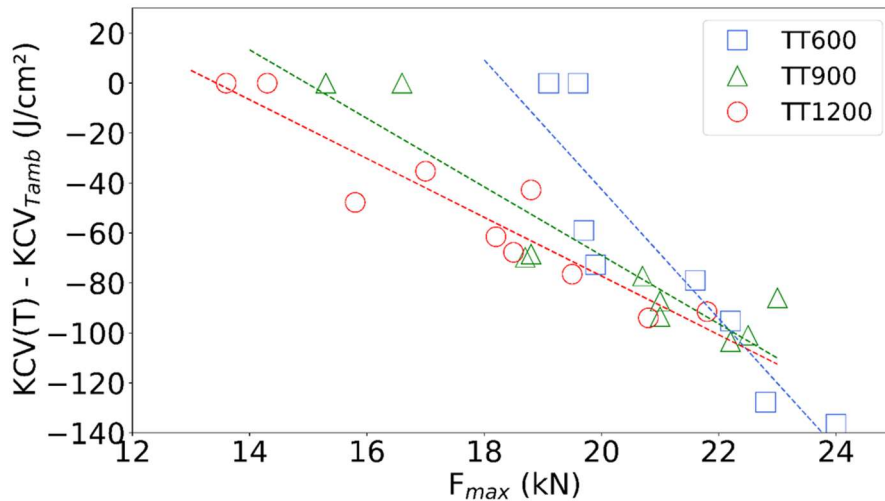


Figure IV.10 : Baisse de résilience $KCV(T) - KCV_{T_{amb}}$ en fonction de F_{max} pour les trois aciers.

Cette diminution de ductilité, qui est vraisemblablement la cause de la baisse de résilience des aciers de l'étude avec la baisse de la température, pourrait provenir de leur durcissement à basse température : plus les aciers sont durs (plus F_{max} est élevée), plus la taille de la zone plastique en fond d'entaille ou de fissure est faible, et moins l'énergie dissipée par déformation plastique est importante. Dans ce cas, l'énergie nécessaire à l'amorçage et à la propagation de fissures dans les aciers de l'étude est susceptible de diminuer lorsque leur dureté augmente. La diminution de la ductilité avec la baisse de la température pourrait également provenir d'un changement de la réponse mécanique des interfaces oxyde / matrice à basse température (cependant difficile à évaluer dans le cadre de cette étude) ou de l'apparition d'un mécanisme de rupture supplémentaire à température cryogénique comme le suggèrent les observations de la Figure IV.7.

Afin de d'évaluer l'effet de ces causes potentielles de la baisse de résilience, l'effet des paramètres dont dépend la dureté des matériaux de l'étude, la limite d'élasticité et l'écroutissage, sera étudié dans les sections suivantes ainsi que l'effet et les causes de l'activation d'un mécanisme de rupture supplémentaire à basse température.

IV.2.2.1 Effet de l'augmentation de la limite d'élasticité sur la résilience

Discuter d'une baisse de résilience revient ici à considérer une baisse de la température d'essai (Figure IV.1a). De manière générale, lorsque la température diminue, la limite d'élasticité d'un métal augmente du fait de l'augmentation de la friction de réseau et des effets d'épinglage des dislocations par la solution solide [88], [93], [159]. En particulier, ce phénomène a été vérifié pour l'acier 316L LPBF brut de fabrication pour lequel Tang *et al.* ont mesuré une augmentation de la limite d'élasticité d'environ 25 % entre 20 °C et -196 °C (*cf.* section I.3.2.1). Pour l'acier 316L conventionnel recuit, cette augmentation est de l'ordre de 50 % sur cette même plage de température [87], [93]. Le tracé de l'évolution de la baisse de résilience des matériaux de l'étude en fonction de la force à la fin de la pente élastique lors des essais de flexion par choc, F_{gy} , permet de déterminer, en considérant les valeurs de F_{gy} à T_{amb} ($KCV(T) - KCV_{T_{amb}} = 0$) et à -193 °C (minimum de résilience), une augmentation de F_{gy} d'environ 15 % entre ces deux températures pour les matériaux TT600 et TT900, contre près de 70 % pour l'acier TT1200 (Figure IV.11a). Si le parallèle entre limite d'élasticité et F_{gy} n'est pas totalement

évident (cf. Chapitre III), ces deux évolutions différentes témoignent d’une tendance cohérente avec ce qui est observé lors des essais de traction [87], [93] : à l’état recristallisé le durcissement de l’acier B avec la baisse de la température, proche du comportement d’un acier 316L conventionnel, est beaucoup plus important que celui à l’état détensionné ou homogénéisé / restauré.

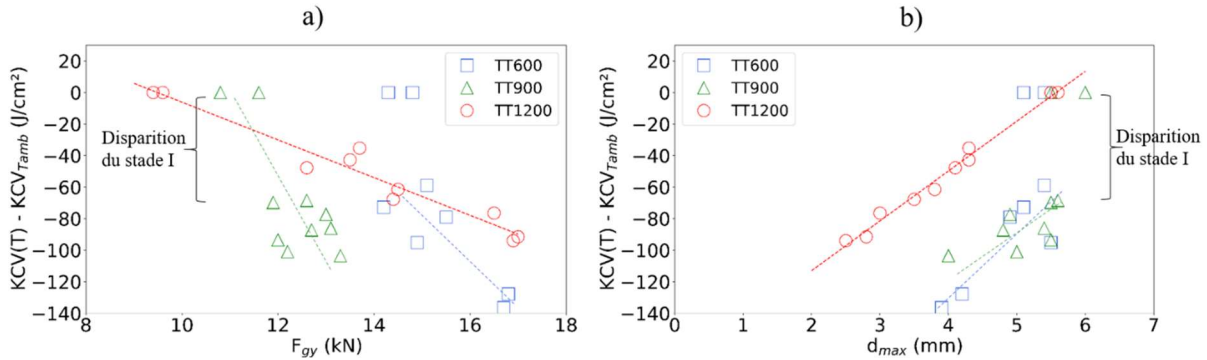


Figure IV.11 : Baisse de résilience $KCV(T) - KCV_{T_{amb}}$ en fonction de a) F_{gy} et b) d_{max} pour les trois aciers.

Cette augmentation importante de la limite d’élasticité avec la baisse de la température s’accompagne, pour les trois aciers, d’une diminution du déplacement à l’amorçage de fissure, d_{max} (Figure IV.11b), ce qui est cohérent avec la baisse de ductilité supposée concomitante au durcissement dans la section précédente. Pour l’acier TT1200, les dépendances entre la baisse de résilience et F_{gy} et entre la baisse de résilience et d_{max} sont linéaires, ce qui est cohérent avec la baisse linéaire de l’énergie d’amorçage de fissure observée dans ce matériau lorsque la température diminue (Figure IV.2a). A l’inverse, le caractère linéaire de ces dépendances est moins marqué pour les deux autres aciers où une baisse significative de résilience est constatée, entre la température ambiante ($KCV(T) - KCV_{T_{amb}} = 0$) et les autres températures, sans évolution importante de d_{max} ni de F_{gy} . Cette baisse est à mettre sur le compte de la disparition du stade I de propagation intervenant entre T_{amb} et -50 °C supposé être la cause de la baisse importante de l’énergie de propagation de fissure entre ces deux températures (cf. section IV.1.2). Malgré ces différences, la diminution de ductilité, corrélée à l’augmentation de la limite d’élasticité des matériaux de l’étude lorsque la température d’essai diminue, apparaît donc avoir une influence significative sur la baisse de leur résilience.

IV.2.2.2 Relation entre écrouissage et baisse de résilience

La formation de martensite α' à basse température peut induire une augmentation de l’écrouissage en traction des aciers de l’étude [91]–[93]. En effet, l’introduction d’une phase dure à basse température (la martensite) dans la matrice austénitique et la création d’interfaces α'/γ , contribuant à limiter la mobilité des dislocations, provoque un écrouissage supplémentaire du matériau [87], [88]. La superposition de la partie élastoplastique des courbes force – déplacement pour toutes les températures d’essai (Figure IV.12) montre que dans le cas des matériaux TT600 et TT1200, l’augmentation de l’écrouissage avec la baisse de la température est relativement faible. Elle est en revanche plus significative pour l’acier TT900 qui forme le plus de martensite à basse température (Figure IV.9a).

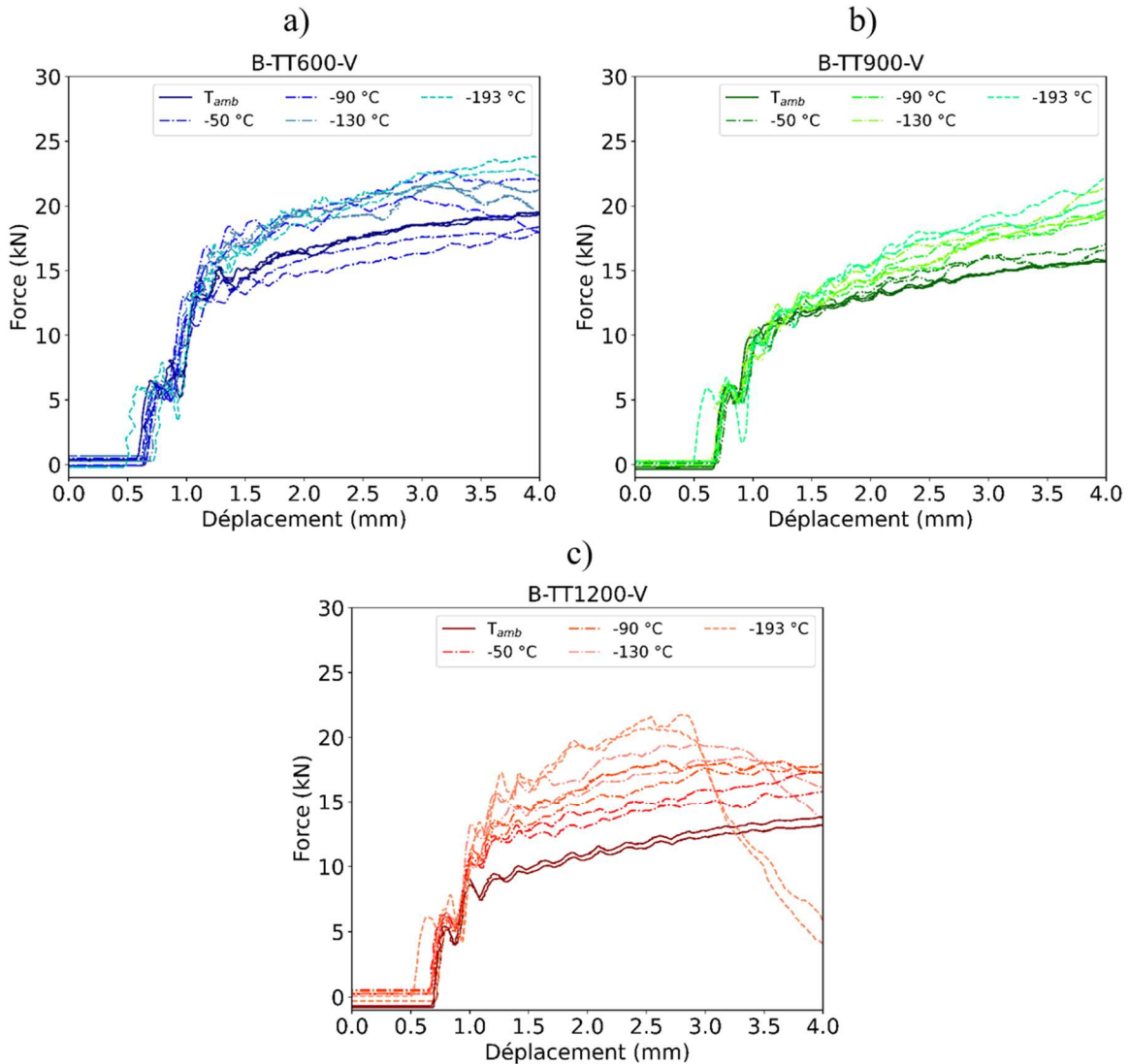


Figure IV.12 : Superposition des courbes force – déplacement (partie élastoplastique) aux cinq températures d'essai pour les aciers a) TT600, b) TT900 et c) TT1200.

La comparaison entre les aciers TT600 et TT900 permet de statuer sur l'effet de la variation de l'écroutissage sur la baisse de résilience de l'acier 316L LPBF. L'un présente un écroutissage quasi indépendant de la température (TT600) tandis que l'autre voit son écroutissage augmenter significativement (TT900). Tous deux ont cependant des baisses de résilience similaires lorsque la température baisse (Figure IV.1a). Il peut donc être conclu que l'augmentation de l'écroutissage n'a pas un effet de premier ordre sur la sensibilité de la résilience de ces matériaux envers la température.

IV.2.3 Effet de l'activation d'un potentiel mécanisme de rupture supplémentaire à basse température

Les plages de fines cupules observées sur les faciès de rupture des éprouvettes d'aciers TT600 et TT900 (Figure IV.7) semblent traduire l'activation d'un mécanisme de rupture supplémentaire à basse température susceptible de diminuer la ductilité de ces matériaux (des cupules plus fines impliquant une

déformation, et donc une énergie, nécessaires à leur croissance plus faibles). Ces domaines de fines cupules apparaissent avoir, en certains points des faciès de rupture des éprouvettes testées à -193 °C , une morphologie d'alignements qui n'est pas sans rappeler celle des domaines martensitiques observés sous ces mêmes faciès (Figure IV.13a). De plus, les plages de fines cupules ont une largeur similaire à celle des lattes de martensite débouchant sur les faciès de rupture (quelques micromètres, Figure IV.13c et d). Une corrélation entre l'activation d'un mécanisme de rupture supplémentaire (par rapport à celui observé à la température ambiante) et la formation de martensite α' à -193 °C pourrait donc être plausible.

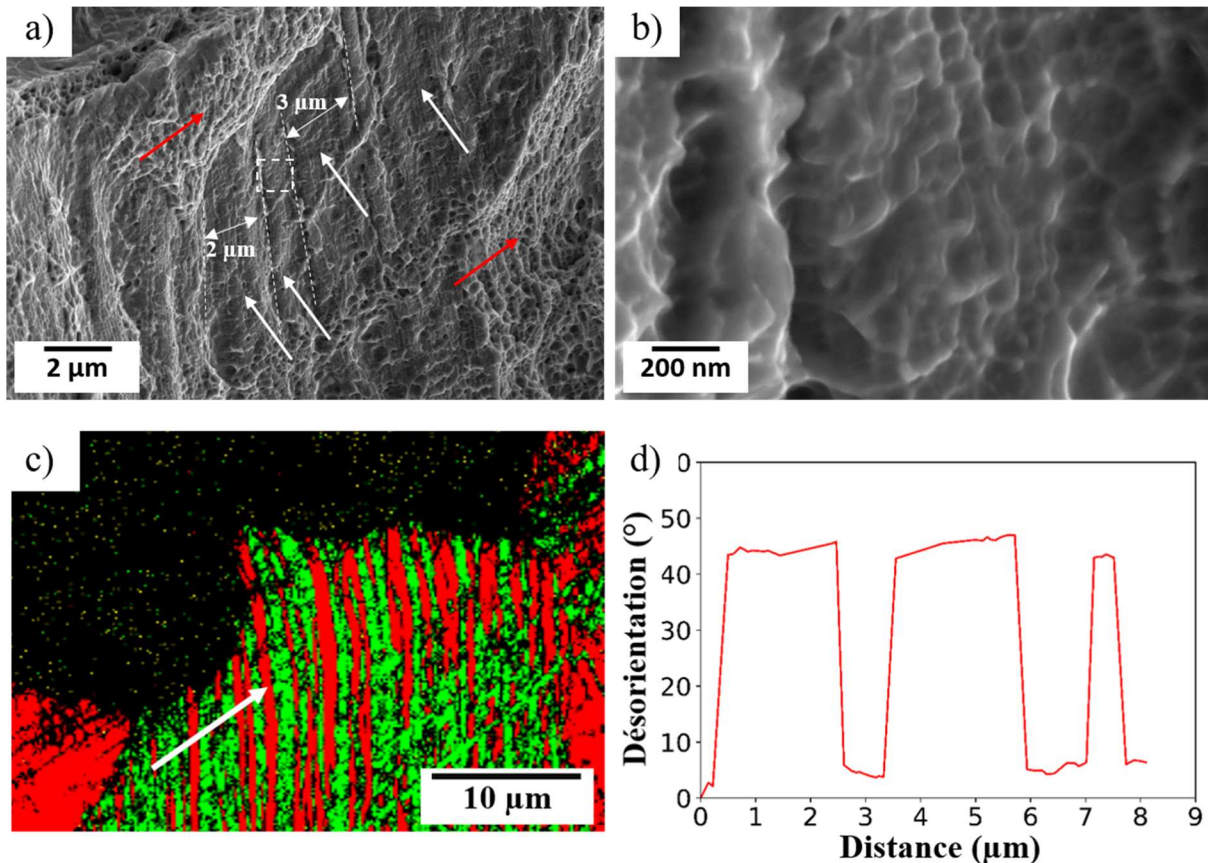


Figure IV.13 : a) Plages de fines cupules (flèches blanches) observées sur le faciès de rupture d'une éprouvette Charpy d'acier TT600 testée à -193 °C (des zones de cupules plus grosses sont quant à elles pointées par les flèches rouges, b) image à plus fort grandissement de ces fines cupules, c) cartographie de phase (obtenue par EBSD) en coupe longitudinale sous le faciès de rupture de la même éprouvette, d) profil des désorientations point-à-point le long de la flèche blanche tracée en c).

Le fait qu'aucune particule d'oxyde ne soit visible au fond de ces fines cupules (Figure IV.13b) indique que la rupture s'amorce dans ces zones à partir d'autres éléments de microstructure, ce qui serait cohérent avec l'hypothèse que la martensite en soit à l'origine. Cependant, la taille de ces cupules (entre 50 et 100 nm) est bien inférieure à celle des lattes ou paquets de lattes de quelques micromètres d'épaisseur visibles sous les faciès de rupture.

Quoi qu'il en soit, cette corrélation qualitative ne prétend pas tenir lieu de lien de causalité, la similarité des tailles des deux types d'objets (lattes de martensite et plages de fines cupules), apparaissant

après les essais à basse température, ne pouvant pas prouver à elle seule l’effet des uns sur les autres, bien qu’étant suffisamment remarquable pour être mentionnée. Néanmoins, quand bien même cet effet de la martensite serait avéré, son influence sur la baisse de la résilience des matériaux de l’étude à basse température serait limitée, les zones de fines cupules en question n’étant en réalité observées que très localement sur les faciès de rupture (*cf.* section IV.1.3).

Ce faible effet de la martensite sur la baisse de résilience de l’acier 316L LPBF est confirmé par le tracé de l’évolution de la baisse de résilience des matériaux de l’étude en fonction de la fraction de martensite formée lors de l’essai (Figure IV.14). En effet, pour les trois aciers, la majeure partie de la baisse de la résilience est constatée pour des fractions de martensite formée inférieures à 5 % vol. La formation de martensite n’est donc pas, à travers l’activation d’un mécanisme de rupture supplémentaire, la cause principale de la baisse de résilience de l’acier 316L LPBF à basse température. Suivant le même raisonnement, le durcissement qu’elle induit n’apparaît pas non plus avoir d’influence particulière sur l’évolution du comportement à rupture de cet acier à basse température, ce qui est cohérent avec la faible influence de l’érouissage mise en évidence dans la section précédente.

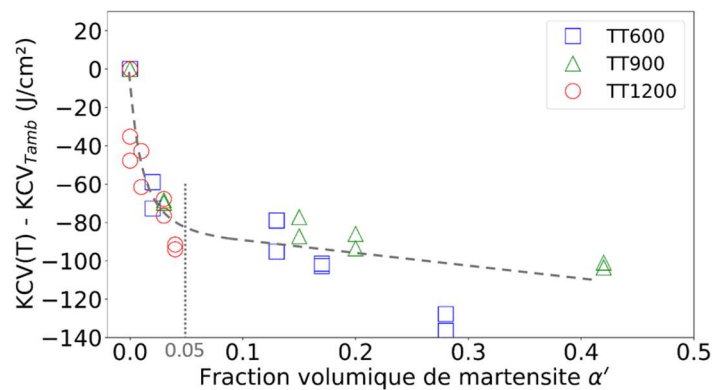


Figure IV.14 : Evolution de la baisse de résilience $KCV(T) - KCV_{Tamb}$ en fonction de la fraction volumique de martensite α' formée lors de la déformation pour les trois aciers.

Outre l’augmentation de l’érouissage, la formation de martensite peut avoir également un effet de conservation ou d’augmentation de la ductilité, en ce qu’elle introduit une capacité de déformation supplémentaire à travers l’effet TRIP [160], [161]. Les conséquences de l’effet TRIP sur la ductilité sont néanmoins fortement dépendantes de la déformation à partir de laquelle s’amorce la transformation martensitique et de la quantité de martensite formée [92].

Dans le cas de l’acier 316L LPBF, des allongements à rupture en traction relativement similaires sont en général obtenus à 20 °C et – 196 °C (*cf.* section I.3.2.1). Cependant, cette conservation de la ductilité n’apparaît pas au travers des résultats de cette étude : pour chacun des trois aciers, des baisses de d_{max} et des propagations plus instables sont obtenues lorsque la température diminue. Ces différences sont à mettre sur le compte des différences, notamment concernant les états de triaxialité des contraintes, entre les essais de traction, sur lesquels est généralement caractérisé l’effet TRIP, et les essais Charpy où ce dernier est plus rarement mis en évidence. Il peut donc être conclu que l’effet TRIP n’a pas d’influence de premier ordre sur l’évolution de la résilience de l’acier 316L LPBF à basse température.

En résumé, la baisse de résilience des aciers de l'étude avec la diminution de la température semble principalement due à l'augmentation de leur limite d'élasticité à basse température, conduisant à une augmentation de F_{gy} et à une chute de d_{max} . Les effets de la formation de martensite α' (augmentation de l'écroutissage et potentielle activation d'un mécanisme de déformation supplémentaire) ne sont, quant à eux, pas du premier ordre.

IV.3 Synthèse

Evolution de la résilience en fonction de la température – La résilience de l'acier 316L LPBF décroît avec la baisse de la température d'essai. La sensibilité de la résilience envers la température est globalement équivalente quel que soit l'état microstructural considéré (détensionné, homogénéisé / partiellement restauré ou recristallisé). Une approximation linéaire permet d'évaluer les baisses de résilience à environ 0,4 à 0,5 Jcm⁻²/°C, ce qui est relativement proche de ce qui est connu pour les aciers 316L CIC ou forgés. Deux conclusions majeures peuvent donc être tirées de ces résultats : (1) l'évolution de la résilience de l'acier 316L LPBF avec la température d'essai est relativement indépendante de sa microstructure sur la plage $T_{amb}/ - 193$ °C, (2) la microstructure induite par le procédé LPBF ne semble pas induire une sensibilité particulière de la résilience envers la température par comparaison avec celles d'autres aciers 316L. Des différences de comportement sont néanmoins observables lorsque les composantes d'amorçage et de propagation sont considérées séparément. Pour les états détensionné et homogénéisé / partiellement restauré, l'énergie d'amorçage de fissure reste globalement stable sur la plage de température étudiée, la baisse de résilience totale étant due à la baisse de l'énergie de propagation. En revanche, à l'état recristallisé, l'énergie d'amorçage de fissure décroît significativement avec la baisse de la température, la baisse de la résilience totale étant la résultante de la baisse des énergies d'amorçage et de propagation.

Effet des éléments microstructuraux – Pour les trois états microstructuraux testés, aucun changement significatif dans les mécanismes de rupture n'est observé sur la plage de température étudiée. La rupture est toujours ductile à basse température et intervient par décohérence des interfaces oxyde / matrice. Les oxydes, nanométriques ou submicrométriques, sont donc les éléments de microstructure principaux contrôlant la rupture à basse température comme à température ambiante. Leur localisation, intra ou intergranulaire, semble avoir une influence sur la sensibilité de l'amorçage de fissure envers la température : l'amorçage sur les oxydes intergranulaires de l'état recristallisé apparaît pour de plus faibles valeurs d'énergie absorbée lorsque la température décroît, par rapport à ce qui est observé aux états détensionné et homogénéisé / partiellement restauré.

Aucun effet des cellules de solidification n'est observé sur les mécanismes de rupture à basse température. Les différences significatives d'augmentation de la limite d'élasticité observées (à travers les variations de F_{gy}) lors de la baisse de température, entre les différents états microstructuraux, témoignent cependant d'un effet de la solution solide et de la densité de dislocations sur l'évolution à basse température du comportement élastoplastique de ce matériau.

Interprétation de la baisse de résilience – L’augmentation de la limite d’élasticité lorsque la température diminue, du fait de l’augmentation de la friction de réseau et des effets d’épinglage des dislocations par la solution solide, conduit à une augmentation de F_{gy} et à un durcissement important des matériaux de l’étude. Ce phénomène apparaît comme la principale cause de leur baisse de résilience à travers la diminution de ductilité qui lui est concomitante. Les effets de l’augmentation de l’écrouissage et de la potentielle activation d’un mécanisme de rupture supplémentaire, attribuables à la formation de martensite α' lors de la déformation à basse température, ne sont quant à eux pas de premier ordre.

Chapitre V : Evolution microstructurale et comportement à rupture de l’acier 316L WAAM – Comparaison avec l’acier 316L LPBF

Dans ce chapitre, l’évolution microstructurale de l’acier 316L élaboré par le procédé WAAM ainsi que son comportement à rupture sont étudiés suivant une approche similaire à celle appliquée à l’acier 316L LPBF dans les chapitres précédents. Différents cas microstructuraux sont obtenus à l’aide de traitements thermiques (proches de ceux utilisés pour l’acier LPBF) appliqués au matériau brut de fabrication. Des essais mécaniques sont menés sur ces différentes microstructures dans le but de déterminer l’influence de leurs éléments constitutifs sur le comportement à rupture de ce matériau à température ambiante et à basse température. Le plan d’expériences est cependant réduit par rapport à l’étude menée sur l’acier 316L LPBF : seuls des essais de résilience sont réalisés, pour une seule direction de sollicitation, et seules les températures ambiante et – 193 °C sont considérées. Il apparaît toutefois suffisant pour répondre à l’objectif principal de cette étude, la détermination des relations microstructure – comportement à rupture : les résultats obtenus sur l’acier 316L LPBF ont en effet montré le caractère de second ordre de l’influence de la direction et de la vitesse de sollicitation mécanique sur les mécanismes de déformation et de rupture de ce type de matériaux.

Dans la dernière partie de ce chapitre, une comparaison est menée entre les aciers 316L LPBF et 316L WAAM. Sur la base des résultats obtenus sur un panel de microstructures variées, ayant différentes phases, tailles et morphologies de grains, densités de dislocations, populations d’oxydes..., certaines conclusions générales relatives à l’évolution microstructurale et au comportement à rupture de l’acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion sont établies.

V.1 Elaboration des matériaux WAAM

V.1.1 Fabrication de l’acier 316L WAAM

Deux blocs d’acier 316L WAAM, de dimensions 140×110×90 mm³, ont été réalisés sur les installations du laboratoire PRISME d’EDF¹¹. Les détails des paramètres du procédé peuvent être trouvés dans l’Annexe 1. Le métal d’apport est un fil d’acier 316L Si dont la composition (Tableau V.1) se rapproche de celle des poudres d’acier 316L utilisées pour la fabrication des matériaux LPBF (Tableau II.1). La composition de l’acier WAAM obtenu est reportée dans le Tableau V.1. Pour la

¹¹ Un de ces blocs a servi à la réalisation des travaux de cette étude tandis que l’autre a été employé pour les besoins de la thèse de L. Monier (Université Grenoble Alpes).

plupart des éléments, elle est très similaire à celle du fil d’apport. Cependant, une teneur en azote 10 fois supérieure à celle du matériau de base est obtenue, sans aucune explication évidente.

La densité de l’acier 316L WAAM élaboré a été mesurée à 98,8 % par la méthode d’Archimède. Cette valeur relativement basse est due à la présence de pores millimétriques localisés à certains espaces inter-cordons, principalement dans les trois quarts supérieurs des blocs fabriqués. Dans le but de caractériser un matériau sain et représentatif de celui susceptible d’être utilisé pour des applications industrielles, le prélèvement des échantillons pour les caractérisations microstructurales et des éprouvettes d’essais mécaniques est réalisé dans le premier quart inférieur des blocs, permettant ainsi de s’affranchir de cette porosité. L’absence de porosité des zones analysées est contrôlée par observations métallographiques. Une attention particulière est également accordée aux faciès de rupture afin de vérifier que les propriétés obtenues lors des essais mécaniques sont bien indépendantes de la porosité, ce qui a toujours été le cas au cours de cette étude, aucun pore n’ayant été détecté sur les faciès de rupture des éprouvettes testées.

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C
Fil d’apport	Base	18,4	11,1	1,8	2,6	0,8	0,02	0,01	0,03
Acier WAAM	Base	17,9	10,7	1,7	2,5	0,6	0,05	0,10	0,04
Poudre A (LPBF)	Base	17,7	13,0	0,6	2,0	0,8	0,03	0,08	0,02

Tableau V.1 : Composition chimique de l’acier 316L WAAM (en pourcentages massiques). Analyses réalisées par la société Elektrowerk Weisweiler GmbH. Rappel de la composition de la poudre utilisée pour la fabrication de l’acier LPBF A, pour comparaison (cf. Tableau II.1)

V.1.2 Traitements thermiques

Suivant une approche similaire à celle appliquée à l’acier 316L LPBF, les matériaux WAAM sont soumis, après fabrication, à différents traitements thermiques dans le but d’obtenir des états microstructuraux variés. Dans une optique de comparaison avec l’acier 316L LPBF, les mêmes températures de 600 °C, 900 °C et 1200 °C sont choisies, ainsi que, pour les traitements à 600 °C et 900 °C les mêmes temps de maintien en température. Le temps de traitement à 1200 °C n’est quant à lui que de 30 min, l’évolution à haute température de ce matériau étant différente de celle de l’acier 316L LPBF (cf. section V.2.4). Les traitements thermiques appliqués à l’acier 316L WAAM sont donc :

- un traitement à 600 °C pendant 1 heure, refroidissement sous air (nommé dans la suite traitement TT600), ayant pour but l’obtention d’une microstructure détensionnée (l’état microstructural qui en résulte est considéré dans la suite comme l’état de référence pour l’étude du comportement à rupture de l’acier 316L WAAM),
- un traitement TT600 + 900 °C pendant 1 heure, refroidissement par trempe à l’eau (nommé dans la suite traitement TT900), ayant pour but une restauration du matériau mais conduisant également à la précipitation de phase sigma (cf. section I.4.1.2.1, cet état sera nommé « état sigmatisé » dans la suite),
- un traitement TT600 + 1200 °C pendant 30 minutes, refroidissement par trempe à l’eau (nommé dans la suite traitement TT1200), ayant pour but l’obtention d’une microstructure recristallisée.

Dans la suite, les dénominations TT600, TT900 et TT1200 sont utilisées pour désigner les différents états microstructuraux obtenus à l’issue de ces traitements.

Par ailleurs, dans le but de caractériser la cinétique de recristallisation de cet acier à 1200 °C, comme cela avait été fait pour les aciers LPBF, des traitements additionnels à 1200 °C, de 5 à 60 min de temps de maintien, sont également appliqués au matériau brut de fabrication.

V.2 Evolution microstructurale en température de l’acier 316L WAAM

V.2.1 Microstructure brute de fabrication

La microstructure de l’acier 316L WAAM brut de fabrication est composée de grains colonnaires pouvant atteindre plusieurs millimètres de long (Figure V.1a). En accord avec ce qui est rapporté dans la littérature (*cf.* section I.4.1.1.1), dans les cœurs des bains de fusion les grains sont orientés depuis les bords des bains (visibles sur la Figure V.1b) vers la source de chaleur, ce qui témoigne d’une croissance principalement selon le gradient thermique lors de la solidification. Dans les zones refondues, les grains sont alignés selon la direction de construction (BD). Comme dans le cas des aciers LPBF, la diversité des orientations des grains ne permet pas la détermination de tailles de grains pertinentes. En effet, la méthode des intercepts linéaires donne une taille moyenne de grains de 400 μm dans la direction perpendiculaire à la direction de construction contre 500 μm dans la direction parallèle à la direction de construction. Ces valeurs ne rendent pas compte du caractère colonnaire des grains ni de leurs tailles millimétriques cependant bien visibles.

Concernant les orientations cristallographiques des grains, une texture $\langle 001 \rangle$ marquée est observée dans la direction de dépôt de fil (SD) (Figure V.2). Contrairement à ce qui est rapporté par la littérature (*cf.* section I.4.1.1.1), aucune texture particulière n’est présente selon la direction de construction. Ce résultat est toutefois à nuancer : la zone caractérisée, bien que grande pour une analyse EBSD ($5 \times 7 \text{ mm}^2$), n’englobe qu’un seul bain de fusion entier et ne comprend qu’une centaine de grains. Des analyses à une plus grande échelle seraient par conséquent nécessaires pour avoir une estimation plus exacte de la texture du matériau.

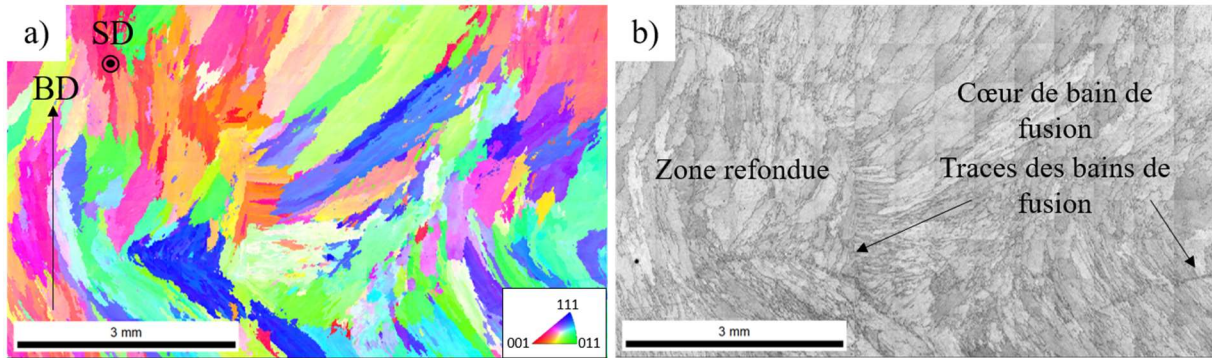


Figure V.1 : a) Cartographie EBSD codée en mode IPF (selon BD) de la microstructure de l'acier 316L WAAM brut de fabrication (BD : direction de construction, SD : direction de dépôt du fil ; pas de mesure de 10 μm) ; b) cartographie correspondante en indice de qualité d'image.

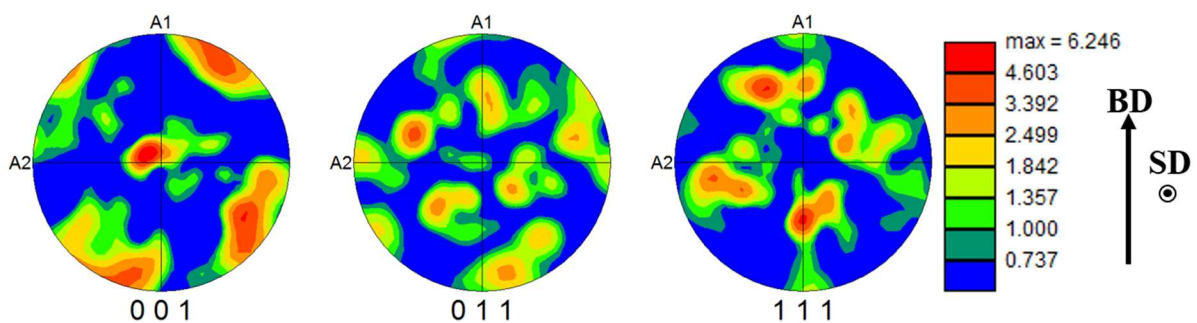


Figure V.2 : Figures de pôles de la microstructure de l'acier 316L WAAM brut de fabrication (mesure réalisée à partir de la cartographie de la Figure V.1a, environ 100 grains).

A une échelle plus fine, l'acier 316L WAAM possède une microstructure intragranulaire biphasée austénite / ferrite δ (Figure V.3). Des mesures de sigmamétrie (cf. Annexe 1) ont permis de mesurer une fraction de ferrite δ de 5,8 % en volume correspondant à ce qui est généralement rapporté dans la littérature pour ce matériau (cf. I.4.1.1.2). Dans un plan parallèle à la direction de construction, les domaines ferritiques se présentent sous la forme de dendrites de plusieurs centaines de micromètres de long (Figure V.3c). L'espace entre les bras primaires de ces dendrites est de l'ordre de 100 μm , celui entre les bras secondaires, de l'ordre d'une dizaine de μm . La morphologie « en dentelle » de ces domaines ferritiques (ou *lacy* pour le terme anglais plus communément employé), ou encore vermiculaire, est caractéristique d'une solidification selon le mode ferrite – austénite (FA) [2].

Les compositions chimiques de l'austénite et de la ferrite δ , déterminées par STEM/EDX (Tableau V.2) sont significativement différentes : en effet, par rapport à l'austénite, la ferrite δ est enrichie en éléments Cr (+ 30 %) et Mo (+ 55 %) et appauvrie en Ni (- 50 %). La composition chimique globale déterminée par la pondération des compositions de ces phases par leur fraction volumique donne cependant des résultats sensiblement différents de la composition nominale déterminée sur l'acier massif (Tableau V.1). Des teneurs en Cr et Mo supérieures sont obtenues (respectivement + 6% et + 16% par rapport à la composition nominale) alors que la concentration en Ni apparaît plus faible (- 10 % par rapport à la composition nominale). Ces différences de composition entre les résultats des analyses MET

et des mesures physico-chimiques sur des échantillons massifs sont sûrement dues à un gradient de composition dans les phases δ et γ .

Les observations MET des deux phases (Figure V.4) montrent, de manière qualitative, que celles-ci comportent des densités de dislocations significativement élevées, tout du moins par rapport à un acier recristallisé. Cependant, aucune organisation particulière de ces dislocations (par exemple en cellules comme dans l'acier 316L LPBF) n'est visible.

Il est important de remarquer que cette microstructure brute de fabrication n'est pas brute de solidification, la superposition des passes de dépôt de fil ayant pour effet la réaffectation thermique des couches solidifiées. Cependant, cette réaffectation thermique ne paraît avoir que peu d'effet sur la microstructure brute de solidification : aucune précipitation de phases secondaires n'est constatée dans la ferrite (ce qui est sûrement dû à une bonne maîtrise de la température inter-passe lors de la fabrication, cf. Annexe 1).

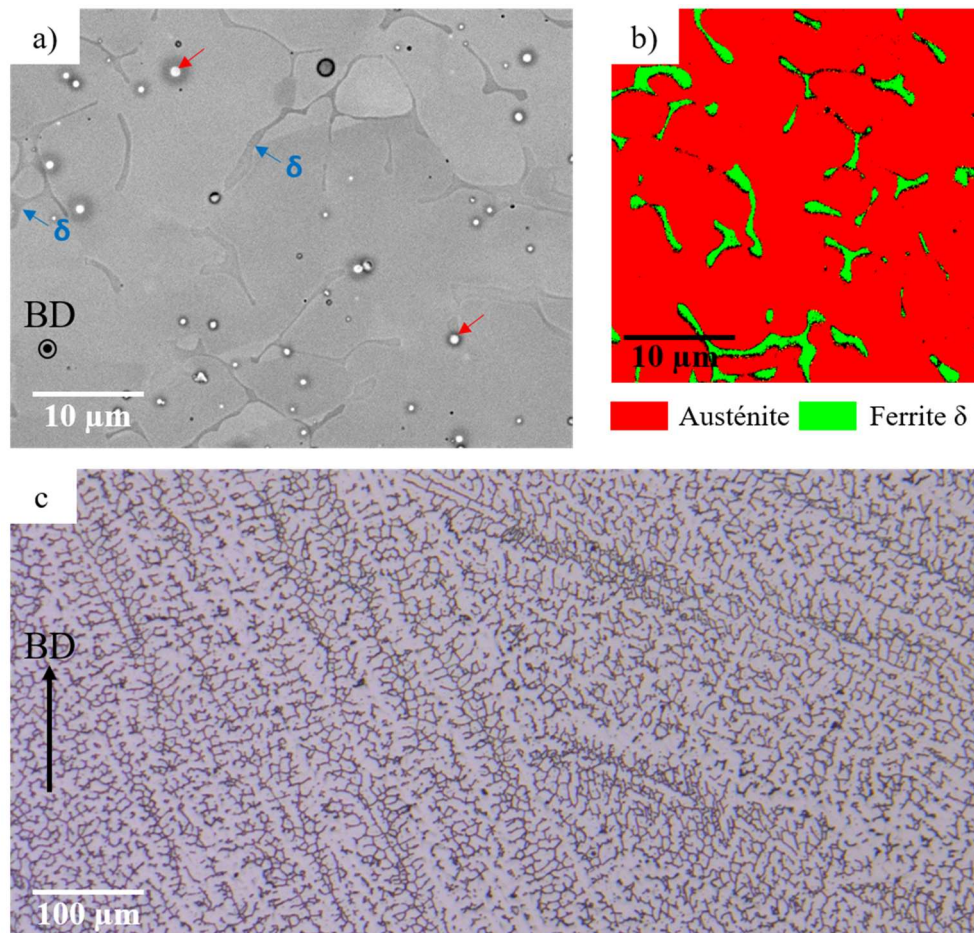


Figure V.3 : a) Microstructure intragranulaire de l'acier 316L WAAM brut de fabrication (MEB/BSE ; domaines ferritiques pointés par des flèches bleues, inclusions pointées par des flèches rouges ; BD : direction de construction) ; b) Cartographie de phases obtenue par EBSD d'une zone semblable à celle présentée en a) : indexation des phases austénite et ferrite δ (les pixels noirs correspondent aux pixels ayant un indice de confiance inférieur à 0,1) ; c) Micrographie optique (après attaque électrochimique à l'acide oxalique) de la microstructure biphasée de l'acier 316L WAAM dans un plan parallèle à la direction de construction BD (ferrite en noir).

	% vol.	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si
Austénite	94,2	65	19	10	2,0	2,7	0,6
Ferrite δ	5,8	63	25	5,1	1,7	4,2	0,8
Composition globale calculée	-	65	19	9,7	2,0	2,9	0,6

Tableau V.2 : Pourcentage volumique et composition chimique (en % massiques) de l’austénite et de la ferrite δ de l’acier 316L WAAM mesurée par STEM/EDX (seuls les principaux éléments sont reportés dans le tableau). Composition chimique globale calculée (pondération de la composition de chaque phase par sa fraction volumique, les inclusions ne sont pas prises en compte dans cette analyse).

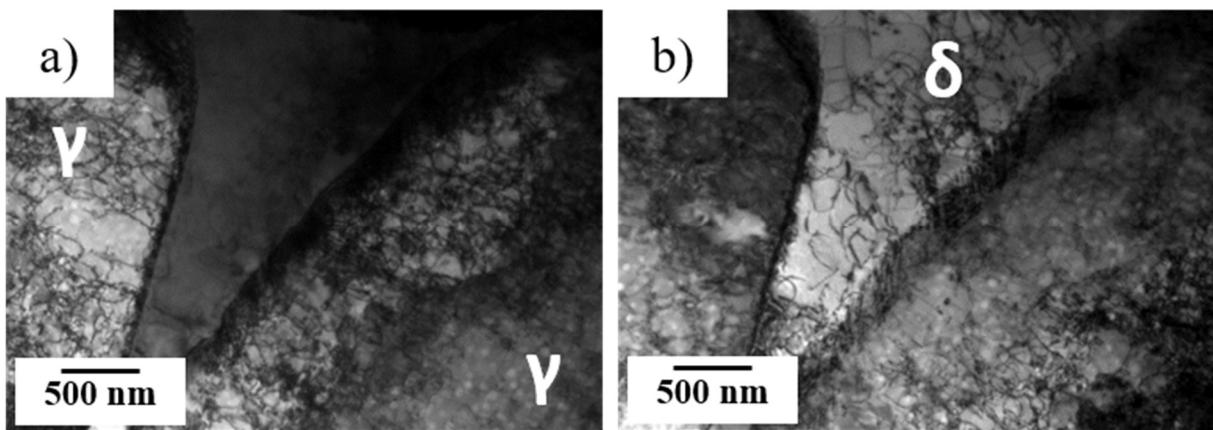


Figure V.4 : Organisation des dislocations dans l’acier 316L WAAM brut de fabrication : a) austénite, b) ferrite (images MET champ clair, proche d’un axe de zone [011]).

En plus de la ferrite δ , la microstructure brute de fabrication de l’acier 316L WAAM comporte une population d’inclusions sphériques sub micrométriques (flèches rouges sur la Figure V.3a). Leur diamètre moyen est de l’ordre de 500 ± 270 nm pour une population de tailles allant de 150 nm à plus d’un micromètre (Figure V.5a). Leur fraction volumique et leur densité surfacique en nombre sont respectivement 0,5 % et 10^{10} m^{-2} . La quantification de la composition chimique de quelques-unes de ces particules (un exemple est donné sur la Figure V.5b) indique que celles-ci sont principalement composées des éléments O, Si et Mn. Le fait que ces inclusions soient des silicates de manganèse, comme c’est le cas dans l’acier 316L LPBF, est par conséquent une hypothèse plausible. Cependant, bien que la majorité des inclusions présente les mêmes caractéristiques morphologiques, laissant supposer une même nature, le fait que seul un petit nombre d’entre elles ait été précisément caractérisé ne permet pas d’exclure la présence de particules de natures différentes.

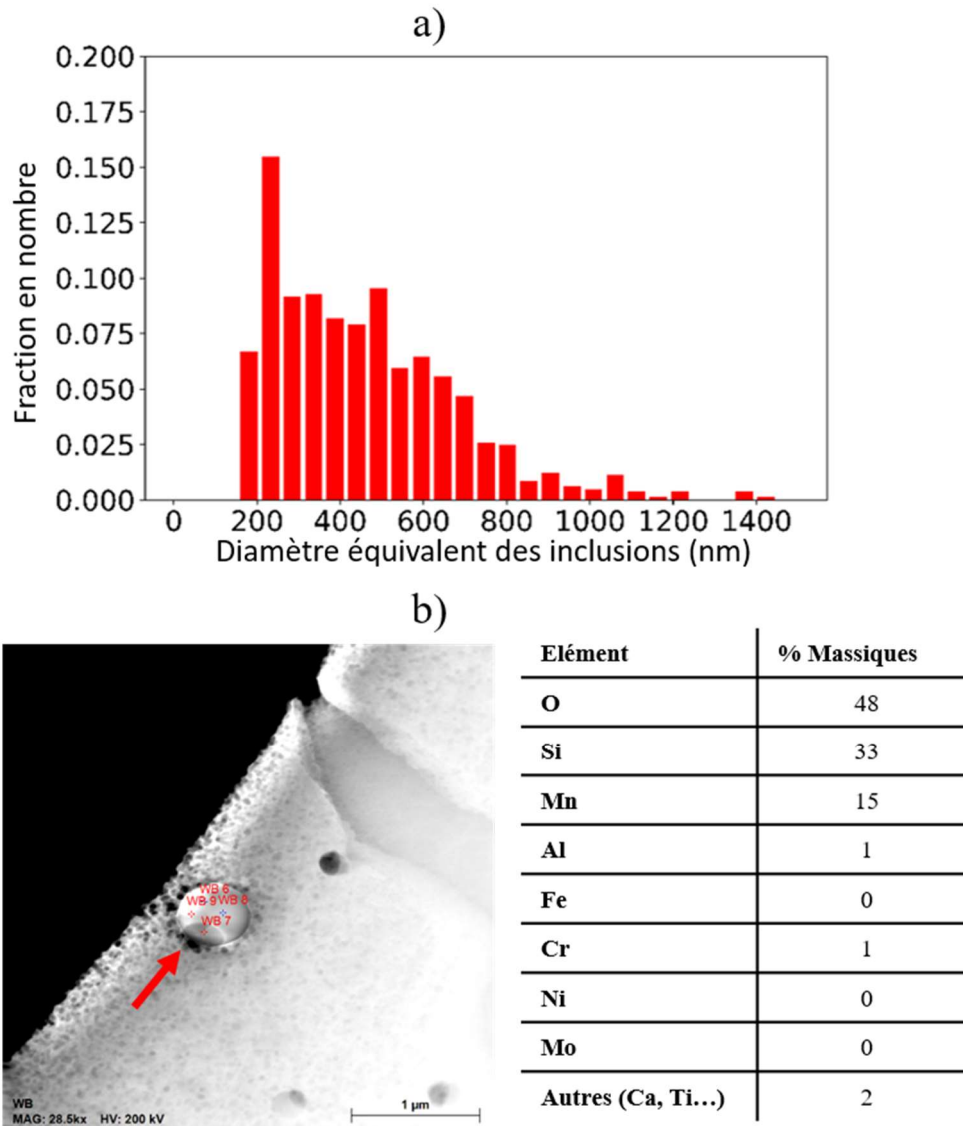


Figure V.5 : a) Distribution en nombre des diamètres de cercles équivalents aux inclusions présentes dans la microstructure de l'acier 316L WAAM (échantillon de 500 particules) ; b) Image STEM HAADF d'une de ces inclusions (pointée par la flèche rouge) et quantification de sa composition chimique par EDX.

V.2.2 Etat détensionné (TT600)

A l'état détensionné (TT600), l'acier 316L WAAM conserve la structure de grains colonnaire de l'état brut de fabrication (Figure V.6a). L'effet d'échantillonnage de l'analyse EBSD est cependant bien visible : seules les zones refondues sont visibles sur la Figure V.6a. A l'échelle intragranulaire, la microstructure est également globalement inchangée : la ferrite δ et les inclusions sub micrométriques sont toujours observées, et dans des proportions et morphologies similaires à celles de l'état brut de fabrication (Figure V.6b). Cependant, la précipitation d'une phase est constatée au sein des domaines ferritiques (Figure V.6c). Wang *et al.*, qui observent ce même phénomène à la température de 650 °C,

l'identifient à la phase σ , sans toutefois présenter les caractérisations nécessaires pour le prouver (*cf.* section I.4.1.2.1). Cette hypothèse est cependant cohérente avec l'équilibre des phases prévu par les calculs Thermocalc pour la composition de la ferrite : à 600 °C à l'équilibre, environ 40 % de la ferrite est transformée en phase σ (Figure V.7a). Néanmoins, la microstructure de l'acier 316L WAAM TT600 n'est très certainement pas à l'équilibre, n'ayant été soumise qu'à un maintien en température de seulement 1 h. Il est alors possible que cette phase soit la phase χ , métastable et ayant une cinétique de précipitation plus rapide que la phase σ à 600 °C [51]. Cette hypothèse est confortée par l'observation de cette phase χ , suite à un traitement thermique proche (650 °C 1 h), dans les domaines ferritiques des aciers 316L (N) soudés (comme c'est le cas dans la thèse de B. Py-Renaudie [162]). Des caractérisations plus précises, nécessaires à la détermination de la nature de cette phase, n'ont cependant pas été réalisées dans le cadre de cette étude¹². Les calculs Thermocalc prévoient également la transformation de 20 % de l'austénite en phase σ à 600 °C (Figure V.7b). Le fait que la phase σ ne soit observée que dans les domaines ferritiques confirme le caractère métastable de la microstructure de l'acier WAAM TT600.

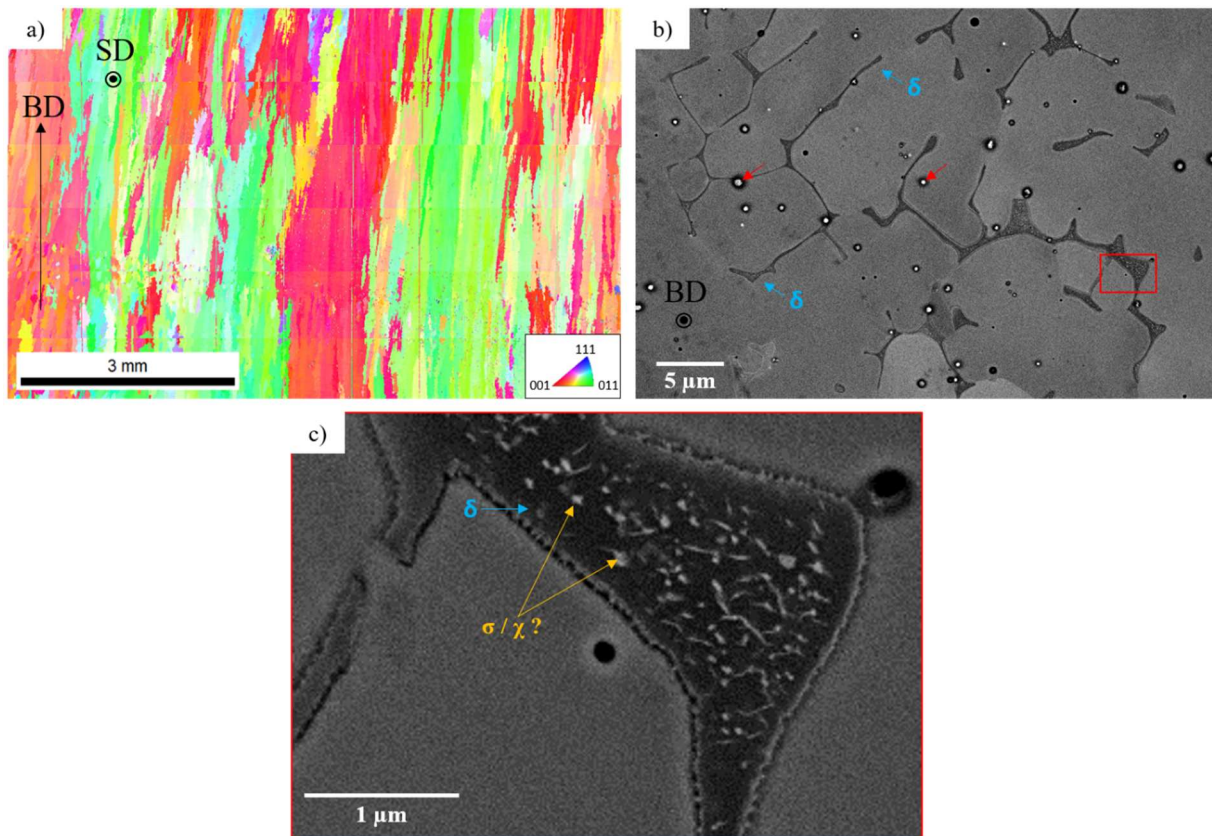


Figure V.6 : a) Cartographie EBSD codée en mode IPF (selon BD) de la microstructure de l'acier 316L WAAM TT600 (BD : direction de construction, SD : direction de dépôt du fil ; pas de mesure de 10 µm) ; b) microstructure intragranulaire (MEB/BSE) ; c) image à plus fort grandissement de la zone encadré en b). Identification des phases en présence : ferrite δ , potentielles phases σ ou χ au sein des domaines ferritiques, oxydes (flèches rouges).

¹² C'est en revanche le cas dans la thèse de Léo Monier (à l'Université Grenoble Alpes), travaillant également sur le même acier 316L WAAM : ses analyses MET apparaissent confirmer l'hypothèse de la phase χ .

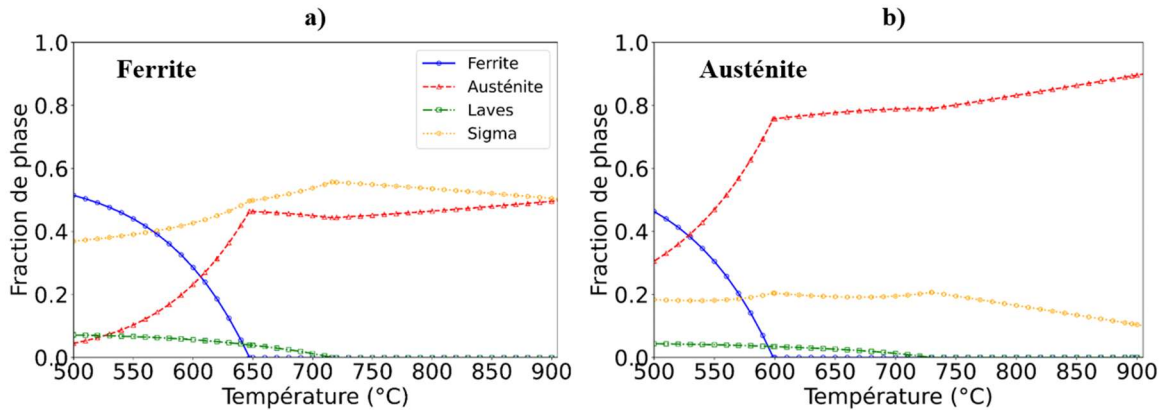


Figure V.7 : Calcul des fractions de phases à l’équilibre (ThermoCalc) pour les compositions a) de la ferrite et b) de l’austénite mesurées par MET dans l’acier 316L WAAM (cf. Tableau V.2).

A l’état TT600, l’acier 316L WAAM de l’étude a une dureté similaire à celle à l’état brut de fabrication (Tableau V.3). Ce résultat est cohérent avec l’évolution des propriétés en traction rapportée par la littérature : après traitement à 650 °C pendant 1 h, Wang *et al.* constatent une légère baisse de la limite d’élasticité du matériau par rapport à l’état brut de fabrication (- 6 %), ainsi qu’une résistance mécanique faiblement supérieure (+ 5 %) [110] (cf. section I.4.2.1). La précipitation des phases σ ou χ au sein des domaines ferritiques ne semble donc pas avoir d’influence significative sur la dureté globale du matériau, du moins dans les proportions induites par le traitement à 600 °C.

316L WAAM	Etat brut	TT600	TT900	TT1200
Dureté HV ₁₀	210 ± 10	215 ± 10	220 ± 10	160 ± 10

Tableau V.3 : Dureté (HV₁₀) de l’acier 316L WAAM aux états brut de fabrication, TT600, TT900 et TT1200.

V.2.3 Etat sigmatisé (TT900)

Tout comme à l’état TT600, aucun changement significatif de la structure de grains de l’acier WAAM n’est observé à l’état TT900 par rapport à son état brut de fabrication (Figure V.8a). A l’échelle intragranulaire, la transformation d’une fraction significative des domaines ferritiques en une nouvelle phase (apparaissant en gris clair sur les Figures V.8b et c) est observée. Cette phase est identifiée dans la littérature comme étant de la phase σ (cf. section I.4.1.2.1) et est attendue en quantité significativement supérieure dans la ferrite (env. 50 %) par rapport à l’austénite à la température de 900 °C (env. 15 %, Figure V.7). Bien que la disparition totale de ferrite δ soit prédite par les calculs ThermoCalc à l’équilibre à cette température (Figure V.7), certains domaines ferritiques sont toujours visibles dans la microstructure, indiquant une dissolution seulement partielle de la ferrite après 1 h de traitement (Figure V.8c). Les inclusions présentes dans les microstructures brutes de fabrication et TT600 sont quant à elles toujours observées à cet état (flèches rouges sur la Figure V.8b).

Concernant la dureté, aucune évolution significative n’est constatée par rapport aux états bruts de fabrication et TT600 (Tableau V.3). L’adoucissement potentiellement causé par une restauration du

matériau, au moins partielle, plausible à la température de 900 °C apparaît donc compensé par la précipitation de la phase σ au sein des domaines ferritiques.

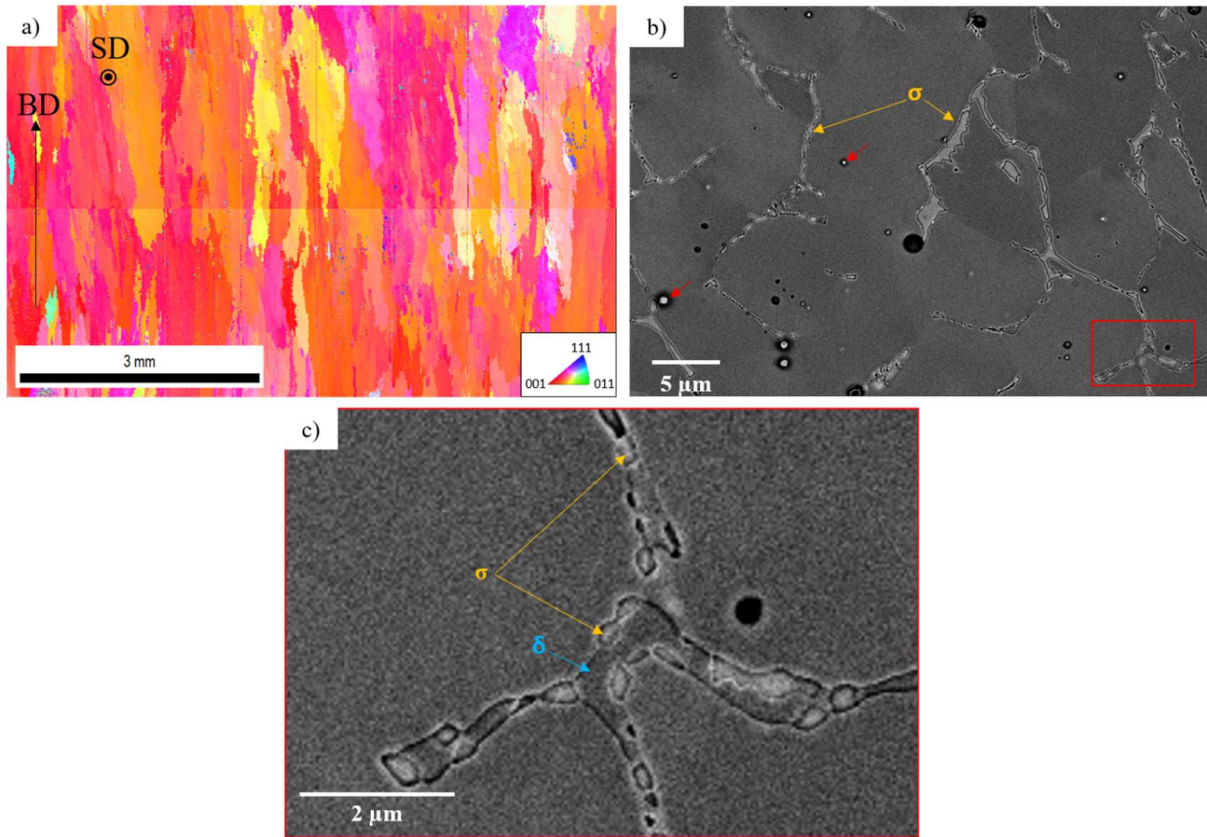


Figure V.8 : a) Cartographie EBSD codée en mode IPF (selon BD) de la microstructure de l'acier 316L WAAM TT900 (BD : direction de construction, SD : direction de dépôt du fil ; pas de mesure de 10 μm) ; b) microstructure intragranulaire (MEB/BSE) ; c) image à plus fort grandissement de la zone encadrée en b). Identification des phases en présence : ferrite δ , phase σ , oxydes (flèches rouges).

V.2.4 Evolution à 1200 °C et état recristallisé (TT1200)

Comme pour l'acier 316L LPBF, une attention particulière a été apportée à l'évolution de l'acier 316L WAAM à haute température en vue de l'obtention d'un état recristallisé et totalement austénitique (TT1200). La Figure V.9a présente la cinétique de recristallisation de ce matériau à 1200 °C. Comme dans le cas des aciers LPBF de cette étude, la recristallisation apparaît inhibée dans l'acier 316L WAAM par rapport à un acier 316L conventionnel : elle ne débute en effet qu'après 5 à 10 min de traitement pour n'être complète qu'au bout de 30 min de maintien en température. De manière concomitante avec la recristallisation, une diminution de la fraction de ferrite δ est observée lors du traitement à 1200 °C (Figure V.9b). La cinétique de décomposition de la ferrite en austénite est cependant plus rapide, au démarrage, que celle de la recristallisation : après 5 min de traitement, la fraction de ferrite diminue de 50 % alors que la recristallisation n'a pas débuté. Concernant les oxydes, leur diamètre moyen reste constant lors du traitement à 1200 °C (Figure V.9c).

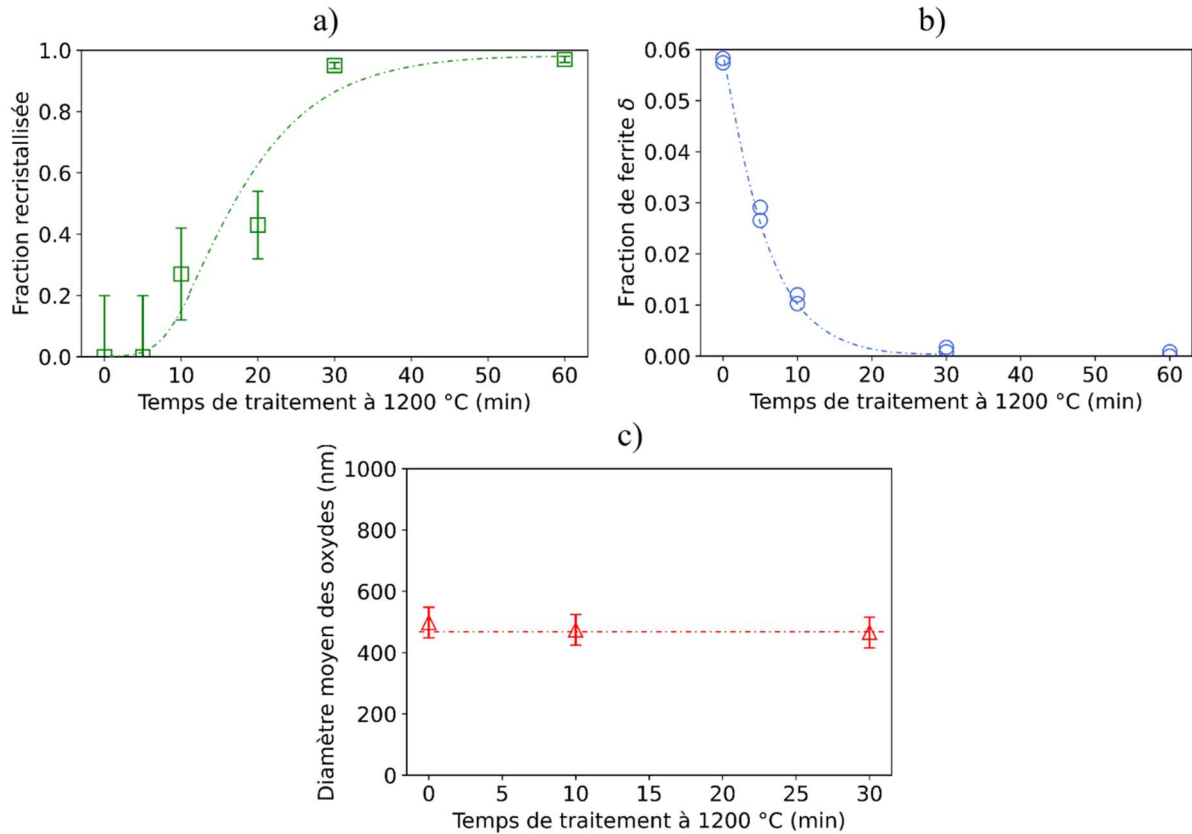


Figure V.9 : a) Cinétique de recrystallisation de l'acier 316L WAAM à 1200 °C (voir Annexe 1 pour le calcul des fractions recrystallisées et des barres d'erreur), b) fraction volumique de ferrite δ dans la microstructure de l'acier 316L WAAM (mesure par sigmamétrie, cf. Annexe 1) en fonction du temps de traitement à 1200 °C, c) diamètre moyen des inclusions sphériques (oxydes) à la même température.

L'analyse EBSD d'un échantillon d'acier WAAM en début de recrystallisation (après traitement de 10 min à 1200 °C) permet de constater que la germination des grains recrystallisés se fait aux joints de grains austénitiques de la microstructure brute de fabrication (Figure V.10a). La faible quantité de nouveaux grains formés à l'intérieur des grains austénitiques (observation purement qualitative) indique que les interfaces γ/δ présentes dans la microstructure intragranulaire de l'acier 316L WAAM ne semblent pas jouer un rôle significatif dans la germination des grains recrystallisés, contrairement à ce qui peut être observé pour l'acier 316L forgé contenant également de la ferrite vermiculaire [163]. Toutefois, cette supposition est à nuancer au vu de la précision des moyens de caractérisation mis en œuvre. Le pas des cartographies EBSD réalisées pour le suivi de la recrystallisation de l'acier WAAM étant de 10 μm , l'observation des premiers instants de la recrystallisation et des germes en eux-mêmes (de tailles inférieures à une dizaine de micromètres) n'est pas possible.

Dans l'hypothèse d'une germination aux joints de grains, l'espacement minimal important des sites de germination, soit la taille de grains dans la direction orthogonale à BD et à SD (400 μm), peut alors contribuer à la lente cinétique de recrystallisation de cet acier comparé à un acier 316L forgé [164]. En effet, plus les sites de germination sont espacés, plus leur densité en nombre est faible et plus la probabilité de germination est faible. De même, l'étape de croissance de grain nécessaire à la

recristallisation totale du matériau est d'autant plus longue que l'espacement entre les sites de germination est important. Concernant la ferrite, l'analyse des régions non recristallisées montre une morphologie globulaire après 10 min à 1200 °C (Figure V.10b), ce qui est en accord avec les évolutions microstructurales décrites dans la littérature (*cf.* section I.4.1.2.1).

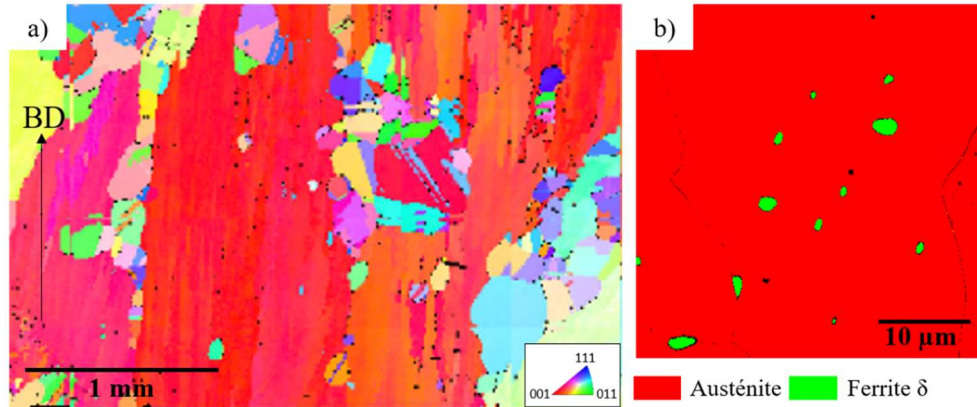


Figure V.10 : Microstructure de l'acier 316L WAAM après 10 min de traitement à 1200 °C : a) Cartographie EBSD codée en mode IPF (selon BD) montrant la formation de grains recristallisés aux joints des grains de la microstructure brute de fabrication (pas de mesure de 10 µm), b) cartographie de phases de la microstructure intragranulaire : globulisation de la ferrite.

Contrairement à ce qui est observé dans l'acier 316L LPBF, la contribution de la population d'oxydes à la lente cinétique de recristallisation de l'acier 316L WAAM apparaît relativement limitée. En effet, après 30 min de traitement à 1200 °C, la microstructure du matériau, quasiment recristallisée (Figure V.9a), ne présente qu'une faible proportion d'oxydes localisés aux joints de grains (Figure V.11a), ce qui traduit un épinglage des joints par les oxydes relativement limité au cours de la recristallisation. Ce faible effet d'épinglage peut être dû aux tailles importantes des oxydes dans l'acier WAAM impliquant une pression d'épinglage P_{SZ} faible [69], [70]. Le calcul de la pression de Smith-Zener, sur la base de la méthodologie présentée au Chapitre II (équation II.3), donne en effet une valeur de P_{SZ} égale à $4,5 \cdot 10^{-2}$ MPa, alors que celles calculées dans les aciers LPBF sont de l'ordre de $2 \cdot 10^{-1}$ MPa (*cf.* section II.2.2.2.6).

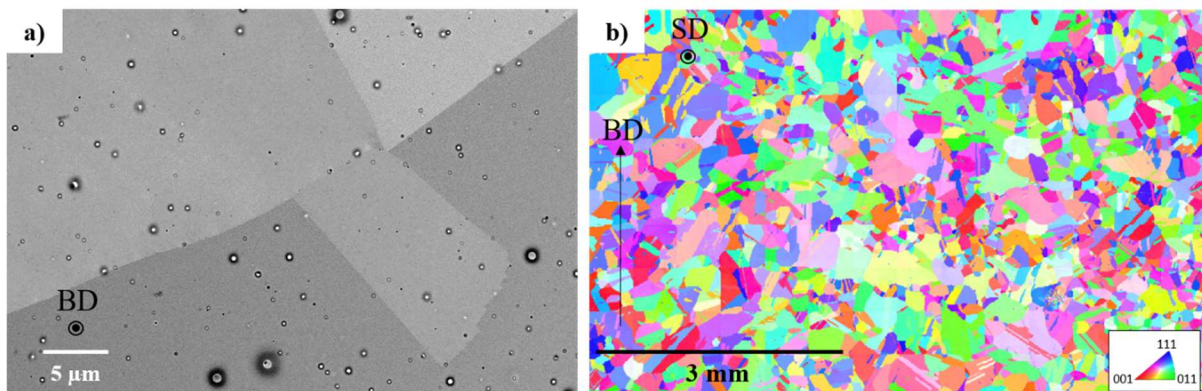


Figure V.11 : Microstructure de l'acier 316L WAAM après 30 min de traitement à 1200 °C : a) MEB/SE, b) Cartographie EBSD codée en mode IPF (selon BD).

L’absence d’épinglage significatif des joints de grains explique la stabilité de la taille des oxydes au cours du traitement à 1200 °C (Figure V.9c), la diffusion préférentielle de leurs éléments constitutifs aux joints de grains favorisant leur mûrissement (*cf.* section I.3.1.2.4) ne pouvant pas avoir lieu.

La microstructure recristallisée de l’acier 316L WAAM, après 30 min de traitement à 1200 °C, est composée de grains équiaxes (Figure V.11b), de taille moyenne $310 \pm 10 \mu\text{m}$ dans les directions parallèle et perpendiculaire à BD. Elle est purement austénitique (toute la ferrite ayant été transformée). Cette taille de grains mesurée en fin de recristallisation est cohérente avec l’hypothèse, faite dans cette étude, de sites de germination aux joints de gains et espacés, au moins dans une direction, de plusieurs centaines de micromètres. Dans la suite de l’étude, cet état microstructural sera pris comme état TT1200, le traitement de 1 h ayant été exclu pour limiter la croissance des grains (diamètre moyen de $480 \pm 50 \mu\text{m}$ mesuré après 1200 °C 1 h).

La dureté du matériau recristallisé (TT1200), $160 \pm 10 \text{HV}_{10}$, est nettement plus basse que celle des autres états microstructuraux testés, de 210 à 220 HV_{10} (Tableau V.3). Ceci est cohérent avec l’adoucissement significatif obtenu après traitement à 1200 °C rapporté par la littérature et dû, malgré une diminution de la taille de grains, à la disparition des domaines ferritiques et à la diminution de la densité de dislocations induite par la recristallisation (*cf.* section I.4.2.1).

V.3 Comportement à rupture de l’acier 316L WAAM

Dans cette partie, le comportement à rupture de l’acier 316L WAAM est étudié à température ambiante et à – 193 °C. Pour cette étude, seuls des essais de résilience sont effectués. En raison de la présence de porosité dans les trois quarts supérieurs du bloc WAAM utilisé, rendant impossible l’usinage d’éprouvettes Charpy parallèlement à la direction de construction, une seule configuration de prélèvement est considérée. La direction de sollicitation est prise selon la direction de dépôt des cordons (perpendiculaire à la direction de construction) tandis que celle de propagation de fissure est selon la direction de construction (*cf.* Annexe 1). Cette configuration permet une comparaison directe avec le comportement à rupture de l’acier 316L LPBF donné par les éprouvettes de configuration H : les plans de propagation de fissure étant les mêmes au regard des directions principales de la pièce dans les deux cas.

V.3.1 Comportement à rupture à température ambiante

V.3.1.1 Comportement général et mécanismes de rupture

Etat détensionné (TT600)

A l’état détensionné (TT600), l’acier 316L WAAM a une résilience nettement inférieure à celle d’un acier 316 forgé / recristallisé, de l’ordre de 140J/cm^2 (Tableau V.4), ce qui est cohérent avec les quelques données disponibles dans la littérature (*cf.* section I.4.2.2). L’examen des courbes force – déplacement correspondantes (Figure V.12) indique que cette différence de résilience est due à des

forces et déplacements à l’amorçage de fissure plus faibles ainsi qu’à une propagation de fissure bien moins stable dans l’acier WAAM que dans un acier forgé (Tableau V.4). Le fait que les deux aciers aient des forces en fin de pente élastique (F_{gy}) similaires apparaît quant à lui être une coïncidence. L’acier WAAM a en effet une taille de grains bien plus grande que celle de l’acier forgé, ainsi qu’une texture $\langle 001 \rangle$ marquée selon la direction SD (Figure V.2) parallèle, dans le cas présent, à la direction de sollicitation. Une différence de densité de dislocations est également probable entre les deux aciers, sans toutefois avoir été caractérisée dans cette étude.

	KCV (J/cm ²)	F_{gy} (kN)	F_{max} (kN)	d_{max} (mm)
316L WAAM TT600	139	12	17	5,0
316L WAAM TT1200	220	10	16	6,5
316L forgé / recristallisé	400	11,5	19,5	8,5

Tableau V.4 : Valeurs de KCV, F_{gy} , F_{max} et d_{max} obtenues à température ambiante pour l’acier 316L WAAM aux états TT600 et TT1200 (moyennes entre les trois essais). Comparaison avec un acier 316L forgé / recristallisé [100].

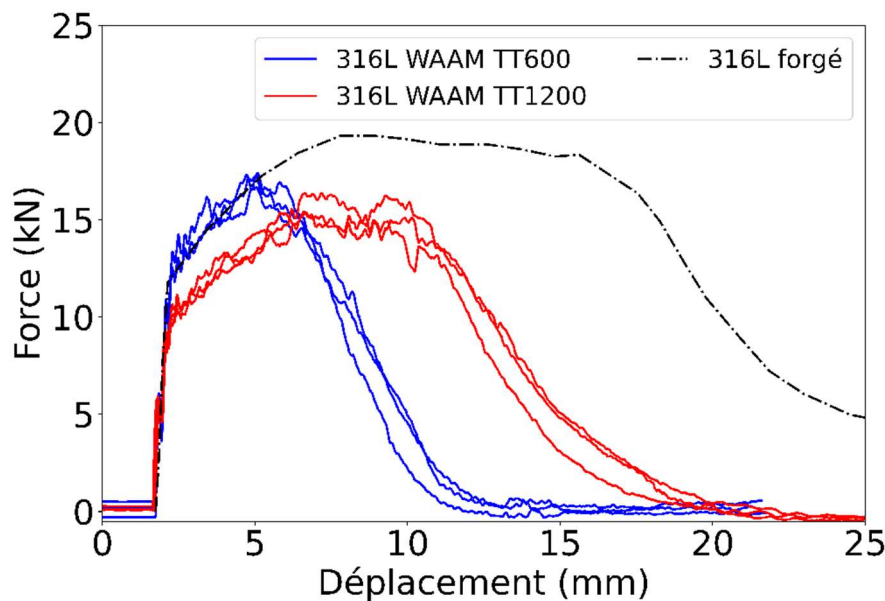


Figure V.12 : Courbes forces – déplacement des essais instrumentés réalisés sur l’acier 316L WAAM de l’étude aux états TT600 et TT1200 à température ambiante, comparaison avec la courbe d’un acier 316L forgé / recristallisé [100].

Les faciès de rupture de l’acier WAAM TT600 (dont un exemple est donné sur la Figure V.13a) ne présentent pas d’éléments particuliers identifiables à des grains ou à une éventuelle fissuration secondaire. La déformation importante des éprouvettes correspondantes (visible au bas de la Figure V.13a) témoigne du caractère ductile de la rupture, ce que confirme l’observation de faciès à cupules à plus fine échelle (Figure V.14a). La présence de particules non rompues en fond de cupules (flèches rouges sur la Figure V.14a) indique que la rupture ductile (transgranulaire) intervient ici par décohésion des interfaces particules / matrice. La taille moyenne des cupules observées sur les faciès est mesurée à

2900 ± 100 nm (cf. Annexe 1). Les particules situées en leurs fonds sont de tailles similaires à celles observées dans la microstructure de l’acier WAAM TT600 (quelques centaines de nanomètres à 1 µm, Figure V.6). Ainsi, comme dans le cas de l’acier 316L LPBF, les populations de particules que contient l’acier 316L WAAM (*a priori* principalement des oxydes, cf. section V.2.1) apparaissent comme les éléments microstructuraux contrôlant son mécanisme de rupture ductile. Elles sont également responsables de son amorçage de fissure précoce (F_{max} et d_{max} faibles) et de sa propagation de fissure instable, favorisée par la germination de cavités aux interfaces oxyde / matrice.

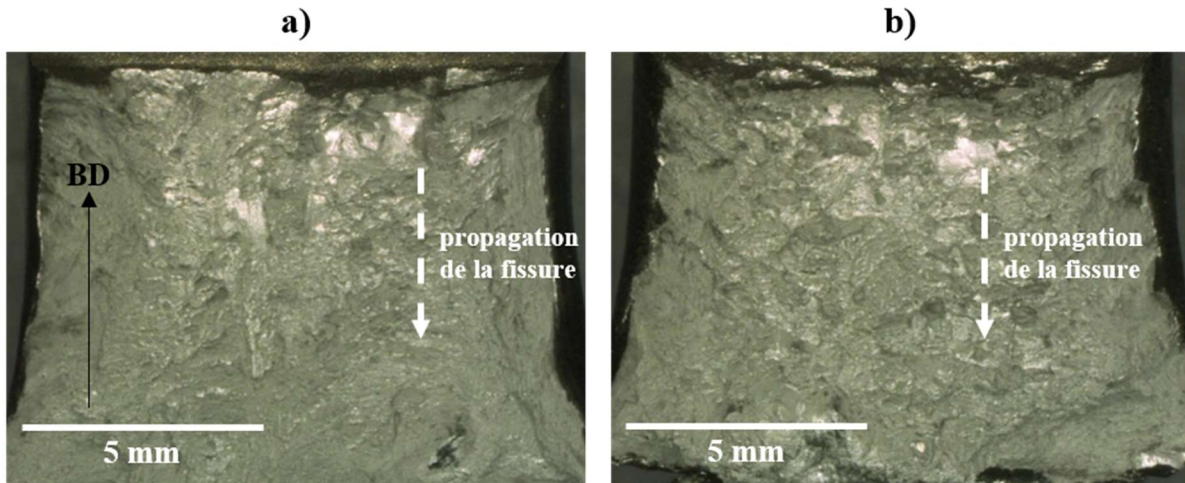


Figure V.13 : Macrographie optique des faciès de rupture des aciers a) 316L WAAM TT600 et b) 316L WAAM TT1200 après essai de choc Charpy à température ambiante (BD : direction de construction).

Etat sigmatisé (TT900)

L’observation de phase σ dans la microstructure de l’acier 316L WAAM à l’état TT900 (Figure V.8b) laisse supposer, avant même la réalisation d’essais mécaniques, une rupture potentiellement fragile du matériau à température ambiante (cf. section I.4.2.1). Dans le but de confirmer cette hypothèse et dans l’optique d’une gestion raisonnée des ressources réservées à cette étude, les essais de choc Charpy sont ici remplacés par un essai plus simple, dit « au marteau » (choc au marteau d’un barreau usiné par tronçonnage, cf. Annexe 1) qui, comme son nom l’indique, permet une première appréhension des mécanismes de rupture sans mettre en œuvre une campagne d’usinages et d’essais mécaniques standard coûteuse en matière, temps et argent. L’essai « au marteau » n’ayant pour but que l’observation des faciès de rupture, et non la caractérisation précise du comportement du matériau, ni même la détermination d’une valeur de résilience, les résultats pouvant en être tirés sont nettement plus succincts que ceux obtenus pour les aciers WAAM TT600 et TT1200. Toutefois, ils sont suffisants pour conclure quant au mécanisme général de rupture de l’acier 316L WAAM TT900 : le faciès de l’éprouvette « au marteau » correspondante présente en effet, sur la grande majorité de sa surface, des facettes de clivage caractéristiques d’une rupture fragile (Figure V.14b). La rupture étant principalement fragile, la résilience qui en découle peut être supposée très basse (de l’ordre de quelques dizaines de joules [126], [127]) et certainement inférieure à la norme de 125 J/cm² imposée par le code RCC-M, rendant l’utilisation de l’acier 316L WAAM à l’état TT900 impossible pour l’application industrielle envisagée dans cette étude.

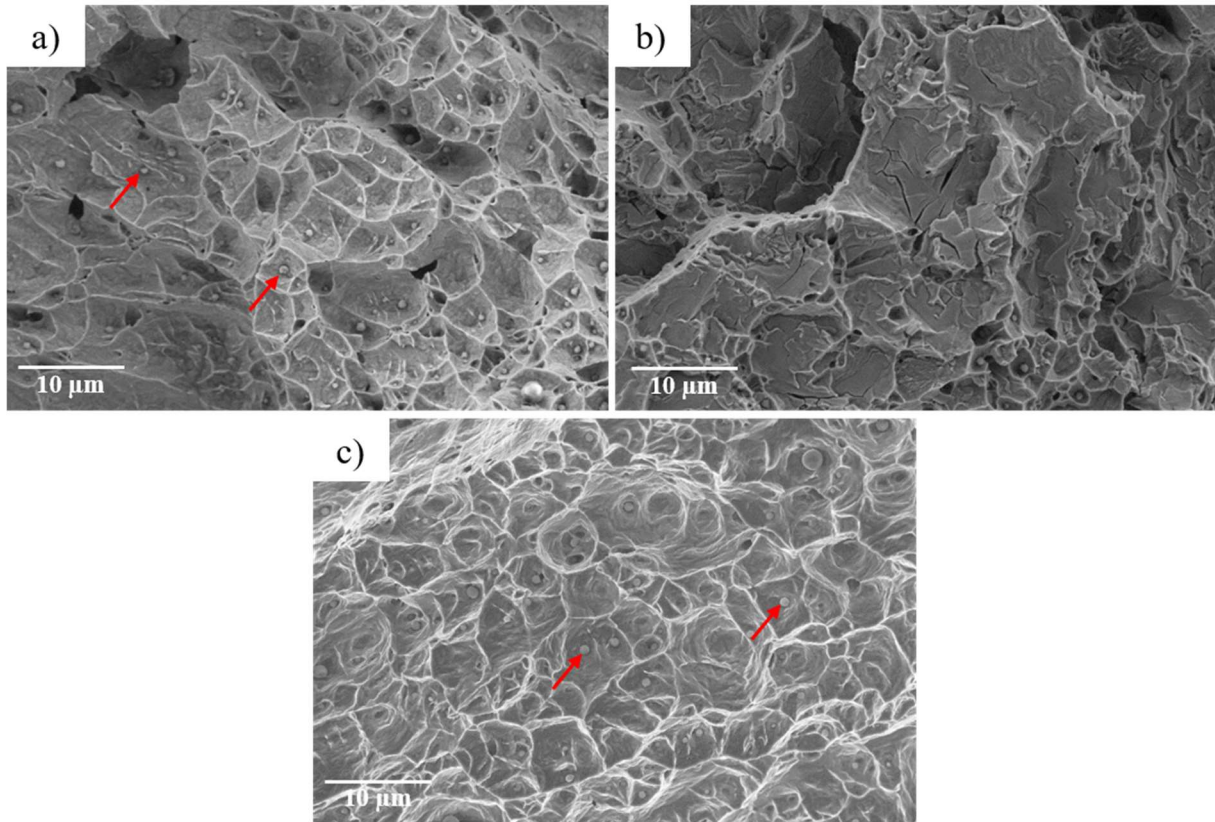


Figure V.14 : Faciès de rupture à température ambiante de l'acier 316L WAAM de l'étude aux états a) TT600 (essai Charpy), b) TT900 (essai « au marteau ») et c) TT1200 (essai Charpy). Les flèches rouges en a) et c) pointent sur des oxydes en fond de cupule.

Etat recristallisé (TT1200)

A l'état TT1200, l'acier 316L WAAM a une résilience nettement supérieure (220 J/cm^2 soit environ + 60 %) qu'à l'état TT600. Si la contribution à la résilience de la baisse de F_{gy} par rapport à l'état TT600 (Tableau V.4), due à l'adoucissement du matériau après traitement à 1200 °C (Tableau V.3), apparaît globalement compensée par l'augmentation de d_{max} , la principale cause de l'augmentation de la résilience à l'état TT1200 est l'augmentation significative de la stabilité de sa propagation de fissure. En effet, les courbes force – déplacement correspondantes (Figure V.12) présentent après amorçage un plateau de faible pente caractéristique d'une propagation stable, similaire à celle de l'acier forgé / recristallisé. De manière cohérente, les éprouvettes Charpy apparaissent significativement déformées après les essais (déformation visible sur la partie basse du faciès de la Figure V.13b) et présentent un faciès de rupture ductile (Figure V.14c). Des cupules et des particules sphériques non rompues (flèches rouges sur la Figure V.14c) de tailles similaires à celles de l'état TT600 y sont observées. La recristallisation n'a donc pas d'influence significative sur le mécanisme de rupture de l'acier 316L WAAM, ce qui est cohérent avec le peu de changement qu'elle induit sur la taille et la localisation des particules que celui-ci contient (*cf.* section V.2.4). En conséquence, un traitement à 1200 °C ne paraît qu'être bénéfique aux propriétés à rupture de l'acier 316L WAAM du fait de l'augmentation de ductilité qu'il cause suite à la recristallisation du matériau (*cf.* section I.4.2.1). La résilience obtenue est cependant bien inférieure (presque de moitié) à celle de l'acier 316L forgé, ce qui pourrait être imputé à la faible valeur de F_{gy} de l'acier 316L WAAM TT1200 (Tableau V.4),

probablement due à sa taille de grains importante (310 μm contre environ 60 μm pour l’acier forgé / recristallisé de la Figure V.12 [100]), et à la présence des oxydes induisant une densité importante de sites de germination de cavités et limitant la stabilité de la propagation de fissure. La comparaison avec l’acier 316L LPBF, sur lequel les traitements à haute température ont un effet radicalement différent (*cf.* Chapitre III), sera abordée dans la partie V.4.

V.3.1.2 Mécanismes de déformation

Les Figures V.15a, c et e présentent les analyses EBSD réalisées sur une coupe longitudinale, juste sous le faciès de rupture, d’une éprouvette Charpy d’acier 316L WAAM TT600 dans le but de caractériser les mécanismes de déformation de ce matériau à température ambiante. Ceux-ci apparaissent impliquer du glissement de dislocations et un maclage mécanique conséquent (les joints $\Sigma 3$ identifiables lors de l’exploitation des données EBSD sont tracés en rouge sur la Figure V.15c). Le caractère non rectiligne des macles indique que le glissement de dislocations intervient également après le maclage. Le rôle des domaines ferritiques (en vert sur la Figure V.15e) sur les mécanismes de déformation de cet acier est difficile à évaluer compte tenu de la petite taille de la zone analysée (au regard de la microstructure). Il semble cependant que les zones intensément maclées de la Figure V.15a ne contiennent que peu de particules de ferrite δ , à l’inverse de celles où le maclage apparaît moins présent. Un potentiel effet d’inhibition du maclage mécanique par les domaines ferritiques est donc à envisager.

Concernant l’acier WAAM TT1200, comme à l’état TT600, les mécanismes de déformation impliquent du glissement de dislocations et du maclage mécanique (Figure V.15b et d). La taille relativement réduite de la zone analysée, au regard de la microstructure, ne permettant pas une comparaison quantitative des mécanismes de déformation des états TT600 et TT1200, aucune conclusion ne peut être tirée quant à leur éventuelle évolution suite à la recristallisation. De manière cohérente avec la disparition de la ferrite concomitante à la recristallisation (*cf.* section V.2.4) et avec l’absence de formation de martensite lors de la déformation à température ambiante de l’acier 316L conventionnel [93], la microstructure déformée de l’acier 316L WAAM TT1200 est purement austénitique (Figure V.15c).

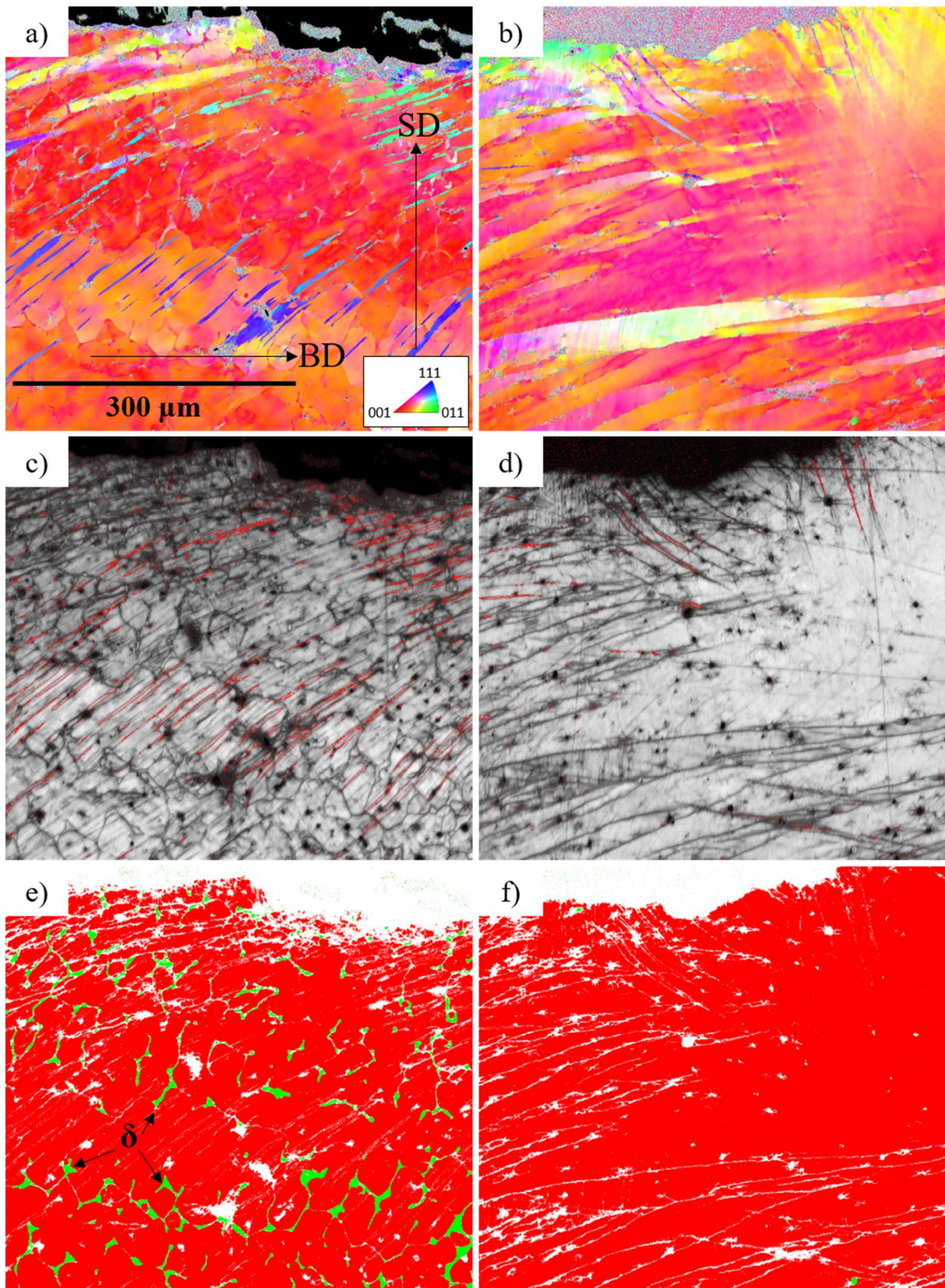


Figure V.15 : Cartographies IPF (codées selon BD) obtenues par EBSD prises sous la fissure dans une coupe longitudinale d'une éprouvette Charpy des aciers a) 316L WAAM TT600 et b) 316L WAAM TT1200 après essai à température ambiante, c) et d) images en indice de qualité correspondantes (joints de type $\Sigma 3$ tracés en rouge), e) et f) cartographies de phases correspondantes (rouge : austénite, vert : ferrite, blanc ; pixels ayant un indice de confiance inférieur à 0,1).

V.3.2 Comportement à rupture à basse température

V.3.2.1 Comportement général et mécanismes de rupture

Etat détensionné (TT600)

A -193 °C , la baisse de la température d'essai induit une baisse importante de la résilience de l'acier 316L WAAM TT600 (Tableau V.5). Cette baisse de résilience est à associer à la rupture brutale du matériau observée après amorçage de fissure sur les courbes force – déplacement correspondantes (Figure V.16a). Ce comportement, ainsi que les valeurs de F_{gy} et F_{max} proches et les faibles déplacements à l'amorçage de fissure mesurés (Tableau V.5), témoignent de la faible ductilité de cet acier et peuvent laisser supposer une rupture au moins partiellement fragile. De manière cohérente, l'examen des faciès de rupture montre une faible déformation des éprouvettes après rupture (Figure V.16b). Des éléments de longueur millimétrique, certains d'entre eux traversant toute l'éprouvette, sont également observés et ne sont pas sans rappeler les grains de la microstructure de solidification du matériau (Figure V.1a).

	KCV (J/cm ²)	F_{gy} (kN)	F_{max} (kN)	d_{max} (mm)
WAAM TT600 T_{amb}	139	12	17	5,0
WAAM TT600 -193 °C	28	20	21	2,7

Tableau V.5 : Valeurs de KCV, F_{gy} , F_{max} et d_{max} obtenues à T_{amb} et à -193 °C pour l'acier 316L WAAM TT600 (moyennes sur les trois essais). Comparaison avec un acier 316L forgé / recristallisé [100].

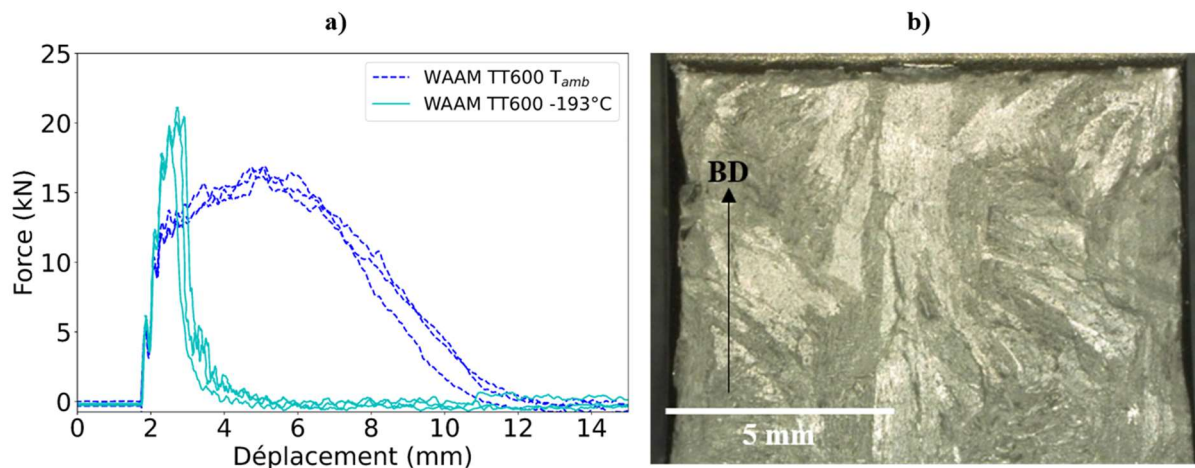


Figure V.16 : a) Courbes force – déplacement des essais instrumentés réalisés sur l'acier 316L WAAM TT600 à -193 °C (les courbes obtenues à T_{amb} sont également tracées pour comparaison). b) macrographie optique du faciès de rupture d'une éprouvette Charpy d'acier 316L WAAM TT600 après essai de flexion par choc à -193 °C (BD : direction de construction).

A l'échelle intragranulaire, les faciès de rupture présentent de nombreuses cavités, d'une centaine de micromètres de long pour quelques dizaines d'épaisseur, globalement orientées selon deux directions orthogonales (flèches jaunes sur la Figure V.17a). Un cliché MEB à plus fort grossissement

de cette zone (Figure V.17b) montre un faciès ductile à cupules entre ces cavités, globalement similaire à celui observé à température ambiante (*cf.* section V.3.1). En revanche, des rivières de clivage sont clairement visibles au fond de la cavité étudiée (Figure V.17c). La germination de ces cavités est donc due à une rupture fragile.

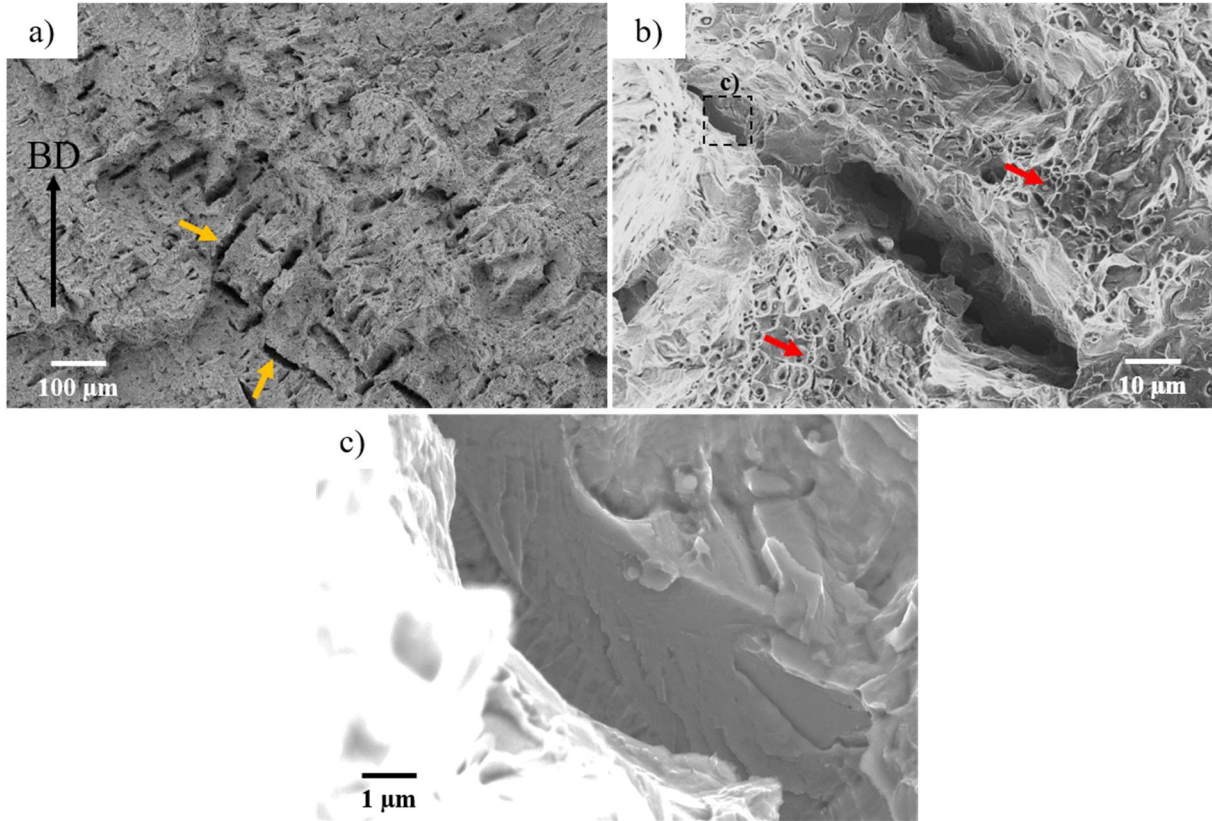


Figure V.17 : Faciès de rupture de l'acier 316L WAAM TT600 après essai de flexion par choc à – 193°C (MEB/SE) : a) morphologie générale du faciès, observation de cavités orientées selon des directions orthogonales (flèches jaunes) ; b) image à plus fort grandissement d'une de ces cavités, zones de rupture ductile pointées par les flèches rouges ; c) image à fort grandissement de la zone en fond de la cavité encadrée en haut à gauche de b) : rupture fragile.

En plus des parois des grandes cavités allongées, de nombreuses zones de rupture fragile sont visibles sur le faciès globalement ductile (Figure V.18a). Ces zones se présentent sous la forme de facettes de quelques micromètres formant des plages de plusieurs dizaines de micromètres de long. Des analyses EDS réalisées sur ces plages de rupture fragile révèlent qu'elles sont plus riches en éléments Cr et Mo, et plus pauvres en Ni, que les zones de rupture ductile (Figure V.19). Ces différences de composition se rapprochent de celles mesurées entre la ferrite et l'austénite de l'acier à l'état brut de fabrication (Tableau V.2). Il peut donc être supposé que la rupture fragile intervient dans les domaines ferritiques à – 193 °C, alors qu'elle est ductile à cette même température dans l'austénite. Les tailles des facettes de rupture fragile, proches de celles des plages de ferrite (quelques micromètres, Figure V.6b) ainsi que l'orientation selon des directions orthogonales des cavités germées sur certaines des zones fragiles (Figure V.17a), rappelant un motif dendritique, vont dans le sens de cette hypothèse.

Dans certaines de ces facettes, la rupture apparaît s'amorcer sur leur bord (Figure V.18b), le tracé des rivières de clivage (flèches blanches) permettant de situer le site d'amorçage local de la rupture (le point de départ commun des rivières). Il n'est cependant pas possible de dire si les sites d'amorçage identifiés sont des sites d'amorçages primaires ou si la rupture de ces facettes, situées au milieu d'une zone fragile, s'est produite par la propagation de fissures provenant d'une facette avoisinante. La Figure V.18c présente en revanche une facette contenant un site d'amorçage, par conséquent probablement primaire. Dans ce cas, les rivières de clivage partent en étoile du cœur de la facette jusqu'à ses bords. Aucun élément de microstructure particulier n'est visible au site d'amorçage. La Figure V.18d montre quant à elle la présence de cavités sphériques dans les facettes de clivage (flèches rouges). Du fait de leurs tailles (quelques centaines de nanomètres) et de leurs formes, ces cavités proviennent en toute vraisemblance du déchaussement, lors de la rupture fragile, des oxydes présents dans le matériau à l'état TT600 (Figure V.6) et visibles en fond de cupule dans les zones ductiles. Elles n'apparaissent pas situées aux sites d'amorçage, et aucune rivière de clivage ne semble en provenir. Par conséquent, les oxydes ne semblent pas, dans le cas présent, jouer un rôle significatif dans l'amorçage de la rupture fragile.

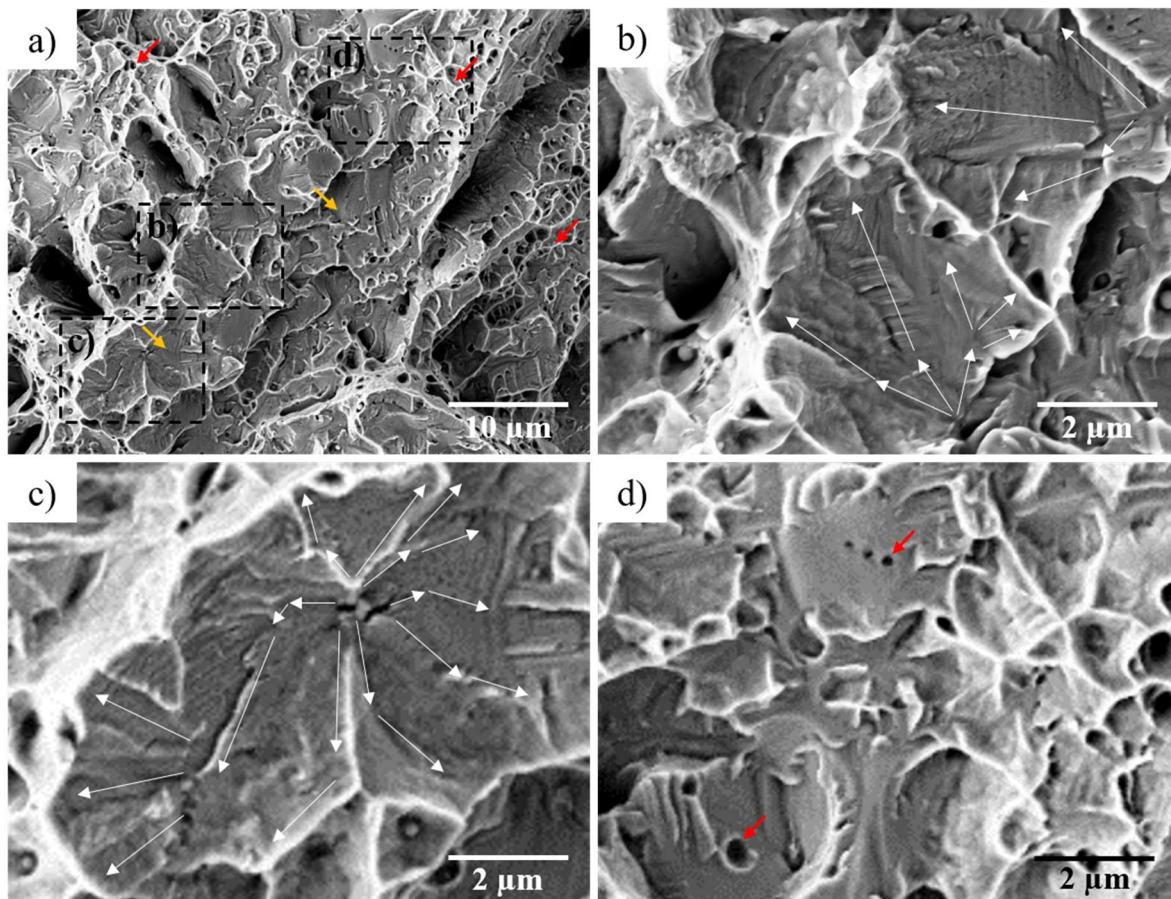


Figure V.18 : Faciès de rupture de l'acier 316L WAAM TT600 après essai de flexion par choc à -193°C (MEB/SE-InLens) : a) zone représentative du faciès : plagues de rupture ductile (flèches rouges) et fragile (flèches jaunes) ; b) image à plus fort grandissement d'une zone encadrée en a) : tracé des rivières de clivage (flèches blanches) pour deux facettes : site d'amorçage local sur le bord des facettes ; c) zone encadrée en a) agrandie numériquement : rivière de clivage et site d'amorçage au centre d'une facette ; d) cavités laissées par des particules (vraisemblablement des oxydes) sur les facettes de clivage (flèches rouges), agrandissement numérique d'une zone encadrée en a).

Même si l’extension de ce constat au cas général nécessiterait des observations plus quantitatives, il peut être conclu que, contrairement à la rupture ductile, les oxydes ne sont pas nécessaires à l’apparition de la rupture fragile dans l’acier 316L WAAM. Enfin, dans la mesure des caractérisations mises en œuvre, aucun site d’amorçage primaire n’a été observé en bordure des zones fragiles, indiquant que les incompatibilités éventuelles de déformation entre les phases γ et δ ne sont pas directement à l’origine de la rupture fragile.

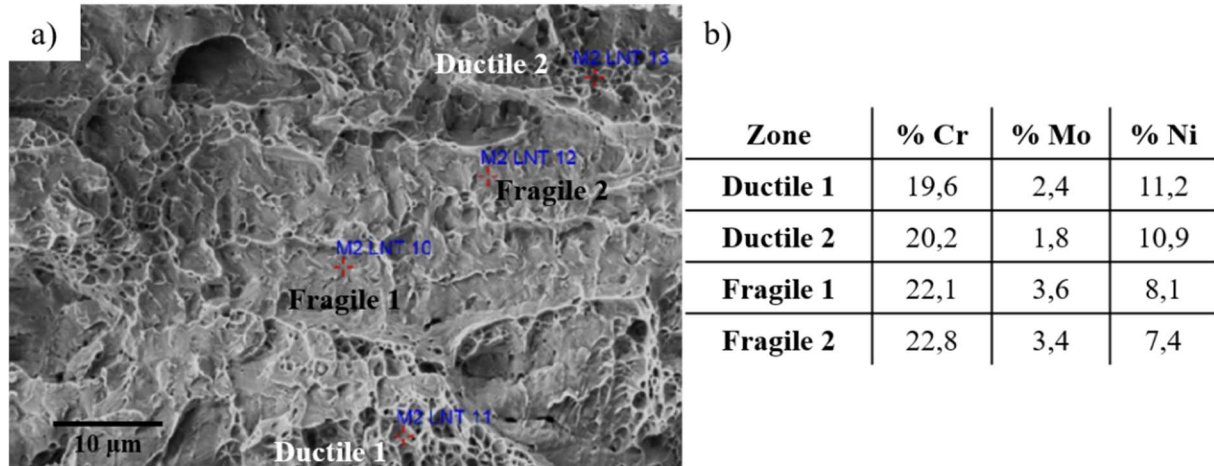


Figure V.19 : Analyses EDS (cf. Annexe 1) réalisées sur le faciès de rupture d’une éprouvette Charpy d’acier 316L WAAM TT600 testée à -193 °C : a) zones testées, b) compositions chimiques correspondantes (en % massiques).

Sur un nombre significatif de ces facettes de clivage sont visibles de fines particules de diamètres de l’ordre d’une centaine de nanomètres (flèches jaunes sur la Figure V.20a). Des cavités de tailles et morphologies similaires sont également observées, vraisemblablement dues au déchaussement de ces particules lors de la rupture. Ces éléments fins n’étant pas observés dans les plages de rupture ductile, il semble peu justifié de les identifier à de fins oxydes, ces derniers étant distribués de manière homogène dans le matériau et ayant de toute façon une taille minimale mesurée supérieure à 150 nm (Figure V.5a). Ces particules et cavités apparaissent en revanche similaires à la phase, σ ou χ , dont la précipitation est observée dans les domaines ferritiques de l’acier à l’état TT600 (Figure V.20b, cf. section V.2.2).

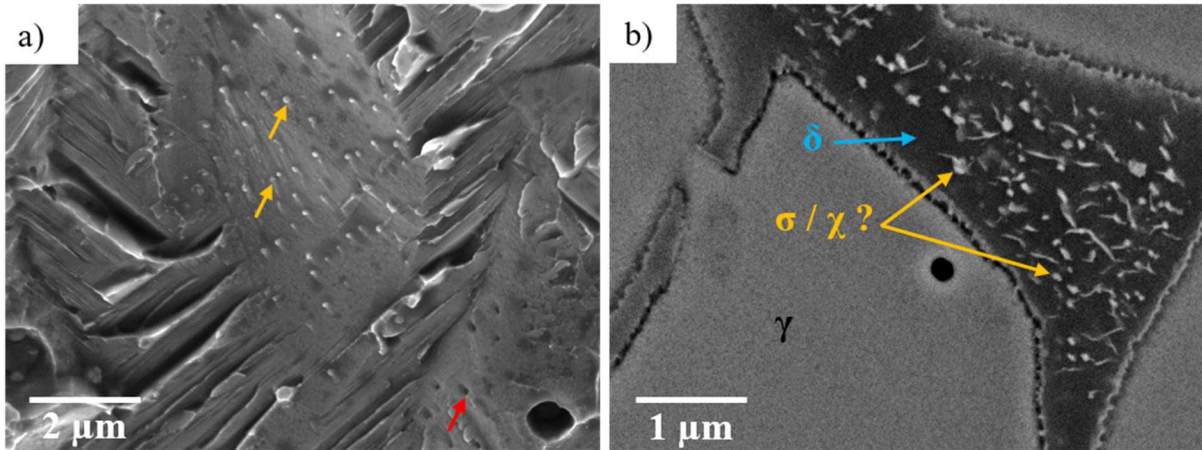


Figure V.20 : a) Facette de rupture fragile observée sur le faciès de rupture de l'acier 316L WAAM TT600 après essai de flexion par choc à -193 °C (MEB/SE-InLens) : des particules de 100 nm environ sont pointées par les flèches jaunes, des cavités de tailles similaires sont quant à elles visibles sur la facette adjacente (flèche rouge) ; b) Image MEB/BSE des domaines ferritiques de l'acier WAAM TT600 : présence d'une phase, σ ou χ , précipitée au sein de la ferrite (cf. section V.2.2).

Cette correspondance serait cohérente avec l'identification des plages de rupture fragile aux domaines ferritiques supposée précédemment. Les particules observées sur la facette de clivage de la Figure V.20a ne sont pas rompues. La rupture fragile du domaine les contenant provoque plutôt la rupture de leurs interfaces avec le domaine fragile (comme le laisse penser l'observation de cavités sur la facette adjacente). Dans le cadre de l'hypothèse avancée ici, ces interfaces seraient les interfaces σ / δ ou χ / δ (cf. section V.2.2).

Dans le but d'éclaircir le rôle de cette phase précipitée à l'état TT600 sur le comportement à rupture de l'acier WAAM, des essais « au marteau » sont réalisés à froid sur le matériau à l'état brut de fabrication (dans lequel cette phase n'a pas été observée). A l'échelle macroscopique, les faciès de rupture obtenus ne présentent pas les cavités allongées selon un motif possiblement dendritique observées sur les faciès de l'état TT600 (Figure V.21a, cf. Figure V.17a). Des facettes de clivage sont cependant bien visibles à plus fine échelle, sur le faciès majoritairement ductile, indiquant une rupture partiellement fragile du matériau (Figures V.21b, c et d). Les caractérisations nécessaires à l'identification des zones fragiles des faciès de rupture de l'acier WAAM brut de fabrication n'ont pas été effectuées dans le cadre de cette étude, notamment la détermination de leurs compositions chimiques. Cependant les tailles des facettes de clivage observées (quelques micromètres), ainsi que leurs morphologies, sont similaires à celles de l'état TT600, ce qui peut laisser supposer que la rupture fragile intervient dans le même élément de microstructure aux états brut de fabrication et TT600 : la ferrite δ . Quoiqu'il en soit, l'acier WAAM brut de fabrication ne comporte pas de phase secondaire (σ ou χ) au sein de ses domaines ferritiques (Figure V.3a), ce qui permet de conclure que la présence de rupture fragile dans l'acier 316L WAAM est indépendante de la précipitation de ces phases secondaires.

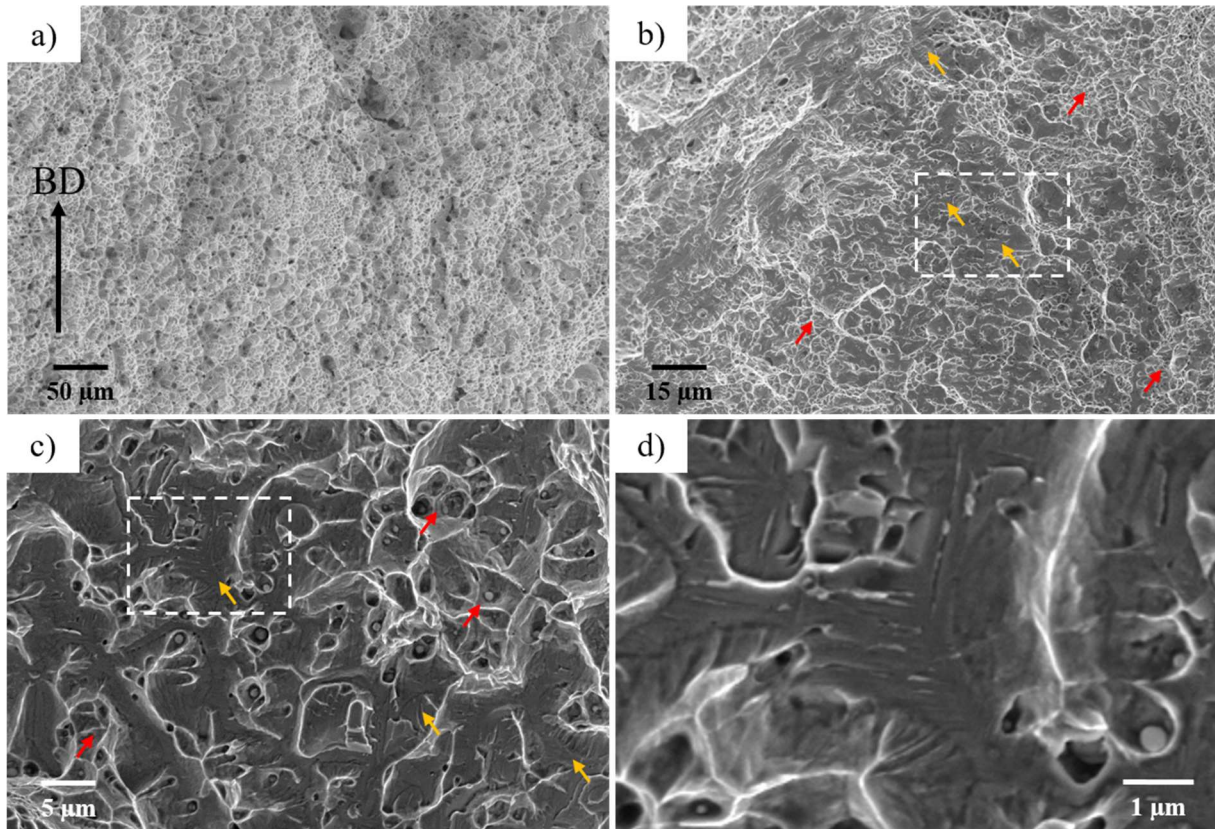


Figure V.21 : a) Vue générale du faciès d'une éprouvette d'acier 316L WAAM brut de fabrication après essai « au marteau » à froid (immersion des éprouvettes dans de l'azote liquide) ; b) image à plus fort grandissement montrant des zones de rupture ductile (flèches rouges) et de zones de rupture fragile (flèches jaunes) ; c) image à plus fort grandissement de la zone encadrée en b) : facettes de clivage (flèches jaunes) et zones à cupules (flèches rouges) ; d) image à plus fort grandissement de la zone encadrée en c) : facettes de clivage (agrandissement numérique).

Etat recristallisé (TT1200)

A l'état TT1200, l'acier 316L WAAM a une résilience à -193 °C plus basse qu'à température ambiante, toutefois nettement supérieure à celle de l'état TT600 (Tableau V.6). Contrairement à ce qui est observé pour l'acier WAAM TT600, l'allure des courbes force – déplacement de ce matériau (Figure V.22a) est caractéristique d'une rupture totalement ductile. L'examen des faciès de rupture correspondants révèle une déformation macroscopique importante des éprouvettes après essai de flexion par choc (Figure V.22b) ainsi qu'un faciès à cupules sur l'ensemble des zones analysées (Figure V.22c). De manière cohérente avec l'évolution microstructurale entre les états TT600 et TT1200, la disparition des domaines ferritiques et des phases secondaires qu'ils contiennent induit la disparition de la rupture fragile dans l'acier WAAM. Comme à température ambiante, la présence d'oxydes dans la microstructure induit une déformation nécessaire à l'amorçage de fissures plus faible que pour un acier 316L conventionnel, ce qui implique une résilience moindre de ce matériau par rapport à son homologue forgé (Tableau V.6). La baisse de résilience mesurée entre la température ambiante et -193 °C pour l'acier WAAM TT1200, environ -90 J/cm^2 , est en revanche similaire à celle obtenue avec l'acier forgé utilisé comme référence dans cette étude (-85 J/cm^2) [100].

	KCV (J/cm ²)	F _{gy} (kN)	F _{max} (kN)	d _{max} (mm)
WAAM TT1200 T _{amb}	220	10	16	6,5
WAAM TT1200 – 193 °C	133	16	22	4,5
316L forgé – 193°C [100]	315	18	29	7,5

Tableau V.6 : Valeurs de KCV, F_{gy}, F_{max} et d_{max} obtenues à T_{amb} et à – 193 °C pour l'acier 316L WAAM TT1200 (moyennes sur les trois essais). Comparaison avec un acier 316L forgé / recristallisé [100].

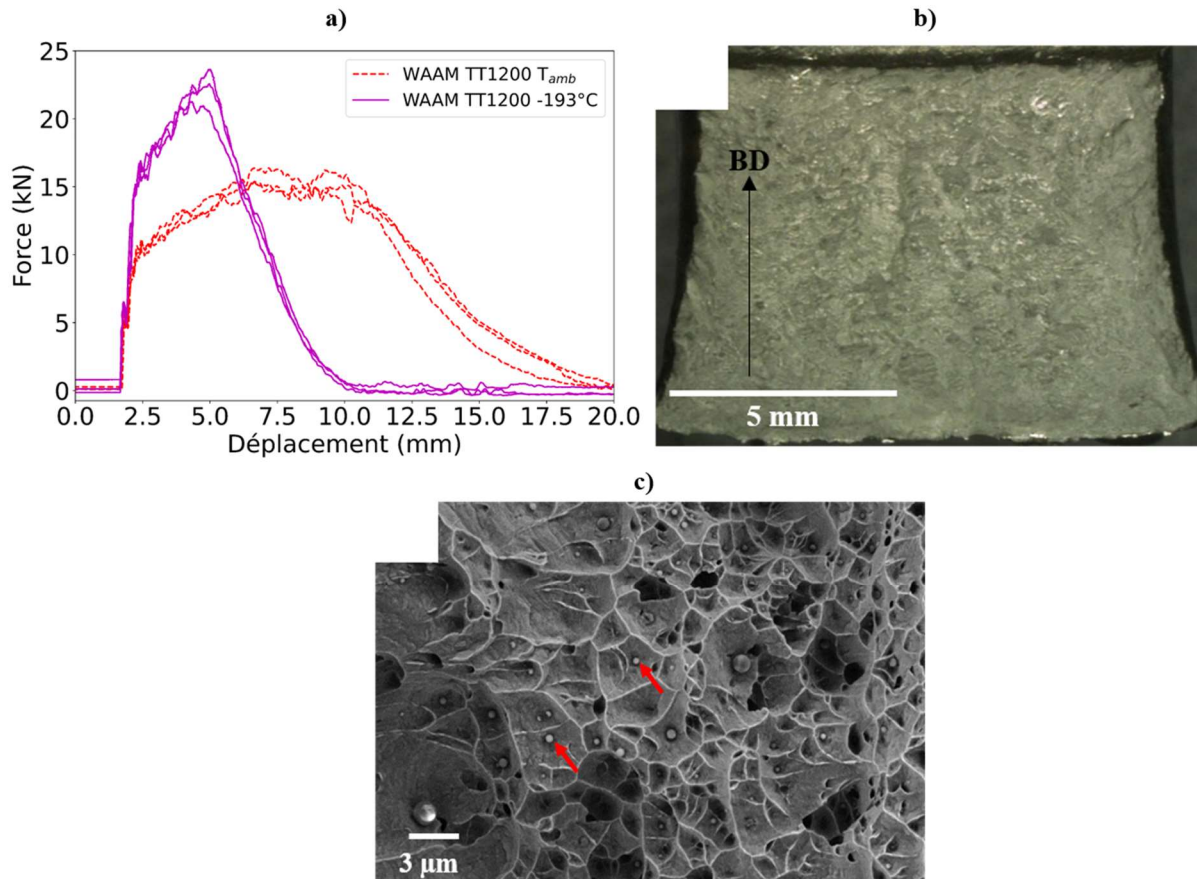


Figure V.22 : a) Courbes force – déplacement des essais instrumentés réalisés sur l'acier 316L WAAM TT1200 à – 193 °C (les courbes obtenues à T_{amb} sont également tracées pour comparaison). b) macrographie optique du faciès de rupture d'une éprouvette Charpy d'acier 316L WAAM TT1200 après essai de flexion par choc à – 193 °C (BD : direction de construction). c) faciès de rupture à plus fine échelle (MEB/SE) : oxydes en fond de cupules (flèches rouges).

V.3.2.2 Mécanismes de déformation

Les mécanismes de déformation de l'acier 316L WAAM à l'état TT600 lors des essais de flexion par choc à – 193 °C impliquent du maclage mécanique ainsi que du glissement de dislocations précédant et suivant le maclage (Figure V.23a et c). Aucune formation de martensite α' n'est cependant observée sous la fissure (Figure V.23e), comme c'est pourtant le cas pour les aciers 316L conventionnels purement austénitiques déformés à température cryogénique [93]. Les mécanismes de déformation de l'acier WAAM à – 193 °C apparaissent donc proches de ceux obtenus à la température ambiante, à ceci

près que la ferrite δ ne semble pas inhiber le maclage : les macles ne sont pas cantonnées aux domaines austénitiques mais traversent les particules de ferrite.

A l’inverse, à l’état TT1200, une formation de martensite importante intervient sous le faciès de rupture (Figure V.23b, d et f). La phase formée se présente alors sous la forme de paquets de domaines de quelques dizaines de micromètres d’épaisseur pour quelques centaines de micromètres de long. Le comportement de l’acier WAAM recristallisé est donc à rapprocher de celui de ses homologues conventionnels.

Une supposition plausible serait que l’absence de formation de martensite α' dans la microstructure de l’acier 316L WAAM TT600 lors de sa déformation à température cryogénique soit due à sa microstructure biphasée. En effet, la ferrite étant enrichie en éléments Cr et Mo par rapport à l’austénite (Tableau V.2), les concentrations en Cr et Mo dans l’austénite de l’acier WAAM TT600 devraient par conséquent être inférieures à leurs concentrations dans un acier purement austénitique de même composition globale. De même, la ferrite étant appauvrie en Ni, la concentration de cet élément dans l’austénite de l’acier WAAM TT600 devrait être supérieure à celle dans ce même acier purement austénitique. De légères différences de concentrations seraient également à prévoir concernant les éléments Mn et Si (Tableau V.2). Ces différences de composition pourraient avoir une influence directe sur les valeurs de l’EDE dans l’austénite [157], [165] et ainsi, sur son mécanisme de déformation prédominant [92]. En effet, la dépendance de l’EDE envers la composition chimique peut s’exprimer dans les aciers inoxydables austénitiques par [157] :

$$EDE = 2,2 + 1,9\%Ni - 2,9\%Si + 0,77\%Mo + 0,5\%Mn + 40\%C - 0,016\%Cr - 36\%N \quad (V.1)$$

Cependant, les variations de composition dans l’austénite due à la présence de la ferrite δ s’avèrent être relativement faibles, la fraction volumique de cette phase n’étant que de 5,8 %. Les valeurs de ces variations de composition, par rapport à la composition globale de l’acier calculée à partir des analyses en STEM/EDX (Tableau V.2) sont reportées dans le Tableau V.7. Les éléments C et N (dont les éventuelles différences de concentration entre la ferrite et l’austénite n’ont pas été caractérisées dans cette étude) peuvent quant à eux être considérés comme localisés en totalité dans l’austénite, du fait de leur caractère γ -gène et de leur faible solubilité dans la ferrite. L’équation V.1 permet d’estimer l’EDE (à température ambiante) de l’austénite dans l’acier WAAM TT600 (assimilé en première approximation à l’acier brut de fabrication) à 20,2 mJm⁻². L’EDE de l’acier 316L purement austénitique de même composition globale serait quant à elle de 21,7 mJm⁻². La variation de l’EDE dans l’austénite induite par la présence de la ferrite dans l’acier 316L WAAM peut donc être estimée à - 1,5 mJm⁻², ce qui représente une variation de - 7 %. Cette valeur, en plus d’être bien faible, ne va pas dans le sens de l’hypothèse formulée : la présence de la ferrite apparaît diminuer l’EDE de l’acier WAAM par rapport à celle d’un acier purement austénitique, ce qui devrait avoir pour effet d’augmenter (même légèrement) sa propension au maclage [91], [92]. Par conséquent, les variations de composition de l’austénite, due à la présence de ferrite δ dans la microstructure de l’acier 316L WAAM brut de fabrication ou TT600, n’apparaissent pas être la cause de l’inhibition de la formation de martensite α' lors de la déformation de ces matériaux à - 193 °C.

L’absence de formation de martensite dans l’acier 316L WAAM TT600 lors des essais de flexion par choc à – 193 °C pourrait alors être attribuée à la faible déformation que subit le matériau sous cette sollicitation. En effet, le déplacement maximal moyen obtenu à la rupture totale des éprouvettes est de l’ordre de 3 mm (Figure V.16a), ce qui est nettement inférieur à celui obtenu avec l’acier TT1200, environ 8 mm (Figure V.22a), où la formation de martensite est observée. La déformation critique nécessaire à l’activation de la transformation martensitique à – 193 °C pourrait donc ne pas être atteinte dans l’acier WAAM TT600, du fait de sa rupture précoce par clivage.

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si
Austénite dans l’acier 316L WAAM brut	65	19	10	2,0	2,7	0,6
Composition globale de l’acier calculée	65	19	9,7	1,7	2,9	0,6
Variation relative de composition (%)	0	0	+3	+18	-7	0

Tableau V.7 : Composition chimique (en % massiques) de l’austénite dans l’acier 316L WAAM brut de fabrication (avec ferrite) mesurée par STEM/EDX. Composition chimique globale calculée et variation de composition entre l’austénite dans l’acier WAAM brut et la composition globale de l’acier.

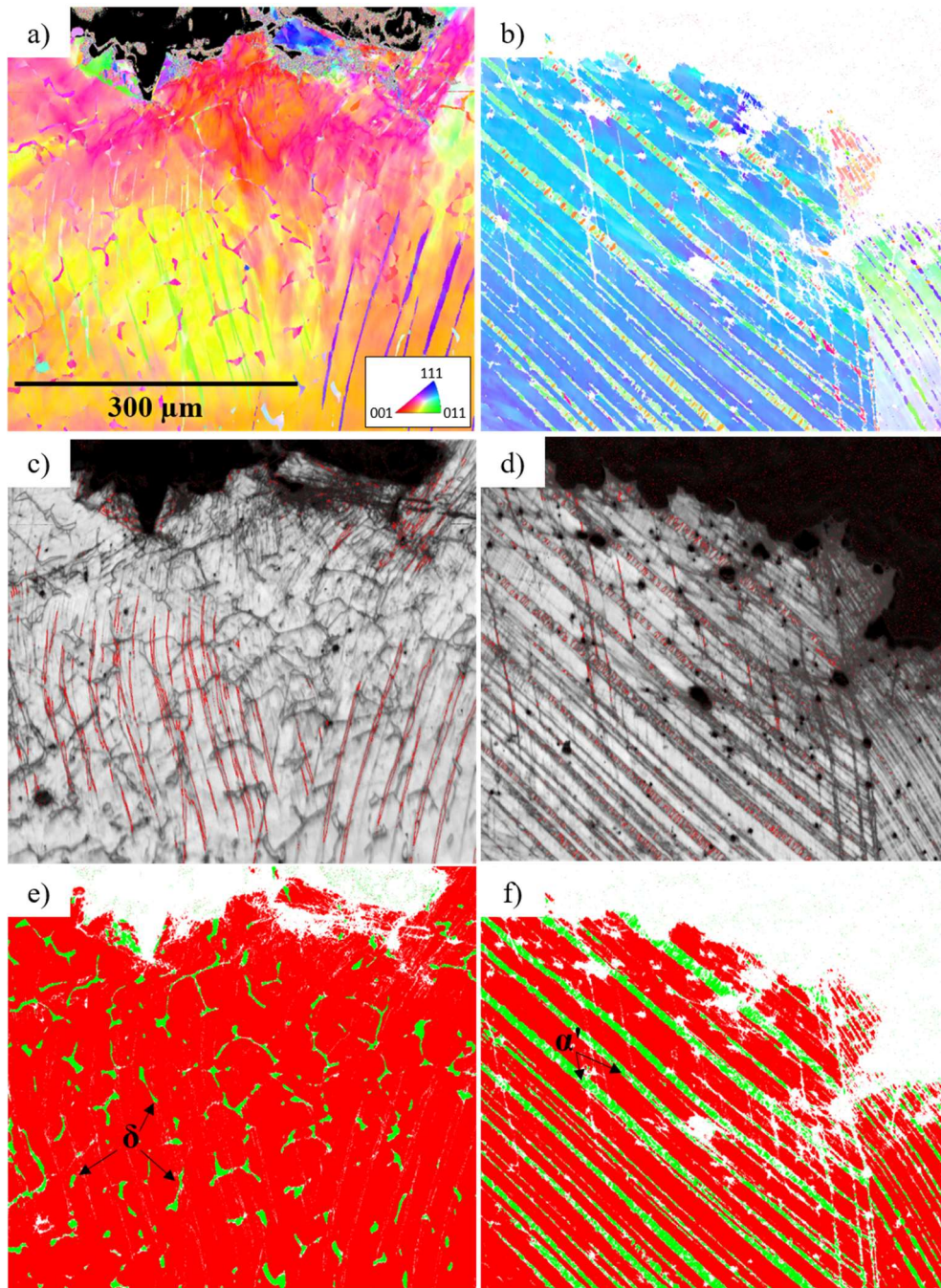


Figure V.23 : Cartographies EBSD en mode IPF prises sous la fissure dans une coupe transverse d'une éprouvette Charpy des aciers a) 316L WAAM TT600 et b) 316L WAAM TT1200 après essai à $-193\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) et d) images de qualité correspondantes (joints de type $\Sigma 3$ tracés en rouge), e) et f) cartographies de phases correspondantes (rouge : austénite, vert : ferrite / martensite α' , blanc ; pixels ayant un indice de confiance inférieur à 0,1).

En résumé, l'acier 316L WAAM TT600 présente un mécanisme de rupture ductile à température ambiante similaire à celui des aciers 316L LPBF de l'étude, par décohésion des interfaces oxyde / matrice. La résilience moyenne obtenue est de 139 J/cm^2 , ce qui est supérieur aux spécifications décrites dans le code RCC-MRx, bien que faible par comparaison avec les propriétés d'un acier 316L forgé. A

l'état TT900, la présence de phase σ provoque la rupture fragile du matériau, excluant toute application industrielle. A l'état TT1200, les mêmes mécanismes de rupture ductile qu'à l'état TT600 sont observés et la stabilisation de la propagation de fissure induit une résilience plus élevée (220 J/cm²). Pour les aciers TT600 et TT1200, les mécanismes de déformation impliquent du glissement de dislocations et du maillage mécanique.

A – 193 °C, une rupture partiellement fragile (clivage des domaines ferritiques) est obtenue pour l'acier TT600. La présence d'un clivage similaire dans le matériau testé à l'état brut de fabrication indique que la présence de cette rupture fragile n'est pas corrélée à la précipitation de phase σ ou χ dans la ferrite de l'acier à l'état TT600. Contrairement à ce qui est observé dans l'acier 316L conventionnel à cette température, la formation de martensite α' sous le faciès de rupture n'est pas constatée dans ce matériau, potentiellement à cause de sa faible déformation lors des essais de flexion par choc (du fait de sa rupture fragile). La rupture à l'état TT1200 est en revanche totalement ductile (par décohérence des interfaces oxyde / matrice) et les mécanismes de déformation impliquent dans ce cas une transformation martensitique consécutive.

V.4 Comparaison 316L LPBF / 316L WAAM : vers une meilleure connaissance de l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion

Dans ce chapitre et les précédents, les microstructures brutes de fabrication, ainsi que leurs évolutions lors d'un traitement thermique, ainsi que le comportement à rupture des aciers 316L élaborés par les procédés LPBF et WAAM ont été étudiés. La comparaison des résultats obtenus peut permettre de dégager quelques caractéristiques communes à ces deux types de matériaux afin de mieux comprendre l'influence des éléments de la microstructure issue de la fabrication sur leur comportement, que ce soit en termes d'évolution microstructurale ou de comportement mécanique. Le but de cette partie n'est pas de mener une étude comparative exhaustive des aciers 316L LPBF et 316L WAAM. Il s'agit plutôt de mettre en lumière certains points particuliers susceptibles d'améliorer l'état des connaissances quant à l'acier 316L élaboré par fabrication additive (FA) par fusion.

V.4.1 Importance des populations d'oxydes

Le premier constat pouvant être établi, à travers les résultats obtenus dans cette étude, porte sur l'influence significative des populations d'oxydes sur l'évolution microstructurale à haute température et le comportement à rupture des aciers 316L LPBF et 316L WAAM. En effet, bien qu'élaborés à partir de procédés relativement différents, impliquant des matériaux de base différents (poudre pour le procédé LPBF, fil pour le WAAM) et des volumes représentatifs de tailles différentes (bains de fusion de l'ordre d'une centaine de micromètres pour le LPBF, de plusieurs millimètres pour le WAAM), les deux types

d’aciers comportent, en sortie de fabrication, des populations de particules dont les caractéristiques sont rappelées dans le Tableau V.8. L’ample littérature au sujet de ces particules dans le cas de l’acier LPBF (*cf.* section I.3.1.1.4), ainsi que les caractérisations menées dans cette étude dans le cas de l’acier WAAM (*cf.* section V.2.1), laissent supposer que, dans les deux types d’aciers, celles-ci sont majoritairement des oxydes riches en éléments Si et Mn.

Si ces oxydes sont spatialement distribués de manière homogène, à l’échelle du grain, dans les microstructures brutes de fabrication des aciers 316L LPBF et 316L WAAM (*cf.* Figures II.5a et b et Figure V.3a), leurs tailles et leurs densités en nombre sont significativement différentes dans les deux matériaux. En effet, contrairement à leurs fractions volumiques, qui sont du même ordre, le diamètre moyen des oxydes dans l’acier WAAM est au moins d’un ordre de grandeur supérieur à celui des particules de l’acier LPBF (500 nm contre 30 nm, Tableau V.8). A l’inverse, la densité en nombre des particules dans l’acier LPBF (10^{12} m^{-2}) est supérieure de deux ordres de grandeur à celle de l’acier WAAM (10^{10} m^{-2}). Cette différence de populations d’oxydes induit une différence d’évolution microstructurale à haute température de ces matériaux à travers une différence d’effet d’épinglage des joints de grains par les oxydes lors de la recristallisation.

Comme présenté au Chapitre II (*cf.* section II.2.2.2.6), l’épinglage d’un joint de grains par une population de particules est exprimé par la pression de Smith-Zener (P_{sz}) dont l’expression pour une distribution non uniforme peut être estimée par l’équation (II.3) rappelée ici :

$$P_{sz} = \frac{3\gamma}{2} \sum_i \frac{f_{v,i}}{r_{part,i}}$$

avec $\gamma = 0,7 \text{ J/m}^2$ [137] et $f_{v,i}$ et $r_{part,i}$ la fraction volumique et le rayon de chaque classe de particules considérée (*cf.* Figure II.6 pour les aciers LPBF, Figure V.5a pour l’acier WAAM). Ces pressions, reportées dans le Tableau V.8, sont environ 4,5 fois supérieures dans les aciers LPBF par rapport à l’acier WAAM. L’épinglage des joints de grains par les populations d’oxydes est par conséquent en théorie significativement plus important dans le premier type d’acier que dans le second.

	$d_{moy} \pm sd \text{ (nm)}$	$f_v \text{ (%)}$	$n \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$P_{sz} \text{ (MPa)}$
316L LPBF (A)	30 ± 20	0,3	10^{12}	$1,9 \cdot 10^{-1}$
316L LPBF (B)	30 ± 20	0,7	10^{12}	$2,1 \cdot 10^{-1}$
316L WAAM	500 ± 270	0,5	10^{10}	$4,5 \cdot 10^{-2}$

*Tableau V.8 : Valeurs caractéristiques des populations d’oxydes des aciers de l’étude à l’état brut de fabrication : diamètre moyen (d_{moy}) \pm écart type (sd), fraction volumique (f_v), densité surfacique en nombre (n) (*cf.* sections II.2.1 et V.2.1) ; pressions de Smith-Zener (P_{sz}) correspondantes estimées par l’équation (II.3) (*cf.* Chapitre II).*

Cet effet de la différence entre les pressions d’épinglage est clairement observable lors de la recristallisation des matériaux de l’étude. La Figure V.24a présente les cinétiques de recristallisation à 1200 °C des aciers LPBF (acier A) et WAAM de l’étude (l’acier B présentant un comportement en recristallisation atypique pour l’acier 316L LPBF (*cf.* Chapitre II), le choix a été fait de ne pas le présenter ici). L’acier WAAM a une cinétique plus rapide que l’acier LPBF conduisant à une recristallisation quasiment complète (environ 95 %) en un temps de traitement deux fois plus court (30 min contre 60 min). Compte tenu des pressions de Smith-Zener calculées pour ces deux matériaux,

cette différence de cinétique peut être attribuée, du moins en partie (le reste pouvant être dû à des densités et organisations des dislocations différentes), à un plus faible épinglage des joints de grains recristallisés par les oxydes dans l’acier WAAM que dans l’acier LPBF, y induisant une croissance des grains recristallisés plus rapide (cf. sections I.3.1.2.4 et II.2.2.2.6). Confirmant la différence d’épinglage lors de la recristallisation, la microstructure de l’acier WAAM à l’état TT1200 présente un faible nombre d’oxydes localisés aux joints de grains (Figure V.24b), alors qu’il est nettement plus important dans la microstructure de l’acier LPBF TT1200 dont les joints de grains sont fortement épinglés (Figure V.24c). Les paramètres caractéristiques des populations d’oxydes (principalement leurs tailles et leurs densités) apparaissent donc avoir une influence importante sur l’évolution microstructurale à haute température de l’acier 316L élaboré par FA par fusion, en particulier sur ses cinétiques et ses microstructures de recristallisation.

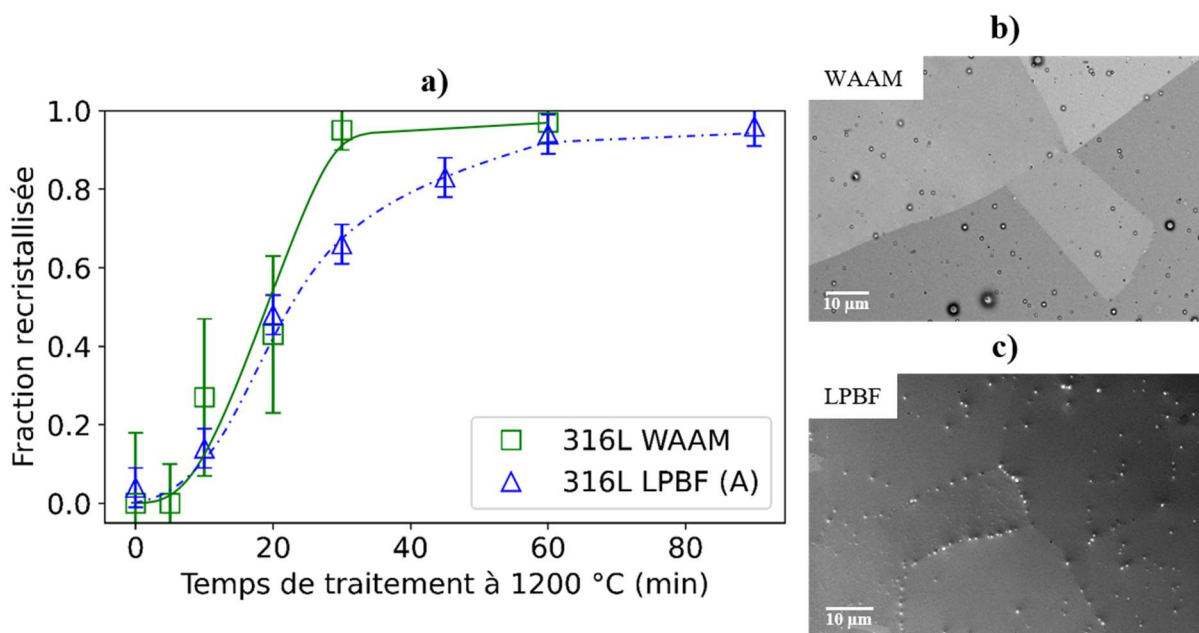


Figure V.24 : a) Cinétiques de recristallisation des aciers 316L WAAM (cf. section V.2.4) et 316L LPBF (acier A) (cf. section II.2.2.1) ; microstructures des aciers b) 316L WAAM et c) 316L LPBF à l’état recristallisé (TT1200).

Les oxydes sont également les éléments de microstructure contrôlant les mécanismes de rupture des matériaux de l’étude : dans tous les cas testés la rupture ductile intervient en effet par décohésion des interfaces oxyde / matrice (cf. chapitres III et IV et section V.3). La densité des oxydes étant élevée dans ces matériaux, la conséquence directe de ce mécanisme de rupture est une résistance à l’amorçage et à la propagation de fissure moindre pour ces matériaux par rapport aux aciers 316L conventionnels.

La comparaison des courbes force – déplacement, en flexion par choc à température ambiante, de l’acier WAAM et des aciers LPBF A-H et B-H (Figure V.25), la configuration H correspondant à celle des éprouvettes de l’acier WAAM (cf. V.3), permet également de mettre en évidence un effet des oxydes sur l’évolution du comportement à rupture de ces matériaux. En effet, l’acier WAAM et les aciers LPBF présentent des évolutions de comportement à rupture significativement différentes entre leurs états TT600 (Figure V.25a) et TT1200 (Figure V.25b). Cette différence provient directement de la

différence d’interaction joints de grains / oxydes au cours de la recristallisation, décrite précédemment, et des microstructures qui en résultent. La résilience des aciers LPBF est diminuée à l’état TT1200, par rapport à l’état TT600, du fait de la localisation d’un nombre important d’oxydes aux joints de grains de leurs microstructures, causant un amorçage de fissure précoce et une propagation instable (cf. section III.3.1.3). A l’inverse, le faible effet d’épinglage des oxydes dans la microstructure de l’acier WAAM, conduisant à une faible localisation de ces particules aux joints des grains recristallisés (Figure V.24b, cf. section V.2.4), n’induit pas les conséquences néfastes du traitement TT1200 sur le comportement à rupture observées pour les aciers LPBF. Seuls les effets bénéfiques sont ici obtenus, à savoir un amorçage de fissure intervenant pour des déformations significativement plus importantes qu’à l’état TT600, suivi par une propagation stable, similaire à celle dans un acier forgé / recristallisé (Figure V.12).

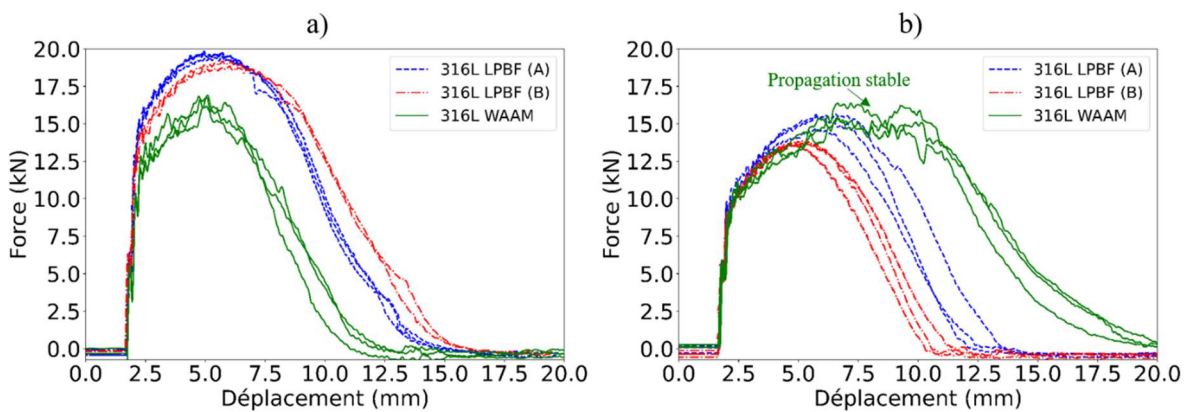


Figure V.25 : Courbes force – déplacement des aciers 316L LPBF (A-H et B-H) et 316L WAAM aux états a) TT600 et b) TT1200.

V.4.2 Effet de la concentration en oxygène

Comme le montre la Figure V.26a, la concentration en oxygène des matériaux de l’étude en sortie de fabrication a un effet direct sur leur fraction volumique d’oxydes : plus la teneur en oxygène est élevée, plus la fraction volumique d’oxydes est importante. De manière cohérente, l’acier 316L forgé / recristallisé étudié par Cooper *et al.* [100] et pris comme référence dans cette étude, ayant une faible concentration en oxygène (environ 25 ppm), présente une fraction d’oxydes quasi nulle. Un ajustement linéaire des valeurs de la Figure V.26a permet d’estimer la fraction d’oxydes en fonction de la prise en oxygène des aciers 316L FA à 10^{-3} %vol/ppm (valeur indicative compte tenu de l’importante incertitude de mesure sur la concentration en oxygène et la fraction d’oxydes des matériaux de l’étude).

Cependant, une corrélation similaire ne peut pas être directement établie entre teneur en oxygène et résilience, du moins pas sur toute la plage de concentrations étudiée. En effet, comme décrit tout au long de ces travaux, et comme présenté de nouveaux sur la Figure V.26b, l’acier 316L forgé / recristallisé a une résilience bien supérieure à celles des matériaux de l’étude. Cette différence de résilience peut s’expliquer, suivant les arguments mis en avant dans les chapitres III et V, par la présence, dans les aciers LPBF et WAAM, d’une densité élevée d’oxydes servant de sites de germination de cavités et

diminuant leur résistance à l’amorçage et à la propagation de fissure. La présence de ces oxydes est rendue possible par la teneur en oxygène élevée de ces matériaux par rapport à celle des aciers 316L conventionnels. C’est ce que confirme la corrélation de la Figure V.26a. En revanche, aucune corrélation franche entre résilience et teneur en oxygène n’est observée concernant les matériaux de l’étude, tant à l’état TT600 qu’à l’état TT1200 (Figure V.26b). Au surplus, pour une même concentration en oxygène, des différences importantes de résilience sont observées, de l’ordre de 50 à 100 J/cm², entre les états TT600 et TT 1200. Il peut donc être conclu que, sur la plage de concentration en oxygène des matériaux de l’étude (de 300 à 800 ppm), la fraction volumique d’oxyde (dictée par la teneur en oxygène) n’apparaît plus être le facteur de premier ordre permettant d’expliquer les différences de résilience observées. Plus que la fraction volumique, ce sont en effet la densité des oxydes et leur localisation (intra ou intergranulaire) qui sont déterminantes pour la compréhension des mécanismes de rupture de ces matériaux et des valeurs de résilience qui en résultent. D’autres facteurs sont également à prendre en compte pour expliquer les différences de résilience entre ces aciers, comme la taille de grains ou le comportement élastoplastique du matériau (Figure V.25a).

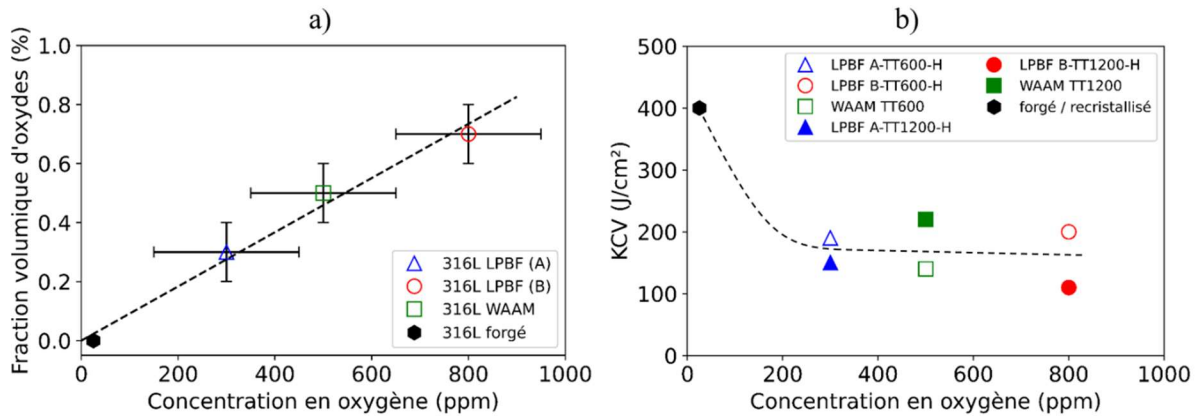


Figure V.26 : a) Fractions volumiques d’oxydes et concentrations en oxygène mesurées dans les aciers LPBF (A et B) et WAAM à l’état brut de fabrication ; comparaison avec les valeurs d’un acier 316L forgé / recristallisé [100]. b) Résilience à la température ambiante de ces mêmes aciers aux états TT600 et TT1200 en fonction de leur concentration en oxygène (mesurée à l’état brut de fabrication) ; comparaison avec l’acier 316L forgé / recristallisé présenté en a).

Si l’élaboration d’aciers 316L par fabrication additive par fusion de très faibles teneurs en oxygène apparaît comme la clé pour obtenir de bonnes propriétés à rupture, cette étude montre que pour une certaine teneur limite, ici grossièrement évaluée à 300 ppm, l’augmentation de la concentration en oxygène n’influence qu’au second plan le comportement mécanique de ces matériaux. Par conséquent, l’utilisation de matières premières, poudre ou fil, recyclées ou riches (de quelques centaines de ppm) en oxygène [47] peut être envisagée sans altérer significativement les propriétés à rupture de ces matériaux. Des essais et analyses complémentaires seraient néanmoins nécessaires pour déterminer avec plus de précision l’étendue de cette plage de relative non-influence de l’oxygène sur le comportement à rupture de l’acier 316L élaboré par FA par fusion.

V.4.3 Grains et anisotropie

La rupture ductile intervenant à partir des oxydes à température ambiante et à basse température, la taille et la morphologie des grains n’a qu’un rôle secondaire dans le comportement à rupture des aciers étudiés. Lorsque la rupture est fragile (ou partiellement fragile), celle-ci apparaît dans les domaines de phases secondaires (ferrite δ , phase σ ...). Les grains (austénitiques) en tant que tels n’ont donc pas là non plus un effet de premier ordre.

Parmi les particularités de l’acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion, l’anisotropie de comportement mécanique est peut-être une des plus caractéristiques. Dans le cas de l’acier 316L LPBF, cette anisotropie apparaît directement liée à l’anisotropie de structure de grains et de texture cristallographique que présentent ces matériaux à l’état brut de fabrication. Cependant, l’absence dans ces travaux d’essais de flexion par choc sur l’acier WAAM suivant deux directions de sollicitation orthogonales ne permet pas de généraliser les conclusions établies pour l’acier LPBF. La caractérisation mécanique plus poussée de l’acier 316L WAAM, notamment de l’effet de sa structure de grains colonnaire et de son éventuelle texture $\langle 001 \rangle$ selon la direction SD, est donc à envisager pour avoir une vision plus globale de l’anisotropie de comportement à rupture de l’acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion.

V.4.4 Sensibilité de la résilience envers la température d’essai

Comme montré dans le chapitre IV, la sensibilité de la résilience envers la température d’essai est globalement la même de la température ambiante à -193 °C pour les aciers LPBF aux trois états microstructuraux de l’étude et pour l’acier forgé recristallisé (Figure V.27). La résilience de ces matériaux baisse de manière graduelle avec la baisse de la température d’essai, une estimation linéaire permettant de situer cette baisse entre $0,4$ et $0,5\text{ Jcm}^{-2}/\text{°C}$. A -193 °C comme à température ambiante, la rupture est ductile et intervient par décohésion des interfaces oxyde / matrice (*cf.* section IV.1.3).

Les valeurs de résilience obtenues pour l’acier WAAM TT1200 à la température ambiante et à -193 °C étant quasiment superposées à celles des aciers LPBF TT600 et TT900 (Figure V.27), une sensibilité de la résilience envers la température d’essai proche de celle de l’acier LPBF peut être supposée pour ce matériau. La rupture totalement ductile, sur oxydes, observée à -193 °C (Figure V.22b) indique une invariance similaire des mécanismes de rupture avec la baisse de la température. En revanche, l’observation d’une rupture partiellement fragile lors des essais de flexion par choc de l’acier WAAM TT600 à -193 °C témoigne d’un changement de mécanismes de rupture à basse température. Cette modification dans les mécanismes de rupture entraîne vraisemblablement une évolution de la résilience avec la température d’essai différente de celles obtenues avec les autres matériaux de l’étude (des essais à des températures entre T_{amb} et -193 °C sont cependant nécessaires pour déterminer plus précisément cette évolution).

Il peut donc être conclu de ces comparaisons que, plus que les différences de taille et de structure de grains, de densité de dislocations, de ségrégation chimique et de population d’oxydes, les différences de phases majoritaires (présence ou non de ferrite après fabrication) sont susceptibles d’avoir une

influence significative sur la sensibilité de la résilience envers la température dans le cas des aciers 316L élaborés par fabrication additive par fusion. Lorsque la microstructure de ces aciers est purement austénitique (aciers LPBF et acier WAAM TT1200), la résilience baisse de manière graduelle de la température ambiante à -193 °C (résultat prouvé pour les aciers LPBF, supposé pour l'acier WAAM TT1200). Ces baisses étant toutes similaires à celle observée pour un acier 316L forgé, l'effet des éléments de microstructure caractéristiques des aciers 316L élaborés par fabrication additive par fusion apparaît secondaire. La diminution de résilience peut alors s'expliquer par le durcissement de l'austénite avec la baisse de la température. En revanche, lorsque la microstructure est biphasée austénite / ferrite δ , la rupture devient partiellement fragile à basse température, conduisant à une sensibilité de la résilience envers la température d'essai potentiellement différente ainsi que des propriétés à rupture nettement détériorées par rapport à la température ambiante. La caractérisation précise de cette évolution particulière de la résilience, notamment la détermination de températures de transition ductile – fragile, n'a cependant pas été menée dans cette étude et nécessiterait des essais supplémentaires.

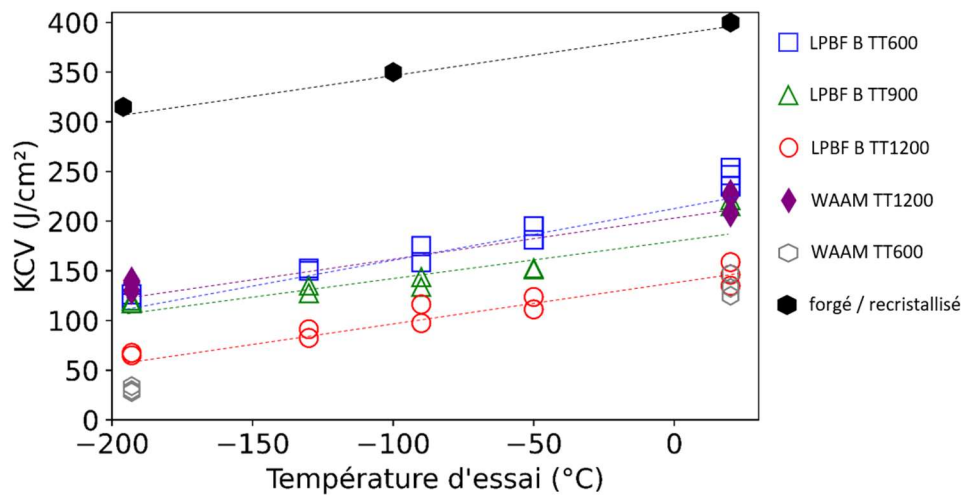


Figure V.27 : Résilience KCV des aciers LPBF B TT600, B TT900, B TT1200, WAAM TT600 et WAAM TT1200 en fonction de la température d'essai. Comparaison avec un acier forgé / recristallisé [100].

V.5 Synthèse

Dans ce chapitre, la microstructure de l'acier 316L WAAM et son évolution en température ont été caractérisées. Le comportement à rupture de ce matériau aux états détensionné (TT600), sigmatisé (TT900), et recristallisé (TT1200) a ensuite été étudié. Enfin, une comparaison a été menée entre les aciers 316L LPBF et 316L WAAM dans le but de mettre en lumière certains points particuliers susceptibles d'améliorer l'état des connaissances quant à l'acier 316L élaboré par FA par fusion.

Evolution microstructurale de l'acier 316L WAAM – La microstructure brute de fabrication de l'acier 316L WAAM se compose de grains colonnaires millimétriques contenant des domaines de ferrite δ micrométriques, à hauteur de 5,8 % volumiques, ainsi que des oxydes sub micrométriques riches en

éléments Si et Mn (0,5 % volumiques). A l’état TT600, aucune modification dans la structure de grains ni dans les populations d’oxydes n’est constatée. La précipitation d’une phase σ ou χ (sa nature n’étant pas encore clairement déterminée) est cependant observée au sein des domaines ferritiques. A l’état TT900, l’essentiel de la ferrite δ est transformée en phase σ . Enfin, les traitements à 1200 °C conduisent à une disparition de la ferrite (et de ses éventuels produits de transformation) et à la recristallisation de l’acier, sans toutefois provoquer d’évolution des populations d’oxydes.

Comportement à rupture de l’acier 316L WAAM – A température ambiante, la résilience de l’acier 316L WAAM (139 J/cm²) est inférieure à celle d’un acier 316L conventionnel et se caractérise par un amorçage de fissure précoce et une propagation instable. Ceci est dû, comme pour les aciers LPBF, à la densité importante de sites de germination de cavités induite dans le matériau par les populations d’oxydes qu’il contient (la rupture ductile intervenant par décohésion des interfaces oxyde / matrice). Les domaines ferritiques ne semblent pas pas jouer un rôle significatif dans les mécanismes de rupture. La sigmatisation constatée à l’état TT900 conduit à une rupture majoritairement fragile de l’acier. Cette fois, la rupture intervient donc principalement dans les domaines de phase σ . La recristallisation a pour effet d’augmenter la stabilité de la propagation de fissure et, par conséquent, la résilience du matériau qui atteint 220 J/cm² à l’état TT1200.

A – 193 °C, une rupture partiellement fragile est constatée pour l’acier 316L WAAM TT600 conduisant à une très faible résilience (28 J/cm²). Cette rupture intervient très probablement dans les domaines ferritiques. L’obtention d’une rupture également partiellement fragile pour l’acier WAAM brut de fabrication indique que la présence de rupture fragile dans le matériau n’est pas corrélée à la précipitation de phase σ ou χ observée à l’état TT600.

Comparaison 316L LPBF / 316L WAAM – La comparaison des résultats obtenus avec les aciers 316L LPBF et 316L WAAM a permis de mettre en évidence certains points particuliers susceptibles d’améliorer l’état des connaissances relatives à l’acier 316L élaboré par fabrication additive (FA) par fusion. Tout d’abord, les populations d’oxydes apparaissent être les éléments de microstructure contrôlant au premier ordre l’évolution à haute température, et en particulier la recristallisation, de ces aciers. Plus ces oxydes sont nombreux et fins au sein de la microstructure, plus la recristallisation est retardée et lente. Au contraire, plus ces oxydes sont gros et en faible nombre, plus la recristallisation est rapide. De ces oxydes dépend aussi le comportement à rupture de l’acier 316L élaboré par FA par fusion. La rupture ductile intervient en effet dans ces matériaux par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Plus que leur fraction volumique, la localisation des oxydes dans la microstructure a une influence majeure sur la résilience obtenue. Dans le cas des matériaux de l’étude, les plus faibles résiliences sont constatées lorsque les oxydes sont localisés aux joints de grains, les plus élevées lorsque ceux-ci sont dispersés de manière homogène dans les grains.

La comparaison des résultats de l’étude avec le cas d’un acier forgé montre que la concentration en oxygène élevée de ces matériaux, y induisant directement une densité d’oxydes importante, est la cause principale de leurs faibles résiliences. Une réduction de leur teneur en oxygène, en dessous de 300 ppm au moins, serait par conséquent un moyen d’améliorer leurs propriétés à rupture. Néanmoins, les résultats de cette étude semblent indiquer que sur la plage 300 à 800 ppm, la dépendance de la résilience envers la concentration en oxygène est nettement moins importante que pour les basses concentrations.

La concentration en oxygène n'apparaît donc pas comme un facteur de premier ordre pour la compréhension du comportement à rupture de ces matériaux, pour des valeurs de concentration classiques pour les aciers élaborés par FA par fusion (plusieurs centaines de ppm).

Enfin, la dépendance de la résilience de ces matériaux envers la température d'essai apparaît principalement contrôlée par les phases en présence dans leurs microstructures. Lorsque la microstructure de ces aciers est purement austénitique, la résilience baisse de manière graduelle de la température ambiante à -193 °C (avec une pente d'environ $0,4$ à $0,5\text{ J/cm}^2/\text{°C}$ pour les matériaux LPBF). L'effet des éléments de microstructure caractéristiques des aciers 316L élaborés par fabrication additive par fusion apparaît secondaire. La baisse de résilience peut alors s'expliquer par le durcissement de l'austénite avec la baisse de la température. En revanche, lorsque la microstructure est biphasée austénite / ferrite δ , la rupture devient partiellement fragile à basse température, conduisant à une sensibilité de la résilience envers la température d'essai différente ainsi qu'à des propriétés à rupture nettement détériorées par rapport à la température ambiante.

Conclusion

L'objectif scientifique de ces travaux concerne l'étude du comportement à rupture de l'acier 316L élaboré par les procédés de fabrication additive LPBF et WAAM et du lien avec la microstructure. Du point de vue industriel, il s'agit d'évaluer les propriétés en résilience et ténacité de ces matériaux ainsi que leur éventuelle corrélation. Cette étude a permis de répondre à ces deux objectifs. En effet, le comportement à rupture des aciers 316L LPBF et 316L WAAM a été caractérisé, rendant possible la détermination de relations entre leur microstructure et leur comportement à rupture. Les propriétés de résilience et de ténacité de ces matériaux ont été évaluées, pour différents états microstructuraux, permettant d'établir la possibilité de leur application industrielle, notamment dans le secteur du nucléaire. L'étude du comportement à rupture de ces aciers à basse température (jusqu'à -193 °C) ainsi que la détermination, pour l'acier 316L LPBF, de corrélations entre résilience et ténacité ont également contribué à étendre le champ des connaissances relatives au comportement mécanique de ces matériaux particuliers.

Les principales conclusions de cette étude, d'abord sur l'évolution microstructurale en température des aciers 316L LPBF et 316L WAAM puis sur leur comportement à rupture, sont résumées dans les sections suivantes. Des conclusions générales concernant l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion y sont également dressées. Enfin, des perspectives et études complémentaires à ces travaux de thèse sont proposées.

Evolution microstructurale des aciers 316L LPBF et 316L WAAM avec la température

Evolution microstructurale de l'acier 316L LPBF

L'utilisation de deux poudres de compositions chimiques légèrement différentes, mais des mêmes paramètres de procédé, a permis l'élaboration de deux aciers 316L LPBF ayant des microstructures significativement différentes. Bien que les deux aciers présentent les caractéristiques générales de l'acier 316L, leurs tailles de grains, leurs textures, leurs structures cellulaires (totales ou partielles), leurs distributions de joints de grains et les tailles de leurs oxydes sont différentes. Ce résultat, en accord avec de précédentes études, confirme l'importance de l'influence de la composition de la poudre sur la microstructure des matériaux fabriqués par procédé LPBF. Les mécanismes à l'origine de ces différences sont actuellement étudiés¹³.

Les deux aciers bruts de fabrication présentent des cinétiques de recristallisation significativement différentes, la germination des grains recristallisés étant retardée dans l'acier ayant

¹³ On peut citer notamment les travaux de thèse de W. Burge-Catinot menés au Laboratoire des Technologies des Matériaux Extrêmes et au Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers du CEA Paris-Saclay.

des grains plus fins, une plus faible densité de sous-joints de grains et une plus grande fraction volumique d'oxydes nanométriques. La différence de densité de sous-joints de solidification entre les deux aciers apparaît comme l'explication la plus plausible de leurs différences de germination et de cinétiques de recristallisation¹⁴.

Trois traitements thermiques ont été appliqués aux deux aciers bruts de fabrication afin d'obtenir différents états microstructuraux (détensionné, homogénéisé chimiquement / partiellement restauré et recristallisé) et d'évaluer leur résilience et leur ténacité. A l'état détensionné (après traitement à 600 °C), les microstructures sont similaires à celles de l'état brut de fabrication. A l'état homogénéisé chimiquement / partiellement restauré (après traitement à 900°C), la disparition totale des cellules de solidification et partielle des cellules de dislocations est observée. A l'état recristallisé (après traitement à 1200 °C), les deux aciers présentent des microstructures équiaxes et faiblement texturées. La localisation de gros oxydes aux joints de grains observée dans ces microstructures provient d'un couplage entre recristallisation et mûrissement des oxydes nanométriques aux joints de grains.

Evolution microstructurale de l'acier 316L WAAM

La microstructure brute de fabrication de l'acier 316L WAAM se compose de grains colonnaires millimétriques contenant des domaines de ferrite δ micrométriques, à hauteur de 5,8 % en volume, ainsi que des oxydes submicrométriques riches en éléments Si et Mn (0,5 % en volume). L'évolution en température de ce matériau diffère de celle de l'acier 316L LPBF principalement par la précipitation de phases secondaires au sein des domaines ferritiques (phase σ ou χ après traitement à 600 °C, phase σ après traitement à 900 °C), ainsi que par la stabilité des oxydes submicrométriques lors de la recristallisation à 1200 °C. La cinétique de recristallisation significativement plus rapide à cette température que celles des aciers LPBF peut être en partie attribuée au faible épingleage des joints de grains par les oxydes submicrométriques de l'acier WAAM, moins fins que ceux des aciers LPBF non recristallisés. En contrepartie, les joints de grains recristallisés ne sont pas tapissés d'oxydes comme c'est le cas pour les matériaux LPBF.

Comportement à rupture des aciers 316L LPBF et 316L WAAM

Comportement à rupture de l'acier 316L LPBF

A l'échelle macroscopique, des corrélations linéaires positives ont été établies entre la résilience et la ténacité des aciers de l'étude, tant à l'amorçage qu'à la propagation de fissure, grâce à la mise en œuvre d'essais de déchirure ductile et, pour la première fois sur ce type de matériaux, d'essais de flexion par choc instrumentés. Les mécanismes de déformation et de rupture s'avèrent également corrélés. Dans toutes les configurations testées (matière première, procédé de construction, traitement thermique post-construction) testées, la rupture ductile intervient par décohéation des interfaces oxyde / matrice. Les mécanismes de déformation impliquent du glissement de dislocations et du maclage mécanique.

¹⁴ Ces résultats ont fait l'objet d'une publication : E. de Sonis *et al.*, *Mater. Charact.*, 194 (2022).

L'intensité de ce dernier dépend de l'état microstructural des matériaux testés et diminue avec la disparition des éléments de microstructure caractéristiques de l'acier 316L LPBF brut de fabrication (cellules de solidification et de dislocations, défauts d'empilement...).

A l'état détensionné, les aciers de l'étude présentent des résiliences significativement inférieures à celle d'un acier 316L forgé hypertrempé (170 à 250 J/cm² contre environ 400 J/cm²). Elles sont cependant supérieures à la valeur minimale décrite dans le code RCC-MRx (125 J/cm²). Cette différence peut directement être imputée aux oxydes submicrométriques qui fournissent une importante densité de sites potentiels de germination de cavités. Une anisotropie de résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure est par ailleurs observée. Elle est principalement liée à l'anisotropie de structure de grains caractérisant la microstructure de l'acier 316L LPBF dans cet état.

La restauration partielle et l'homogénéisation chimique du matériau obtenues à 900°C n'influencent pas significativement les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF. L'effet des structures cellulaires, de solidification ou de dislocations, apparaît donc être de second ordre par rapport à celui des oxydes.

Enfin, à l'état recristallisé, les aciers de l'étude présentent une baisse significative de leur résistance à la rupture, tant en résilience qu'en ténacité. Ce phénomène est attribué à la localisation des oxydes aux joints des grains recristallisés favorisant une rupture intergranulaire ductile. Par conséquent, tous les traitements thermiques de recristallisation ou de type compaction isostatique à chaud (CIC), conduisant à la localisation des oxydes aux (nouveaux) joints de grains, sont susceptibles de détériorer les propriétés à rupture de l'acier 316L LPBF et devaient être évités. Dans cet état, le comportement mécanique de l'acier 316L LPBF est par ailleurs très proche de celui d'un acier 316L élaboré par métallurgie des poudres conventionnelle, incluant la CIC.

La résilience de l'acier 316L LPBF décroît graduellement avec la baisse de la température d'essai. La sensibilité de la résilience envers la température dépend peu de l'état microstructural considéré (détensionné, homogénéisé / partiellement restauré ou recristallisé). La résilience s'abaisse de 0,4 à 0,5 J.cm⁻².K⁻¹, ce qui est relativement proche de ce qui est connu pour les aciers 316L CIC ou forgés. La microstructure héritée du procédé LPBF ne semble donc pas induire une sensibilité particulière de la résilience envers la température par comparaison avec celles d'autres aciers 316L.

L'augmentation de la limite d'élasticité des matériaux de l'étude lorsque la température diminue, du fait de l'augmentation de la friction de réseau et des effets d'épinglage des dislocations par la solution solide, apparaît être la principale cause de cette baisse de résilience à travers la diminution de ductilité qui lui est concomitante.

Comportement à rupture de l'acier 316L WAAM

A température ambiante, la résilience de l'acier 316L WAAM (139 J/cm²) est inférieure à celle d'un acier 316L conventionnel et se caractérise par un amorçage de fissure précoce et une propagation instable. Ceci est dû, comme pour les aciers LPBF, à la densité importante de sites de germination de cavités liée aux populations d'oxydes présents dans le matériau (la rupture ductile intervenant par décohérence des interfaces oxyde / matrice). Les domaines ferritiques ne jouent pas de rôle significatif dans les mécanismes de rupture. La sigmatisation de la ferrite à 900°C conduit à une rupture

majoritairement fragile, principalement dans les domaines de phase σ . La recristallisation augmente la stabilité de la propagation de fissure et, par conséquent, la résilience du matériau qui atteint 220 J/cm².

A – 193 °C, une rupture partiellement fragile est constatée pour l'acier 316L WAAM détensionné conduisant à une très faible résilience (28 J/cm²). Cette rupture intervient très probablement dans les domaines ferritiques partiellement décomposés. L'obtention d'une rupture également partiellement fragile pour l'acier WAAM brut de fabrication indique que la présence de rupture fragile dans le matériau n'est pas corrélée à la précipitation de phase σ ou χ observée à l'état TT600.

Conclusions communes à l'acier 316L élaboré par fabrication additive par fusion

La comparaison des résultats obtenus avec les aciers 316L LPBF et 316L WAAM a permis de mettre en évidence certains points particuliers susceptibles d'améliorer l'état des connaissances relatives à l'acier 316L élaboré par fabrication additive (FA) par fusion. Tout d'abord, les populations d'oxydes contrôlent au premier ordre l'évolution de la microstructure à haute température, et en particulier la recristallisation, de ces aciers. Plus ces oxydes sont nombreux et fins au sein de la microstructure, plus la recristallisation est retardée et lente. Au contraire, plus ces oxydes sont volumineux et en faible nombre, plus la recristallisation est rapide. De ces oxydes dépend aussi le comportement à rupture de l'acier 316L élaboré par FA par fusion. La rupture ductile intervient en effet dans ces matériaux par décohérence des interfaces oxyde / matrice. Plus que leur fraction volumique, la localisation des oxydes dans la microstructure exerce une influence majeure sur les propriétés en résilience obtenues. Dans le cas des matériaux de l'étude, les plus faibles résiliences sont constatées lorsque les oxydes sont localisés aux joints de grains, les plus élevées lorsque ceux-ci sont dispersés de manière homogène dans les grains.

La comparaison des résultats de l'étude avec le cas d'un acier forgé montre que la concentration en oxygène élevée de ces matériaux de fabrication additive, y induisant directement la formation d'une densité importante d'oxydes, est leur principale limite en termes de résilience. Une réduction de leur teneur en oxygène, en dessous de 300 ppm au moins, serait par conséquent un moyen d'améliorer leurs propriétés à rupture. Néanmoins, les résultats de cette étude semblent indiquer que sur la plage 300 à 800 ppm, la dépendance de la résilience envers la concentration en oxygène est nettement moins importante que pour les faibles concentrations déjà étudiées dans la littérature. La concentration en oxygène n'apparaît donc pas comme un facteur de premier ordre pour la compréhension du comportement à rupture de ces matériaux, pour des valeurs de concentration de plusieurs centaines de ppm, classiquement mesurées dans les aciers élaborés par FA par fusion.

Enfin, la dépendance de la résilience de ces matériaux envers la température d'essai apparaît principalement contrôlée par les phases en présence dans leurs microstructures. Entre 20 et – 193 °C, lorsque la microstructure de ces aciers est purement austénitique, la résilience diminue avec la température d'essai. L'effet des éléments de microstructure caractéristiques des aciers 316L élaborés par FA par fusion, tels que les cellules de dislocations, les ségrégations chimiques ou la taille et la

morphologie des grains apparaît secondaire. La baisse de résilience peut alors s'expliquer par le durcissement de l'austénite avec la baisse de la température. En revanche, lorsque des phases secondaires sont présentes dans la microstructure de ces matériaux (les phases δ et σ ou χ par exemple), la rupture devient partiellement fragile à basse température, conduisant à une sensibilité accrue de la résilience envers la température d'essai, ainsi qu'à des propriétés à rupture significativement détériorées par rapport à la température ambiante.

Perspectives et études complémentaires envisageables

Un résultat important de ces travaux de thèse est l'établissement de corrélations entre résilience et ténacité pour l'acier 316L LPBF, démontrant d'une part la corrélation entre deux comportements à rupture sous deux vitesses de sollicitation mécanique radicalement différentes, et d'autre part la possibilité de transposer les règles de dimensionnement de composants industriels établies pour les procédés conventionnels au procédé LPBF. Ces corrélations pourraient également être étudiées pour l'acier 316L WAAM. Pour cela, des essais de déchirure ductile pourraient être réalisés sur ce matériau aux trois états microstructuraux étudiés dans ces travaux de thèse. De même, des essais pourraient être effectués pour une direction de sollicitation parallèle à la direction de construction des blocs WAAM, afin de caractériser l'anisotropie de comportement mécanique que laisse présager la microstructure fortement anisotrope de ce matériau.

Par ailleurs, la méthode développée dans cette étude pourrait être appliquée à une plus large gamme d'aciers 316L élaborés par d'autres procédés de fabrication additive (par exemple les procédés DED, WLAM, *etc.*) pour permettre d'estimer rapidement leurs propriétés à rupture. Quelques essais de flexion par choc à température ambiante et à -193 °C , sur les matériaux bruts de fabrication ou détensionnés, suffiraient à évaluer leurs propriétés par rapport aux normes en vigueur et à statuer sur la possibilité de les utiliser en l'état pour une application industrielle, ou sur l'intérêt de leur appliquer des traitements thermiques. L'analyse des faciès de rupture permettrait de déterminer les éléments de microstructure contrôlant les mécanismes de rupture ainsi que de conclure sur une éventuelle évolution de ces derniers avec la baisse de la température d'essai. Pour caractériser l'anisotropie de comportement mécanique de ces matériaux, des essais impliquant des directions de sollicitation parallèle et perpendiculaire à la direction de construction pourraient être envisagés. Les essais de déchirure ductile pourraient quant à eux ne pas être priorisés, cette étude ayant montré (pour l'acier 316L LPBF) une similarité entre les mécanismes de déformation et de rupture en condition de sollicitation quasi-statique et en condition de chargement mécanique rapide.

Enfin, il ressort de ces travaux que les oxydes présents dans les microstructures brutes de fabrication de l'acier 316L élaboré par FA par fusion sont les éléments de microstructure contrôlant au premier ordre les mécanismes de rupture de ces matériaux. Ils sont responsables de la résilience moindre des aciers 316L LPBF et 316L WAAM par rapport à leurs homologues élaborés par procédés conventionnels. De leurs caractéristiques à l'état brut de fabrication, et principalement de leur taille, vont dépendre l'évolution microstructurale en température de ces matériaux ainsi que leur comportement à rupture après traitement thermique à haute température. S'affranchir de ces oxydes (ou de leur

évolution lors de la recristallisation) dans les microstructures brutes de fabrication de l'acier 316L élaboré par FA par fusion apparaît donc une perspective intéressante d'un point de vue industriel afin d'améliorer les propriétés à rupture de ces matériaux et de mieux maîtriser leur évolution en température. Des essais de flexion par choc sur des aciers LPBF et WAAM à faible teneur en oxygène, inférieure à 300 ppm (la borne inférieure testée dans cette étude) et jusqu'à moins de 100 ppm, seraient par conséquent utiles pour confirmer l'amélioration supposée des propriétés à rupture de ces matériaux avec la baisse de leur concentration en oxygène en dessous de 300 ppm. De même, des essais sur des aciers à fortes concentrations en oxygène (supérieures à 800 ppm) permettraient de préciser l'étendue de la relative non-influence de la teneur en oxygène sur les propriétés à rupture, mise en évidence pour les aciers de l'étude sur la plage 300 – 800 ppm, et ainsi de déterminer avec précision l'intervalle de concentration pour lequel le recyclage des matières premières reste viable.

Cependant, obtenir des aciers 316L issus de FA par fusion à faible teneur en oxygène passe nécessairement par l'élaboration de matières premières très pauvres en oxygène, ce qui peut s'avérer complexe, notamment pour les poudres. Dans ce cas, étudier les éventuels effets d'une modification de la chimie des oxydes sur leur taille, leur stabilité en température... pourrait être une perspective intéressante. Pour cela, certains éléments de l'acier 316L pourraient être dosés différemment dans les matières premières utilisées (par exemple le silicium et le manganèse) par l'utilisation de lingots de composition spécifiques pour l'élaboration de fil et l'atomisation de poudres, ou encore par l'obtention de poudres de compositions chimiques maîtrisées par mécanosynthèse et mélange d'éléments sélectionnés. En partant des poudres actuelles, des traitements thermiques provoquant la croissance des oxydes sans la recristallisation du matériau pourraient également être explorés dans le cas de l'acier 316L LPBF, afin de limiter le couplage entre recristallisation et mûrissement des oxydes aux joints de grains, améliorant potentiellement les propriétés mécaniques de cet acier suite à un traitement à haute température. Ce type de traitement, préalablement réalisé à un traitement de recristallisation, pourrait limiter les effets délétères des traitements de densification de type CIC sur la résilience des matériaux de l'étude à l'état brut de fabrication.

Annexe 1 : Techniques expérimentales

Dans cette annexe est présenté l'ensemble des techniques expérimentales mises en œuvre dans cette étude, ainsi que leur exploitation.

A1.1 Informations relatives à l'élaboration des matériaux de l'étude

A1.1.1 Procédé LPBF

Les matériaux élaborés par procédé LPBF ont été fabriqués à partir de deux poudres, l'une provenant du fournisseur SLM Solutions et nommée poudre A dans cette étude, l'autre provenant du fournisseur Praxair et nommée poudre B. Leurs compositions chimiques sont données dans le Tableau A1.1. Leurs granulométries sont quant à elles reportées dans le Tableau A1.2. Ces poudres proviennent de lots déjà utilisés pour des fabrications précédentes et sont par conséquent recyclées. Après chaque fabrication, les poudres excédentaires sont tamisées à l'aide d'un tamis de 50 μm , dans le but de conserver leur granulométrie, puis étuvées à la température de 60 °C dans l'attente de la prochaine fabrication afin de limiter leur prise en oxygène. Il a été estimé que, lors de cette étude, les lots de poudre n'ont pas été recyclés plus de 10 fois pour la fabrication de l'ensemble des matériaux LPBF.

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C
Poudre A	Base	17.7	13.0	0.6	2.0	0.8	0.03*	0.08	0.02*
Poudre B	Base	16.8	12.2	1.1	2.4	0.7	0.03*	0.02	0.005*

*Tableau A1.1 : Composition chimique des poudres A et B (en pourcentages massiques) mesurée par spectrométrie d'émission atomique – plasma à couplage inductif (ICP-AES) pour les éléments majeurs, par spectrométrie de masse à décharge lumineuse (GDMS) pour les éléments mineurs et par combustion pour l'azote (incertitude relative de $\pm 10\%$ pour tous les éléments). * données provenant des fournisseurs (combustion).*

	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)
Poudre A	19	31	54
Poudre B	20	31	43

Tableau A1.2 : Granulométrie des poudres A et B (données des fournisseurs).

Trente cubes d'acier 316L, 15 à partir de la poudre A, 15 à partir de la poudre B, de dimensions $56 \times 56 \times 56 \text{ mm}^3$, ont été élaborés à l'aide de la machine de fusion laser sur lit de poudre SLM Solutions 280^{HL} de la plateforme SAMANTA du CEA/LISL (Figure A1.1a). Les cubes sont disposés par séries de 3 à 5 sur les plateaux de fabrication ($250 \times 250 \text{ mm}^2$) et construits sur de supports de type « nids d'abeille » (Figure A1.1b). Ces deniers sont conçus pour maintenir correctement les pièces sur le substrat tout en facilitant leur découpe une fois l'étape de fabrication terminée.

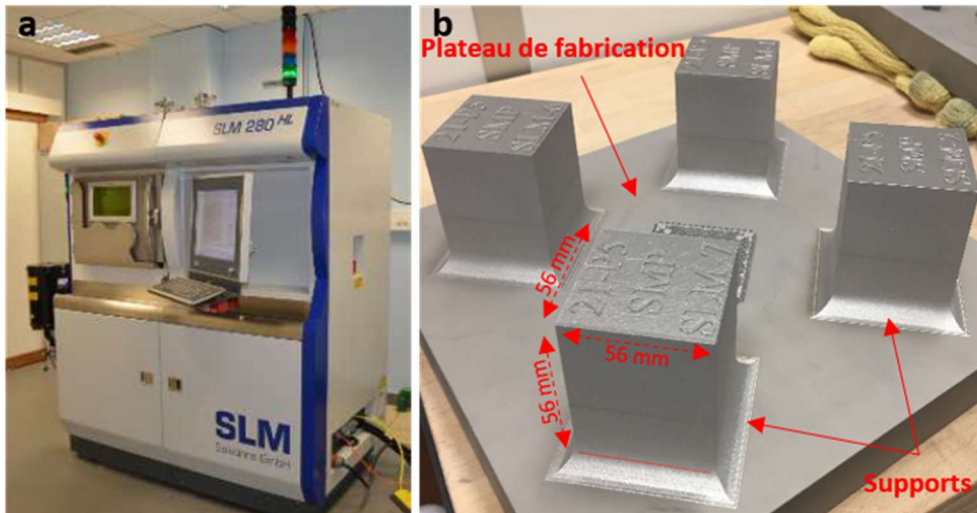


Figure A1.1 : a) Machine de fusion laser sur lit de poudre SLM Solutions 280^{HL}, b) plateau de fabrication comprenant quatre cubes d'acier 316L à l'issue du procédé LPBF.

Les principaux paramètres de procédé utilisés pour l'élaboration de ces cubes sont indiqués dans le Tableau A1.3. Le balayage de la surface de 56×56 mm² se fait quant à lui par bandes parallèles de 7 mm de large. Chaque bande est balayée dans sa largeur par le faisceau (Figure A1.2a), l'écart entre deux traits de laser étant de 120 μm. Une fois la surface entièrement consolidée, son contour est marqué par un trait de laser supplémentaire (Figure A1.2b). Entre deux couches, le schéma de balayage est tourné d'un angle de 67° et translaté d'un septième de la largeur d'une bande (Figure A1.2c). Cette stratégie de rotation de 67° entre chaque couche permet une bonne répartition des contraintes résiduelles à l'échelle de la pièce tout en limitant l'anisotropie globale du matériau dans le plan orthogonal à la direction de construction (BD).

Puissance	Vitesse du Laser	Epaisseur d'une couche de poudre	Densité d'énergie volumique
200 W	800 mm/s	30 μm	69 J/mm ³

Tableau A1.3 : Principaux paramètres procédé utilisés pour la fabrication des matériaux LPBF de l'étude.

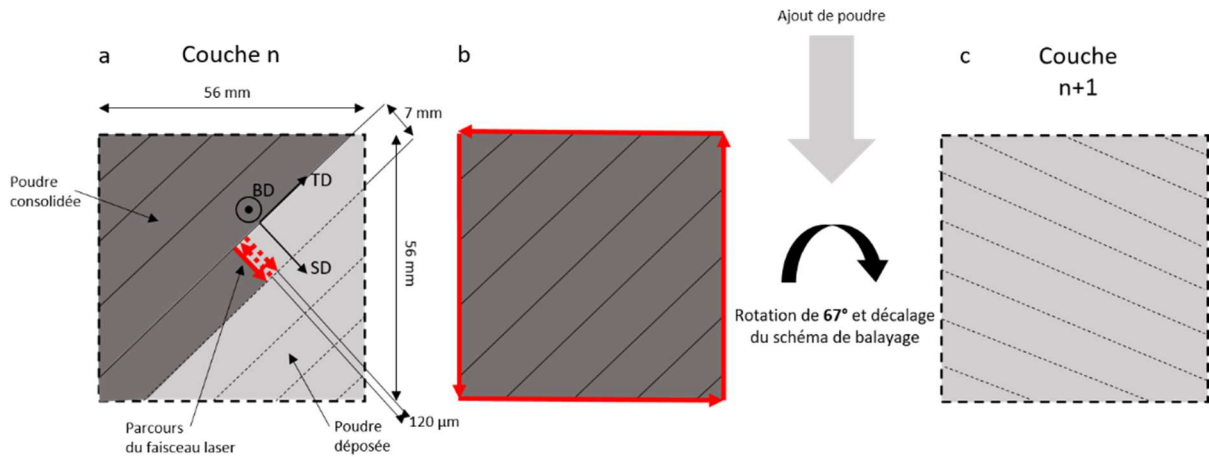


Figure A1.2 : Etapes de la stratégie de balayage utilisée pour la fabrication des matériaux LPBF de l'étude.

A1.1.2 Procédé WAAM

Deux blocs d'acier 316L WAAM, de dimensions 140×110×90 mm³, ont été réalisés à l'aide d'un robot de soudage CMT (procédé MAG) du laboratoire PRISME d'EDF. Le métal d'apport est un fil de 316L Si, de diamètre 1,0 mm, dont la composition chimique est donnée dans le Tableau A1.4. Les principaux paramètres de procédé utilisés pour l'élaboration de ces blocs sont quant à eux indiqués dans le Tableau A1.5.

	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	O	N	C
Fil d'apport	Base	18,4	11,1	1,8	2,6	0,8	0,02	0,01	0,03

Tableau A1.4 : Composition du fil d'apport utilisé pour la fabrication des matériaux WAAM de l'étude (en pourcentages massiques). Analyses réalisées par la société Elektrowerk Weisweiler GmbH.

Intensité	Tension à l'arc	Vitesse de la buse de dépôt	Vitesse du fil
150 A	14,5 V	4,6 mm/s	9 m/min

Tableau A1.5 : Principaux paramètres procédé utilisés pour la fabrication des blocs d'acier 316L WAAM de l'étude.

Les blocs d'acier 316L WAAM sont directement construits sur une tôle de base en acier 316L, sans support (Figure A1.3a). Le dépôt du fil se fait sous un balayage par un gaz de protection (Ar + 2 % CO₂, débit de 18L/min). La stratégie de dépôt consiste en un remplissage de la surface rectangulaire des blocs par juxtaposition de cordons linéaires et superposition des passes de remplissage, avec une inversion du sens de dépôt, entre chaque couche (Figure A1.3b). Avant chaque dépôt de cordon, la température de la couche précédente est mesurée par pyromètre afin de s'assurer que celle-ci ne dépasse pas 150 °C lorsque le dépôt est débuté, ceci dans le but de limiter l'échauffement du matériau et d'éviter la précipitation de phases secondaires, notamment de la phase σ .

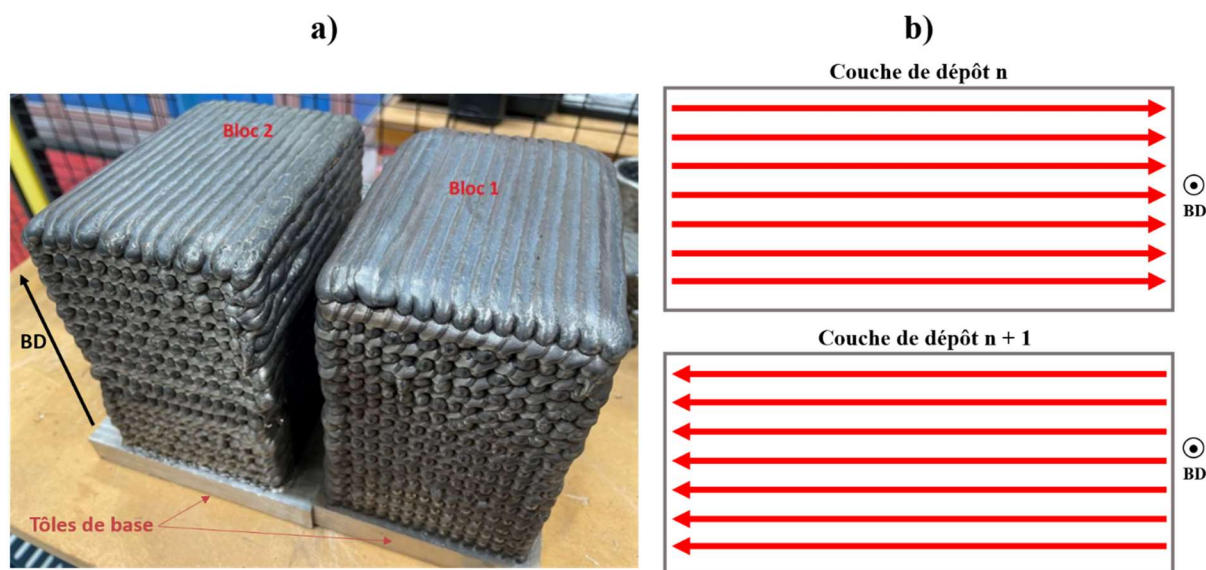


Figure A1.3 : a) Blocs d'acier 316L WAAM en sortie de fabrication, b) stratégie de dépôt utilisée pour la fabrication de ces blocs (BD : direction de construction).

A1.1.3 Traitements thermiques

Les traitements thermiques de tous les matériaux de l'étude ont été réalisés sous air dans le four ELTI 1600 du CEA/LTMEEx. Trois températures ont été utilisées : 600 °C, 900 °C, et 1200 °C. Deux types d'échantillons ont été considérés :

- 1) de petits échantillons, de dimensions $10 \times 15 \times 20 \text{ mm}^3$, découpés dans les blocs bruts de fabrication des aciers 316L LPBF et WAAM (utilisés pour les caractérisations microstructurales),
- 2) les cubes de 56 mm de côté d'acier 316L LPBF ainsi que des blocs de dimensions $45 \times 45 \times 90 \text{ mm}^3$ d'acier 316L WAAM, découpés dans les blocs bruts de fabrication (les éprouvettes d'essais mécaniques étant par la suite usinées dans ces pièces de grandes dimensions).

L'introduction des matériaux se fait dans le four chaud et stabilisé à la température de traitement. Pour les échantillons de petites dimensions, le temps de chauffe de l'échantillon est considéré comme négligeable lorsque les temps de traitement sont de l'ordre de l'heure (majorité des cas). Pour des traitements impliquant des durées de maintien en température plus courtes, de l'ordre de quelques minutes, la vitesse de chauffe au cœur de l'échantillon a été mesurée par thermocouple (type K). Pour une température cible de 1200 °C (la seule température où des temps de maintien si courts sont appliqués), cette vitesse de chauffe a été mesurée à 800 °C/min.

Dans le cas des pièces de grandes dimensions, les temps de montée à la température cible de traitement, après introduction des matériaux dans le four, ont également été déterminés par suivi de la température à cœur de pièce par thermocouple. Ces temps ont été mesurés à 35 min pour une température cible de 600 °C, 30 min pour 900 °C et 20 min pour 1200 °C, et ajoutés aux durées de traitement ciblées.

Enfin, les maintiens en température sont suivis par un refroidissement sous air pour les échantillons soumis à un traitement à 600 °C et par une trempe à l'eau pour ceux traités aux températures de 900 °C et 1200 °C.

A1.2 Caractérisations microstructurales

L'ensemble des techniques utilisées pour la caractérisation microstructurale des aciers de l'étude est présenté dans cette section. Leur exploitation est quant à elle détaillée dans la section suivante.

A1.2.1 Préparation des échantillons

Deux principaux types d'échantillons ont été caractérisés dans cette étude : les faciès de rupture des éprouvettes après essais mécaniques et les échantillons de dimensions $10 \times 15 \times 20 \text{ mm}^3$ destinés à la caractérisation microstructurale des matériaux de l'étude (*cf.* A1.1.3). Les faciès de rupture n'ont pas nécessité de préparation particulière, hormis l'attention accordée à la conservation de la propreté des surfaces d'analyse. Les échantillons destinés aux caractérisations microstructurales ont quant à eux été découpés, pour analyse à cœur de pièce, puis enrobés et polis mécaniquement à l'aide de papiers SiC (de grades 80 à 1200) et de solutions diamantées (taille des particules de 7 à 1 μm). Un polissage final avec une suspension de silice colloïdale (OPS) est appliqué aux échantillons destinés aux analyses par diffraction des électrons rétrodiffusés. Ceux pour la microscopie (optique ou électronique) sont soumis à une attaque électrochimique impliquant une solution aqueuse à 10 % vol. d'acide oxalique et une tension appliquée de 7 V pendant 30 s. Enfin, des lames minces, destinées aux observations en microscopie électronique en transmission, mais aussi à balayage, sont élaborées à partir de disques de 200 μm d'épaisseur découpés dans des cylindres de 3 mm de diamètre usinés dans les échantillons à caractériser. Ces disques sont ensuite polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 120 μm puis soumis à un amincissement électrolytique à la température de 0 °C à l'aide d'une solution de 45 % vol. de butoxyéthanol, 45 % vol. d'acide acétique et 10 % vol. d'acide perchlorique sous une tension de 30 V.

A1.2.2 Microscopie

A1.2.2.1 Microscopie optique (MO)

Les observations en MO ont été réalisées à l'aide du microscope Leica DMI 5000 M du Centre des Matériaux. Des grossissements de $\times 10$ à $\times 200$ ont été utilisés.

A1.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les observations en MEB de cette étude ont été réalisées à l'aide du microscope électronique à balayage FEG ZEISS Sigma 300 du Centre des Matériaux. Des tensions de 5 à 15 kV ainsi que des grossissements de $\times 100$ (pour caractériser les structures de grains) à $\times 30\,000$ (pour l'observation d'objets plus fins, comme les oxydes nanométriques et les cellules de solidification) ont été utilisés. Les modes d'imagerie employés sont SE standard (détecteur Everhart-Thornley), SE-InLens (détecteur placé dans la lentille) et BSE (électrons rétrodiffusés).

A1.2.2.3 Microscopie électronique en transmission (MET)

Les observations en MET de cette étude, principalement conduites dans le but de caractériser (qualitativement) les structures de dislocation des matériaux LPBF et WAAM, ont été réalisées avec le microscope Tecnai F20 ST du Centre des Matériaux, avec une tension d'accélération de 200 kV. Avant observation, les lames minces sont nettoyées par plasma pendant 120 s.

A1.2.2 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Pour les analyses EBSD, deux microscopes électroniques à balayage du Centre des Matériaux ont été utilisés : le FEG ZEISS Sigma 300, équipé d'une caméra NORDIF, et un FEG FEI Nova NanoSEM 450 équipé d'une caméra EDAX. Une tension de 20 kV et des distances de travail de 10 à 20 mm ont été utilisées ainsi que des pas de mesure de 0,1 μm (pour la caractérisation fine des mécanismes de déformation après rupture : maclage, transformation martensitique, *etc.*) à 10 μm (pour des cartographies plus grossières visant à déterminer la texture et la morphologie des grains des matériaux de l'étude).

L'exploitation des données EBSD a été réalisée à l'aide du logiciel EDAX OIM permettant d'obtenir des cartographies codant en couleur une direction de l'échantillon dans une figure de pôles inverses (IPF) des zones analysées, les cartographies en indice de qualité d'image correspondantes ainsi que les cartographies de phases et de GOS (*Grain Orientation Spread*). Un angle de désorientation de 5° a été considéré pour la définition d'un joint de grains pour le tracé des cartographies de GOS. Aucun nettoyage des données n'a été appliqué. Les valeurs présentant un indice de confiance inférieur à 0,1 ont été exclues des jeux de données.

A1.2.3 Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)

Concernant les analyses EDX, le détecteur Bruker du microscope FEG ZEISS Sigma 300 du Centre des Matériaux a été utilisé avec une tension de 15 kV, des distances de travail de 15 à 18 mm et des temps de comptage de l'ordre d'une minute. Les objets caractérisés avec cette technique (les facettes de clivage observées sur les faciès de rupture de l'acier WAAM TT600 après essai à -193 °C, *cf.* section V.3.2), sont de l'ordre de plusieurs micromètres. Dans le but de déterminer, de manière plus précise, la composition chimique des phases γ et δ dans la microstructure de l'acier WAAM brut de fabrication, des analyses ont également été réalisées en MET avec le détecteur Bruker XFlash XT 60 du microscope Tecnai F20 ST du Centre des Matériaux, avec une tension d'accélération de 200 kV et un temps de comptage de 30 s.

A1.2.4 Mesures de sigmamétrie

Afin de déterminer la fraction de phase magnétique dans les différents matériaux de l'étude (ferrite δ dans l'acier WAAM brut de fabrication et TT600, martensite α' dans les aciers LPBF et WAAM après rupture à basse température), des mesures d'aimantation à saturation ont été réalisées à l'aide du sigmamètre SETARAM du centre de recherche des Renardières de EDF R&D. Deux types d'échantillons sont analysés : des échantillons de type « bloc », de volume compris entre 0,5 et 1 cm^3 , et des zones sous faciès de rupture. Pour ce dernier type d'échantillons, l'objectif de ces mesures est de déterminer les fractions de phase magnétique (en l'occurrence de la martensite α') sous les faciès de

rupture des matériaux de l'étude lors d'essais de flexion par choc à différentes températures (cf. Chapitre IV). Pour cela, une zone contenant les faciès de rupture des éprouvettes Charpy est découpée sur une épaisseur de 1 mm parallèlement à la surface de rupture. La première moitié du faciès, jusqu'à 5 mm de l'entaille, est ensuite conservée pour les analyses (voir le plan de prélèvement de la Figure A1.4). Pour les deux types d'échantillons, deux mesures sont réalisées sur des échantillons distincts par condition (Figure A1.4).

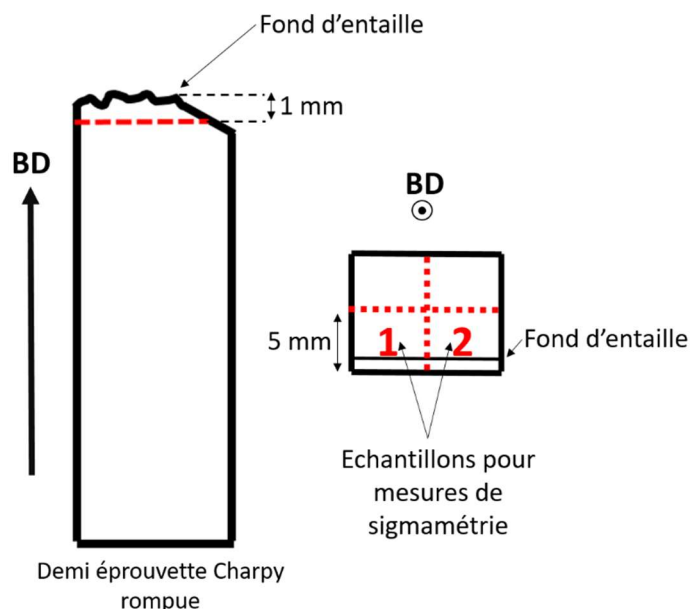


Figure A1.4 : Plan de prélèvement des échantillons pour les mesures de sigmamétrie dans les éprouvettes Charpy rompues après essais de flexion par choc.

A1.3 Exploitation des résultats des caractérisations microstructurales

A1.3.1 Mesure des distributions de taille, fractions volumiques et densité en nombre des populations de particules

Dans cette étude, la détermination des caractéristiques des populations de particules présentes dans les aciers LPBF et WAAM (distributions de taille, fraction volumiques et densité en nombre) a été effectuée par analyse d'images. Pour chaque échantillon, des clichés MEB ont été pris à des grossissements dépendant de la taille des plus petites particules détectées. Pour les aciers LPBF, cette taille a été évaluée à 10 nm, pour l'acier WAAM, à 100 nm. Les nombres de clichés pris par échantillon, dépendant de la taille des particules et de leurs distributions spatiales, ont été définis de manière à caractériser de 300 à 500 particules par échantillon. Les micrographies MEB ont ensuite été traitées à l'aide du logiciel ImageJ afin de déterminer :

- la taille moyenne de particules (le diamètre de cercle équivalent moyen des particules),
- leur fraction volumique (prise égale à la fraction surfacique mesurée) ainsi que leur densité surfacique en nombre.

A1.3.1 Mesure des tailles moyennes de cupules

La détermination des tailles moyennes des cupules obtenues après essais mécaniques sur les matériaux de l'étude a été effectuée par observation MEB des faciès de rupture des éprouvettes Charpy et CT. Pour chaque éprouvette, des zones de 10 à 20 μm^2 , contenant de 700 à 1000 cupules, ont été analysées. Ces zones ont été choisies de manière à être le plus possible à 90° du faisceau d'électrons du détecteur du microscope, permettant ainsi une détermination au plus juste des tailles de cupules. La taille moyenne de cupules par éprouvette a été mesurée par la méthode des intercepts linéaires, pris selon deux directions orthogonales.

A1.3.2 Détermination des tailles de grains et des figures de pôles

La détermination des tailles de grains des matériaux de l'étude a été réalisée par EBSD à partir des cartographies de grains. Comme pour les mesures des tailles de particules, la surface des zones analysées dépend de la taille de grains du matériau. Pour tous les aciers LPBF A étudiés et pour l'acier LPBF B TT1200, la surface d'analyse est de $1100 \times 1600 \mu\text{m}^2$. Pour les aciers LPBF B brut de fabrication, TT600 et TT900, ayant des tailles de grains plus fines, la surface d'analyse considérée est de $560 \times 560 \mu\text{m}^2$. Dans ces deux cas de figure, l'échantillon d'analyse est composé d'environ 1000 grains. Concernant l'acier WAAM, la zone d'analyse de $5 \times 7 \text{ mm}^2$ considérée dans cette étude a permis d'obtenir un échantillon d'environ 500 grains pour l'acier TT1200, contre seulement une centaine pour l'acier TT600 (dans ce dernier cas, les tailles mesurées n'ont par conséquent été considérées que comme des estimations pas nécessairement statistiquement représentatives).

Les tailles moyennes de grains selon deux directions (parallèle et perpendiculaire à la direction de construction) ont été déterminées par la méthode des intercepts linéaires. A cette fin, les joints de grains ont été définis par un angle de désorientation de 15°. Les figures de pôles de certains matériaux (aciers LPBF A et B TT600 et TT1200, acier WAAM TT600) ont également été déterminées à partir des mêmes surfaces d'analyse.

A1.3.2 Calcul des fractions recristallisées

Dans cette étude, le calcul des fractions recristallisées a été effectué à partir des cartographies de *grain orientation spread* (GOS) obtenues par analyses EBSD. Le GOS donne, pour chaque grain d'une cartographie EBSD, la moyenne des désorientations des pixels constitutifs du grain par rapport à l'orientation cristallographique moyenne du grain. Plus le GOS d'un grain est élevé, plus le niveau de désorientation interne à ce grain est important.

Il est établi que les grains recristallisés contiennent peu de dislocations géométriquement nécessaires, et ont, par conséquent, de faibles désorientations internes impliquant de faibles valeurs de GOS. Partant de ce principe, le seuil de GOS en dessous duquel un grain peut être considéré comme recristallisé a été fixé dans ces travaux à 1° (la résolution angulaire de la caméra EBSD ne permettant que difficilement de descendre en dessous de ce seuil). La fraction de grains d'un échantillon ayant un $\text{GOS} < 1^\circ$, $f_{\text{GOS} < 1^\circ}$, est alors donnée par le rapport entre la surface de grains ayant un $\text{GOS} < 1^\circ$ et la surface totale d'analyse ($1100 \times 1600 \mu\text{m}^2$ pour les aciers LPBF, $5 \times 7 \text{ mm}^2$ pour l'acier WAAM).

Cependant, $f_{GOS < 1^\circ}$ ne donne pas directement la fraction de grains recristallisés d'un échantillon. En effet, un nombre non négligeable de grains des microstructures brutes de fabrication étudiées, par conséquent supposés non recristallisés, présentent un $GOS < 1^\circ$ (le plus souvent en raison de leur petite taille minimisant leur GOS). La valeur de $f_{GOS < 1^\circ}$, a donc été corrigée par l'expression :

$$f = \frac{f_{GOS < 1^\circ} - F_b}{1 - F_b},$$

avec f la fraction de grains recristallisés et F_b la fraction de grains ayant un $GOS < 1^\circ$ mesurée dans la microstructure brute de fabrication, qui ne contient pas de grain recristallisé (hypothèse étayée par les observations réalisées dans cette étude : dans les matériaux à l'état brut de fabrication, aucun grain ayant une morphologie de grain recristallisé n'a été observé, de même que, dans le cas de l'acier LPBF, aucune zone sans cellules de dislocations, donc potentiellement restaurée, n'a été détectée). Un exemple de calcul de fraction recristallisée est donné par la Figure A1.5.

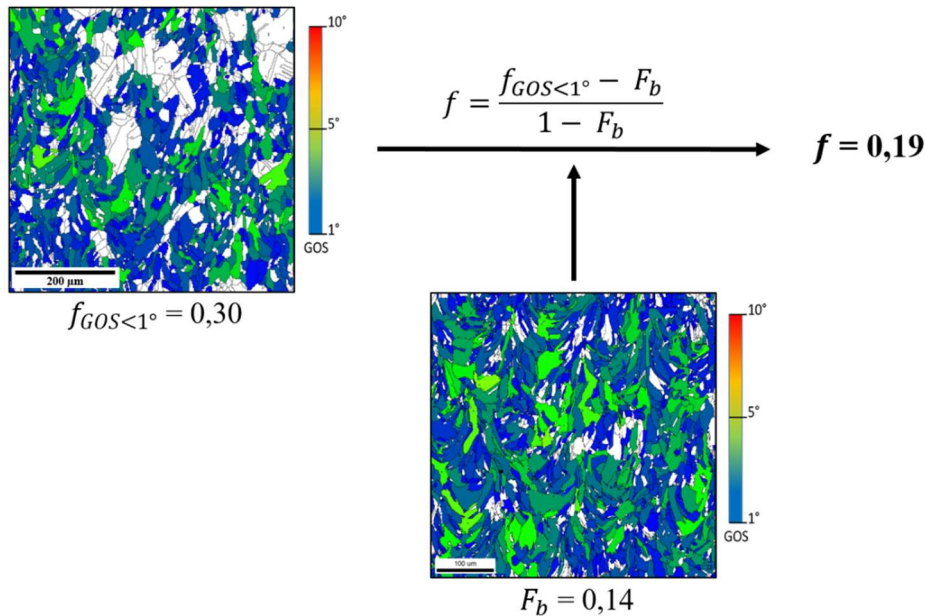


Figure A1.5 : Exemple de calcul de la fraction recristallisée d'un échantillon d'acier B traité à 1200 °C pendant 30 min à partir d'une cartographie de GOS. Les grains blancs ont un $GOS < 1^\circ$.

Les valeurs de F_b , différentes pour chaque acier, sont reportées dans le Tableau A1.6. Cette fraction de grains de $GOS < 1^\circ$ dans les microstructures brutes de fabrication induisant une incertitude applicable à la fraction de grains non recristallisés, l'incertitude sur la fraction recristallisée f a été calculée par :

$$e = F_b(1 - f)$$

	Acier LPBF A	Acier LPBF B	Acier WAAM
F_b	0,04	0,14	0,20

Tableau A1.6 : Valeurs de F_b mesurées sur les trois aciers bruts de fabrication.

A1.4 Essais mécaniques

A1.4.1 Orientation des éprouvettes dans les blocs d'aciers LPBF et WAAM

Dans les cubes d'acier 316L LPBF, les éprouvettes Charpy et CT ont été prélevées selon deux orientations (Figure A1.6a) : sollicitation parallèle à la direction de construction BD (configuration V) et sollicitation perpendiculaire à la direction de construction (configuration H). Dans la configuration V, la propagation de fissure se fait dans un plan normal à BD, dans la configuration H, ce plan est parallèle à BD et l'entaille est usinée de telle sorte que la fissure se propage selon BD.

Dans le cas du bloc d'acier 316L WAAM de l'étude, la présence de porosité dans sa partie supérieure a restreint la zone de prélèvement des éprouvettes Charpy au premier quart inférieur de la pièce (Figure A1.6b). Seule l'orientation parallèle à la direction de dépôt de fil (SD) a alors été considérée, ainsi qu'un plan de propagation de fissure parallèle à BD et une propagation de fissure selon BD. L'orientation des éprouvettes Charpy dans le bloc WAAM correspond donc à une configuration H définie pour les cubes LPBF.

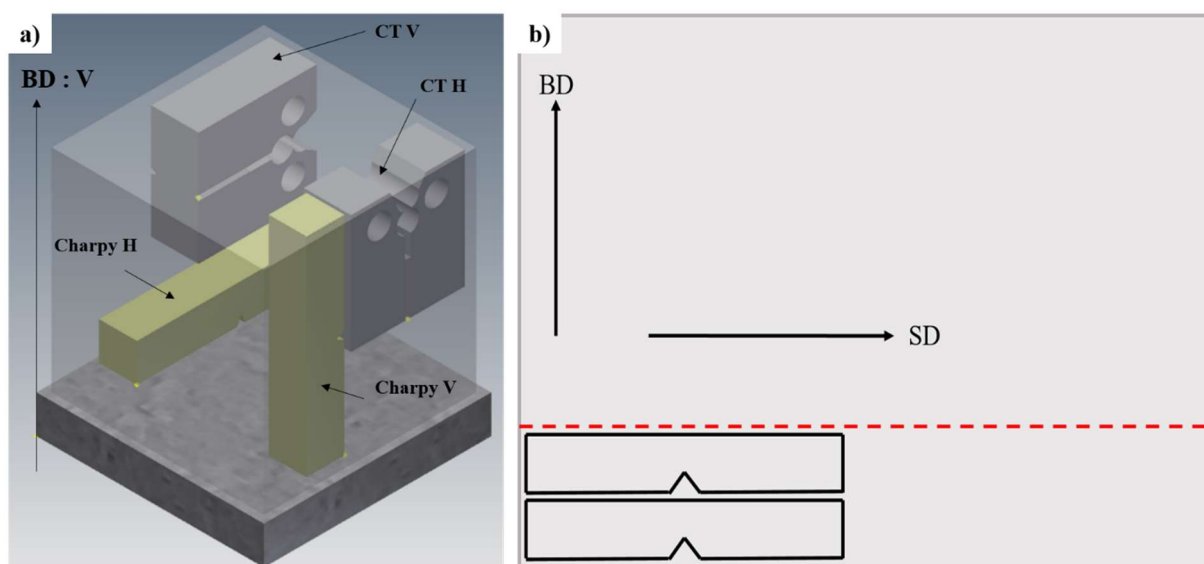


Figure A1.6 : a) Orientation des éprouvettes Charpy et CT dans les cubes d'aciers 316L LPBF : configurations V et H différenciées ; b) Orientation des éprouvettes Charpy dans le bloc d'acier 316L WAAM (BD : direction de construction ; SD : direction de dépôt de fil).

A1.4.2 Essais de flexion par choc

A1.4.2.1 Mise en œuvre

Les essais de flexion par choc ont été réalisés sur des éprouvettes Charpy, entaillées en V et normalisées, de dimensions $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$, à l'aide d'un mouton-pendule instrumenté d'une capacité de 300 J (CEA/LC2M). Les différentes températures considérées pour les essais ont été :

- la température ambiante (T_{amb}) : la température de la salle d'expérience prise à environ $20 \text{ }^\circ\text{C}$,
- $-50 \text{ }^\circ\text{C}$, $-90 \text{ }^\circ\text{C}$, $-130 \text{ }^\circ\text{C}$: ces températures ont été obtenues à l'aide d'un cryostat intégré au mouton pendule (précision de $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$),

- - 193 °C : cette température a été obtenue par immersion pendant 3 minutes des éprouvettes dans de l'azote liquide (- 196 °C) puis transfert manuel dans le mouton-pendule (l'évolution de la température lors de ce transfert a été évaluée à + 3 °C).

Pour les essais à température ambiante, trois éprouvettes ont été testées par configuration (couple matériau – orientation). Pour les essais à basses températures, seules deux éprouvettes sont considérées par configuration et par température d'essai.

A1.4.2.2 Exploitation

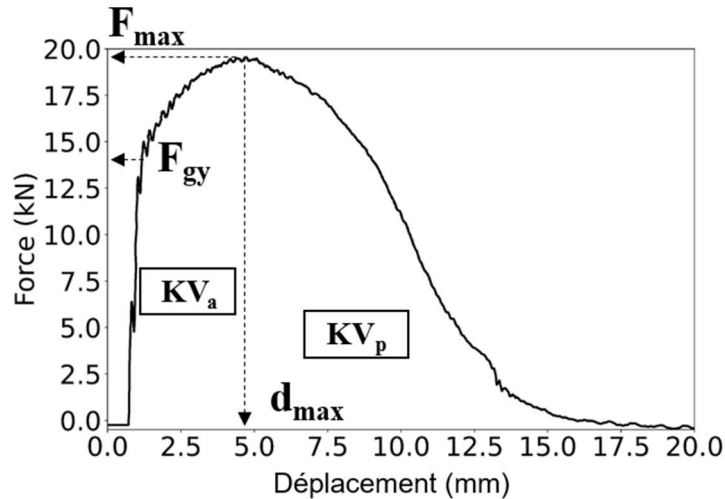
Un exemple des courbes force – déplacement (du marteau Charpy) obtenues par les essais de flexion par choc instrumentés est donné par la Figure A1.7. Dans cette l'étude, trois valeurs caractéristiques de ces courbes ont été utilisées :

- la force à la fin de la pente linéaire, F_{gy} , considérée comme correspondant à la force à laquelle la plasticité généralisée intervient dans le matériau,
- la force maximale mesurée, F_{max} , associée par convention à l'amorçage de fissure du point de vue macroscopique,
- le déplacement correspondant, d_{max} , étant par conséquent le déplacement du marteau à l'amorçage de fissure. Il est important de préciser que des valeurs précises de d_{max} sont parfois difficiles à déterminer, certaines courbes présentant un plateau $F \approx F_{max}$ au lieu d'un maximum bien défini. Dans ces cas, les valeurs de d_{max} ont été arbitrairement prises au milieu de l'intervalle de déplacement sur lequel s'étend le plateau.

Lorsque les éprouvettes sont totalement rompues après les essais, ce qui a été le cas pour tous les matériaux de cette étude, l'énergie totale de rupture (KV) correspond à l'aire sous la courbe force – déplacement. Cette énergie totale est partagée en deux contributions :

- l'énergie absorbée à l'amorçage de fissure, KV_a , mesurée comme l'aire sous la courbe force – déplacement entre le début de l'essai (à un déplacement $d = 0$ mm) et d_{max} ,
- l'énergie absorbée lors de la propagation de fissure, KV_p , mesurée comme l'aire sous la courbe force – déplacement entre d_{max} et la fin de l'essai, à $F = 0$ kN (cette valeur a été obtenue à la fin de chaque essai, toutes les éprouvettes étant totalement rompues).

Plus qu'à ces valeurs, il a été fait référence dans ces travaux aux valeurs d'énergie par unité d'aire, c'est-à-dire rapportées à la section des éprouvettes Charpy (0,8 mm²), et notées respectivement KCV , KCV_a et KCV_p .



*Figure A1.7 : Courbe force – déplacement obtenues avec les essais de choc Charpy instrumentés :
détermination de F_{gy} , F_{max} , d_{max} , KV_a , et KV_p .*

A1.4.3 Essais de déchirure ductile

A1.4.3.1 Mise en œuvre

Les essais de déchirure ductile ont été réalisés sur des éprouvettes CT normalisées de longueur de ligament (W) 25,0 mm et d'épaisseur (B) 12,5 mm. Avant les essais, les éprouvettes ont été soumises à une préfiissuration de fatigue avec un rapport a/W égal à 0,6 (a étant la longueur de la fissure après préfiissuration). Des rainures latérales ont ensuite été usinées de sorte que l'épaisseur effective de chaque éprouvette soit de 10 mm. Les essais de déchirure ductile en eux-mêmes ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction INSTRON d'une capacité de 100 kN (CEA/LC2M). A l'issue des essais, la rupture des éprouvettes est achevée en fatigue. Une seule température d'essai a été considérée, la température ambiante (20 °C), deux éprouvettes ont été testées par configuration (couple matériau – orientation).

A1.4.3.2 Exploitation

Deux valeurs d'intérêt sont extraites des courbes intégrale J – avancée de fissure ($J - \Delta a$) obtenues par les essais de déchirure ductile (Figure A1.8) :

- la ténacité à l'amorçage de fissure, $J_{0,2}$, déterminée en suivant les prescriptions de la norme ISO12135 :2021 [138], correspond à l'intersection de la courbe $J - \Delta a$ et de la droite d'émoussement de fissure d'équation $J = 3.75 Rm(\Delta a - 0.2)$, avec Rm la résistance mécanique du matériau en traction (en MPa),
- la résistance à la déchirure, dJ/da , mesurée comme la pente de la courbe $J - \Delta a$ après l'amorçage.

A noter que pour être considérées comme valides, les valeurs de $J_{0,2}$ ne doivent pas excéder une valeur limite $J_{limit} = x\sigma_y/10$, avec x la plus petite dimension entre l'épaisseur de l'éprouvette CT (B) et la longueur du ligament originel ($W - a$). Dans cette étude, toutes les valeurs de $J_{0,2}$ déterminées dans le cadre de la norme ISO12135 :2021 sont valides.

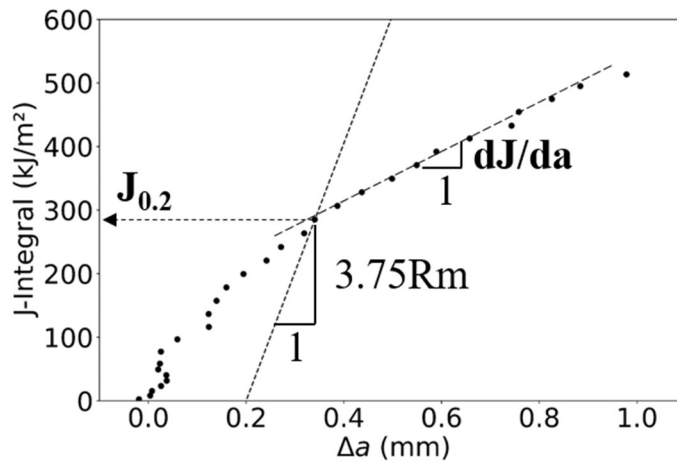


Figure A1.8 : Exemple de courbe J - Δa obtenue par essai de déchirure ductile : détermination de $J_{0.2}$ et dJ/da .

A1.4.4 Essais « au marteau »

Dans le but d'obtenir rapidement et à moindre coût des informations qualitatives sur les mécanismes de rupture des matériaux de l'étude sur lesquels il n'était pas utile de mener une campagne d'essais mécaniques complète, des tiges d'environ $5 \times 5 \times 50 \text{ mm}^3$ ont été grossièrement usinées dans les matériaux massifs puis entaillées (à la scie à fil). Ces tiges, placées en appui sur les deux bords d'un étai, ont ensuite été rompues par un (ou deux) coups de marteau sur un poinçon disposé à la verticale de l'entaille. Les faciès ainsi obtenus ont été considérés comme proches (au sens soit ductiles, soit fragiles) de ceux pouvant être obtenus par les essais de flexion par choc normalisés.

Ces essais ont été réalisés à température ambiante et à -193 °C . Pour l'obtention de cette dernière température, une attention particulière a été accordée à employer le même temps de transfert de l'éprouvette entre le récipient d'azote liquide et l'étai (moins de 4 s) que lors des essais avec le mouton-pendule normalisé.

A1.4.5 Essais de dureté

Des essais de dureté Vickers ont été réalisés sur des échantillons polis avec une charge de 10 kg et un temps de maintien de 15 s. Le plan d'analyse a été pris parallèle à BD pour les matériaux LPBF et parallèle à BD et normal à SD pour les matériaux WAAM. Cette charge permet l'obtention d'empreintes de 300 à 400 μm , ce qui est supérieur aux tailles de grains des aciers LPBF (de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres) et inférieur aux tailles de grains de l'acier WAAM (plusieurs millimètres). Afin de s'assurer de la représentativité des essais, 10 mesures ont été réalisées par échantillon, dans des zones différentes.

Annexe 2 : Comparaison des résultats obtenus avec les aciers LPBF A et B

Dans cette annexe sont présentés des résultats complémentaires à ceux du chapitre III dans le but de confirmer la similarité de comportement à rupture à température ambiante des aciers LPBF A et B.

La Figure A2.1 présente les courbes $J - \Delta a$ obtenues par les essais de déchirure ductile réalisés sur les aciers A et B dans toutes les configurations (trois états microstructuraux et deux directions de sollicitation mécanique). La comparaison des courbes force – déplacement des essais de flexion par choc ayant été faite dans le chapitre III (Figure III.5), elle ne sera pas présentée à nouveau ici. Les courbes de l’acier B ont une allure très similaire à celles de l’acier A pour les trois états microstructuraux ainsi que pour les deux orientations de sollicitation. Les valeurs caractéristiques tirées de ces courbes sont très proches, comme indiqué dans le chapitre III (Figure III.11). Les mêmes différences de propagation de fissure entre les configurations V et H sont observées, ainsi que des évolutions similaires sous l’effet des différents traitements thermiques.

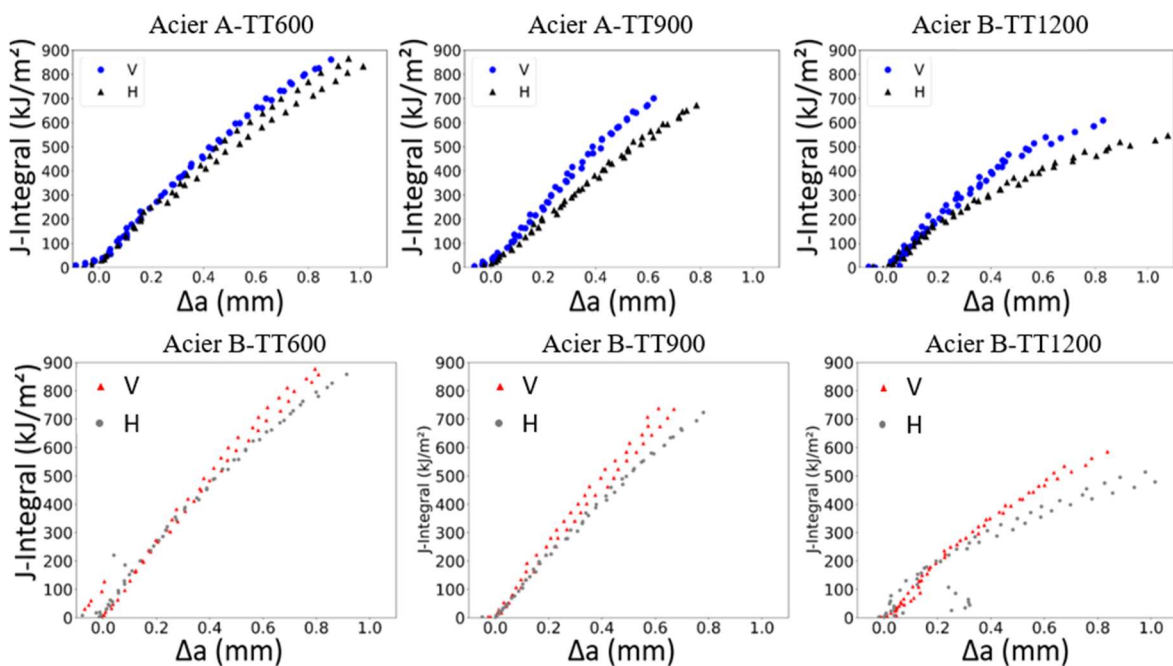


Figure A2.1 : Courbes $J - \Delta a$ obtenues avec les aciers A et B pour chaque configuration testée.

Les Figures A2.2 et A2.3 présentent quant à elles une comparaison des faciès de rupture des éprouvettes Charpy des aciers A et B testés dans la configuration V aux états TT600 et TT900. Les mécanismes de rupture sont similaires dans les deux aciers. A l’échelle macroscopique, la propagation de fissure se caractérise par une fissuration secondaire parallèle à la direction de construction dans les deux cas. Des faciès transgranulaires similaires sont observés à plus fine échelle ainsi qu’une même rupture ductile intervenant par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Des faciès également similaires sont obtenus à l’état TT1200, où la même rupture ductile intergranulaire en un seul stade de

propagation et sur des oxydes nettement plus gros qu'aux deux autres états est observée pour les deux aciers (Figure A2.4).

Concernant les essais de déchirure ductile, des faciès de rupture similaires sont obtenus pour les deux aciers, tant aux états TT600 et TT900 (Figures A2.5 et A2.6) qu'à l'état TT1200 (Figure A2.7).

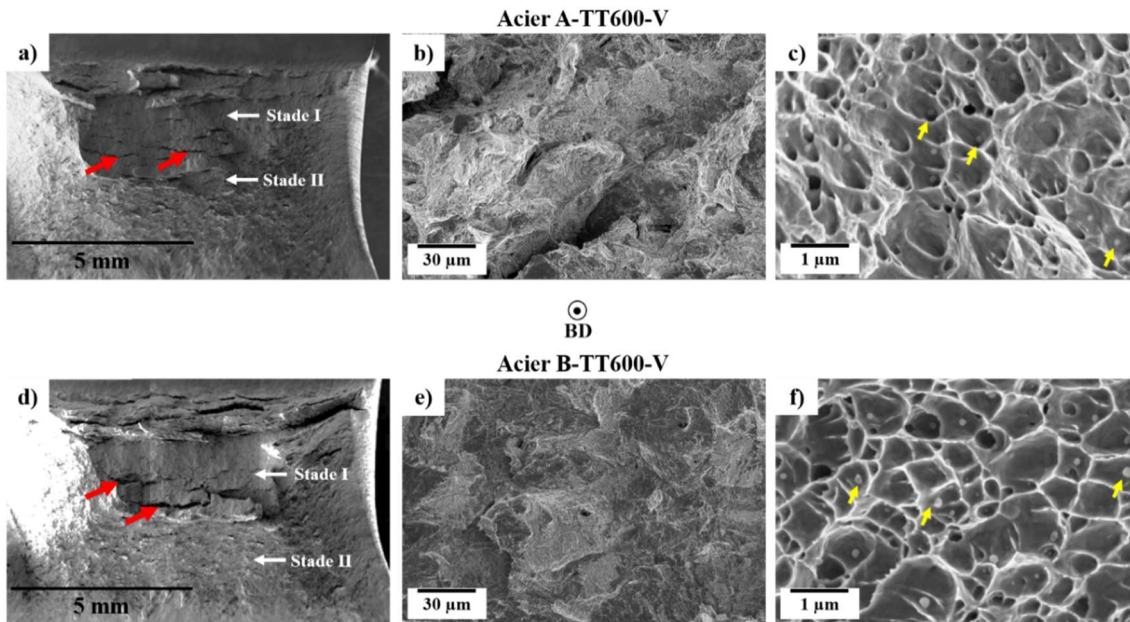


Figure A2.2 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes Charpy des aciers A et B testées dans la configuration V à l'état TT600 : a) et d) macrographie des faciès de rupture avec identification des stades I et II et des fissures secondaires (flèches rouges), b) et e) image à faible grandissement des faciès de rupture en zone de propagation en stade I (rupture transgranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes nanométriques sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

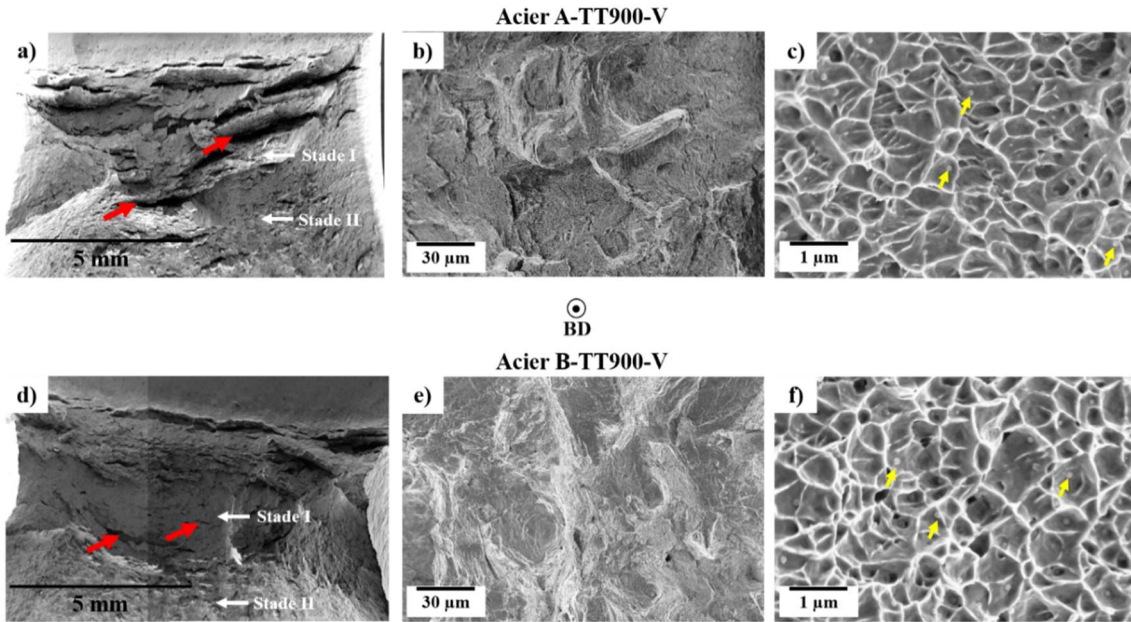


Figure A2.3 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes Charpy des aciers A et B testées dans la configuration V à l'état TT900 : a) et d) macrographie des faciès de rupture avec identification des stades I et II et des fissures secondaires (flèches rouges), b) et e) image à faible grandissement des faciès de rupture en zone de propagation en stade I (rupture transgranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes nanométriques sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

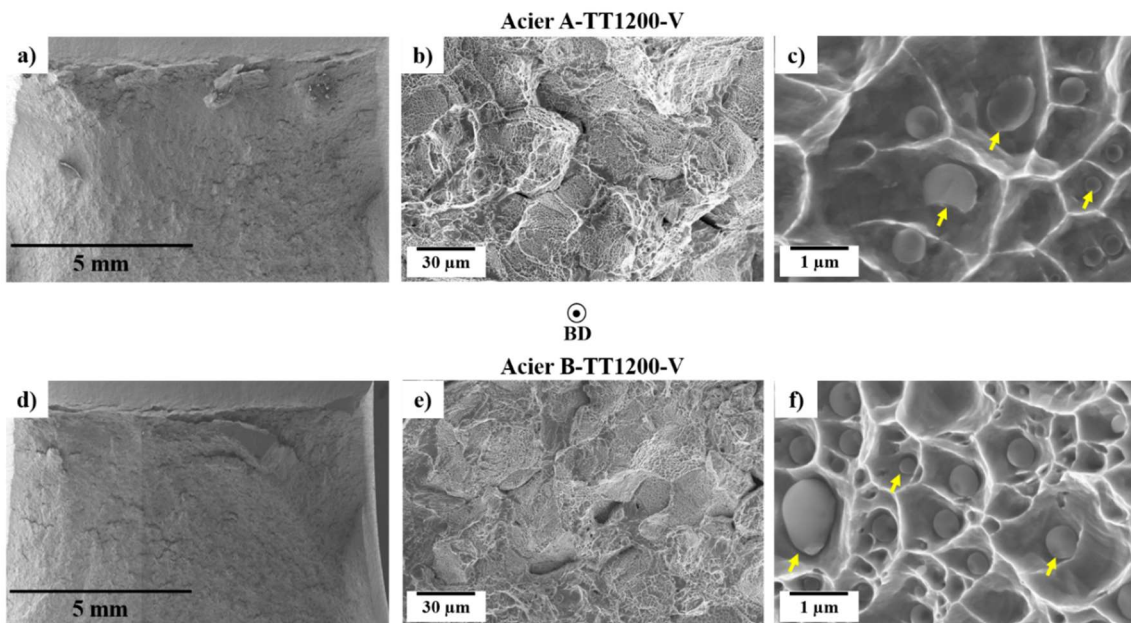


Figure A2.4 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes Charpy des aciers A et B testées dans la configuration V à l'état TT1200 : a) et d) macrographie des faciès de rupture avec identification des stades I et II et des fissures secondaires (flèches rouges), b) et e) image à faible grandissement des faciès de rupture en zone de propagation en stade I (rupture intergranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

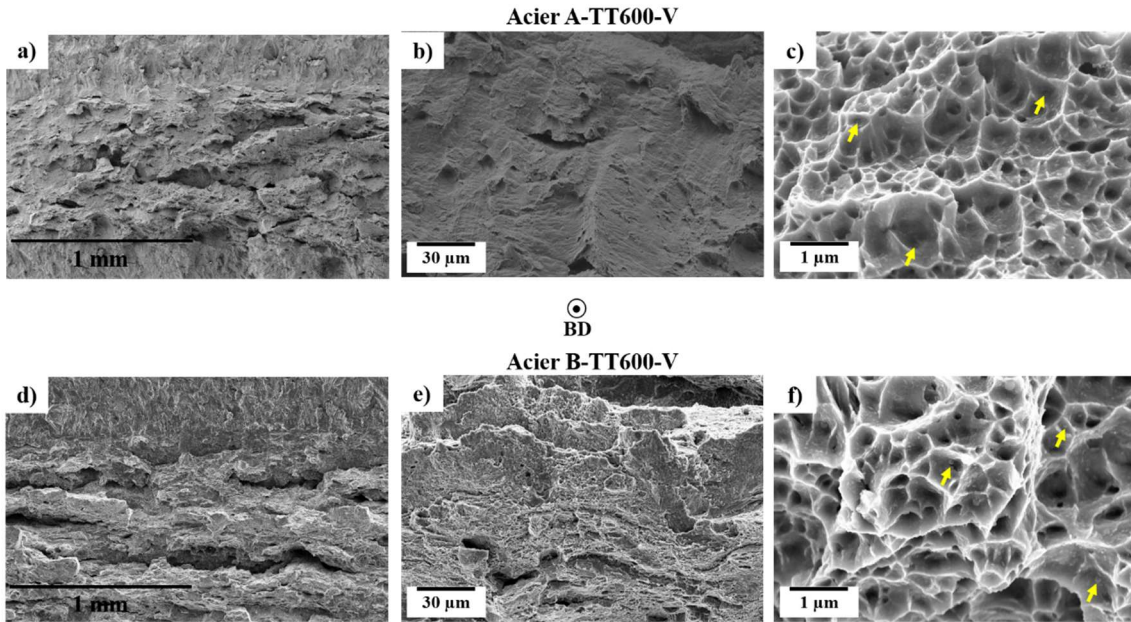


Figure A2.5 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes CT des aciers A et B testés dans la configuration V à l'état TT600 : a) et d) macrographie des faciès de rupture, b) et e) image à faible grossissement des faciès de rupture (rupture transgranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

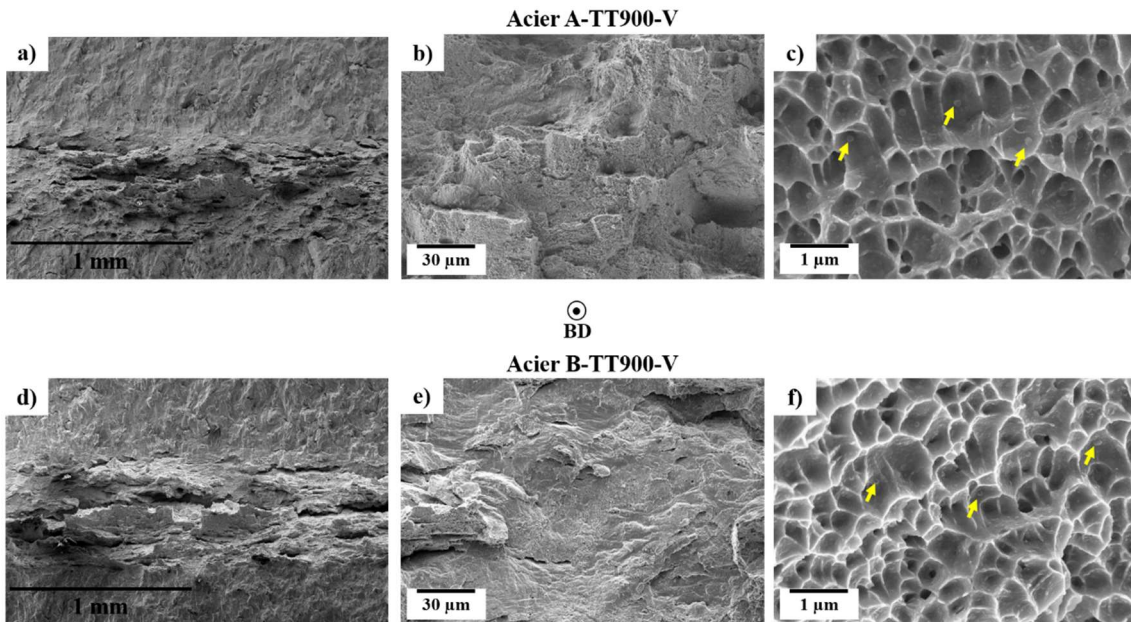


Figure A2.6 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes CT des aciers A et B testés dans la configuration V à l'état TT900 : a) et d) macrographie des faciès de rupture, b) et e) image à faible grossissement des faciès de rupture (rupture transgranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

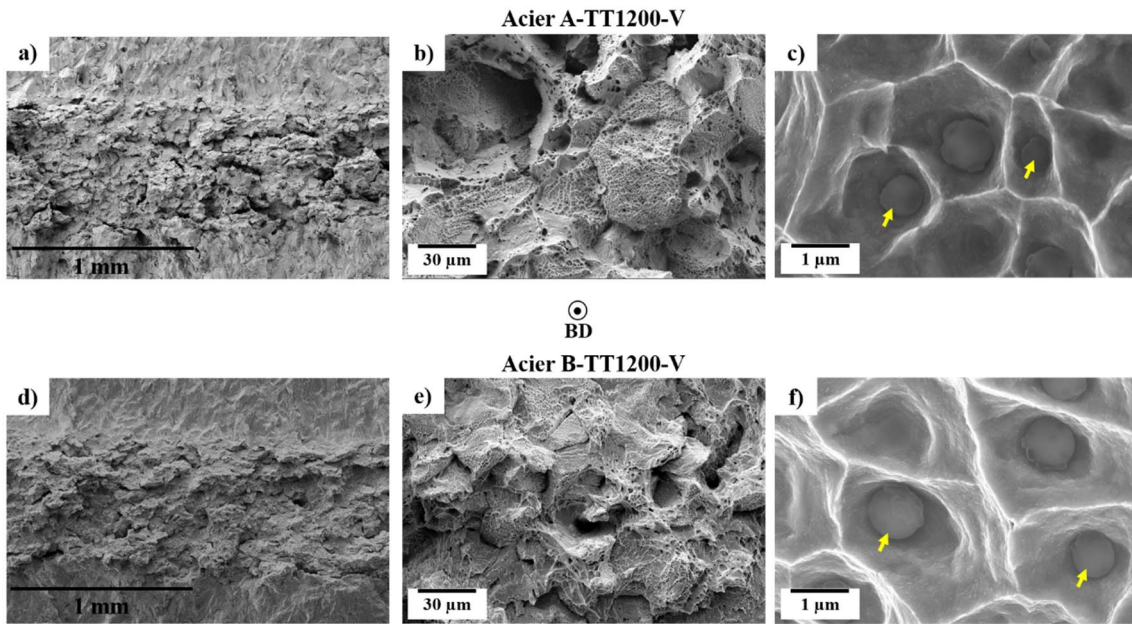


Figure A2.7 : Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes CT des aciers A et B testés dans la configuration V à l'état TT1200 : a) et d) macrographie des faciès de rupture, b) et e) image à faible grandissement des faciès de rupture (rupture intergranulaire), c) et f) faciès de rupture ductile à cupules (des oxydes sont pointés en fond de cupules par les flèches jaunes).

Références bibliographiques

- [1] T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback *et al.*, “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties,” *Progress in Materials Science*, vol. 92, pp. 112–224, 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [2] J. W. Elmer, S. M. Allen, and T. W. Eagar, “Microstructural development during solidification of stainless steel alloys,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 20, no. 10, pp. 2117–2131, 1989, doi: 10.1007/BF02650298.
- [3] W. L. Smith, J. D. Roehling, R. K. Ganeriwala *et al.*, “Residual stress analysis of in situ surface layer heating effects on laser powder bed fusion of 316L stainless steel,” *Additive Manufacturing*, vol. 47, p. 102252, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102252.
- [4] P. Pant, F. Salvemini, V. Luzin *et al.*, “A study of the influence of novel scan strategies on residual stress and microstructure of L-shaped LPBF IN718 samples,” *Materials & Design*, vol. 214, p. 110386, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.110386.
- [5] R. J. Williams, F. Vecchiato, J. Kelleher, M. R. Wenman, P. A. Hooper, and C. M. Davies, “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*, vol. 57, pp. 641–653, 2020, doi: 10.1016/j.jmapro.2020.07.023.
- [6] W. Ou, T. Mukherjee, G. L. Knapp, Y. Wei, and T. DebRoy, “Fusion zone geometries, cooling rates and solidification parameters during wire arc additive manufacturing,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 127, pp. 1084–1094, 2018, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.08.111.
- [7] W. Jin, C. Zhang, S. Jin, Y. Tian, D. Wellmann, and W. Liu, “Wire Arc Additive Manufacturing of Stainless Steels: A Review,” *Applied Sciences*, vol. 10, no. 5, Art. no. 5, 2020, doi: 10.3390/app10051563.
- [8] “NF EN 10088-2,” Afnor EDITIONS. Accessed: Jun. 06, 2023. [Online]. Available: <https://www.boutique.afnor.org/fr-fr/norme/nf-en-100882/aciers-inoxidables-partie-2-conditions-techniques-de-livraison-des-toles-et/fa173712/44452>
- [9] A. Di Schino, M. G. Mecozzi, M. Barteri, and J. M. Kenny, “Solidification mode and residual ferrite in low-Ni austenitic stainless steels,” *Journal of Materials Science*, vol. 35, pp. 375–380, 2000.
- [10] J. W. Fu, Y. S. Yang, J. J. Guo, and W. H. Tong, “Effect of cooling rate on solidification microstructures in AISI 304 stainless steel,” *Materials Science and Technology*, vol. 24, no. 8, pp. 941–944, 2008, doi: 10.1179/174328408X295962.
- [11] W. DeLong, “Ferrite in austenitic stainless steel weld metal,” *Welding Journal*, vol. 53, no 7, pp. 273s-286s, 1974.
- [12] S. Fukumoto and W. Kurz, “Solidification phase and microstructure selection maps for Fe-Cr-Ni alloys,” *ISIJ International*, vol. 39, no. 12, pp. 1270–1279, 1999, doi: 10.2355/isijinternational.39.1270.

- [13] N. Suutala, “Effect of solidification conditions on the solidification mode in austenitic stainless steels,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 14, no. 1, pp. 191–197, 1983, doi: 10.1007/BF02651615.
- [14] T. Koseki and M. C. Flemings, “Solidification of undercooled Fe-Cr-Ni alloys: Part II. Microstructural evolution,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, no. 10, pp. 3226–3240, 1996, doi: 10.1007/BF02663873.
- [15] C. Colin, C. A. Gandin, S. Dépinoy *et al.*, “Les microstructures des matériaux métalliques issus de fabrication additive,” in *La fabrication additive des alliages métalliques 2 : Microstructures, post-traitements et propriétés d’usage*, ISTE, 2022, pp. 5–103.
- [16] F. Yan, W. Xiong, and E. J. Faierson, “Grain structure control of additively manufactured metallic materials,” *Materials*, vol. 10, no. 11, Art. no. 11, 2017, doi: 10.3390/ma10111260.
- [17] O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre *et al.*, “Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 264, pp. 21–31, 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049.
- [18] S.-H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa, and T. Nakano, “Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting,” *Scripta Materialia*, vol. 159, pp. 89–93, 2019, doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.09.017.
- [19] Y. M. Wang, T. Voisin, J. T. McKeown *et al.*, “Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility,” *Nature Materials*, vol. 17, no. 1, Art. no. 1, 2018, doi: 10.1038/nmat5021.
- [20] U. Scipioni Bertoli, A. J. Wolfer, M. J. Matthews, J.-P. R. Delplanque, and J. M. Schoenung, “On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting,” *Materials & Design*, vol. 113, pp. 331–340, 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2016.10.037.
- [21] T. Ishimoto, S. Wu, Y. Ito, S.-H. Sun, H. Amano, and T. Nakano, “Crystallographic orientation control of 316L austenitic stainless steel via Selective Laser Melting,” *ISIJ International*, vol. 60, no. 8, pp. 1758–1764, 2020, doi: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-744.
- [22] K. Sommer, L. Agudo Jácome, R. Hesse, and D. Bettge, “Revealing the nature of melt pool boundaries in additively manufactured stainless steel by nano-sized modulation,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 24, no. 6, p. 2101699, 2022, doi: 10.1002/adem.202101699.
- [23] K. Sato, S. Takagi, S. Ichikawa, T. Ishimoto, and T. Nakano, “Microstructure and solute segregation around the melt-pool boundary of orientation-controlled 316L austenitic stainless steel produced by Laser Powder Bed Fusion,” *Materials*, vol. 16, no. 1, Art. no. 1, 2023, doi: 10.3390/ma16010218.
- [24] S. Dépinoy, “Influence of solidification conditions on chemical heterogeneities and dislocations patterning in additively manufactured 316L stainless steel,” *Materialia*, vol. 24, p. 101472, 2022, doi: 10.1016/j.mtla.2022.101472.
- [25] M.-S. Pham, B. Dovygytė, P. A. Hooper, C. M. Gurlay, and A. Pigliione, “The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion,” *Nature Communications*, vol. 11, no. 1, Art. no. 1, 2020, doi: 10.1038/s41467-020-14453-3.

- [26] K. A. Sofinowski, S. Raman, X. Wang, B. Gaskey, and M. Seita, “Layer-wise engineering of grain orientation (LEGO) in laser powder bed fusion of stainless steel 316L,” *Additive Manufacturing*, vol. 38, p. 101809, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101809.
- [27] M. Moyle, C. Ledermueller, Z. Zou, S. Primig, and N. Haghdadi, “Multi-scale characterisation of microstructure and texture of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion,” *Materials Characterization*, vol. 184, p. 111663, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2021.111663.
- [28] J. J. Marattukalam, D. Karlson, V. Pacheco *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*, vol. 193, p. 108852, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108852.
- [29] T. Voisin, J. B. Forien, A. Perron *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*, vol. 203, p. 116476, 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2020.11.018.
- [30] L. Lemarquis, P. F. Giroux, H. Maskrot, B. Barkia, O. Hercher, and P. Castany, “Cold-rolling effects on the microstructure properties of 316L stainless steel parts produced by Laser Powder Bed Fusion (LPBF),” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 15, pp. 4725–4736, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.10.077.
- [31] 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. Accessed: Feb. 08, 2022. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02421550>
- [32] L. Monier, M. Buttard, M. Veron *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*, vol. 61, p. 103351, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2022.103351.
- [33] L. Wang, Z. Tan, S. Wang *et al.*, “Atomization gases dependent mechanical properties in the laser powder bed fusion manufactured 304L stainless steel,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 316, p. 117966, 2023, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2023.117966.
- [34] S. Dépinoy, M. Sennour, L. Ferhat, and C. Colin, “Experimental determination of solute redistribution behavior during solidification of additively manufactured 316L,” *Scripta Materialia*, vol. 194, p. 113663, 2021, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.113663.
- [35] D. Kong, C. Dong, X. Ni, L. Zhang, and X. Li, “Cellular size dependence on the strength of additively manufactured austenitic stainless steel,” *Materials Letters*, vol. 279, p. 128524, 2020, doi: 10.1016/j.matlet.2020.128524.
- [36] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong, and Z. J. Shen, “Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 625, pp. 221–229, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2014.12.018.
- [37] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, and Z. Shen, “Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 470, pp. 170–178, 2016, doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.12.034.
- [38] S. Chen, G. Ma, G. Wu, A. Godfrey, T. Huang, and X. Huang, “Strengthening mechanisms in selective laser melted 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 832, p. 142434, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2021.142434.

- [39] K. M. Bertsch, G. Meric de Bellefon, B. Kuehl, and D. J. Thoma, “Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L,” *Acta Materialia*, vol. 199, pp. 19–33, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.07.063.
- [40] T. Voisin, R. Shi, Y. Zhu *et al.*, “Pitting corrosion in 316L stainless steel fabricated by laser powder bed fusion additive manufacturing: A review and perspective,” *JOM*, vol. 74, no. 4, pp. 1668–1689, 2022, doi: 10.1007/s11837-022-05206-2.
- [41] L. Liu, Q. Ding, Y. Zhong *et al.*, “Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off,” *Materials Today*, vol. 21, no. 4, pp. 354–361, 2018, doi: 10.1016/j.mattod.2017.11.004.
- [42] F. Yan, W. Xiong, E. Faierson, and G. B. Olson, “Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion,” *Scripta Materialia*, vol. 155, pp. 104–108, 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.06.011.
- [43] P. Deng, M. Song, J. Yang *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*, vol. 835, p. 142690, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.142690.
- [44] P. Deng, M. Karadge, R. B. Rebak, V. K. Gupta, B. C. Prorok, and X. Lou, “The origin and formation of oxygen inclusions in austenitic stainless steels manufactured by laser powder bed fusion,” *Additive Manufacturing*, vol. 35, p. 101334, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101334.
- [45] X. Zhou, Z. An, Z. Shen, W. Liu, and C. Yao, “Particles control in selective laser melting in-situ oxide dispersion strengthened method,” *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 167, p. 012048, 2017, doi: 10.1088/1757-899X/167/1/012048.
- [46] H. Yin, M. Song, P. Deng, L. Li, B. C. Prorok, and X. Lou, “Thermal stability and microstructural evolution of additively manufactured 316L stainless steel by laser powder bed fusion at 500–800 °C,” *Additive Manufacturing*, vol. 41, p. 101981, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101981.
- [47] T. Delacroix, F. Lomello, F. Schuster, H. Maskrot, and J.-P. Garandet, “Influence of powder recycling on 316L stainless steel feedstocks and printed parts in laser powder bed fusion,” *Additive Manufacturing*, vol. 50, p. 102553, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2021.102553.
- [48] L. S. Aota, P. Bajaj, K. D. Zilnyk *et al.*, “Recrystallization kinetics, mechanisms, and topology in alloys processed by laser powder-bed fusion: AISI 316L stainless steel as example,” *Materialia*, vol. 20, p. 101236, 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2021.101236.
- [49] O. Fergani, A. Bratli Wold, F. Berto, V. Brotan, and M. Bambach, “Study of the effect of heat treatment on fatigue crack growth behaviour of 316L stainless steel produced by selective laser melting,” *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 41, no. 5, pp. 1102–1119, 2018, doi: 10.1111/ffe.12755.
- [50] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G. K. Muralidharan *et al.*, “Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion,” *International Journal of Fatigue*, vol. 123, pp. 31–39, 2019, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2019.01.013.
- [51] B. Weiss and R. Stickler, “Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel,” *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 3, no. 4, pp. 851–866, Apr. 1972, doi: 10.1007/BF02647659.

- [52] Q. Chao, S. Thomas, N. Birbilis, P. Cizek, P. D. Hodgson, and D. Fabijanic, “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*, vol. 821, p. 141611, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141611.
- [53] K. Wang, Q. Chao, M. Annasamy *et al.*, “On the pitting behaviour of laser powder bed fusion prepared 316L stainless steel upon post-processing heat treatments,” *Corrosion Science*, vol. 197, p. 110060, 2022, doi: 10.1016/j.corsci.2021.110060.
- [54] E. Edin, F. Svahn, P. Åkerfeldt, M. Eriksson, and M.-L. Antti, “Rapid method for comparative studies on stress relief heat treatment of additively manufactured 316L,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 847, p. 143313, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.143313.
- [55] M. Montero Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne, and J. Van Humbeeck, “Effect of heat treatment of 316L stainless steel produced by selective laser melting (SLM),” in *Proceedings of the 27th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium - An Additive Manufacturing Conference*, Solid Freeform Fabrication, Aug. 2016. Accessed: Dec. 06, 2022. [Online]. Available: <https://lirias.kuleuven.be/1942281>
- [56] R. W. Fonda, D. J. Rowenhorst, C. R. Feng *et al.*, “The effects of post-processing in additively manufactured 316L stainless steels,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, no. 12, pp. 6560–6573, 2020, doi: 10.1007/s11661-020-06039-x.
- [57] F. C. Pinto, L. S. Aota, I. R. Souza Filho, D. Raabe, and H. R. Z. Sandim, “Recrystallization in non-conventional microstructures of 316L stainless steel produced via laser powder-bed fusion: effect of particle coarsening kinetics,” *Journal of Materials Science*, vol. 57, pp. 9576–9598, 2022, doi: 10.1007/s10853-021-06859-1.
- [58] D. Kong, C. dong, X. Ni *et al.*, “Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes,” *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 35, no. 7, pp. 1499–1507, 2019, doi: 10.1016/j.jmst.2019.03.003.
- [59] S. Gao, Z. Hu, M. Duchamp *et al.*, “Recrystallization-based grain boundary engineering of 316L stainless steel produced via selective laser melting,” *Acta Materialia*, vol. 200, pp. 366–377, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.09.015.
- [60] L. Cui, S. Jiang, J. Xu, R. L. Peng, R. T. Mousavian, and J. Moverare, “Revealing relationships between microstructure and hardening nature of additively manufactured 316L stainless steel,” *Materials & Design*, vol. 198, p. 109385, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2020.109385.
- [61] R. Wawszczak, A. Baczmanski, M. Marciszko *et al.*, “Evolution of microstructure and residual stress during annealing of austenitic and ferritic steels,” *Materials Characterization*, vol. 112, pp. 238–251, 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2015.12.019.
- [62] W. Huang, S. Yuan, L. Chai *et al.*, “Development of Grain Boundary Character Distribution in Medium-Strained 316L Stainless Steel During Annealing,” *Metals and Materials International*, vol. 25, no. 2, pp. 364–371, 2019, doi: 10.1007/s12540-018-0203-7.
- [63] S. G. Chowdhury, S. Das, B. Ravikumar, and P. K. De, “Twinning-induced sluggish evolution of texture during recrystallization in AISI 316L stainless steel after cold rolling,” *Metall Mater Trans A*, vol. 37, no. 8, pp. 2349–2359, 2006, doi: 10.1007/BF02586209.

- [64] A. Di Schino, J. M. Kenny, and G. Abbruzzese, “Analysis of the recrystallization and grain growth processes in AISI 316 stainless steel,” *Journal of Materials Science*, vol. 37, no. 24, pp. 5291–5298, 2002, doi: 10.1023/A:1021068806598.
- [65] F. J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier, 2012.
- [66] J. Xu, H. Brodin, R. L. Peng, V. Luzin, and J. Moverare, “Effect of heat treatment temperature on the microstructural evolution of CM247LC superalloy by laser powder bed fusion,” *Materials Characterization*, vol. 185, p. 111742, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.111742.
- [67] P. Deng, H. Yin, M. Song *et al.*, “On the thermal stability of dislocation cellular structures in additively manufactured austenitic stainless steels: roles of heavy element segregation and stacking fault energy,” *JOM*, vol. 72, no. 12, pp. 4232–4243, 2020, doi: 10.1007/s11837-020-04427-7.
- [68] T. Ronneberg, C. M. Davies, and P. A. Hooper, “Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment,” *Materials & Design*, vol. 189, p. 108481, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108481.
- [69] P. A. Manohar, M. Ferry, and T. Chandra, “Five Decades of the Zener Equation,” *ISIJ International*, vol. 38, no. 9, pp. 913–924, 1998, doi: 10.2355/isijinternational.38.913.
- [70] E. Nes, N. Ryum, and O. Hunderi, “On the Zener drag,” *Acta Metallurgica*, vol. 33, no. 1, pp. 11–22, 1985, doi: 10.1016/0001-6160(85)90214-7.
- [71] T. Philippe and P. W. Voorhees, “Ostwald ripening in multicomponent alloys,” *Acta Materialia*, vol. 61, no. 11, pp. 4237–4244, 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.03.049.
- [72] P. E. Di Nunzio, “Coarsening kinetics of grain-boundary precipitates: a reanalysis based on the multiple pairwise interaction model of Ostwald ripening,” *Philosophical Magazine Letters*, vol. 99, no. 12, pp. 453–465, 2019, doi: 10.1080/09500839.2019.1703053.
- [73] T. S. Byun, B. E. Garrison, M. R. McAlister *et al.*, “Mechanical behavior of additively manufactured and wrought 316L stainless steels before and after neutron irradiation,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 548, p. 152849, 2021, doi: 10.1016/j.jnucmat.2021.152849.
- [74] Z. Pitrmuc, J. Simota, P. Mikes *et al.*, “Mechanical and Microstructural Anisotropy of Laser Powder Bed Fusion 316L Stainless Steel,” *Materials*, vol. 15, no. 2, Art. no. 2, 2022, doi: 10.3390/ma15020551.
- [75] Z. Hu, S. Gao, L. Zhang *et al.*, “Micro laser powder bed fusion of stainless steel 316L: Cellular structure, grain characteristics, and mechanical properties,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 848, p. 143345, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.143345.
- [76] A. Fedorenko, B. Fedulov, Y. Kuzminova *et al.*, “Anisotropy of mechanical properties and residual stress in additively manufactured 316L specimens,” *Materials*, vol. 14, no. 23, Art. no. 23, 2021, doi: 10.3390/ma14237176.
- [77] A. Taghipour, Y. Mazahero, J. McDavid *et al.*, “Strengthening mechanisms and strain hardening behavior of 316L stainless steel manufactured by laser-based powder bed fusion,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 25, no. 4, p. 2201230, 2023, doi: 10.1002/adem.202201230.
- [78] X. Wang, J. A. Muñoz-Lerma, M. Attarian Shandiz, O. Sanchez-Mata, and M. Brochu, “Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by

- laser powder bed fusion,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 766, p. 138395, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.138395.
- [79] S. Dryepontd, P. Nandwana, P. Fernandez-Zelaia, and F. List, “Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion,” *Additive Manufacturing*, vol. 37, p. 101723, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101723.
- [80] R. Casati, J. Lemke, and M. Vedani, “Microstructure and fracture behavior of 316L austenitic stainless steel produced by selective laser melting,” *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 32, no. 8, pp. 738–744, 2016, doi: 10.1016/j.jmst.2016.06.016.
- [81] A. Röttger, J. Boes, W. Theisen *et al.*, “Microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel processed by different SLM devices,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technologies*, vol. 108, no. 3, pp. 769–783, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-05371-1.
- [82] M. Güden, A. Yavas, A. A. Tanrikulu *et al.*, “Orientation dependent tensile properties of a selective-laser-melt 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 824, p. 141808, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141808.
- [83] Q. Chao, S. Thomas, N. Birbilis, P. Cizek, P. D. Hodgson, and D. Fabijanic, “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*, vol. 821, p. 141611, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141611.
- [84] J. Suryawanshi, K. G. Prashanth, and U. Ramamurty, “Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 696, pp. 113–121, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.04.058.
- [85] R. Bidulský, J. Bidulská, F. S. Gobber *et al.*, “Case study of the tensile fracture investigation of additive manufactured austenitic stainless steels treated at cryogenic conditions,” *Materials*, vol. 13, no. 15, Art. no. 15, 2020, doi: 10.3390/ma13153328.
- [86] I. S. Grech, J. H. Sullivan, R. J. Lancaster, J. Plummer, and N. P. Lavery, “The optimisation of hot isostatic pressing treatments for enhanced mechanical and corrosion performance of stainless steel 316L produced by laser powder bed fusion,” *Additive Manufacturing*, vol. 58, p. 103072, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.103072.
- [87] G. M. Karthik, E. S. Kim, P. Sathiyamoorthi *et al.*, “Delayed deformation-induced martensite transformation and enhanced cryogenic tensile properties in laser additive manufactured 316L austenitic stainless steel,” *Additive Manufacturing*, vol. 47, p. 102314, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102314.
- [88] L. Tang, O. V. Magdysyuk, F. Jiang, Y. Wang, A. Evans, and S. Kabra, “Mechanical performance and deformation mechanisms at cryogenic temperatures of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion: In situ neutron diffraction,” *Scripta Materialia*, vol. 218, p. 114806, 2022, doi: 10.1016/j.scriptamat.2022.114806.
- [89] C. Wang, X. Lin, L. Wang, S. Zhang, and W. Huang, “Cryogenic mechanical properties of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 815, p. 141317, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141317.

- [90] Y. Hong, C. Zhou, Y. Zheng *et al.*, “Formation of strain-induced martensite in selective laser melting austenitic stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 740–741, pp. 420–426, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2018.10.121.
- [91] W. Bleck, X. Guo, and Y. Ma, “The TRIP effect and its application in cold formable sheet steels,” *Steel Research International*, vol. 88, no. 10, p. 1700218, 2017, doi: 10.1002/srin.201700218.
- [92] M. Soleimani, A. Kalhor, and H. Mirzadeh, “Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 795, p. 140023, 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.140023.
- [93] S. Li, P. J. Withers, S. Kabra, and K. Yan, “The behaviour and deformation mechanisms for 316L stainless steel deformed at cryogenic temperatures,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 880, p. 145279, 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.145279.
- [94] X. Wang, O. Sanchez-Mata, S. E. Atabay, J. A. Muñoz-Lerma, M. Attarian Shandiz, and M. Brochu, “Crystallographic orientation dependence of Charpy impact behaviours in stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion,” *Additive Manufacturing*, vol. 46, p. 102104, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102104.
- [95] X. Lou, P. L. Andresen, and R. B. Rebak, “Oxide inclusions in laser additive manufactured stainless steel and their effects on impact toughness and stress corrosion cracking behavior,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 499, pp. 182–190, 2018, doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.11.036.
- [96] S. Afkhami, M. Dabiri, H. Piili, and T. Björk, “Effects of manufacturing parameters and mechanical post-processing on stainless steel 316L processed by laser powder bed fusion,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 802, p. 140660, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2020.140660.
- [97] I. Tolosa, F. Garcíandía, F. Zubiri, F. Zapirain, and A. Esnaola, “Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by ‘selective laser melting’, following different manufacturing strategies,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technologies*, vol. 51, no. 5, pp. 639–647, 2010, doi: 10.1007/s00170-010-2631-5.
- [98] M. L. Montero-Sistiaga, M. Godino-Martinez, K. Boschmans, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, and K. Vanmeensel, “Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting),” *Additive Manufacturing*, vol. 23, pp. 402–410, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.08.028.
- [99] J. Reijonen, R. Björkstrand, T. Riipinen, Z. Que, S. Metsä-Kortelainen, and M. Salmi, “Cross-testing laser powder bed fusion production machines and powders: Variability in mechanical properties of heat-treated 316L stainless steel,” *Materials & Design*, vol. 204, p. 109684, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.109684.
- [100] A. J. Cooper, N. I. Cooper, J. Dhers, and A. H. Sherry, “Effect of oxygen content upon the microstructural and mechanical properties of type 316L austenitic stainless steel manufactured by hot isostatic pressing,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, no. 9, pp. 4467–4475, 2016, doi: 10.1007/s11661-016-3612-6.
- [101] N. Bunchoo, K. Wongpinkaw, E. Kukiakulchai, S. Kaewkumsai, and E. Viyanit, “Effects of thermal history on sensitization behavior and Charpy impact property of type 316L and 316 stainless steels for applications in a fired heater,” *Engineering Failure Analysis*, vol. 141, p. 106672, 2022, doi: 10.1016/j.engfailanal.2022.106672.

- [102] A. J. Cooper, N. I. Cooper, A. Bell, J. Dhers, and A. H. Sherry, “A microstructural study on the observed differences in Charpy impact behavior between hot isostatically pressed and forged 304L and 316L austenitic stainless steel,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, no. 11, pp. 5126–5138, 2015, doi: 10.1007/s11661-015-3140-9.
- [103] C. M. Davies, R. Zhou, O. Withnell, R. Williams, T. Ronneberg, and P. A. Hooper, “Fracture toughness behaviour of 316L stainless steel samples manufactured through selective laser melting,” presented at the ASME 2018 Pressure Vessels and Piping Conference, American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, 2018. doi: 10.1115/PVP2018-84393.
- [104] D. Kumar, S. Jhavar, A. Arya, K. G. Prashanth, and S. Suwas, “Mechanisms controlling fracture toughness of additively manufactured stainless steel 316L,” *International Journal of Fracture*, vol. 235, no. 1, pp. 61–78, 2022, doi: 10.1007/s10704-021-00574-3.
- [105] W. Li, X. Li, Q. Fang, B. Liu, and C. Jiang, “Plastically heterogeneity-driven fracture in additive manufactured steels,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 283, p. 109203, 2023, doi: 10.1016/j.engfracmech.2023.109203.
- [106] J. Park, K. Lee, H. Sung, Y. J. Kim, S. K. Kim, and S. Kim, “J-integral fracture toughness of high-Mn steels at room and cryogenic temperatures,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, no. 6, pp. 2678–2689, 2019, doi: 10.1007/s11661-019-05200-5.
- [107] L. Xiong, Z. S. You, and L. Lu, “Fracture behavior of an austenitic stainless steel with nanoscale deformation twins,” *Scripta Materialia*, vol. 127, pp. 173–177, 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.09.012.
- [108] L. Xiong, Z. S. You, S. D. Qu, and L. Lu, “Fracture behavior of heterogeneous nanostructured 316L austenitic stainless steel with nanotwin bundles,” *Acta Materialia*, vol. 150, pp. 130–138, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.02.065.
- [109] C. Wang, P. Zhu, F. Wang, Y. H. Lu, and T. Shoji, “Anisotropy of microstructure and corrosion resistance of 316L stainless steel fabricated by wire and arc additive manufacturing,” *Corrosion Science*, vol. 206, p. 110549, 2022, doi: 10.1016/j.corsci.2022.110549.
- [110] C. Wang, P. Zhu, Y. H. Lu, and T. Shoji, “Effect of heat treatment temperature on microstructure and tensile properties of austenitic stainless 316L using wire and arc additive manufacturing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 832, p. 142446, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2021.142446.
- [111] C. Wang, T. G. Liu, P. Zhu, Y. H. Lu, and T. Shoji, “Study on microstructure and tensile properties of 316L stainless steel fabricated by CMT wire and arc additive manufacturing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 796, p. 140006, 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.140006.
- [112] J. Chen, K. Bao, X. Zhang *et al.*, “Adiabatic shear band development and following failure in 316L fabricated by an additive manufacturing process,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 811, p. 141003, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141003.
- [113] T. F. W. van Nuland, L. Palmeira Belotti, J. P. M. Hoefnagels, J. A. W. van Dommelen, and M. G. D. Geers, “Microstructural modeling and measurements of anisotropic plasticity in large scale additively manufactured 316L stainless steel,” *European Journal of Mechanics - A/Solids*, vol. 96, p. 104710, 2022, doi: 10.1016/j.euromechsol.2022.104710.

- [114] X. Duan and X. Yang, “Achieving enhanced strength and ductility in 316L stainless steel via wire arc additive manufacturing using pulsed arc plasma,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 867, p. 144711, 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.144711.
- [115] L. Wang, J. Xue, and Q. Wang, “Correlation between arc mode, microstructure, and mechanical properties during wire arc additive manufacturing of 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 751, pp. 183–190, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.078.
- [116] Z. Sun, X. Tan, S. B. Tor, and C. K. Chua, “Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting,” *NPG Asia Materials*, vol. 10, no. 4, Art. no. 4, 2018, doi: 10.1038/s41427-018-0018-5.
- [117] Y. Zhong, Z. Zheng, J. Li, and C. Wang, “Fabrication of 316L nuclear nozzles on the main pipeline with large curvature by CMT wire arc additive manufacturing and self-developed slicing algorithm,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 820, p. 141539, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141539.
- [118] L. Palmeira Belotti, J. A. W. van Dommelen, M. G. D. Geers, C. Goulas, W. Ya, and J. P. M. Hoefnagels, “Microstructural characterisation of thick-walled wire arc additively manufactured stainless steel,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 299, p. 117373, 2022, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2021.117373.
- [119] T. A. Rodrigues, J. D. Escobar, J. Shen *et al.*, “Effect of heat treatments on 316 stainless steel parts fabricated by wire and arc additive manufacturing : Microstructure and synchrotron X-ray diffraction analysis,” *Additive Manufacturing*, vol. 48, p. 102428, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102428.
- [120] G. G. Goviazin, D. Rittel, and A. Shirizly, “Achieving high strength with low residual stress in WAAM SS316L using flow-forming and heat treatment,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 873, p. 145043, 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.145043.
- [121] X. Chen, J. Li, X. Cheng, H. Wang, and Z. Huang, “Effect of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel 316L using arc additive manufacturing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 715, pp. 307–314, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.10.002.
- [122] Y. He, J. Liu, S. Zhang, Y. Li, and X. Gao, “Effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of 316L stainless steel fabricated by hybrid in-situ rolled wire-arc additive manufacturing,” *Materials Letters*, vol. 331, p. 133398, 2023, doi: 10.1016/j.matlet.2022.133398.
- [123] J. Vora, H. Parmar, R. Chaudhari, S. Khanna, M. Doshi, and V. Patel, “Experimental investigations on mechanical properties of multi-layered structure fabricated by GMAW-based WAAM of SS316L,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 20, pp. 2748–2757, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.08.074.
- [124] L. B. O. Souza, M. R. N. Santos, R. P. Garcia, D. B. Fernandes, and L. O. Vilarinho, “Characterization of an austenitic stainless steel preform deposited by wire arc additive manufacturing,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technologies*, vol. 123, no. 9, pp. 3673–3686, 2022, doi: 10.1007/s00170-022-10382-1.

- [125] A. Queguineur, G. Rückert, F. Cortial, and J. Y. Hascoët, “Evaluation of wire arc additive manufacturing for large-sized components in naval applications,” *Welding in the World*, vol. 62, no. 2, pp. 259–266, 2018, doi: 10.1007/s40194-017-0536-8.
- [126] Y. H. Kim, D. J. Lee, J. C. Byun *et al.*, “The effect of sigma phases formation depending on Cr/Ni equivalent ratio in AISI 316L weldments,” *Materials & Design*, vol. 32, no. 1, pp. 330–336, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.06.044.
- [127] O. H. Ibrahim, I. S. Ibrahim, and T. A. F. Khalifa, “Impact behavior of different stainless steel weldments at low temperatures,” *Engineering Failure Analysis*, vol. 17, no. 5, pp. 1069–1076, 2010, doi: 10.1016/j.engfailanal.2009.12.006.
- [128] J. C. Lippold and D. J. Kotecki, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*, pp. 376. ISBN 0-471-47379-0. Wiley-VCH, 2005.
- [129] A. Riemer, S. Leuders, M. Thöne, H. A. Richard, T. Tröster, and T. Niendorf, “On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 120, pp. 15–25, 2014, doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.03.008.
- [130] E. de Sonis, S. Dépinoy, P. F. Giroux *et al.*, “Dependency of recrystallization kinetics on the solidification microstructure of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion (LPBF),” *Materials Characterization*, vol. 194, p. 112370, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.112370.
- [131] D. G. Brandon, “The structure of high-angle grain boundaries,” *Acta Metallurgica*, vol. 14, no. 11, pp. 1479–1484, 1966, doi: 10.1016/0001-6160(66)90168-4.
- [132] M. Laleh, A. E. Hughes, W. Xu *et al.*, “On the unusual intergranular corrosion resistance of 316L stainless steel additively manufactured by selective laser melting,” *Corrosion Science*, vol. 161, p. 108189, 2019, doi: 10.1016/j.corsci.2019.108189.
- [133] A. J. Birnbaum, J. C. Steuben, E. J. Barrick, A. P. Iliopoulos, and J. G. Michopoulos, “Intrinsic strain aging, $\Sigma 3$ boundaries, and origins of cellular substructure in additively manufactured 316L,” *Additive Manufacturing*, vol. 29, p. 100784, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100784.
- [134] N. K. Sharma and S. Shekhar, “New perspectives on twinning events during strain-induced grain boundary migration (SIBM) in iteratively processed 316L stainless steel,” *Journal of Materials Science*, vol. 56, no. 1, pp. 792–814, Jan. 2021, doi: 10.1007/s10853-020-05240-y.
- [135] P. A. Beck and P. R. Sperry, “Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum,” *Journal of Applied Physics*, vol. 21, no. 2, pp. 150–152, 1950, doi: 10.1063/1.1699614.
- [136] A. Ariasetta, S. Kobayashi, M. Takeyama, Y. Wang, and S. Imano, “Characterization of recrystallization and second-phase particles in solution-treated additively manufactured alloy 718,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, no. 2, pp. 973–981, 2020, doi: 10.1007/s11661-019-05560-y.
- [137] R. A. Varin, “Grain boundary diffusion and free energy during the recrystallization of type 316 stainless steel,” *Materials Science and Engineering*, vol. 66, no. 1, pp. 97–105, 1984, doi: 10.1016/0025-5416(84)90144-7.
- [138] “ISO 12135 2016 Metallic Materials—Unified Method of Test for the Determination of Quasistatic Fracture Toughness (Geneva (Switzerland): International Organization for Standardization).”

- [139] “RCC-MRx 2018, Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires hautes températures, expérimentales et de fusion” AFCEN. Accessed: Sep. 11, 2023. [Online]. Available: <https://www.afcen.com/fr/rcc-mrx/59-rcc-mrx-2018.html>
- [140] T. Kobayashi, K. Takai, and H. Maniwa, “Transition behaviour and evaluation of fracture toughness in Charpy impact test,” *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 7, no. 3, pp. 115–125, 1967, doi: 10.2355/isijinternational1966.7.115.
- [141] Léo Monier, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2023.
- [142] P. L. Delliou, B. Barthelet, A. Parrot, L. Sainton, M. Berveiller, and S. SAILLET, Tensile and toughness properties of materials for the in-service inspection and flaw evaluation RSE-M Code, presented at SMiRT 19, Toronto (2007)
- [143] S.-H. Li, Y. Zhao, J. Radhakrishnan, and U. Ramamurty, “A micropillar compression investigation into the plastic flow properties of additively manufactured alloys,” *Acta Materialia*, vol. 240, p. 118290, 2022, doi: 10.1016/j.actamat.2022.118290.
- [144] V. Tvergaard and J. W. Hutchinson, “The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 40, no. 6, pp. 1377–1397, 1992, doi: 10.1016/0022-5096(92)90020-3.
- [145] J. Li, Q. Mao, J. Nie, Z. Huang, S. Wang, and Y. Li, “Impact property of high-strength 316L stainless steel with heterostructures,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 754, pp. 457–460, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.03.105.
- [146] L. Xiong, Z. S. You, and L. Lu, “Fracture behavior of an austenitic stainless steel with nanoscale deformation twins,” *Scripta Materialia*, vol. 127, pp. 173–177, 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.09.012.
- [147] A.-H. Puichaud, C. Flament, A. Chniouel *et al.*, “Microstructure and mechanical properties relationship of additively manufactured 316L stainless steel by selective laser melting,” *EPJ Nuclear Sciences and Technologies*, vol. 5, p. 23, 2019, doi: 10.1051/epjn/2019051.
- [148] N. Ohkubo, K. Miyakusu, Y. Uematsu, and H. Kimura, “Effect of alloying elements on the mechanical properties of the stable austenitic stainless steel,” *ISIJ International*, vol. 34, no. 9, pp. 764–772, 1994, doi: 10.2355/isijinternational.34.764.
- [149] A. Pineau, A. A. Benzerga, and T. Pardoen, “Failure of metals I: Brittle and ductile fracture,” *Acta Materialia*, vol. 107, pp. 424–483, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2015.12.034.
- [150] W. J. Mills, “Fracture toughness of type 304 and 316 stainless steels and their welds,” *International Materials Reviews*, vol. 42, no. 2, pp. 45–82, 1997, doi: 10.1179/imr.1997.42.2.45.
- [151] ASTM E1820-22e1 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2022. doi:10.1520/E1820-22E01.
- [152] T. Berglund, M. Östlund, and L. Larsson, Properties of HIP’ed materials: impact toughness of PM HIP’ed vs. conventional 316L, presented at EURO PM2015, European Powder Metallurgy Association, Bruxelles (2015)
- [153] A. P. Miodownik, “The calculation of stacking fault energies in FeNiCr alloys,” *Calphad*, vol. 2, no. 3, pp. 207–226, 1978, doi: 10.1016/0364-5916(78)90010-X.
- [154] S. Curtze and V.-T. Kuokkala, “Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate,” *Acta Materialia*, vol. 58, no. 15, pp. 5129–5141, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2010.05.049.

- [155] J. Lu, L. Hultman, E. Holmström *et al.*, “Stacking fault energies in austenitic stainless steels,” *Acta Materialia*, vol. 111, pp. 39–46, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.042.
- [156] S. Allain, J.-P. Chateau, and O. Bouaziz, “A physical model of the twinning-induced plasticity effect in a high manganese austenitic steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 387–389, pp. 143–147, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.01.060.
- [157] G. Meric de Bellefon, J. C. van Duysen, and K. Sridharan, “Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 492, pp. 227–230, 2017, doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.05.037.
- [158] C. G. Rhodes and A. W. Thompson, “The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 8, no. 12, pp. 1901–1906, 1977, doi: 10.1007/BF02646563.
- [159] I.-C. Jung and B. C. De Cooman, “Temperature dependence of the flow stress of Fe–18Mn–0.6C–xAl twinning-induced plasticity steel,” *Acta Materialia*, vol. 61, no. 18, pp. 6724–6735, 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.07.042.
- [160] E. Polatidis, J. Čapek, A. Arabi-Hashemi, C. Leinenbach, and M. Strobl, “High ductility and transformation-induced-plasticity in metastable stainless steel processed by selective laser melting with low power,” *Scripta Materialia*, vol. 176, pp. 53–57, 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2019.09.035.
- [161] J. W. Bae, J. B. Seol, J. Moon *et al.*, “Exceptional phase-transformation strengthening of ferrous medium-entropy alloys at cryogenic temperatures,” *Acta Materialia*, vol. 161, pp. 388–399, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.09.057.
- [162] B. Py-Renaudie, Effect of welding on stress relaxation cracking of the austenitic stainless steel AISI 316L(N), Thèse de doctorat, Université Paris Sciences et Lettres, 2023. Accessed: Aug. 30, 2023. [Online]. Available: <https://www.theses.fr/2023UPSLM001>
- [163] M. C. Mataya, E. R. Nilsson, E. L. Brown, and G. Krauss, “Hot working and recrystallization of As-Cast 316L,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, no. 8, pp. 1683–1703, 2003, doi: 10.1007/s11661-003-0313-8.
- [164] A. Di Schino, J. M. Kenny, I. Salvatori, and G. Abbruzzese, “Modelling primary recrystallization and grain growth in a low nickel austenitic stainless steel,” *Journal of Materials Science*, vol. 36, no. 3, pp. 593–601, 2001, doi: 10.1023/A:1004856001632.
- [165] H.-S. Noh, J.-H. Kang, K.-M. Kim, and S.-J. Kim, “Different Effects of Ni and Mn on Thermodynamic and Mechanical Stabilities in Cr-Ni-Mn Austenitic Steels,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, no. 2, pp. 616–624, 2019, doi: 10.1007/s11661-018-5042-0.

RÉSUMÉ

Ces travaux de thèse portent sur les relations microstructure – comportement à rupture d'aciers inoxydables austénitiques 316L élaborés par deux procédés de fabrication additive. Dans cette optique, plusieurs microstructures ont été élaborées par le procédé de fusion laser sur lit de poudre (Laser Powder Bed Fusion - LPBF) et le procédé arc-fil (Wire Arc Additive Manufacturing - WAAM). Différents traitements thermiques ont ensuite été appliqués aux échantillons consolidés, dans le but de faire évoluer leurs microstructures de manière contrôlée (détensionnement, homogénéisation, recristallisation). Une attention particulière a été portée aux cinétiques de recristallisation de ces aciers, très différentes de celles observées dans les aciers 316L conventionnels. Enfin, les matériaux ont été testés en résilience et/ou en ténacité.

Dans le cas de l'acier 316L élaboré par procédé LPBF, l'étude comparative des mécanismes de déformation et de rupture a permis de déterminer l'influence des éléments de microstructure sur le comportement en résilience et en ténacité. Parmi ces éléments, les oxydes nanométriques présents dans ces matériaux en sortie de fabrication semblent avoir une influence significative sur les mécanismes de rupture, cette dernière intervenant par décohésion des interfaces oxyde / matrice. Après recristallisation, le mûrissement de ces oxydes aux joints des nouveaux grains recristallisés mène à une baisse significative de la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure. Des corrélations entre résilience et ténacité ont été établies. L'évolution de la résilience à basse température (jusqu'à - 193 °C) de différentes microstructures ont été comparées à celles d'aciers 316L forgés ou élaborés par compaction isostatique à chaud. Ces évolutions apparaissant similaires, il est conclu que les éléments de microstructure particuliers à l'acier 316L LPBF n'apparaissent pas avoir d'influence significative sur la sensibilité de sa résilience envers la température.

Concernant l'acier 316L élaboré par procédé WAAM, un plan d'expériences plus restreint, établi sur la base des résultats obtenus après LPBF, a permis de déterminer l'influence des éléments de microstructure sur le comportement à rupture. Des mécanismes de rupture similaires à ceux des aciers 316L LPBF de l'étude ont été observés : rupture par décohésion des interfaces oxydes (ici de tailles submicrométriques) / matrice. A l'inverse, les traitements de recristallisation s'avèrent bénéfiques sur la résilience de cet acier, ceux-ci n'induisant pas la localisation des oxydes aux joints de grains. Enfin, la ferrite δ présente dans la microstructure de l'acier 316L WAAM brut de fabrication induit une rupture fragile du matériau à - 193 °C.

MOTS CLÉS

Microstructure, Mécanique de la rupture, Traitements thermiques, Fabrication additive, Acier inoxydable

ABSTRACT

This thesis investigates the relationships between the microstructure and fracture behavior of austenitic 316L stainless steels produced by two additive manufacturing processes. To this end, several microstructures were manufactured using the Laser Powder Bed Fusion (LPBF) and Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) processes. Various heat treatments were then applied to the consolidated samples, with the aim of developing their microstructures in a controlled manner (stress relieving, homogenization, recrystallization). A particular attention was paid to the recrystallization kinetics of these steels, which are very different from those observed in conventional 316L steels. Finally, the materials were tested for impact and/or fracture toughness.

In the case of 316L steel produced using the LPBF process, a comparative study of deformation and fracture mechanisms enabled to determine the influence of microstructural features on the impact and fracture toughness behavior. Among these features, the nanometric oxides present in these materials at the end of the manufacturing process appeared to have a significant influence on fracture mechanisms, the latter occurring through decohesion at the oxide/matrix interfaces. After recrystallization, ripening of these oxides at recrystallized grain boundaries led to a significant drop in resistance to crack initiation and propagation. Correlations between impact toughness and fracture toughness have been established. The low-temperature impact toughness values (down to - 193°C) of various microstructures were compared with those of 316L steels either wrought or produced by hot isostatic pressing. As these trends appeared similar, it was concluded that the microstructural features specific to LPBF 316L steel did not have any significant influence on the sensitivity of its impact toughness to temperature.

Regarding the WAAM-manufactured 316L steel, a more limited experimental campaign, based on the results obtained after LPBF, was used to determine the influence of microstructural features on the fracture behavior. Fracture mechanisms similar to those of LPBF 316L were observed: failure occurred by decohesion of the oxide (in this case submicrometer-sized) / matrix interfaces. Conversely, recrystallization treatments were beneficial to the impact toughness of this steel, as they did not induce the localization of oxides at grain boundaries. Lastly, the δ -ferrite present in the microstructure of as-built WAAM 316L induced brittle fracture of the material at - 193°C.

KEYWORDS

Microstructure, Fracture mechanics, Heat treatments, Additive manufacturing, Stainless steel