



HAL
open science

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.

Aziz Chniouel

► **To cite this version:**

Aziz 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.. Matériaux. Université Paris-Saclay, 2019. Français. NNT: 2019SACLS379 . tel-02421550

HAL Id: tel-02421550

<https://theses.hal.science/tel-02421550>

Submitted on 20 Dec 2019

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.

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 de l'Université Paris-Saclay
préparée à l'Université Paris-Sud

École doctorale n°579 Science mécaniques et énergétiques,
matériaux et géosciences - SMEMaG
Spécialité de doctorat : Science des Matériaux

Thèse présentée et soutenue à Saclay, le 8 Novembre 2019 par

Aziz CHNIOUEL

Composition du Jury :

| | |
|---|--------------------|
| Alain BERNARD Professeur, Ecole centrale de Nantes (LS2N) | Président |
| Rémy DENDIEVEL Professeur, Grenoble INP (SIMAP/GPM2) | Rapporteur |
| Pascal LAHEURTE Maître de conférences, Université de Lorraine (LEM3) | Rapporteur |
| Thierry BAUDIN Directeur de recherche, Université Paris-Sud (ICMMO) | Examineur |
| Philippe CASTANY Maître de conférences, INSA de Rennes | Examineur |
| Christophe TOURNIER Professeur, ENS Paris Saclay (LURPA) | Examineur |
| Adnene SAKLY Ingénieur Expert Procédés Fabrication Additive, Add Up | Invité |
| Pascal AUBRY Expert sénior, CEA Saclay | Directeur de thèse |
| Fernando LOMELLO Ingénieur de recherche, CEA Saclay | Encadrant |
| Pierre-François GIROUX Ingénieur de recherche, CEA Saclay | Encadrant |

A mon père,

Remerciements

Cette thèse a été réalisée au Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA) à Saclay au sein du Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers (LISL).

Je tiens à remercier mon directeur de thèse, M. Pascal AUBRY, de m'avoir permis de réaliser cette thèse et pour la confiance qu'il m'a accordé tout au long de ces trois années. Je remercie également mes deux encadrants de thèse : M. Fernando LOMELLO et M. Pierre-François GIROUX pour leurs disponibilités permanentes, leurs précieux conseils et leurs apports scientifiques.

Je remercie l'ensemble des membres du jury de thèse pour leurs remarques pertinentes et les échanges scientifiques le jour de ma soutenance. Je tiens à remercier M. Alain BERNARD de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma thèse. J'exprime ma plus grande reconnaissance envers Messieurs Rémy DENDIEVEL et Pascal LAHEURTE pour avoir rapporté mon travail de thèse et pour leur qualité de relecture. Je remercie les examinateurs M. Thierry BAUDIN, M. Philippe CASTANY et M. Christophe TOURNIER d'avoir évalué mon travail de thèse. Je remercie également M. Adnene SAKLY pour sa participation à ma soutenance de thèse.

Je remercie l'ensemble du personnel du LISL et du Laboratoire Technologique des Matériaux Extrêmes (LTME_x) pour leur accueil, leur aide et leur bonne humeur quotidienne. Merci à Nicolas AYCHET pour les nombreuses discussions philosophiques, politiques, sociales et pour le partage de sa passion pour la musique. Merci à Hervé LONG pour son aide pour les problèmes informatiques. Merci à l'ensemble des thésards et post-docs côtoyés durant ces 3 années : Alexandre, Anais, Ayoub, Angélique, Axel, Bassem, Daria, Edouard, Erwan, Flore, Fouzi, Ismaël, Kevin, Léa, Lucas, Luisa, Marie, Michaël, Myriem, Quentin, Sylvain, Vinicius. Un très grand merci à mon camarade de bureau Gautier pour sa patience et les nombreux échanges scientifiques et philosophiques. Merci à la petite équipe : Anais, Béatriz, Benoit, Nelly, Véronique, Vinicius pour vos sourires et la joie que vous partagez. Merci à Emilien pour ces repas quasi-hebdomadaires qui ont permis de relâcher la pression et de se motiver. Merci à Elodie pour son aide et ses conseils durant ces 3 années de thèse.

Je remercie l'ensemble des personnes qui m'ont aidé pour les caractérisations et discussions scientifiques. Merci à Jérôme VARLET et Cécile BLANC pour leurs aides dans la préparation des échantillons. Merci à Olivier HERCHER pour son aide dans la prise en main du procédé SLM. Merci à Bassem BARKIA pour son aide précieuse sur les questions scientifiques et pour la préparation des lames MET. Merci à Philippe CASTANY pour son efficacité pour les analyses MET. Merci à Nicolas LOCHET pour son aide pour les traitements thermiques. Merci

à Cédric SAUDER pour son aide dans la réalisation des essais de traction. Merci à Michel TABARANT pour son aide dans la réalisation des analyses de composition chimique.

J'exprime toute ma gratitude envers Mme Nadia BRIJOU-MOKRANI, M. Hicham MASKROT, et M. Fabien ROUILLARD pour avoir trouvé les mots justes et sincères afin de me pousser à donner toujours le meilleur de moi-même. Merci d'avoir toujours cru en moi, en mes qualités et d'avoir été présents dans les moments les plus difficiles.

Je remercie vivement Mme Fanny BALBAUD, M. Lionel GOSMAIN, et M. Frédéric SCHUSTER pour leurs aides et leurs appuis afin de mener à bien cette thèse.

Merci à l'ensemble de mes amis Cyril, Germain, Julie, Morgane, Nassera, Saad, pour leurs encouragements et leurs soutiens sans faille. Merci à mes amis d'enfance Aukacha, Hocine et Mohamed. Toujours présents, dans les bonnes comme dans les mauvaises périodes et ce même à des kilomètres.

Enfin, un ENORME merci à toute ma famille et plus particulièrement à ma mère, mes frères et sœurs et mon beau-frère pour leur soutien permanent. Vous êtes ma première source de motivation.

Merci à vous tous d'avoir fait en sorte que j'aie au bout de cette très belle aventure.

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| CHAPITRE I - ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE..... | 4 |
| I.1 INTRODUCTION | 5 |
| I.2 FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE..... | 5 |
| I.2.1 Définition..... | 5 |
| I.2.2 Avantages et limites..... | 6 |
| I.2.3 Procédés de fabrication additive métallique | 7 |
| I.2.4 Procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM) | 8 |
| I.3 PIECES METALLIQUES CONSOLIDEES PAR SLM..... | 10 |
| I.3.1 Mécanisme de solidification..... | 10 |
| I.3.2 Porosités..... | 11 |
| I.3.3 Paramètres influant sur les propriétés des pièces élaborées par SLM | 12 |
| I.3.4 Influence des caractéristiques de la poudre..... | 13 |
| I.3.5 Influence des paramètres du procédé SLM | 15 |
| I.3.6 Influence des post-traitements thermiques | 16 |
| I.4 MICROSTRUCTURES DE L'ACIER INOXYDABLE 316L..... | 17 |
| I.4.1 Généralités | 17 |
| I.4.2 Acier inoxydable 316L élaboré par voie conventionnelle..... | 18 |
| I.4.3 Acier inoxydable 316L élaboré par SLM..... | 20 |
| I.5 PROPRIETES MECANIQUES DE L'ACIER INOXYDABLE 316L ELABORE PAR SLM..... | 30 |
| I.5.1 Généralités | 30 |
| I.5.2 Influence de la poudre..... | 31 |
| I.5.3 Influence des paramètres du procédé SLM | 33 |
| I.5.4 Influence des post-traitements thermiques | 34 |
| I.6 SYNTHESE | 37 |
| CHAPITRE II - METHODES EXPERIMENTALES..... | 38 |
| II.1 INTRODUCTION..... | 39 |
| II.2 IMPRIMANTE DE FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUFRE TRUMPF TRUPRINT SERIE 1000 | 39 |
| II.2.1 Procédé..... | 39 |
| II.2.2 Elaboration des échantillons | 41 |
| II.3 OBSERVATIONS METALLOGRAPHIQUES | 42 |
| II.3.1 Préparation des échantillons | 42 |
| II.3.2 Microscope optique..... | 42 |
| II.3.3 Microscope électronique à balayage | 42 |
| II.3.4 Microscope électronique à transmission | 43 |
| II.4 TECHNIQUES D'ANALYSES | 43 |
| II.4.1 Composition chimique..... | 43 |

| | | |
|--|---|-----|
| II.4.2 | <i>Caractérisations des poudres</i> | 44 |
| II.4.3 | <i>Densité des échantillons</i> | 44 |
| II.4.4 | <i>Microdureté</i> | 44 |
| II.4.5 | <i>Essais de traction</i> | 45 |
| CHAPITRE III - INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LES PROPRIETES DE L'ACIER 316L.. 47 | | |
| III.1 | INTRODUCTION | 48 |
| III.2 | PROTOCOLE EXPERIMENTAL | 48 |
| III.3 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LA DENSITE | 50 |
| III.3.1 | <i>Influence de la stratégie de balayage</i> | 50 |
| III.3.2 | <i>Influence de la densité volumique d'énergie</i> | 50 |
| III.3.3 | <i>Influence de HD, puissance, et vitesse de balayage</i> | 54 |
| III.4 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LA MICROSTRUCTURE | 56 |
| III.4.1 | <i>Taille des grains</i> | 57 |
| III.4.2 | <i>Texture cristallographique</i> | 63 |
| III.4.3 | <i>Taille des cellules</i> | 65 |
| III.5 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LES PROPRIETES EN TRACTION | 67 |
| III.5.1 | <i>Influence de P, V et HD</i> | 67 |
| III.5.2 | <i>Influence de la densité volumique d'énergie</i> | 69 |
| III.6 | SYNTHESE | 73 |
| CHAPITRE IV – RELATIONS ENTRE LES PROPRIETES DE LA POUDRE ET LES PROPRIETES DE L'ACIER 316L MASSIF ELABORE PAR SLM 75 | | |
| IV.1 | INTRODUCTION | 76 |
| IV.2 | CARACTERISATIONS DE POUDRES D'ACIER INOXYDABLE 316L COMMERCIALES | 77 |
| IV.2.1 | <i>Granulométrie</i> | 77 |
| IV.2.2 | <i>Composition chimique</i> | 78 |
| IV.2.3 | <i>Densité, coulabilité et morphologie</i> | 80 |
| IV.2.4 | <i>Morphologie</i> | 81 |
| IV.2.5 | <i>Nano-précipités</i> | 83 |
| IV.3 | COMPARAISON DES PROPRIETES DE DEUX ACIERS INOXYDABLES 316L OBTENUS PAR FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUDRE A PARTIR DE DEUX POUDRES DIFFERENTES | 85 |
| IV.3.1 | <i>Protocole expérimental</i> | 85 |
| IV.3.2 | <i>Santé matière</i> | 86 |
| IV.3.3 | <i>Microstructure</i> | 87 |
| IV.3.4 | <i>Propriétés mécaniques</i> | 96 |
| IV.4 | INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE LA POUDRE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER 316L ELABORE PAR FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUDRE | 101 |
| IV.5 | SYNTHESE | 107 |
| CHAPITRE V - INFLUENCE DE DEUX POST-TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES PROPRIETES FINALES DE L'ACIER 316L ELABORE PAR SLM 109 | | |
| V.1 | INTRODUCTION | 110 |
| V.2 | PROTOCOLE EXPERIMENTAL | 110 |

| | | |
|-----|--|------------|
| V.3 | INFLUENCE D'UN TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DES DEUX ACIERS 316L ELABORES PAR SLM..... | 111 |
| | V.3.1 <i>Microstructure</i> | 111 |
| | V.3.2 <i>Propriétés mécaniques</i> | 116 |
| V.4 | INFLUENCE D'UN TRAITEMENT DE COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DES DEUX ACIERS 316L | 118 |
| | V.4.1 <i>Microstructure</i> | 118 |
| | V.4.2 <i>Propriétés mécaniques</i> | 126 |
| V.5 | SYNTHESE..... | 131 |
| | CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES | 133 |
| | RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES | 138 |

Nomenclature

| | |
|---------------|--|
| $A_{rupture}$ | Allongement à la rupture |
| AM | Additive manufacturing |
| ASTRID | Advanced Sodium Technological for Industrial Demonstration |
| CIC | Compression Isostatique à Chaud |
| EBS | Electron BackScatter Diffraction |
| EDS | Energy Dispersive X-ray Spectroscopy |
| FA | Fabrication Additive |
| GDMS | Glow Discharge Mass Spectrometry |
| ICP-OES | Inductively Coupled Plasma – optical emission spectrometry |
| HD | Hatching Distance (distance entre deux traits laser successifs) |
| MEB | Microscope Electronique à Balayage |
| MET | Microscope Electronique à Transmission |
| MO | Microscope Optique |
| RCC-MRx | Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires hautes températures, expérimentales et de fusion |
| R_m | Résistance mécanique maximale |
| $R_{p0,2}$ | Limite d'élasticité |
| SLM | Selective Laser Melting |

Introduction générale

La fabrication additive est une technologie qui permet de concevoir des pièces par ajout de matière contrairement aux procédés « classiques » (usinage, forgeage, laminage, ...) qui se caractérisent par un retrait de matière (procédés soustractifs). Elle offre la possibilité d'élaborer des pièces avec des géométries complexes impossibles à réaliser avec les procédés conventionnels. En raison des possibilités qu'ils offrent d'un point de vue technique et économique, les procédés de fabrication additive sont en plein essor depuis les années 80. Ces procédés de mise en forme des matériaux innovant sont utilisés dans différents secteurs industriels notamment les milieux médicaux, aéronautiques et spatiaux.

L'exploitation des procédés de fabrication additive pour des applications dans l'industrie nucléaire est envisagée depuis plusieurs années. Le département de l'énergie (DOE) des Etats-Unis a débuté une étude sur le comportement de pièces fabriquées par fabrication additive de différents matériaux (aciers inoxydables et superalliages Inconel) en vue d'applications nucléaires dès 2012 [1,2]. L'analyse de la microstructure et des propriétés mécaniques et la fabrication par prototypage rapide de grilles d'assemblage en acier 316L ont été réalisées par Lockheed Martin en collaboration avec le DOE. D'autres études dans différents pays ont également été menées. Des travaux portant sur la démonstration de fabricabilité de composants pour réacteur de Génération IV ont été réalisés en Inde où une grille d'accrochage en acier 304L [3,4] a été fabriquée par fabrication additive. La compagnie nucléaire chinoise a également procédé à un essai de faisabilité prometteur de grille d'assemblage par fabrication additive pour le réacteur CAP1400 [5]. Une présentation faite par l'EPRI (Electric Power Research Institute) [6] émet l'hypothèse que la fabrication additive pourrait être utilisée pour des applications nucléaires notamment pour produire des composants internes tels que des canaux de refroidissement pour des réacteurs de Génération IV ou des composants d'assemblage du combustible. Enfin, Zhong et al. [7] ont exploré la possibilité de fabriquer des cuves pour le prototype de fusion ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) et les résultats sont prometteurs.

Bien que les procédés de fabrication additive métallique se développent de manière soutenue, la caractérisation microstructurale et la qualification des propriétés mécaniques de matériaux élaborés par ces procédés sont actuellement insuffisantes. Dans le domaine de l'industrie nucléaire, les procédés de fabrication et les caractéristiques des matériaux sont soumis à une spécification particulière régit par le code RCC-MRx (Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires hautes températures, expérimentales et de fusion). Ce document est le référentiel technique pour la réalisation des composants mécaniques des réacteurs innovants de Génération IV. **En l'absence de normes spécifiquement établies pour les matériaux métalliques issus de fabrication additive, les propriétés mécaniques et la composition chimique des échantillons élaborés par fabrication additive présentées dans le cadre de cette thèse sont comparées à celles préconisées dans le code RCC-MRx pour un acier 316L forgé.**

Les travaux de recherche proposés dans le cadre de cette thèse visent à déterminer l'apport potentiel des procédés de fabrication additive pour la réalisation de composants métalliques pour les réacteurs actuels et les réacteurs du futur. Plus précisément, **l'objectif de cette thèse est de caractériser et valider les propriétés mécaniques de pièces élaborées par fabrication additive et de comprendre les interactions entre les paramètres d'élaboration et les propriétés microstructurales et mécaniques des matériaux élaborés.**

L'acier inoxydable 316L est le matériau sélectionné dans le cadre de cette thèse. C'est un acier très utilisé dans le domaine du nucléaire, notamment pour son bon comportement sous corrosion et ses bonnes propriétés mécaniques. De plus, la poudre d'acier inoxydable 316L est disponible sur le marché de la fabrication additive, ce qui en fait un matériau fréquemment utilisé pour ce procédé.

Les travaux effectués dans cette thèse sont réalisés sur le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre. Il s'agit du procédé de fabrication additive le plus utilisé et le plus prometteur dans les domaines aéronautiques et spatiaux.

La chaîne du procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre peut être décomposée en deux parties : la conception et la fabrication. La première partie traite des aspects fonctionnels des pièces (design, optimisation topologique, ...). La seconde étape se focalise sur la construction des pièces à partir de la poudre utilisée comme matière première jusqu'aux post-traitements. Cette dernière branche comporte les paramètres susceptibles d'influencer les comportements microstructuraux et mécaniques des pièces élaborées par fabrication additive.

Les travaux présentés dans le présent manuscrit portent notamment sur l'étude de trois paramètres d'élaboration : les paramètres du procédé, les caractéristiques de la poudre et les post-traitements. Leur influence sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable 316L élaboré par fusion laser sélective sur lit de poudre est étudiée afin de comprendre les interactions entre ces trois paramètres d'élaboration et les propriétés finales de l'acier 316L.

Ce manuscrit s'articule en cinq parties principales.

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique. Il dresse un état de l'art des procédés de fabrication additive métallique et plus spécifiquement du procédé SLM. La microstructure et les propriétés finales de l'acier 316L élaboré par SLM sont présentées et comparées à celles de l'acier 316L obtenu par voie conventionnelle.

Le chapitre 2 est dédié à la description des méthodes expérimentales utilisées dans le cadre de cette thèse.

Les chapitres suivants sont consacrés à la présentation des résultats expérimentaux.

Le chapitre 3 traite de l'influence des principaux paramètres du procédé (puissance, vitesse de balayage, stratégie de balayage, distance entre deux cordons de lasage) sur la microstructure et les propriétés en traction de l'acier 316L élaboré par SLM. Cette partie vise à déterminer la robustesse du procédé en termes de propriétés mécaniques et à mieux comprendre les interactions entre les paramètres SLM et les propriétés finales de l'acier 316L.

Le chapitre 4 aborde l'influence des caractéristiques de la poudre sur la microstructure et les propriétés en traction de l'acier 316L élaboré par SLM. Onze poudres commerciales sont caractérisées et deux d'entre elles sont sélectionnées suivant des critères spécifiques. Deux aciers 316L sont élaborés, avec des paramètres SLM identiques, à partir de ces deux poudres d'aciers 316L. Les propriétés microstructurales et mécaniques de ces deux aciers 316L sont comparées et discutées. Cette partie vise à corréliser les caractéristiques de la poudre aux propriétés finales des matériaux élaborés.

Enfin, le chapitre 5 évalue l'influence de deux post-traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des deux aciers présentés dans le chapitre 4. Les différences microstructurales et mécaniques obtenues sur ces deux aciers 316L sont analysées et étudiées.

Chapitre I - Etude bibliographique

| | | |
|-----|---|----|
| I.1 | INTRODUCTION | 5 |
| I.2 | FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE..... | 5 |
| I.3 | PIECES METALLIQUES CONSOLIDEES PAR SLM..... | 10 |
| I.4 | MICROSTRUCTURES DE L'ACIER INOXYDABLE 316L..... | 17 |
| I.5 | PROPRIETES MECANIQUES DE L'ACIER INOXYDABLE 316L ELABORE PAR SLM..... | 30 |
| I.6 | SYNTHESE | 37 |

I.1 Introduction

Ce premier chapitre est dédié à une étude bibliographique portant sur les procédés de fabrication additive métallique et sur les caractéristiques de l'acier inoxydable 316L. Premièrement, les différents procédés de fabrication additive et plus spécifiquement le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM) utilisé dans le cadre de cette thèse sont présentés. Dans une seconde partie, les principaux paramètres du procédé SLM sont décrits et les propriétés générales des matériaux métalliques élaborés par SLM sont exposées. Ensuite, les microstructures de l'acier inoxydable 316L obtenu par procédé conventionnel et par SLM sont comparées. L'accent est porté notamment sur l'influence des paramètres de fabrication sur la microstructure de l'acier 316L obtenu par SLM. Un état de l'art recense dans une cinquième partie l'impact des trois paramètres d'élaboration : les caractéristiques de la poudre, les paramètres du procédé SLM et les post-traitements thermiques sur les propriétés en traction de l'acier inoxydable 316L élaboré par SLM.

I.2 Fabrication additive métallique

I.2.1 Définition

Le terme Fabrication Additive (en anglais, *Additive Manufacturing*) communément appelée impression 3D, comme décrit par l'« Union de Normalisation de la Mécanique » (NF E 67-001) regroupe « l'ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique ».

La fabrication additive est une technologie qui permet de concevoir des pièces par ajout de matière contrairement aux procédés « classiques » (usinage, forgeage, laminage, ...) qui se caractérisent par un retrait de matière (procédés soustractifs). Cette technologie est en plein essor depuis les années 80 et nous pouvons dorénavant trouver ces procédés dans différents secteurs de l'industrie notamment les milieux médicaux, aéronautiques et spatiaux. La fabrication additive permet l'utilisation de nombreux matériaux : métalliques, céramiques et polymères.

Le concept de la fabrication additive, présenté sur la figure 1 se divise en deux parties : la conception puis la fabrication de la pièce.

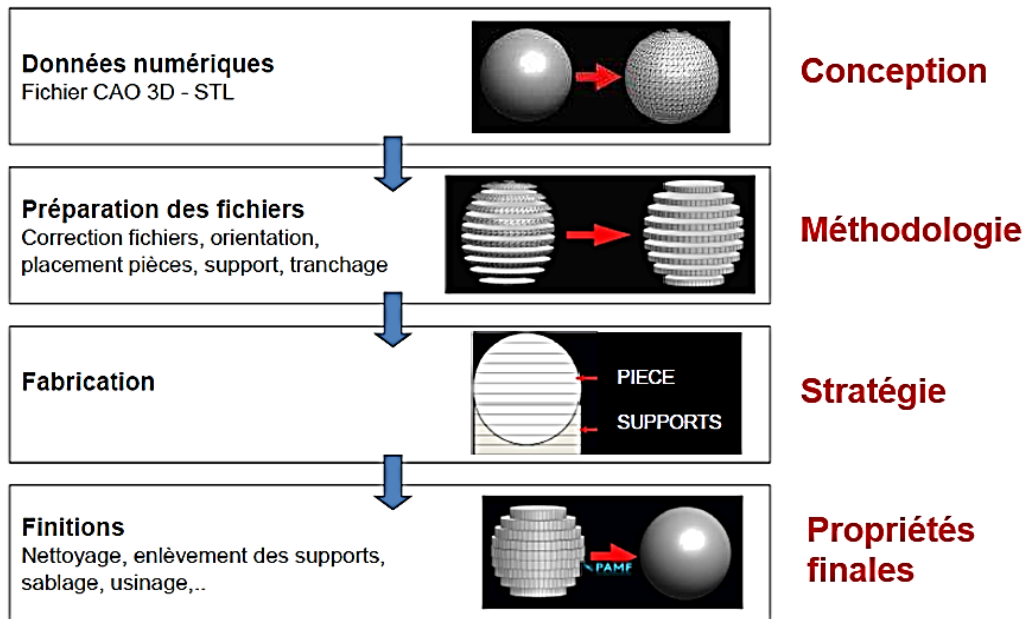


Figure 1 De la conception à l'impression : les différentes étapes de la fabrication additive [8].

La première étape consiste à créer le fichier CAO (Conception Assistée par Ordinateur) puis l'enregistrer sous format STL. Il est ensuite nécessaire de découper couche par couche l'objet numérique grâce à un logiciel (Builder) qui est propre à l'imprimante 3D. L'impression peut être lancée une fois ces étapes effectuées. Des post-traitements peuvent être envisagés pour améliorer les propriétés des pièces consolidées (sablage, usinage, traitements thermiques).

1.2.2 Avantages et limites

La fabrication additive propose de nombreux avantages qui en font une technologie très compétitive. L'un des principaux bénéfices de la FA est le gain financier et temporel. La construction des pièces par FA se fait en une seule étape contrairement aux procédés conventionnels qui nécessitent plusieurs étapes. Le nombre d'étapes de fabrication est réduit en FA, ce qui permet de diminuer le temps nécessaire à la réalisation d'une pièce. La FA permet une grande liberté dans le design des pièces. La forme des pièces n'est pas un facteur limitant pour ce procédé. Le design peut ainsi être optimisé en fonction de l'application dans le but de créer de nouvelles fonctionnalités, d'améliorer les performances (mécaniques, thermiques, optiques ...) ou de réduire la masse des pièces. Ceci peut donner lieu à la conception de pièces avec des formes complexes et innovantes. Enfin, la construction couche par couche permet de limiter la quantité de déchets. Peu de matière est perdue lors de l'élaboration de pièces par FA contrairement aux procédés soustractifs, ce qui en fait un procédé écologique. Par ailleurs, pour certains procédés de FA, la matière non utilisée pour la construction d'une pièce est récupérée et réutilisée pour l'élaboration de nouvelles pièces.

Bien qu'innovant, la FA possède toutefois quelques limites. L'état de surface des pièces après fabrication est hétérogène et très rugueux. Des post-traitements sont nécessaires pour

améliorer l'état de surface des pièces. De plus, pour certaines géométries, il est nécessaire de construire des supports de construction pour maintenir la pièce lors de la fabrication. Ces supports sont parfois localisés dans des zones difficiles d'accès. Il est alors très difficile de les retirer après fabrication. Enfin, le volume de la pièce à construire peut-être un facteur critique. La taille des pièces est limitée par le volume de la chambre de construction de l'imprimante de FA.

I.2.3 Procédés de fabrication additive métallique

| Catégorie | | Source d'énergie | Exemple de technologie |
|--|-----------------|----------------------|--|
| Fusion sur lit de poudre (Powder Bed Fusion) | | Faisceau laser | SLM (Selective laser Melting) |
| | | | DMLS (Direct Métal Laser Sintering) |
| | | Faisceau d'électrons | EBM (Electron Beam Melting) |
| Dépôt de matière sous énergie concentrée (Direct Energy Deposition) | Dépôt de poudre | Faisceau laser | LDMD (Laser Direct Metal Deposition) |
| | | Plasma | |
| | | Faisceau d'électrons | EBM (Electron Beam Melting) |
| | Dépôt de fil | Faisceau laser | LWAM (Laser Wire Additive Manufacturing) |
| | | Faisceau d'électrons | EBAM (Electron Beam Additive Manufacturing) |
| | | Plasma | |
| | | Arc électrique | WAAM (Wire and Arc Additive Manufacturing) |

Tableau 1 Les différents types de procédés de fabrication additive métallique existants actuellement [9].

Il existe une multitude de procédés de fabrication additive métallique. Ils peuvent être divisés en deux familles répertoriées par la commission F42 (2013) selon la norme ASTM F2792-12A [9,10] : la fusion sur lit de poudre métallique et le dépôt de matière sous énergie contrôlée. Le tableau 1 présente les deux catégories des procédés de FA métallique avec un exemple de technologie pour chaque procédé.

1.2.4 Procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM)

Le procédé de fusion laser sur lit de poudre illustré figure 2 est le procédé de fabrication additive utilisé dans le cadre de cette thèse.

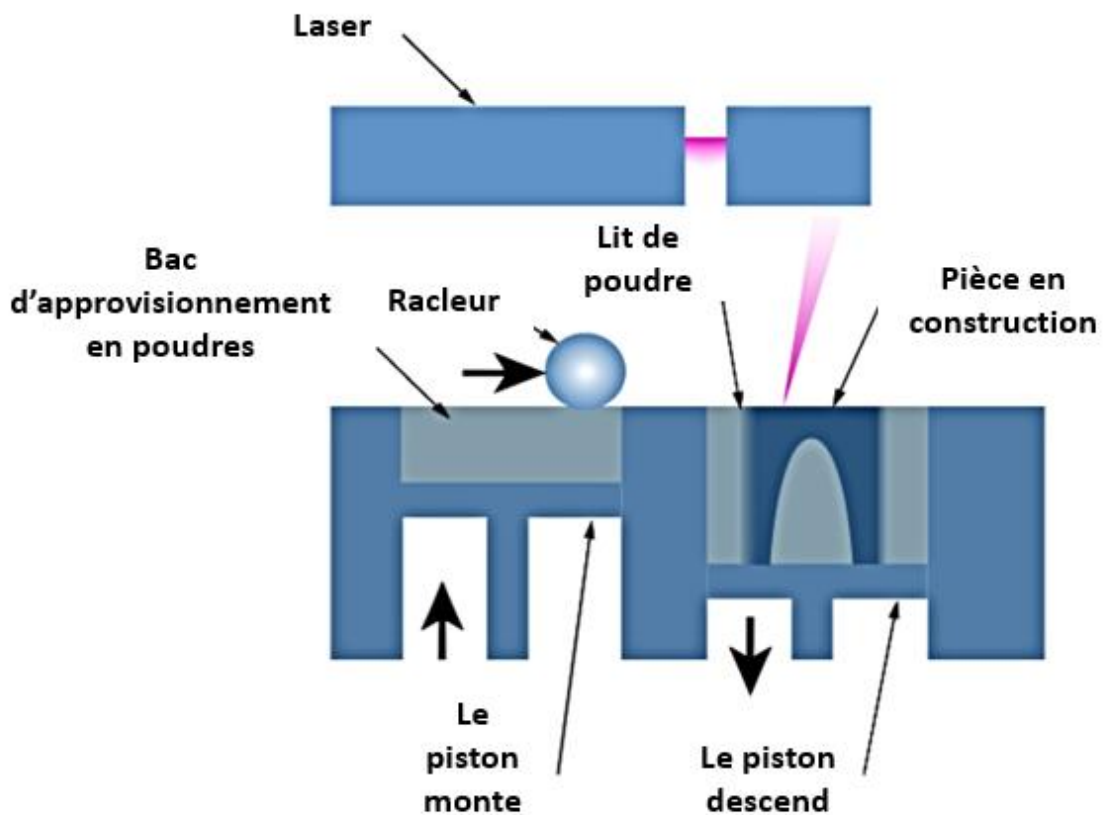


Figure 2 Principe du procédé de fusion sur lit de poudre avec source laser [11].

Ce procédé figure comme l'un des plus répandus dans le monde pour l'élaboration de pièces métalliques (base fer, nickel, aluminium, titane...) par fabrication additive. Après dépôt d'un lit de poudre de quelques micromètres d'épaisseur à l'aide d'un racleur sur un plateau, certaines régions (identifiées en amont lors de l'étape de programmation) de ce lit de poudre sont fusionnées par un faisceau énergétique localisé. Les machines sont généralement équipées d'un laser fibre Ytterbium avec une longueur d'onde de $1,07 \mu\text{m}$ et une puissance variant de 50 à 500 W selon les fabricants. Le substrat descend ensuite de quelques microns puis une nouvelle couche est déposée sur la précédente qui subit à son tour une fusion

localisée. Pendant l'impression, l'enceinte de fabrication est toujours sous atmosphère contrôlée. Le plus souvent l'argon ou l'azote sont choisis comme gaz protecteurs car ils permettent de limiter l'oxydation du matériau pendant la fabrication [12]. Une fois la construction terminée, la pièce est dissociée du plateau de construction. De fortes contraintes thermomécaniques résiduelles, dues aux processus de fusion et solidification rapides des couches, sont présentes au sein des pièces après fabrication. Des post-traitements thermiques sont parfois réalisés avant la découpe des pièces afin de relaxer ces contraintes résiduelles et éviter les déformations des pièces.

Un comparatif des avantages et des inconvénients des procédés de fabrication additive métallique de fusion sur lit de poudre (laser et faisceau d'électron) et de dépôt de matière sous énergie concentrée est proposé dans le tableau 2.

| Caractéristiques (++++ => meilleur) | SLM (Selective laser Melting) | EBM (Electron Beam Melting) | Dépôt de matière sous énergie concentrée (Direct Energy Deposition) |
|---|--|--|--|
| Epaisseur des couches | ++++ | +++ | ++ |
| Vitesse de construction | + | ++ | +++ |
| Rugosité | ++++ | +++ | ++ |
| Contraintes résiduelles | +++ | ++ | +++ |
| Forme complexe des pièces | ++++ | +++ | ++ |
| Réparation des pièces | 0 | 0 | +++ |
| Taille des pièces | ++ | + | +++ |
| Structure lattice | ++++ | ++ | 0 |
| Précision | ++++ | +++ | + |

Tableau 2 Comparatif des technologies de fabrication additive métallique [10].

Ce tableau met en avant la complémentarité de chacun de ces trois procédés. **Le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre offre l'avantage de produire des pièces de formes complexes à forte valeur ajoutée avec un état de surface satisfaisant.**

I.3 Pièces métalliques consolidées par SLM

I.3.1 Mécanisme de solidification

Le procédé SLM repose sur le principe de fusion de la poudre puis solidification rapide de la matière. La poudre est fusionnée instantanément et un bain de fusion liquide se forme après le passage du faisceau laser. La figure 3 est une représentation simplifiée de la formation d'un bain liquide.

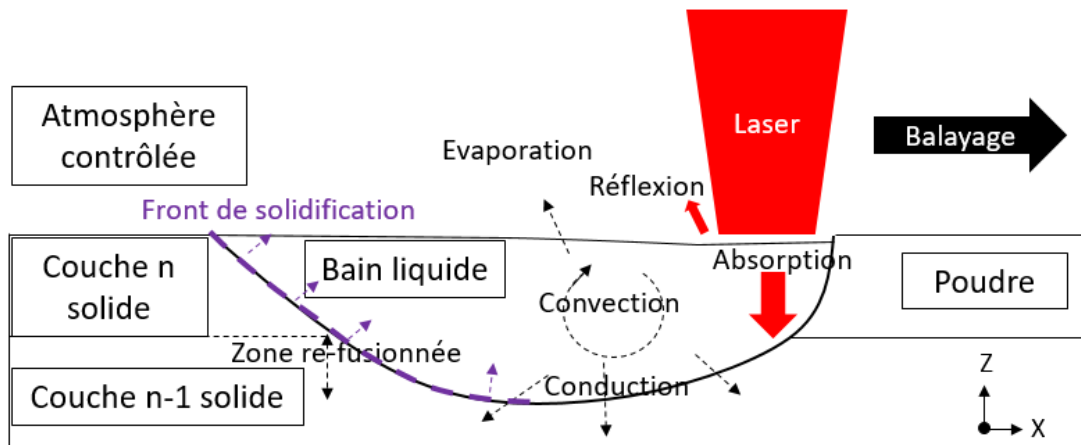


Figure 3 Représentation simplifiée d'un bain de fusion.

Plusieurs phénomènes physiques sont impliqués dans ce processus : absorption et réflexion optique, conduction, convection, évaporation de la matière [13,14]. La géométrie du bain de fusion obtenue (profondeur, largeur et forme) est contrôlée par les paramètres du procédé SLM (puissance laser, vitesse de balayage, ...). Le bain de fusion refroidit après le passage du faisceau laser (figure 4).

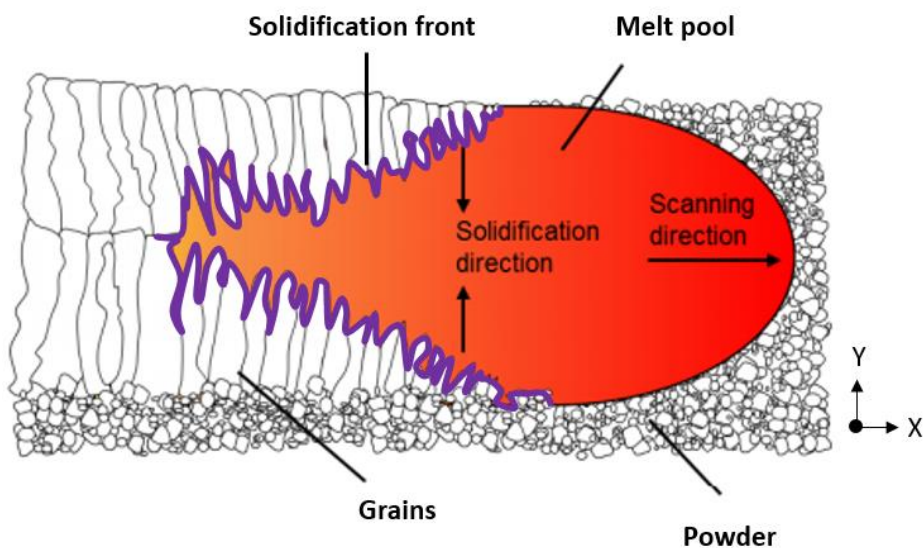


Figure 4 Schéma représentant un bain de fusion (vue de dessus) adapté d'après [14].

Un gradient thermique se forme entre le centre et les bords mais également entre le bas et le haut du bain de fusion. Ce gradient thermique impose en partie la direction de solidification.

I.3.2 Porosités

L'objectif majeur de la fabrication par fusion laser sélective sur lit de poudre est d'obtenir un matériau avec une densité relative supérieure à 99%, présentant une bonne tenue mécanique et un bon état de surface, directement après fabrication. Cependant, malgré l'optimisation de la densité, les porosités sont des défauts inévitables que l'on retrouve toujours dans les pièces élaborées par SLM. D'après Debroy et al. [13] et Kudzal et al. [15], on retrouve trois types de porosités au sein des pièces élaborées par SLM (figure 5) :

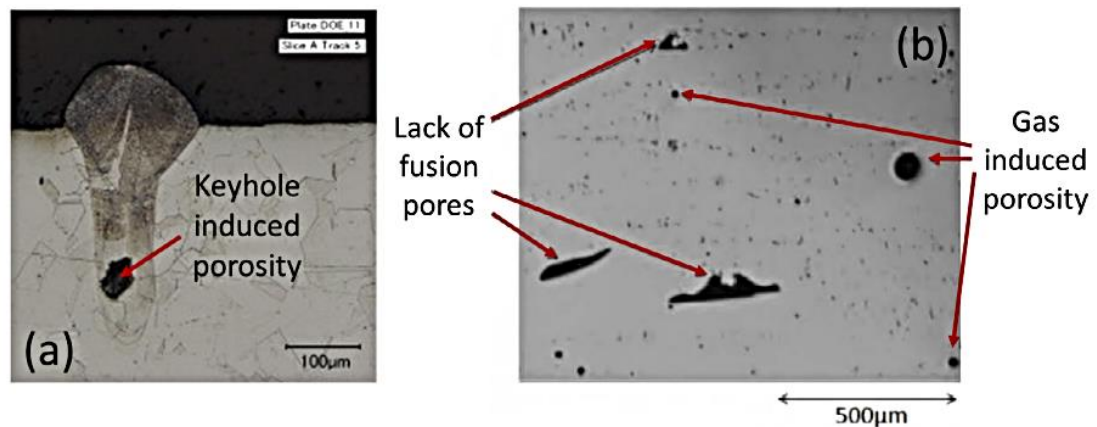


Figure 5 Porosités a) Keyhole, b) manque de fusion et gaz [13].

- **Type I :** (figure 5.a) Ce sont des porosités induites par l'effet Keyhole. Quand des puissances ou des densités volumiques d'énergie élevées sont utilisées, il peut se former une vaporisation excessive qui conduit à un perçage du bain liquide dit « Keyhole » qui peut entraîner la formation de porosités sous le bain de fusion. Ces porosités sont de formes sphériques. La taille des porosités dépend de la forme et de la taille du Keyhole.
- **Type II :** (figure 5.b) Ces porosités renferment du gaz provenant de l'atmosphère de la chambre de construction ou initialement présent dans la poudre.
- **Type III :** (figure 5.b) Ces porosités sont induites par les paramètres du procédé de fusion laser sur lit de poudre. Elles peuvent provenir d'un manque de fusion de la couche de poudre n-1 dû à l'utilisation d'une densité d'énergie trop faible, ce qui conduit à la formation de pores allongés horizontalement entre les couches n-1/n [16]. Un manque de recouvrement entre deux bains de fusion successifs peut également être à l'origine de la formation de porosités alignées verticalement. Ces porosités sont

généralement de formes irrégulières et de taille sub-micrométriques voire macroscopiques. Elles entraînent une mauvaise cohésion des couches.

Ces porosités ont un effet néfaste sur les propriétés mécaniques des pièces puisqu'elles participent notamment à la propagation de fissures [12]. Les pièces élaborées par fusion laser sélective sur lit de poudre atteignent des densités relatives supérieures à 99% lorsque l'ensemble des paramètres de la chaîne de fabrication est optimisé.

1.3.3 Paramètres influant sur les propriétés des pièces élaborées par SLM

La figure 6 illustre les multiples interactions possibles entre les paramètres et les conditions propres au procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre.

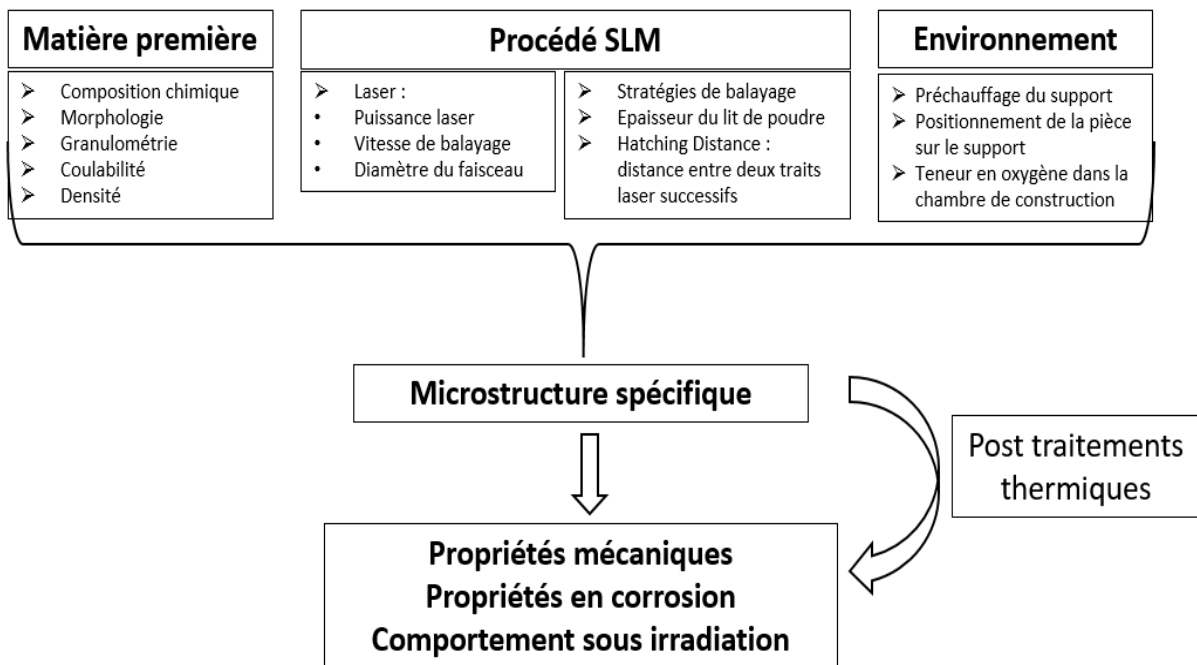


Figure 6 Schéma représentant les interactions possibles entre les paramètres du procédé de fusion sur lit de poudre et leurs influences sur les propriétés finales de pièces consolidées.

Ces interactions aboutissent à l'élaboration d'un matériau avec une microstructure particulière à l'origine de propriétés spécifiques (mécanique, corrosion, irradiation, ...). Ces propriétés sont influencées par un très grand nombre de paramètres dont l'un des principaux est la matière première : la poudre métallique. Les paramètres du procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre et les post-traitements thermiques figurent également parmi les paramètres les plus influents sur les propriétés finales des pièces élaborées par SLM. L'étude des paramètres du procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre a fait l'objet de plusieurs travaux [17–19]. Elle est primordiale pour assurer une meilleure connaissance du procédé et garantir une reproductibilité des propriétés des pièces.

1.3.4 Influence des caractéristiques de la poudre

La microstructure des pièces métalliques élaborées par FA est influencée par les caractéristiques de la matière première. Cela inclut entre autre le procédé de fabrication de la poudre, sa taille, sa morphologie, sa composition chimique et d'autres caractéristiques (coulabilité, densité) [13]. La détermination des caractéristiques optimales intrinsèques à la poudre pour des applications en fabrication additive a fait l'objet de nombreuses études [20–22] dont l'objectif principal se limite à l'obtention d'un lit de poudre le plus dense possible. L'épaisseur du lit de poudre varie entre 20 μm et 70 μm selon le type de machine et le matériau utilisés. L'épaisseur du lit de poudre est dépendante des caractéristiques de l'imprimante notamment de la puissance et du diamètre du spot laser. Si les paramètres de l'imprimante le permettent (puissance et diamètre du spot élevés), on privilégiera une grande épaisseur du lit de poudre si l'on souhaite gagner en temps de construction.

1.3.4.1 *Elaboration des poudres*

Les poudres utilisées pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre sont généralement atomisées par gaz (azote ou argon) et parfois par eau. Les poudres atomisées par eau ont un coût plus faible que celles atomisées par gaz. Cependant, elles se caractérisent par une agglomération importante des particules de poudre, un nombre important de satellites en surface des particules et des formes irrégulières [23]. Un satellite se forme quand une particule plus petite se colle à une autre d'un volume plus important au cours de la solidification. Leur taux d'oxygène est par ailleurs plus élevé que celui de poudres atomisées par gaz [21], ce qui peut favoriser la formation d'oxyde dans les pièces élaborées par SLM. Il n'est également pas anodin d'observer une fine couche d'oxydes (Cr, Si, Mn, S) de 20 à 100 nm en surface de poudres atomisées par gaz [24]. Cette couche est d'épaisseur plus importante sur la poudre atomisée par eau.

Avec des paramètres SLM identiques, les pièces élaborées par SLM à partir de poudres atomisées par gaz possèdent une meilleure densité relative que celles consolidées à partir de poudres atomisées par eau [25]. Compte tenu de ces résultats, les poudres atomisées par gaz sont largement privilégiées pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre [22].

1.3.4.2 *Densité apparente et coulabilité de la poudre*

- Densité apparente :

La densité apparente est l'une des caractéristiques de la poudre reflétant la densification du lit de poudre. Cette densité apparente doit être la plus élevée possible [20,21].

- Coulabilité :

La coulabilité désigne l'aptitude d'une poudre à s'écouler librement et de façon constante sous forme de particules individuelles. La coulabilité de la poudre affecte l'homogénéité de la mise en couche sur l'ensemble du plateau de construction avant passage du faisceau laser. Si la coulabilité n'est pas bonne, la poudre sera difficile à étaler sur le plateau de construction. Ceci engendrera un lit de poudre inhomogène sur l'ensemble du plateau de construction [18]. Elle est influencée par plusieurs caractéristiques de la poudre [18] :

- la forme : plus les particules de poudre sont sphériques et meilleure est la coulabilité,
- la quantité d'oxydes en surface des particules : plus la densité d'oxydes est élevée et plus la coulabilité est mauvaise,
- l'humidité de la poudre : l'humidité en surface augmente les forces inter-particulaires, ce qui dégrade la coulabilité des particules,
- la granulométrie : des particules de poudre très fines (<20 μm) affectent la coulabilité de la poudre. Les forces inter-particulaires de type Van des Waals sont plus fortes pour ces fines particules. Ceci entraîne la formation d'agglomérats et dégrade la coulabilité de la poudre.

La coulabilité et la densité apparente de la poudre pourraient avoir un rôle significatif sur les propriétés des pièces élaborées par SLM. Baitimerov et al. [26] démontrent, à partir de l'étude de 3 lots de poudre, que les échantillons les plus denses sont obtenus pour le lot disposant de la meilleure combinaison coulabilité/densité apparente. Pour cette étude, la poudre est approvisionnée par gravité et un racleur est utilisé pour étaler la poudre sur le plateau de construction.

Les poudres présentant une bonne coulabilité sont recommandées pour le procédé SLM. Cependant, l'impact de la coulabilité sur les propriétés finales des pièces obtenues par SLM reste aujourd'hui inconnu. Il est également important de souligner que la mesure et la pertinence du critère de la coulabilité sont à considérer en fonction du système de mise en couche (caractéristiques du racleur, rouleau, ...) et du système d'approvisionnement de la poudre sur le plateau de construction (gravité, piston) [27].

1.3.4.3 Granulométrie et morphologie de la poudre

Afin d'assurer une bonne coulabilité de la poudre et une bonne densification du lit de poudre avant passage du faisceau laser, la distribution granulométrique de la poudre doit être idéalement de type Gaussienne et la poudre doit être la plus sphérique possible [12,28,29].

- Granulométrie :

Les particules de poudre utilisées pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre ont un d_{90} (diamètre pour lequel 90% des grains en nombre sont plus petits) inférieur

à 50 μm [21] quelle que soit l'épaisseur du lit de poudre définie. La taille et la distribution granulométrique des particules ont une forte incidence sur la coulabilité de la poudre. Les particules de faibles tailles (diamètres inférieurs à 5 μm) auront tendance à former des clusters et ainsi empêcher un dépôt uniforme de la poudre sur le plateau de construction [30]. Un mélange de petites et de grandes particules de poudre est à privilégier pour le procédé de fusion sur lit de poudre, où les petites particules percolent à travers les particules plus larges pour combler les pores inter-particulaires [31,32] et atteindre une densité de lit de poudre optimale.

La granulométrie de la poudre a une influence sur la densité finale des pièces élaborées par SLM. En effet, Chen et al. [33] ont comparé l'influence de deux lots de poudre de tailles différentes sur la densité des pièces finales avec des paramètres SLM fixes. Le lot contenant des particules de taille moyenne inférieure à 16 μm a conduit à l'obtention de pièces plus denses que le lot de poudre de taille moyenne 48 μm .

A paramètres SLM fixes, des poudres de granulométries différentes conduiront à la formation de pièces de densités différentes. Des poudres de différentes granulométries peuvent toutefois être utilisées sur une même imprimante SLM mais les paramètres du procédé doivent être ajustés et optimisés pour chaque lot de poudre [34]. C'est le cas de l'étude de Spierings et al. [20] qui obtiennent avec trois lots de poudre de granulométries différentes ($d_{50} = 15, 28$ et $37 \mu\text{m}$) des pièces denses à plus de 99 % en ajustant seulement la puissance et la vitesse de balayage du procédé SLM. De façon similaire, Kamath et al [35] élaborent des pièces en acier 316L à partir de deux lots de poudre de granulométries différentes. Ils obtiennent des pièces denses à plus de 99% pour les deux lots de poudre en utilisant une puissance laser supérieure à 250 W. L'énergie déposée est suffisante pour fusionner toutes les particules de poudre et conduire à un matériau dense.

- Morphologie :

La forme des particules de poudre présente une influence sur la densité finale des pièces élaborées par SLM. Olakanmi et al. [28] démontrent que la densité des pièces est diminuée lorsque les particules de poudre sont de formes hétérogènes. Les particules sphériques facilitent la densification des couches car elles engendrent peu de frictions inter particules et ont une meilleure mobilité [36].

I.3.5 Influence des paramètres du procédé SLM

De nombreuses études ont été menées pour déterminer les paramètres les plus influents sur la microstructure des pièces consolidées par SLM. La stratégie de balayage et les paramètres SLM suivants : puissance, vitesse de balayage, distance entre deux traits laser successifs et épaisseur du lit de poudre sont ceux qui affectent le plus la microstructure des pièces élaborées par SLM [19,37].

La densité volumique d'énergie E_v (1) est une grandeur clé très largement utilisée dans la littérature qui regroupe quatre des cinq paramètres principaux du procédé SLM cités précédemment [20,23,38,39] :

$$E_v = \frac{P}{e \times v \times HD} \quad (1)$$

avec : E_v : densité volumique d'énergie (J/mm³),
P : puissance (W),
e : épaisseur de la couche de poudre (mm),
v : vitesse de balayage (mm/s),
HD : Hatching Distance (mm).

C'est l'une des grandeurs les plus utilisées dans la littérature pour décrire et optimiser les paramètres du procédé SLM [40,41]. C'est notamment à partir de cette densité volumique d'énergie que l'on cherche à optimiser la densité des pièces [41,42]. Cette grandeur permet d'avoir des comparaisons avec la littérature et les différentes machines SLM.

La stratégie de balayage a des répercussions sur la microstructure des pièces élaborées par SLM. En effet, à densité volumique d'énergie constante, la stratégie de balayage peut influencer les vitesses de refroidissement et les caractéristiques des défauts au sein des pièces (taille, localisation) [15].

1.3.6 Influence des post-traitements thermiques

Un recours à des traitements thermiques est souvent utile pour optimiser les propriétés des pièces élaborées par SLM.

Les post-traitements thermiques sont couramment utilisés pour les pièces métalliques élaborées par fusion laser sélective sur lit de poudre. Ils permettent entre autres de relaxer les contraintes résiduelles et de diminuer les anisotropies microstructurales et mécaniques [43]. Les pièces métalliques élaborées par SLM contiennent de fortes contraintes résiduelles induites par le processus rapide de fusion/solidification durant la fabrication. Ces contraintes affectent le matériau pendant et après la fabrication : délamination des couches durant la construction, distorsions et fissures après dissociation de la pièce du plateau et perte des tolérances géométriques [13]. Les post-traitements thermiques sont réalisés pour principalement atténuer ces contraintes résiduelles [44].

Le procédé de CIC (Compression Isostatique à Chaud) est un procédé de densification des matériaux très utilisé dans la métallurgie des poudres [45]. Il peut également être utilisé sur des matériaux massifs. Il permet dans ce cas de traiter des pièces présentant des défauts résiduels et améliore les performances mécaniques (ductilité, ténacité, résistance à la fatigue,..) tout en réduisant la dispersion des propriétés [46]. Le traitement de CIC permet de réduire et/ou éliminer les porosités et de relaxer les contraintes résiduelles [47–49]. Le traitement de CIC est souvent une étape inévitable en fabrication additive. La pression permet

de réduire la taille des cavités. C'est un post-traitement parfaitement adapté pour les pièces élaborées par SLM qui présentent des défauts résiduels. La température permet une homogénéisation de la microstructure grâce aux phénomènes de restauration, recristallisation, dissolution de phases secondaires et de micro-ségrégations d'éléments. Ce traitement thermique peut être utilisé à des fins d'optimisation microstructurale [48]. Le traitement de CIC peut en effet modifier la taille et la forme des grains des pièces métalliques élaborées par SLM.

I.4 Microstructures de l'acier inoxydable 316L

I.4.1 Généralités

L'acier inoxydable 316 possède de nombreuses variantes en termes de composition chimique. Le tableau 3 présente les compositions chimiques de certaines variantes de l'acier 316.

| Elément | Pourcentage massique | | | | | | Ppm massique | | | | | |
|---|----------------------|-------------|-----------|-------------|-------|----|--------------|------|------|------|-----|-------|
| | Cr | Ni | Mn | Mo | Si | Cu | N | C | P | S | B | Co |
| 316 Norme EN 10088-2 | 16,5- 18,5 | 10- 13 | <2 | 2-2,5 | <1 | - | <1100 | <700 | <450 | <150 | - | - |
| 316L ASTM A240 [38] | 16-18 | 10- 14 | <2 | 2-3 | <0,75 | - | <1000 | <300 | <450 | <300 | - | - |
| 316L Norme RCC-MRx | 16,50 - 18,50 | 10 - 13 | <2 | 2 - 2,50 | <1 | <1 | <1100 | <300 | <300 | <150 | - | - |
| 316L(N) Norme RCC- MRx | 17-18 | 12- 12,5 | 1,6- 2 | 2,3- 2,7 | <0,5 | <1 | 600- 800 | <300 | <300 | <150 | <20 | <2000 |

Tableau 3 Composition chimique en % massique de l'acier 316, 316L, et 316L(N).

L'acier 316 est un alliage base fer composé majoritairement de chrome et de nickel. Ce dernier est un élément γ -gène, primordiale pour stabiliser la structure austénitique de l'acier à température ambiante.

L'acier 316L (« L » pour « Low carbone ») possède une teneur en carbone inférieure à 300 ppm qui lui permet de réduire significativement la formation de carbures de chrome et ainsi éviter les phénomènes de déchromisation aux joints de grains. Ceci lui confère une meilleure résistance à la corrosion intergranulaire. L'acier austénitique 316L est une nuance d'acier inoxydable austénitique qui conserve à température ambiante une structure austénitique cubique à faces centrées. Ce matériau est utilisé dans différents secteurs d'activité tels que les industries pétrolières, chimiques, pharmaceutiques, et nucléaires. Il présente en effet une très bonne résistance à la corrosion grâce à sa teneur élevée en chrome (>16%) permettant la formation d'une couche protectrice d'oxyde Cr_2O_3 en surface tout en conservant des propriétés mécaniques élevées [12].

La composition chimique de l'acier 316L utilisé pour les réacteurs de Génération IV est soumise aux spécifications du code nucléaire RCC-MRx (tableau 3). Cet acier est désigné sous la nomination 316L(N). Les teneurs de tous les éléments chimiques sont restreintes et une teneur maximale pour les éléments cuivre, cobalt, et bore est imposée. La teneur en cuivre est limitée dans le but de réduire les risques de fragilisation sous irradiation. Le bore et le cobalt sont réduits pour des risques d'activation neutronique.

L'acier 316L(N) est un matériau utilisé pour la réalisation de composants pour les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium. En France, le développement de ces réacteurs de 4^{ème} génération est porté par le projet ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration). Ce projet a pour objectif de relancer la filière des réacteurs à neutrons rapides au sodium, suite aux réacteurs Rapsodie, Phénix et Superphénix. Le développement des réacteurs de 4^{ème} génération vise à assurer l'indépendance énergétique en optimisant l'utilisation des ressources en combustible, à améliorer la sûreté des installations, à minimiser la production des déchets nucléaires et augmenter les rendements énergétiques, tout en limitant les émissions de gaz à effet de serre. **Le réacteur ASTRID contient de nombreuses pièces en acier inoxydable 316L(N) [50]. De par leurs nombreux avantages, les procédés de fabrication additive peuvent être mis à profit pour permettre l'élaboration de pièces à géométries complexes en acier 316L(N) pour les réacteurs de Génération IV. La maîtrise de ces procédés de fabrication est donc cruciale et présente un grand intérêt pour le domaine nucléaire.**

La poudre d'acier inoxydable 316L est disponible sur le marché contrairement à la poudre d'acier 316L(N) beaucoup plus onéreuse et qui nécessite une coulée sur demande. Dans le cadre de cette thèse, une étude préliminaire est menée sur l'acier inoxydable 316L (norme RCC-MRx) afin d'apporter une meilleure connaissance du procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre.

I.4.2 Acier inoxydable 316L élaboré par voie conventionnelle

La structure austénitique des aciers 316L est généralement obtenue par hypertrempe. Cette étape a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène, où tous les éléments, en particulier carbone et azote, se trouvent en solution solide [51]. En effet, le carbone peut précipiter sous forme de carbures ou de carbonitrides de chromes intergranulaires de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, provoquant une sensibilisation à la corrosion par appauvrissement en chrome au niveau des joints de grains. Ces carbures sont solubles à hautes températures et cette mise en solution peut être conservée à température ambiante en effectuant une trempe permettant ainsi d'éviter la précipitation et la sensibilisation à la corrosion. L'hypertrempe peut également être utilisée pour agir sur la taille des grains. Pour l'acier inoxydable 316L, la température de maintien est fixée entre 1050 et 1150°C pour dissoudre les phases intermétalliques. Ce traitement est interrompu par une trempe à l'eau [52].

L'acier austénitique possède une conductivité thermique faible comparée aux aciers de nuances ferritiques et ferrito-martensitiques. Le temps de maintien doit par conséquent être relativement élevé comparé aux autres nuances d'aciers pour permettre une température homogène dans toute la pièce. Généralement, ce temps oscille entre 0,7 et 2,5 min par millimètre d'épaisseur [12]. Le temps de maintien influence significativement les caractéristiques microstructurales et mécaniques du matériau. Ainsi, une augmentation de la durée de maintien entraîne, d'une part, une diminution des contraintes résiduelles du composant et d'autre part, une augmentation de la taille de grains.

L'amélioration des propriétés mécaniques à température ambiante est obtenue par une précipitation fine des carbures ou carbonitrides, réparties de façon homogène dans la matrice métallique. Cet état microstructural est obtenu par une mise en solution des carbures lors du traitement d'hypertrempe puis par précipitation de carbures au cours d'un traitement de revenu à une température comprise entre 650 et 750°C. Ce traitement a un effet très favorable sur la tenue en fluage.

L'acier inoxydable 316L élaboré par voie traditionnelle est constitué d'une microstructure équiaxe, illustrée figure 7, avec des grains fins de taille moyenne d'environ 29 μm . Cet acier ne possède pas de texture cristallographique.

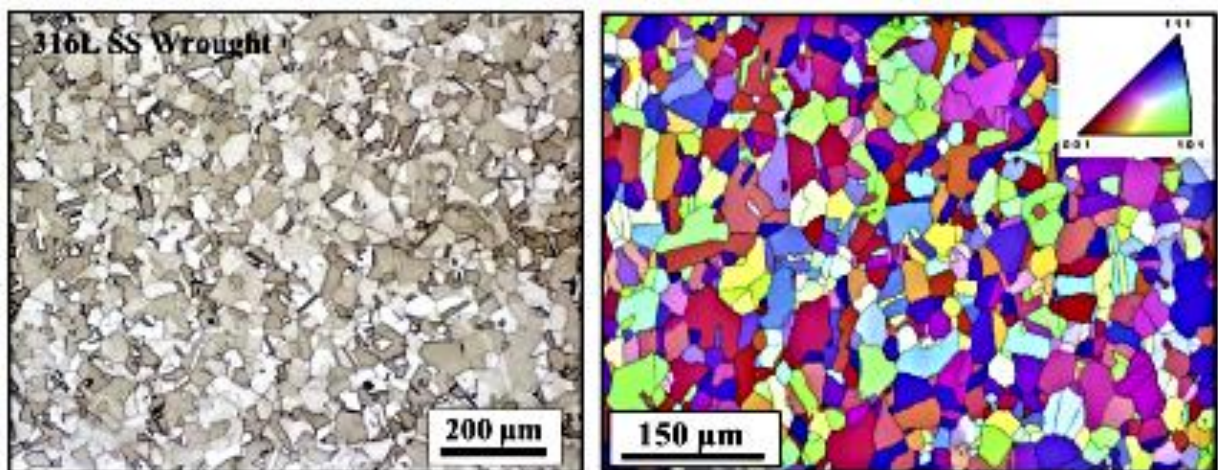


Figure 7 Microstructures d'un acier inoxydable 316L élaboré par forgeage [53].

I.4.3 Acier inoxydable 316L élaboré par SLM

I.4.3.1 Composition chimique

La composition chimique des pièces en acier inoxydable 316L obtenues par SLM est stable et similaire à celle de la poudre de départ [54,55]. Cependant, on note parfois un appauvrissement en éléments à faible température d'évaporation : manganèse (2061°C), chrome (2671°C), nickel (2913°C) et un enrichissement en éléments à haute température d'évaporation : molybdène (4639°C) et silicium (3265°C) [56]. Lorsque la densité d'énergie fournie par le procédé SLM est suffisamment élevée, la température sous le faisceau peut dépasser les 3000°C. Les éléments possédant une basse température d'évaporation s'évaporent, ce qui explique la diminution de leur concentration dans l'acier 316L massif.

I.4.3.2 Microstructure

I.4.3.2.1 Généralités

L'acier 316L élaboré par fusion laser sélective sur lit de poudre possède une structure austénitique cubique à faces centrées [42,57,58]. Cet acier est constitué d'une microstructure hétérogène et hiérarchique (macro, micro et nanométrique) [54]. Celle-ci diffère de celle obtenue par des procédés conventionnels d'élaboration. D'autre part, il existe une anisotropie microstructurale selon le plan d'observation pour ces matériaux. Deux plans d'observation ($//Z$), le long de la direction de construction) et ($\perp Z$) : axe XY, perpendiculaire à la direction de construction) sont nécessaires pour décrire la microstructure de l'acier 316L élaboré par fusion laser sélective sur lit de poudre. La microstructure de l'acier 316L élaboré par SLM est détaillée de façon hiérarchique dans la suite de cette partie.

Dans les plans ($\perp Z$) ou ($//Z$), on observe les bords de fusion sur les figure 8.a et .b qui sont les traces générées par le passage du faisceau laser.

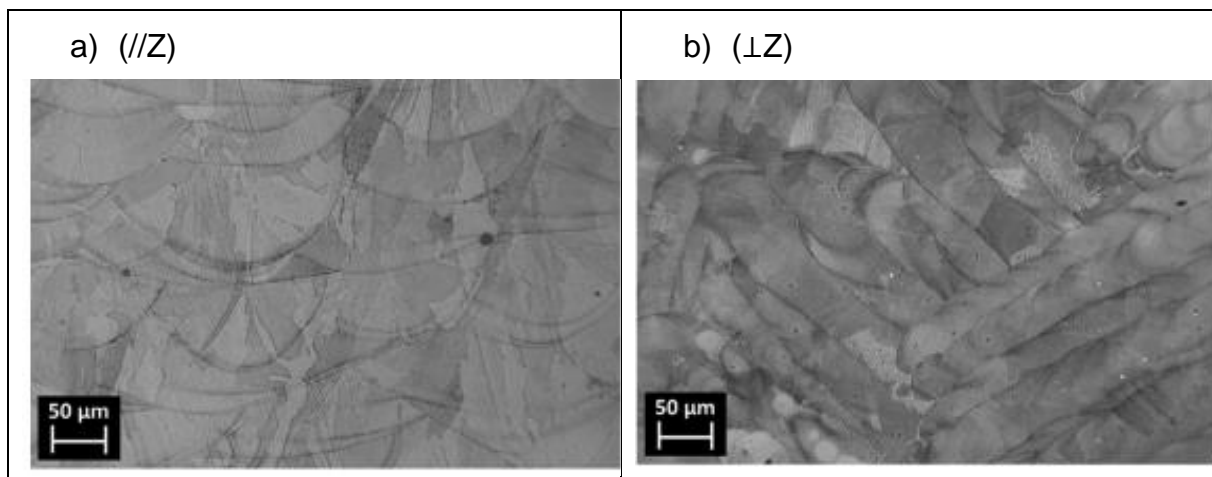


Figure 8 Observations MEB de bords de fusion a) ($//Z$) et b) ($\perp Z$) [59].

La géométrie des bains de fusion est importante car elle affecte la vitesse locale de refroidissement. Cette dernière contrôle en partie la forme et la taille des grains [60]. Les dimensions du bain de fusion dépendent des paramètres du procédé.

Dans le plan ($//Z$), les grains sont de formes colonnaires, allongés le long de direction de construction (figure 8.a et figure 9). Lors de la fusion d'une couche de poudre n , les couches inférieures ($n-1$, $n-2$, ...) se retrouvent affectées thermiquement [61]. Ceci provoque la naissance d'un gradient thermique le long de la direction de construction qui favorise la croissance colonnaire des grains [62]. Cette croissance se fait par épitaxie et les grains peuvent traverser plusieurs bains de fusion [63,64]. L'acier 316L élaboré par SLM possède une orientation cristallographique préférentielle le long de la direction de construction comme illustré sur la Figure 9.

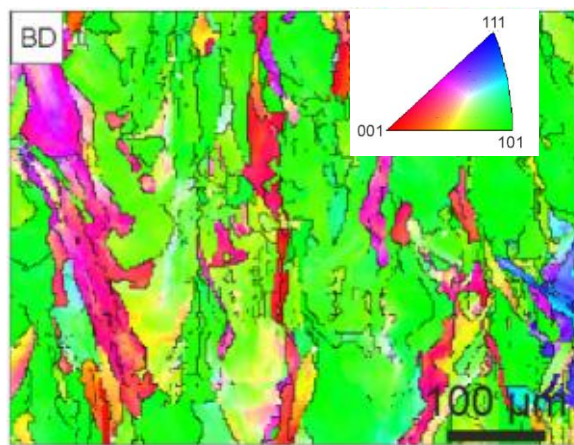


Figure 9 IPF montrant la forme colonnaire des grains et la texture $\langle 101 \rangle$ ($//Z$) [37].

Les orientations préférentielles majoritairement rencontrées pour l'acier 316L élaboré par SLM sont $\langle 101 \rangle$ [37,65,66] ou $\langle 001 \rangle$ le long de la direction de construction [67–71]. Pour une structure austénitique (cubique à faces centrées), l'orientation cristallographique préférentielle le long de la direction du gradient thermique est $\langle 100 \rangle$. La croissance par épitaxie des grains contribue significativement à la formation d'une texture pour les matériaux élaborés par SLM. On retrouve des textures similaires pour d'autres matériaux élaborés par SLM. L'inconel 625 est texturé $\langle 110 \rangle$ [72] et aluminium AlSi10Mg $\langle 100 \rangle$ [73] le long de la direction de construction. Cette texture est donc fortement induite par le procédé de fabrication additive et peu dépendante de la nature du matériau. Elle est contrôlée par les paramètres thermiques tels que la vitesse de refroidissement et le gradient thermique eux-mêmes déterminés par les paramètres du procédé.

Pour les analyses EBSD, le choix de l'angle de désorientation pour définir un grain diffère selon les auteurs. Wang et al. [74] définissent un grain avec un angle de désorientation des joints $>10^\circ$ et Pham et al. [65] avec un angle de désorientation $>5^\circ$. Dans le cadre de cette thèse, les grains sont définis pour un angle de désorientation $>5^\circ$.

Les grains de l'acier 316L élaboré par SLM sont constitués de cellules sub-micrométriques, présentées sur la figure 10, de diamètres inférieurs à 1 μm [54].

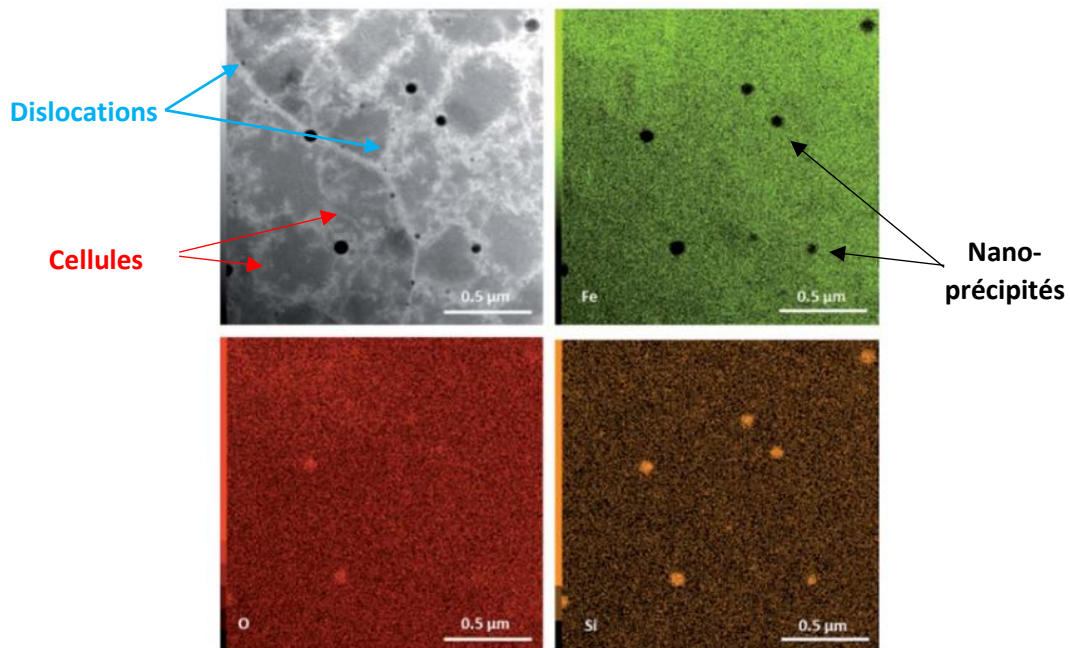


Figure 10 Images MET de la sous-structure cellulaire et des oxydes riches en Si et Mn [75].

Cette sous-structure intragranulaire est essentiellement due aux processus rapides de fusion et solidification. Ces cellules peuvent également croître par épitaxie en traversant plusieurs bains de fusion. Deux paramètres liés au processus de solidification influencent les caractéristiques de cette sous-structure (figure 11) : le gradient de température à l'interface solide/liquide G en K/mm et la vitesse de déplacement du front de solidification R en mm/s [13,76]. Le produit G/R ($\text{K}\cdot\text{s}/\text{mm}^2$) contrôle la morphologie des grains. La sous-structure de solidification peut être planaire, cellulaire, dendritique colonnaire, ou dendritique équiaxe lorsque l'on diminue le rapport G/R .

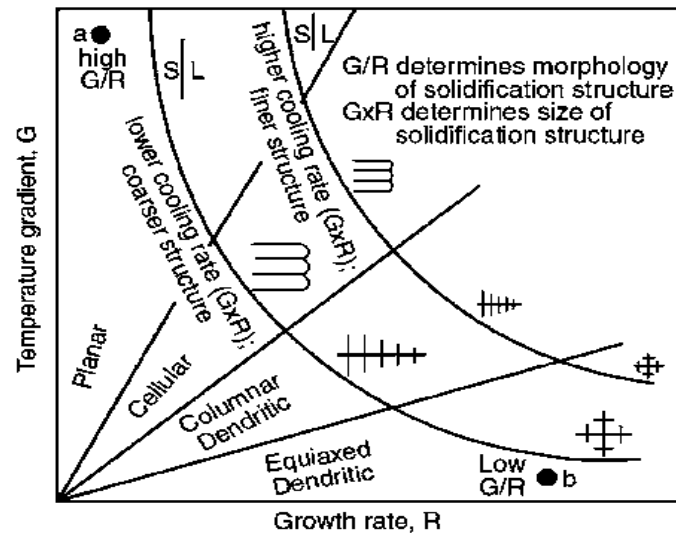


Figure 11 Effet du gradient de température à l'interface solide/liquide G en K/mm et de la vitesse de déplacement du front de solidification R en mm/s sur la morphologie et la taille de la microstructure de solidification [13].

Pour le procédé SLM, le rapport G/R est suffisamment élevé pour faciliter la croissance cellulaire des grains. Le produit GxR (K/s) représente la vitesse de refroidissement et contrôle la taille de cette sous-structure [60]. La taille de cette structure diminue quand le produit GxR augmente, c'est-à-dire quand la vitesse de refroidissement augmente. La vitesse de refroidissement estimée pour le procédé de SLM est de l'ordre de 10^6 K/s [44,60,74,76,77].

Une forte densité de dislocations ancrées essentiellement sur les joints de ces cellules est observée sur la figure 10. Ceci est en partie due à la ségrégation d'éléments lourds comme le molybdène dans les joints de cellules qui stoppent le mouvement des dislocations [74,78–81]. On retrouve des dislocations en plus faible densité également à l'intérieur de ces cellules [58].

L'acier 316L élaboré par fusion laser sélective sur lit de poudre contient des nano-précipités sphériques et amorphes répartis de façon homogène dans la matrice et les joints des cellules [58,82–84]. Il s'agit majoritairement de nano-oxydes riches en silicium et manganèse (figure 10) et de tailles variant entre une dizaine et plusieurs centaines de nanomètres [47,66]. Le silicium et le manganèse ont une grande affinité avec l'oxygène. Ces deux éléments réagissent à des températures élevées, dans le bain de fusion liquide, avec l'oxygène résiduel présent dans la chambre de construction. La composition chimique de ces oxydes diffère selon les auteurs. Les oxydes majoritairement observés dans la littérature pour l'acier 316L élaboré par SLM sont composés de chrome, titane, nickel, fer ou encore aluminium [79,84]. La quantité d'oxygène dans la chambre de construction a une influence directe sur les caractéristiques des nano-précipités présents dans les pièces. Si la teneur en oxygène est élevée (1000-2000 ppm) alors les nano-précipités seront nombreux mais de petites tailles (50-100 nm). Si la teneur est au contraire faible (300-500 ppm) alors il y aura moins de précipités mais de tailles plus conséquentes (50 nm-2 μm) [84].

Ces nano-oxydes ont un impact sur les propriétés des pièces élaborées par SLM. Les nano-précipités ont un effet néfaste sur la résilience et sur la corrosion sous contrainte lorsqu'ils sont localisés dans les joints de grains [47]. Cependant, ils peuvent durcir le matériau en bloquant le mouvement des dislocations pendant la déformation [75] ou favoriser l'effet « pinning » qui inhibe la croissance des grains [79]. Par conséquent, les propriétés en traction du matériau sont améliorées.

I.4.3.2.2 Influence des paramètres du procédé SLM

Les propriétés microstructurales des pièces en acier 316L sont influencées par les paramètres du procédé SLM. La puissance du laser, la vitesse de balayage, la hatching distance HD (distance entre deux traits laser successifs), l'épaisseur du lit de poudre et la stratégie de balayage figurent parmi les paramètres essentiels de ce procédé de fabrication additive métallique.

- Puissance laser et vitesse de balayage :

Ces deux paramètres sont souvent combinés [85]. Ce sont les plus influents sur la microstructure des aciers 316L élaborés par SLM [35].

L'optimisation de ces deux paramètres, puissance et vitesse, suffit à obtenir un matériau dense à plus de 99% [2,86]. Li et al. [22] suggèrent d'utiliser une puissance élevée et une faible vitesse de balayage afin d'éviter l'effet « balling », c'est-à-dire la formation de gouttelettes de liquide éclaboussant à la surface pendant la fabrication [87]. Ces défauts induisent des porosités qui engendrent une baisse de la densité du matériau consolidé [88].

L'impact de la puissance sur la microstructure est reconnu par plusieurs auteurs. Montero-Sistiaga et al. [89] font varier la puissance de 400 W à 1 kW. Quand la puissance utilisée est faible, la microstructure de l'acier 316L élaboré par SLM est fine. A l'opposé, quand la puissance atteint 1 kW, les grains sont plus allongés dans la direction de construction. Kong et al. [90] constatent le même résultat. En passant d'une puissance laser de 120 W à 220 W, la largeur des grains de l'acier augmente et passe de 32 à 56 μm . Pour Choo et al. [91], la diminution de la puissance de 380 W à 200 W a permis d'affiner la taille des cellules de 1,5 μm à 0,75 μm .

La puissance a également un impact sur la texture. Comme l'attestent Niendorf et al. [71] une puissance de 1000 W donne des grains très allongés le long de la direction de construction avec une intensité de texture $\langle 100 \rangle$ élevée comparé à une puissance de 400 W où les grains sont beaucoup moins allongés et plus petits. Outre l'intensité de texture, il est possible de modifier la texture des grains en modifiant la puissance du laser. C'est ce que démontrent Sun et al. [67]. Ils réussissent à texturer l'acier 316L selon $\langle 011 \rangle$ (initialement $\langle 001 \rangle$) en utilisant une puissance de 950 W (initialement 380W).

- Hatching distance HD :

Tucho et al. [82] ont constaté qu'une HD très élevée favorise la formation de porosités entre les bains de fusion. Cependant, la variation du HD doit être assez élevée pour observer une différence sur le taux de porosités. En effet, Liverani et al. [42] n'ont observé aucune différence sur la densité des pièces pour une légère variation du HD (50 à 70 μm).

- Epaisseur du lit de poudre :

Il existe une corrélation entre l'épaisseur du lit de poudre et la densité finale des pièces obtenues par SLM. Plus l'épaisseur du lit de poudre est faible et meilleure sera la densité de la pièce. Ce résultat est validé par Cacace et al. [25] et Sufiiarov et al [92]. En augmentant l'épaisseur du lit de poudre de 30 μm à 70 μm , Sutton et al. [93] remarquent que la densité apparente du lit de poudre diminue, ce qui conduit à la consolidation de pièces plus poreuses.

- Densité volumique d'énergie :

Les paramètres précédents peuvent être regroupés sous la grandeur de la densité volumique d'énergie E_v . La microstructure de l'acier 316L élaboré par SLM est influencée de la façon suivante :

- densité : accroître la densité volumique d'énergie permet d'augmenter la densité des pièces [82]. A l'inverse, une trop faible densité volumique d'énergie engendre la formation de défauts par manque de fusion des particules [38],
- morphologie des grains : accroître la densité volumique d'énergie augmente le ratio longueur/largeur des grains [79],
- texture : accroître la densité volumique d'énergie augmente l'intensité de texture $\langle 001 \rangle$ selon la direction de construction [79],
- taille des cellules : accroître la densité volumique d'énergie diminue la vitesse de refroidissement, ce qui fait grossir la taille des cellules [60]. Wang et al. [94] font accroître la taille des cellules de 310 à 740 nm en augmentant la densité volumique d'énergie de 75 J/mm^3 ,
- morphologie des bains de fusion [54][95] : accroître la densité volumique d'énergie (de 50 à 250 J/mm^3) augmente la largeur des bains de fusion de façon linéaire (70 à 175 μm) [38].

- Stratégie de balayage :

Les stratégies de balayage majoritairement employées sont présentées sur la figure 12 [PIL16].

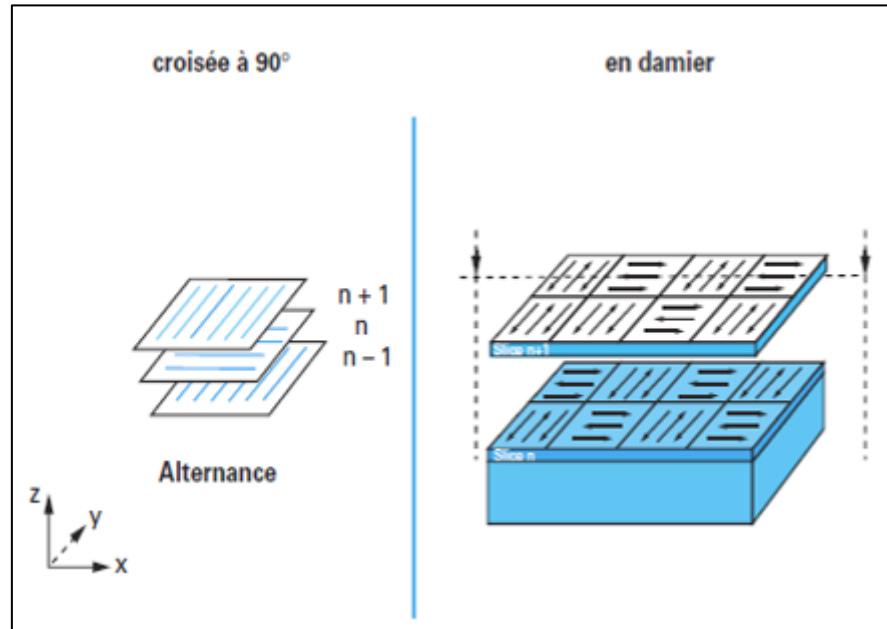


Figure 12 Stratégies de balayage les plus rencontrés pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre [12].

La stratégie sans damiers permet de réduire l'anisotropie des propriétés mécaniques en X et Y et d'éviter la formation de porosités entre les lignes des bains de fusion [12,96]. Ali et al. [97] ont démontré que la stratégie de balayage avec rotation de 90° entre chaque couche induit le moins de contraintes résiduelles dans la pièce finale. Montero-Sistiaga et al. [89] ont étudié l'influence de l'angle de rotation entre chaque couche (0°, 45°, et 90°) sur la microstructure de l'acier 316L élaboré par SLM. Sans rotation des couches (0°), le matériau possède des porosités alignées le long de la direction de construction mesurant jusqu'à 1 mm de longueur et une texture <100> très prononcée. La rotation entre chaque couche permet de diminuer ou modifier l'intensité de texture et la longueur des grains car cela altère la direction du gradient thermique. Ce résultat est confirmé par d'autres auteurs [72,95,98]. La stratégie avec damiers est souvent employée pour de grandes pièces. Cette stratégie permet de mieux répartir les contraintes résiduelles et d'homogénéiser la thermique durant la fabrication [99]. Les damiers sont généralement des carrés de quelques millimètres de côté.

I.4.3.2.3 Influence des post-traitements thermiques

- **Traitement thermique :**

Un inventaire non-exhaustif des traitements thermiques effectués sur l'acier 316L élaboré par SLM est présenté. Cette liste est classée dans l'ordre croissant des températures de traitement.

- **Les traitements thermiques réalisés entre 470°C et 800°C** avec des temps de maintien inférieurs à 10h relaxent les contraintes résiduelles mais n'entraînent aucune modification microstructurale significative [68,100–104]. La phase austénitique est conservée et on observe toujours la structure hiérarchique et hétérogène de l'acier 316L brut de construction. Man et al. [105] notent toutefois la formation de carbures de type $M_{23}C_6$ aux joints de grains de l'acier 316L élaboré par SLM et traité à 650°C pendant 20h.
- **Les modifications microstructurales notables débutent à partir de 900°C.** A partir de cette température la sous-structure cellulaire tend à grossir [104] et elle disparaît complètement pour une température supérieure à 950/1000°C (figure 13) [83,106]. On note un grossissement conséquent de la taille des grains à partir de 1100°C (figure 14) [48].

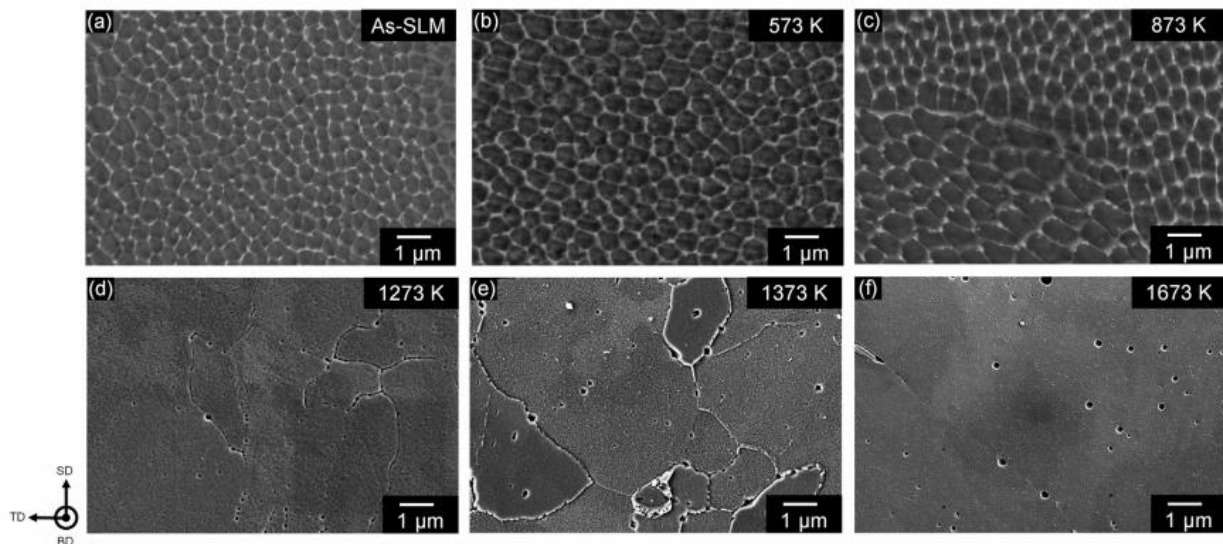


Figure 13 Grossissement des cellules d'un acier 316L élaboré par SLM après différents traitements thermiques a) brut de construction, b) 300°C (6h), c) 600°C (6h) et disparition des cellules après des traitements thermiques à d) 1000°C (6h), e) 1100°C (6h) et f) 1400°C (6h) [83].

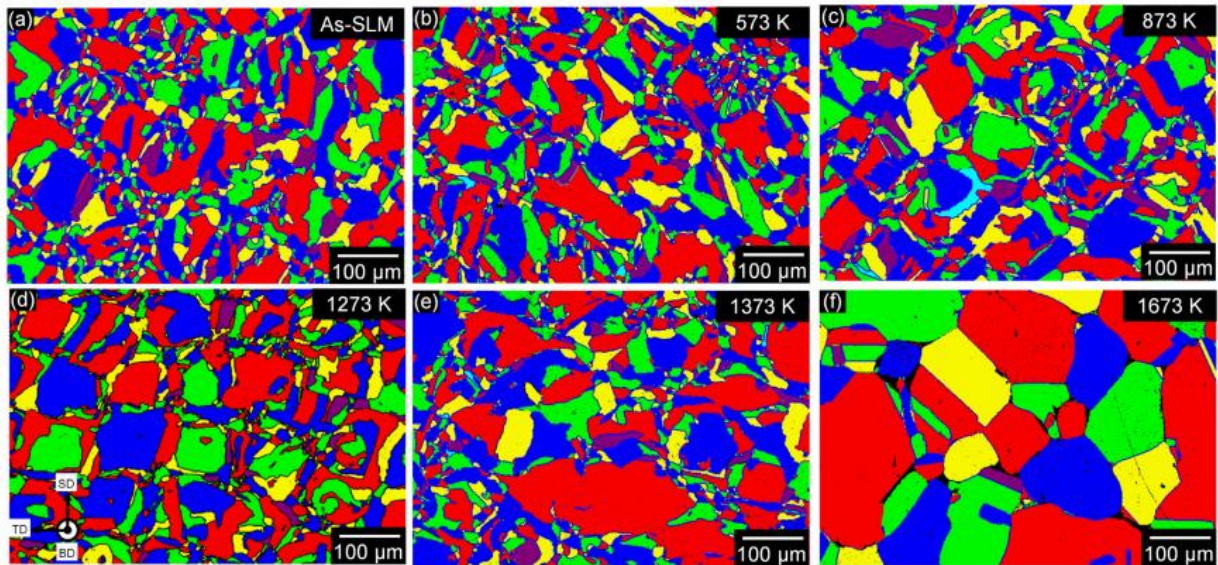


Figure 14 Grossissement de la taille des grains d'un acier 316L élaboré par SLM après différents traitements thermiques a) brut de construction, b) 300°C (6h), c) 600°C (6h), d) 1000°C (6h), e) 1100°C (6h) et f) 1400°C (6h) [83].

- **A 1200°C**, Yan et al. [66] remarquent une diminution de l'intensité de texture avec l'augmentation de la durée de maintien du traitement. Plus cette durée augmente et plus les grains sont équiaxes. La texture diminue car un phénomène de recristallisation se produit. De nouveaux grains équiaxes apparaissent avec des orientations cristallographiques aléatoires. Kong et al. [107] effectuent un traitement thermique à 1200°C pendant 2h sur l'acier 316L. A l'issue de ce traitement, les grains sont équiaxes et mesurent environ 60 μm. Les contraintes résiduelles diminuent drastiquement après ce traitement.
- **Enfin d'autres traitements sont pratiqués à plus haute température** [58,83]. L'acier 316L conserve sa phase austénitique même avec un traitement à 1400°C. Les grains sont équiaxes et grossissent avec la température de traitement.
- **Traitement thermique de compression isostatique à chaud (CIC) :**

Un inventaire des traitements thermiques de CIC réalisés sur l'acier 316L consolidé par SLM est présenté. Les traitements thermiques de CIC sur l'acier 316L élaboré par SLM sont effectués à des températures comprises entre **1100 et 1150°C** avec des durées de maintien allant de **quelques minutes à 4h**.

- Influence de traitements de CIC sur la densité :

Le traitement thermique de CIC diminue le taux de porosités dans les aciers 316L élaborés par SLM. Après un traitement à **1150°C pendant 4h à 1000 Bar** sous argon le taux de porosités est réduit de 0.1 % par rapport à l'acier brut de construction (0,19 à 0,08 % de porosités) [47]. Il est diminué de 1% par rapport à l'acier brut de construction pour une pression de **1370 Bar à 1125°C pendant 4h** [41].

- Influence de traitements de CIC sur la microstructure :

Le traitement thermique de CIC entraîne des modifications microstructurales significatives sur l'acier 316L élaboré par SLM. Les grains des aciers 316L après CIC sont systématiquement équiaxes [47,68,101,102,108]. Lou et al. [47] (**1150°C/4h/1000Bar**) et Röttger et al. [108] (**1150°C/3h/1500Bar**) observent des grains équiaxes de tailles moyennes de 70 μm et 47 μm (figure 15).

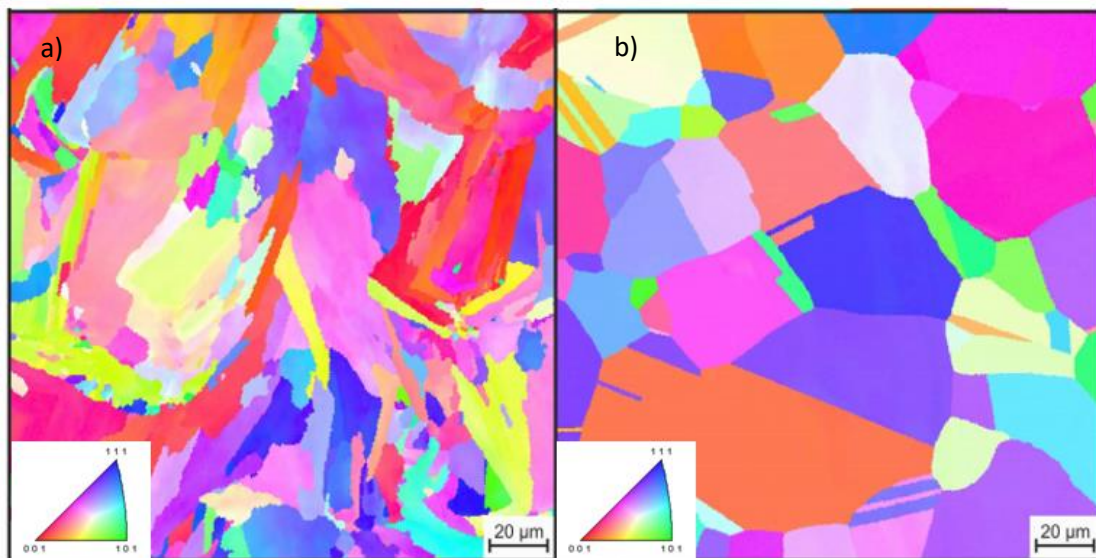


Figure 15 IPF d'un acier 316L élaboré par SLM le long de la direction de construction a) brut de construction et b) après CIC à 1150°C, 3h sous 1500 Bar. Les grains colonnaires bruts de construction sont équiaxes après CIC [108].

Ces grains équiaxes sont le fruit d'une recristallisation de la microstructure. De plus, la sous-structure cellulaire disparaît totalement après traitement de CIC [89]. Les avis divergent concernant l'effet du traitement de CIC sur la texture de l'acier 316L. Pour certains auteurs, la CIC élimine la texture cristallographique initialement présente sur l'acier 316L brut de construction (CIC à **1150°C pendant 4h sous 1000 Bar**) [68,101]. Ce n'est pas le cas pour Montero-Sistiaga et al. [89] qui constatent une légère conservation de la texture $\langle 100 \rangle$ le long de la direction de construction pour un traitement à **1155°C pendant 3h sous 1000 Bar**.

I.5 Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable 316L élaboré par SLM

I.5.1 Généralités

L'essai de traction est un moyen simple et efficace de contrôler la tenue mécanique en statique des pièces réalisées par fusion laser sélective sur lit de poudre. On distingue dans la littérature deux principales directions de construction d'éprouvettes (figure 16) :

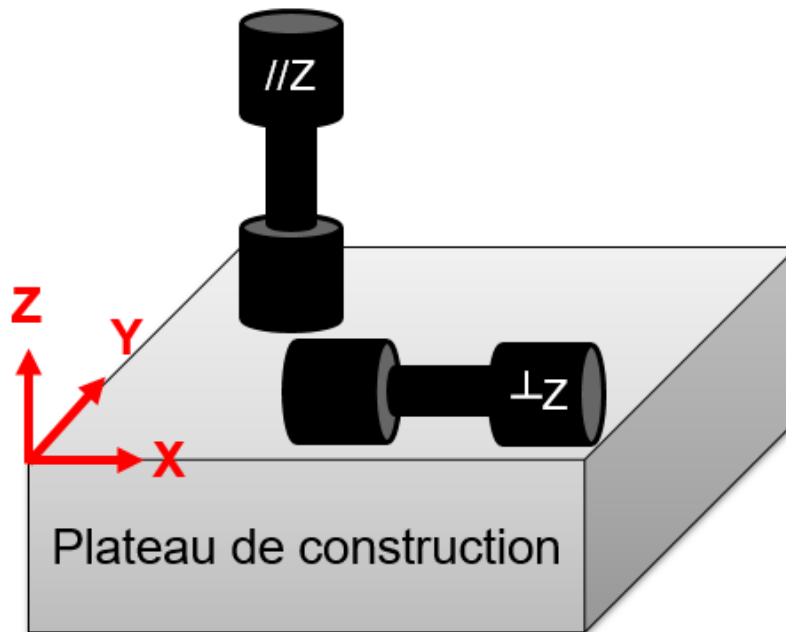


Figure 16 Schéma représentant les deux principales directions de construction des éprouvettes de traction.

- parallèle à la direction de construction Z : l'éprouvette est verticale sur le plateau de construction. **On nommera cette direction de construction : « (//Z) » dans la suite du manuscrit,**
- perpendiculaire à la direction de construction Z : l'éprouvette est horizontale sur le plateau de construction. Elle peut être parallèle à l'axe X ou à l'axe Y. Dans le cadre de notre étude, aucune distinction n'est faite entre ces deux directions X et Y. **On nommera cette direction « (⊥Z) » dans la suite du manuscrit.**

La forme des éprouvettes élaborées par fusion laser sélective influe sur les propriétés en traction. Lavery et al. [41] ont constaté de meilleures propriétés sur des éprouvettes en acier 316L de formes cylindriques comparé à des éprouvettes de formes rectangulaires. **Dans le cadre de cette thèse, les éprouvettes de traction sont de formes cylindriques.**

Dans les parties suivantes, quelques résultats d'essais de traction réalisés sur des éprouvettes en acier 316L élaborées par fusion laser sélective sur lit de poudre sont présentés en fonction de trois paramètres : la poudre, les paramètres du procédé SLM, et les post-

traitements thermiques. Les résultats sont classés par ordre chronologique et comparés à ceux d'un acier 316L forgé.

Les propriétés en traction de pièces brutes de construction élaborées par SLM sont encourageantes.

Les valeurs de résistance mécanique maximale R_m et de limite d'élasticité $R_{p0,2}$ sont supérieures à celles requises par les normes ASTM A666-15/A240 [76] et RCC-MRx (tableau 4, tableau 5 et tableau 6) et du même ordre de grandeur que celles de l'acier 316L forgé [109]. Ce bon comportement mécanique en traction est attribué à la microstructure hétérogène et hiérarchique de l'acier 316L élaboré par SLM [61,69,75,79,90,110,111]. La forte densité de dislocations 10^{15} m/mm³ [80] contenues dans les structures cellulaires contribue majoritairement à la hausse de R_m et $R_{p0,2}$ [69,74]. Plus cette structure cellulaire est fine et meilleure est la limite d'élasticité [19,54]. De plus, Eo et al. [112] ont constaté une augmentation linéaire de la limite d'élasticité avec la densité de nano-oxydes présents dans l'acier 316L.

L'allongement à la rupture $A_{rupture}$ est généralement inférieur à celui de l'acier 316L forgé (tableau 4, tableau 5 et tableau 6). Certaines valeurs d' $A_{rupture}$ sont toutefois supérieures aux normes ASTM A666-15/A240 [76] et RCC-MRx. Cette baisse de ductilité par rapport à l'acier 316 forgé est associée à la présence de porosités qui sont des zones préférentielles de rupture [90].

I.5.2 Influence de la poudre

Le recyclage de la poudre non fusionnée a fait l'objet de plusieurs études disponibles dans la littérature. Liu et al. [113] ont comparé les propriétés mécaniques en traction d'éprouvettes en acier inoxydable 316L construites avec de la poudre neuve et de la poudre recyclée 5 fois sans tamisage et avec les mêmes paramètres SLM. Les propriétés mécaniques de pièces élaborées avec de la poudre recyclée sont significativement inférieures à celles de pièces fabriquées avec de la poudre neuve (tableau 4).

| Source | Condition | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | | Machine |
|---|---|----------------------|------|-------------------------|------|--------------------------|------|-----------------|
| Direction de construction | | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | |
| Norme RCC-MRx Valeurs minimales | | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 | |
| Norme ASTM A666-15/A240 [76] Valeurs minimales | Acier 316L forgé | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 | |
| Acier forgé [109] | | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 | |
| Influence de la poudre | | | | | | | | |
| 2015 [113] | Poudre neuve | 665 | - | 489 | - | 29 | - | DiMetal- 100 |
| | Recyclée 5 fois sans tamissage | 500 | - | 436 | - | 14 | - | |
| 2019 [114] | Poudre neuve | 600 | - | 450 | - | 43 | - | ProX DMP 200 |
| | Recyclée 30 fois avec tamissage | 587 | - | 449 | - | 50 | - | |

Tableau 4 Propriétés en traction d'éprouvettes en acier inoxydable 316L fabriquées avec de la poudre neuve et de la poudre recyclée.

Heiden et al. [114] ont comparé les propriétés de deux aciers 316L élaborés à partir de poudres neuves et recyclées 30 fois avec tamissage entre chaque cycle. Ils constatent une diminution de la densité finale de la pièce fabriquée avec la poudre recyclée. Cependant, la ductilité, la limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale sont stables quelle que soit la poudre utilisée (tableau 4). Le tamissage a permis de filtrer les « mauvaises » particules et « impuretés » des poudres réutilisées qui auraient pu mener à une dégradation des propriétés mécaniques. Cette variation de propriétés peut être expliquée par les différences de caractéristiques entre les poudres neuves et recyclées. Slotwinski et al. [115] ont démontré que la poudre d'acier inoxydable recyclée 8 fois présente des caractéristiques différentes de celles de la poudre initiale. En effet, la distribution en taille des particules augmente avec le nombre de cycles. La poudre recyclée présente beaucoup plus de satellites et de particules liées par fusion. Heiden et al. [114] constatent peu de changement entre la poudre neuve et la poudre recyclée 30 fois. La distribution de la taille des particules et la composition chimique sont similaires. Cependant, le nombre de particules de formes irrégulières, la teneur en oxygène en surface et la densité apparente augmentent après recyclage.

Ces résultats démontrent une influence des caractéristiques de la poudre sur les propriétés finales de pièces en acier 316L élaborées par SLM.

I.5.3 Influence des paramètres du procédé SLM

I.5.3.1 Anisotropie

Il existe une anisotropie des propriétés en traction selon l'orientation de l'éprouvette [116] (tableau 5).

| Source | Condition | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | | Machine |
|--|--|----------------------|------|-------------------------|-------|--------------------------|------|----------------|
| | | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | |
| Norme RCC-MRx Valeurs minimales | | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 | |
| Normes ASTM A666-15/A240 [76] Valeurs minimales | Acier 316L forgé | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 | |
| Acier forgé [109] | | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 | |
| Influence de la direction de construction | | | | | | | | |
| 2016 [59] | | 581 | 685 | - | 554 | 26 | 36 | Renishaw AM250 |
| 2017 [40] | | 634 | 512 | 516 | 439 | 33 | 12 | SLM 280 HL |
| 2018 [98] | | 548 | 640 | 490 | 495 | 44 | 57 | Non défini |
| 2019 [102] | | 660 | 760 | 540 | 630 | 23 | 37 | Non défini |
| Influence des paramètres procédé | | | | | | | | |
| 2016 [57] | P = 175 W | 482 | - | 419 | - | 9 | - | EOS M270 |
| | P = 185 W | 556 | - | 470 | - | 12 | - | |
| | P = 195 W | 581 | 696 | 486 | 575 | 18 | 35 | |
| 2016 [88] | P = 129 W | - | 280 | - | 265 | - | 0,68 | PXM Phenix |
| | P = 189 W | - | 647 | - | 524 | - | 16 | |
| 2017 [116] | Sans damiers (rotation de 90° entre les couches) | 622 | 509 | 512 | 430 | 20 | 12 | Concept laser |
| | Avec damiers | 668 | 528 | 536 | 449 | 25 | 12 | |
| 2018 [90] | P = 120 W | - | 610 | - | 473.1 | - | 37 | EOS M290 |
| | P = 195 W | - | 619 | - | 487.1 | - | 56 | |
| 2019 [76] | 65 J/mm ³ | 619 | - | 492 | - | 46 | | SLM 125 HL |
| | 202 J/mm ³ | 529 | | 441 | | 21 | | |
| | 556 J/mm ³ | 633 | - | 517 | - | 74 | | |

Tableau 5 Influence des paramètres du procédé sur les propriétés en traction d'éprouvettes en acier inoxydable 316L fabriquées par SLM.

Les résultats divergent selon les auteurs. Pour certains, les éprouvettes élaborées dans la direction ($//Z$) montrent de meilleurs résultats en traction que celles construites dans la direction ($\perp Z$) [40,116]. Pour une autre large majorité d'auteurs, les meilleures propriétés en traction sont observées pour la direction ($\perp Z$) [41,59,94,98,102,107]. Lors de la construction d'une pièce, la cohésion entre les couches déposées ne se fait pas souvent de manière optimale. Les zones inter-couches sont susceptibles de contenir une plus forte concentration de défauts (porosités, fissures) liés au recouvrement inhomogène des couches déposées. Les éprouvettes élaborées dans la direction ($//Z$) sont constituées d'un plus grand nombre de couches que les éprouvettes construites ($\perp Z$). Elles présentent donc plus de points sensibles à la rupture lors d'une sollicitation mécanique perpendiculaire à la direction de dépôt des couches, ce qui explique leur moins bon comportement en traction.

Par ailleurs, l'acier 316L peut également présenter de meilleurs résultats de limite d'élasticité et de résistance mécanique maximale dans le sens ($\perp Z$) mais un meilleur allongement à la rupture dans le sens ($//Z$) comme le soulignent Lavery et al. [41] et Tolosa et al. [117]. Hanzl et al. [118] vont plus loin dans l'analyse et constatent que l'anisotropie varie selon le matériau. Sur une même machine EOS et avec des paramètres SLM identiques, ils démontrent que l'acier 316L présente de meilleurs résultats en traction dans la direction ($\perp Z$) mais que le Ti6Al4V est meilleur lorsqu'il est orienté dans la direction ($//Z$).

1.5.3.2 Influence des paramètres

Le tableau 5 présente les résultats d'essais de traction en fonction de certains paramètres du procédé : la densité volumique d'énergie, la puissance laser et la stratégie de balayage.

La densité volumique d'énergie influence les propriétés en traction [79,82]. Cependant, Bertoli et al. [76] ne décèlent pas de tendance particulière lors d'une augmentation de la densité volumique d'énergie. La puissance du laser est le paramètre procédé le plus influent sur les propriétés en traction [42,57,88]. Une augmentation de la puissance entraîne une amélioration des propriétés en traction quelle que soit l'orientation de l'éprouvette. Les pièces sont en effet moins poreuses lorsque la puissance est élevée [88]. La stratégie de balayage influe sur les propriétés en traction [15,118]. Suryawanshi et al. [116] ont démontré qu'une stratégie de balayage en damiers apporte de meilleures propriétés en traction qu'une stratégie sans damiers.

1.5.4 Influence des post-traitements thermiques

De nombreux traitements thermiques ont été réalisés sur l'acier 316L élaboré par SLM. Le tableau 6 regroupe une liste, la plus exhaustive possible, des résultats d'essais de traction réalisés après un traitement thermique sur des pièces en acier 316L brut de construction.

| Source | Condition | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | | Machine |
|--------------------------------------|-----------------------|----------------------|------|-------------------------|------|--------------------------|------|-------------|
| Direction de construction | | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | |
| Norme RCC-MRx | | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 | |
| Valeurs minimales | | ----- | | | | | | |
| Normes ASTM A666-15/A240 [76] | Acier 316L forgé | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 | |
| Valeurs minimales | | ----- | | | | | | |
| Acier forgé [109] | | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 | |
| Post-traitements thermiques | | | | | | | | |
| 2016 [101] | Brut | 565 | - | 462 | - | 53,7 | - | SLM 250 |
| | 650°C/2h | 595 | - | 443 | - | 48,6 | - | HL |
| 2018 [79] | Brut | 687 | - | 517 | - | 32 | - | Realizer II |
| | 800°C/5h | 687 | - | 463 | - | 25 | - | 250 |
| 2019 [100] | Brut | 573 | - | 453 | - | 46 | - | ProX®DMP |
| | 470°C/5h | 570 | - | 449 | - | 48 | - | 320 |
| 2019 [83] | Brut | 1016 | - | 550 | - | 50 | - | |
| | 300°C/6h | 969 | - | 459 | - | - | - | SLM 250 |
| | 600°C/6h | 941 | - | 440 | - | - | - | HL |
| | 1100°C/6h | 814 | - | 243 | - | - | - | |
| 2019 [119] | Brut | 620 | 723 | 500 | 586 | 67,7 | 42,7 | |
| | 982°C | - | 673 | - | 440 | - | 52 | EOS M290 |
| | 25 min | - | 665 | - | 420 | - | 56 | |
| | 1093°C | - | 665 | - | 420 | - | 56 | |
| | 25min | - | 665 | - | 420 | - | 56 | |
| Post-traitements de CIC | | | | | | | | |
| 2016 [108] | Brut | - | 510 | - | 406 | - | 18 | Realizer |
| | 1150°C/3h 1500 Bar | - | 428 | - | 201 | - | 38 | SLM 100 |
| 2017 [41] | Brut | 550/600 | - | 510/540 | - | 5/14 | - | Renishaw |
| | 1125°C/4h 1370 Bar | 600 | - | 270 | - | 50/60 | - | AM250 |
| 2019 [119] | Brut | 620 | 723 | 500 | 586 | 67,7 | 42,7 | |
| | 1190°C/4h 1450 Bar | 582 | 626 | 280 | 283 | 67 | 53 | EOS M290 |

Tableau 6 Influence des post-traitements thermiques sur les propriétés en traction d'éprouvettes en acier inoxydable 316L fabriquées par SLM.

Les post-traitements thermiques entraînent généralement une diminution de la limite d'élasticité et une amélioration de l'allongement à la rupture [79,83,120]. La résistance mécanique maximale et la limite d'élasticité diminuent lorsque la température du traitement thermique augmente. Ceci est attribué au grossissement de la microstructure, à la disparition des cellules et à la diminution de la densité de dislocations ancrées sur les joints des cellules [106,119].

Les post-traitements de CIC ont des répercussions similaires à celles de post-traitements thermiques. On observe une diminution de la limite d'élasticité avec en contrepartie une amélioration de la ductilité [41,108]. Après CIC, le taux de porosité est réduit et on a une meilleure cohésion inter-couches, ce qui explique l'optimisation de l' $A_{rupture}$ [120]. De plus, on constate une réduction de l'anisotropie des propriétés en traction selon l'orientation des éprouvettes de traction grâce à la formation de grains équiaxes [119]. L'anisotropie est réduite mais pas supprimée. Lavery et al. [41] remarquent toujours une différence de 100 MPa pour la résistance mécanique maximale entre les deux principales directions de construction après traitement de CIC.

I.6 Synthèse

La fabrication additive et plus précisément le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre est un procédé de mise en forme des matériaux très prometteur. Il permet d'élaborer des pièces en acier 316L avec une microstructure singulière et des propriétés en traction encourageantes.

L'acier 316L consolidé par SLM présente une microstructure hétérogène et hiérarchique constituée de grains colonnaires texturés selon la direction de construction. Ces grains sont composés d'une forte densité de dislocations ancrées essentiellement sur les joints de la sous-structure cellulaire. Ce résultat témoigne d'un processus de solidification rapide. Des nano-oxydes sont également dispersés de façon homogène dans toute la matrice.

Les propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L sont influencées par les paramètres du procédé : puissance, vitesse, stratégie de balayage, etc. Néanmoins, chaque imprimante a ses propres caractéristiques. **L'étape d'optimisation et de caractérisation paramétrique est donc incontournable pour chaque machine SLM.**

Les caractéristiques de la poudre ont une influence sur l'étape de mise en couche et sur la densité des pièces finales. **Cependant, l'influence des caractéristiques de la poudre sur la microstructure et les propriétés finales des pièces en acier 316L reste méconnue.**

Enfin, les post-traitements thermiques sur l'acier 316L brut de construction ont un effet bénéfique sur les propriétés en traction. On note une amélioration de la ductilité et une baisse de l'anisotropie selon la direction de construction des éprouvettes au détriment d'une diminution de la limite d'élasticité. **L'influence de deux traitements thermiques sur les propriétés finales de deux aciers 316L élaborés par SLM sera étudiée en dernière partie.**

Chapitre II - Méthodes expérimentales

| | | |
|------|---|----|
| II.1 | INTRODUCTION..... | 39 |
| II.2 | IMPRIMANTE DE FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUDRE TRUMPF TRUPRINT SERIE 1000 | 39 |
| II.3 | OBSERVATIONS METALLOGRAPHIQUES | 42 |
| II.4 | TECHNIQUES D'ANALYSES | 43 |

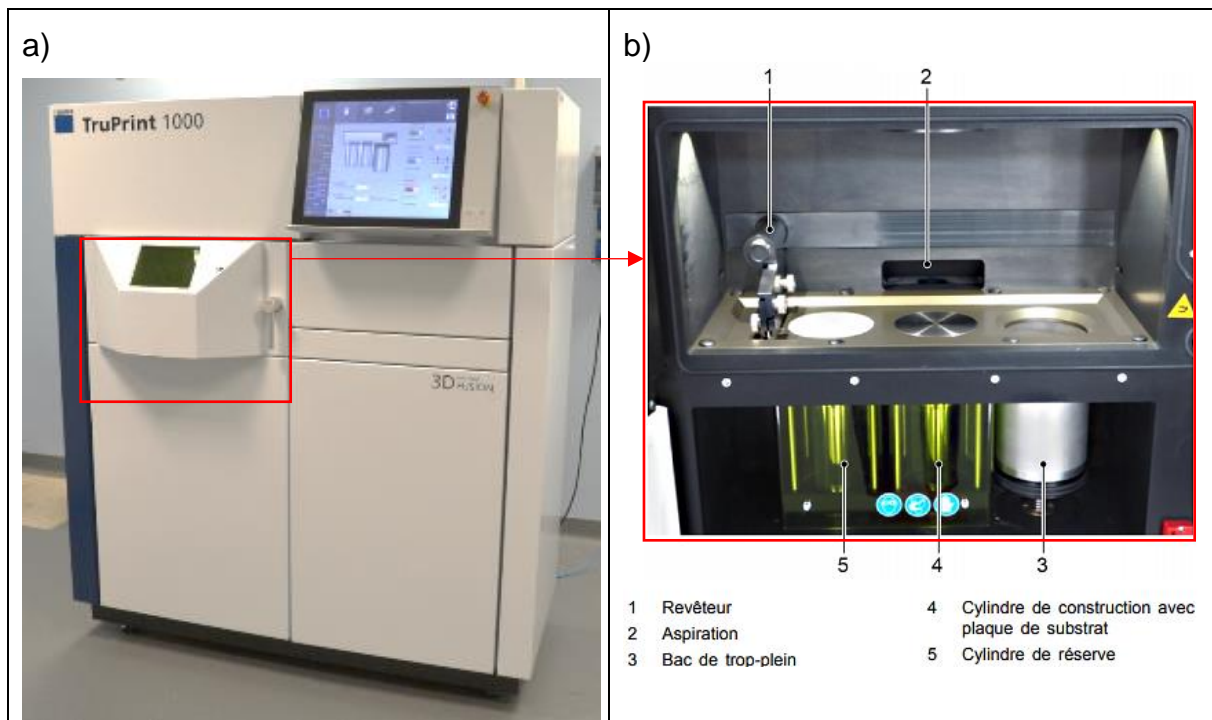
II.1 Introduction

Ce chapitre présente les matériels et les méthodes utilisés dans le cadre de cette thèse. Les caractéristiques de l'imprimante de fusion laser sélective sur lit de poudre Trumpf TruPrint Série 1000 sont détaillées dans la première partie. La préparation des échantillons mais également l'ensemble des outils nécessaires à l'observation des matériaux sont exposés en deuxième partie. Les techniques d'analyses de la poudre et de l'acier 316L massif sont décrites dans la dernière partie.

II.2 Imprimante de fusion laser sélective sur lit de poudre Trumpf TruPrint Série 1000

II.2.1 Procédé

L'imprimante SLM utilisée pour toute cette étude est une machine Trumpf TruPrint Série 1000 (figure 17).

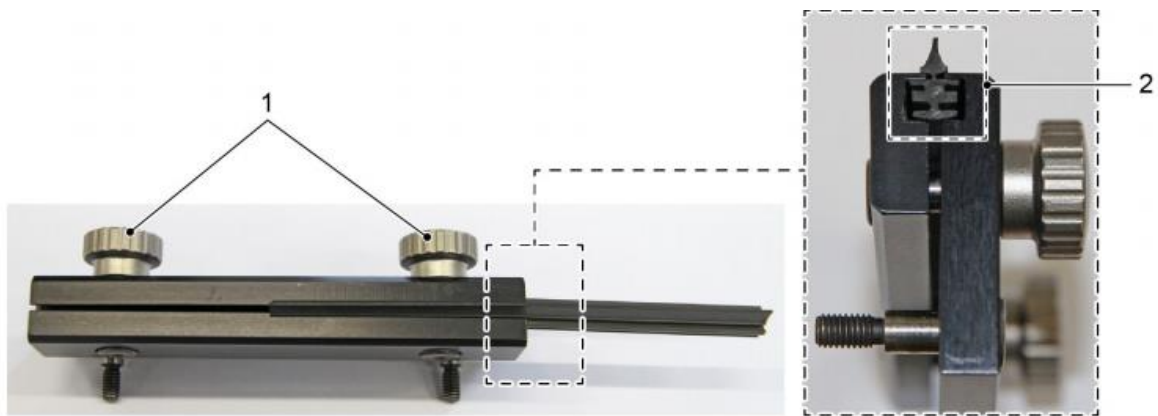


Elle est équipée d'une fibre laser Ytterbium de longueur d'onde 1064 nm et d'un spot laser de 55 μm . Le laser possède une puissance maximale de 200 W. Cette machine ne dispose pas de plateau chauffant. Les constructions sont effectuées sur un plateau à température ambiante. La taille maximale des pièces construites sur cette imprimante est de 100 mm de diamètre et 100 mm de hauteur. Toutes les constructions sont élaborées sous argon. La teneur en oxygène dans la chambre de construction est imposée à 100 ppm durant toute la

fabrication des pièces (teneur minimale imposable). De plus, l'épaisseur du lit de poudre est fixée à 20 μm pour toutes les études menées dans cette thèse. Enfin, avant leur utilisation, les poudres sont tamisées à 50 μm puis mises à l'étuve à 60°C pendant 24h.

L'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 est constituée de trois cylindres (figure 17.b). La poudre utilisée comme matière première est déposée dans le cylindre de gauche « cylindre de réserve ». Le cylindre du milieu est le « cylindre de construction ». Le substrat en acier inoxydable 316L de diamètre 100 mm est fixé sur ce cylindre. Le cylindre à droite est un bac de trop-plein. La poudre excédentaire est collectée dans ce réservoir.

Le racleur visualisé figure 18 est constitué d'un composant d'enduction en caoutchouc.



1 Ecrous moletés pour composant d'enduction 2 Composant d'enduction
 Figure 18 Racleur de l'imprimante Trumpf TruPrint série 1000.

Le principe de mise en couche est schématisé figure 19.

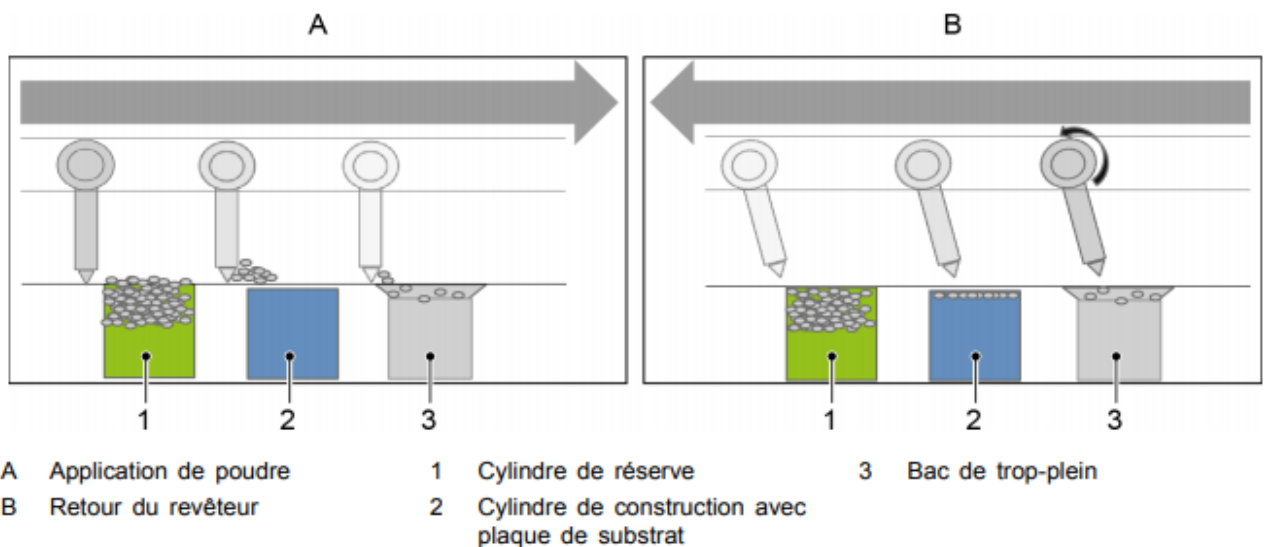


Figure 19 Processus de mise en couche sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000.

Lors du dépôt de la poudre, le racleur (ou revêleur) étale une couche de poudre sur le substrat. La poudre excédentaire est déposée dans le bac de trop-plein. A l'issue de cette

étape, le laser fusionne localement certaines régions identifiées en amont lors de l'étape de programmation. Lors du retour, le racleur bascule afin d'éviter tout contact avec la pièce en construction. Au même moment, le cylindre de réserve monte d'un cran et le cylindre de construction se déplace vers le bas pour le dépôt de la couche suivante.

II.2.2 Elaboration des échantillons

Les pièces sont en amont conçues sur le logiciel Magics. Ce logiciel permet de définir l'emplacement et l'orientation de chacune des pièces sur le plateau de construction. Les paramètres de l'imprimante (puissance, vitesse de balayage, HD, stratégie de balayage, ...) utilisés pour construire ces pièces sont choisis à l'aide de l'outil « build processor » rattaché à Magics. Le « build processor » contient des paramètres propres à la machine Trumpf TruPrint Série 1000.

Il est important de souligner que la géométrie et le volume des pièces pourraient avoir une influence sur les résultats. En vue d'une étude expérimentale et pour des questions opératoires, on a fait le choix d'élaborer des échantillons cubiques de 1 cm^3 pour les analyses microstructurales. Pour chaque étude, entre trois et cinq échantillons cubiques de 1 cm^3 sont ainsi construits pour les analyses microstructurales afin d'obtenir une bonne répétabilité des résultats (figure 20.a).

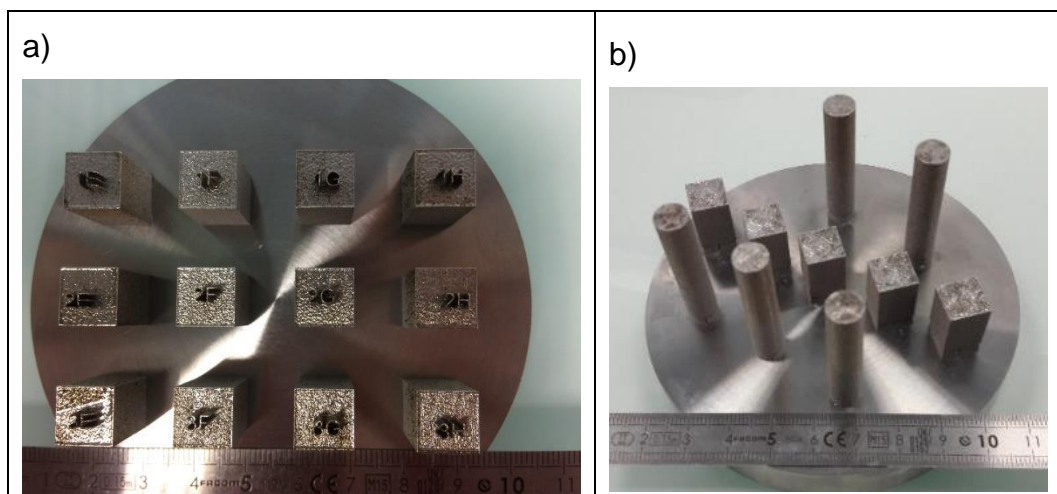


Figure 20 Photographies de pièces en acier 316L élaborées par SLM a) échantillons cubiques destinés aux analyses microstructurales et b) cubes et éprouvettes cylindriques.

Entre trois et cinq éprouvettes cylindriques (longueur = 40 mm et largeur = 8 mm) sont construites ($//Z$) et/ou ($\perp Z$) pour les essais de traction (figure 20.b). Les échantillons sont construits directement sur le plateau afin de s'affranchir de l'influence des supports et de se concentrer exclusivement sur l'influence des paramètres d'étude. Les plateaux de construction sont en acier 316L de diamètre 100 mm (figure 20). Après fabrication, toutes les pièces sont dissociées du substrat, puis nettoyées à l'acétone et à l'éthanol dans un bac à ultrasons.

II.3 Observations métallographiques

Les observations présentées dans ce manuscrit sont réalisées à l'aide de trois microscopes : un microscope optique (MO), un microscope électronique à balayage (MEB) et un microscope électronique en transmission (MET).

II.3.1 Préparation des échantillons

Toutes les pièces sont dissociées du plateau de construction après fabrication sans aucun traitement thermique. Les échantillons sont nettoyés à l'éthanol dans un bac à ultrasons puis séchés à l'air libre. Les échantillons sont découpés dans les plans parallèles à la direction de construction ($//Z$) et perpendiculaires à la direction de construction ($\perp Z$) afin d'observer la microstructure dans chacune de ces deux directions. Ils sont ensuite enrobés dans de la résine PolyFast puis polis mécaniquement. Le polissage débute avec du papier 500, puis on diminue la taille des particules abrasives jusqu'au diamant 1 μm . A l'issue de cette dernière étape, les échantillons sont :

- soit polis à l'OP-S (silice colloïdale) pour obtenir un polissage miroir. Ce polissage a été utilisé pour les observations des défauts au MO et au MEB, pour les analyses EBSD et pour les analyses de microduretés,
- soit attaqués chimiquement à l'eau régale : $2/3 \text{ HCL} + 1/3 \text{ HNO}_3$ pendant 1 à 5 secondes. Cette attaque permet de révéler la microstructure (grains, bains de fusion, sous-structure cellulaire) de l'acier 316L élaboré par SLM [121,122]. Les observations des échantillons attaqués sont effectuées au MO et au MEB.

II.3.2 Microscope optique

Les premières observations des échantillons ont été effectuées sur un microscope optique Zeiss Axio Imager. Les surfaces ont été observées sous lumière blanche après polissage. Les observations au MO ont permis d'avoir un aperçu des caractéristiques des défauts (taille, localisation) au sein du matériau. Elles ont également été utiles pour visualiser la taille et la forme des grains et des bains de fusions sur les échantillons attaqués chimiquement.

II.3.3 Microscope électronique à balayage

Le MEB permet d'obtenir des images avec une importante profondeur de champ. Les observations ont été réalisées sur un MEB FEG JEOL JSM-7000F sous vide secondaire à la fois en électrons rétrodiffusés (contraste chimique) et en électrons secondaires (topographie). Ces deux modes ont été utilisés pour observer les particules de poudre et l'acier 316L après

attaque chimique à l'eau régale. Les paramètres de réglage choisis pour notre étude sont 0,5 à 2 nA pour l'intensité du courant et 10 à 20 kV pour la tension d'accélération des électrons.

Les analyses EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) ont été effectuées pour déterminer certaines compositions chimiques élémentaires sur ce microscope avec une tension d'accélération de 10 kV et une intensité de 2 nA.

Ce MEB est également équipé d'un détecteur EBSD (Electron BackScatter Diffraction) Bruker Nano « Quantax ». Une tension d'accélération de 20 kV et une intensité du courant de 7 nA ont été utilisées pour les analyses EBSD. Le temps d'intégration utilisé était de 6 ms. Les post-traitements des données EBSD ont été effectués avec le logiciel Esprit 2.0. Les grains ont été définis pour un angle de désorientation des joints $>5^\circ$ et les macles n'ont pas été pris en compte dans la mesure de la taille des grains. La taille des grains a été mesurée par la méthode des interceptes à partir de trois images EBSD de grains. Les analyses EBSD ont permis notamment de caractériser la microstructure des aciers 316L : taille des grains, texture cristallographique et nature des phases.

II.3.4 Microscope électronique à transmission

Les échantillons pour les analyses MET nécessitent une préparation spécifique. La première étape consiste à préparer une fine lame circulaire de 3 mm de diamètre et de 100 μm d'épaisseur par polissage mécanique. Ensuite, cette fine lame est polie par voie électrolytique dans un bain contenant 90 % d'acide acétique et 10 % d'eau à l'aide d'un amincisseur de type Tenupol. L'amincissement de la lame est réalisé avec une tension d'accélération de 15 V. Le polissage est effectué des deux côtés de la lame. Il est automatiquement interrompu lorsqu'un trou apparaît dans la lame grâce à un système de détection par infrarouge.

Les analyses MET ont été réalisées à l'Université de Rennes sur un MET JEOL 2100 avec une tension d'accélération de 200 kV. Ce MET est équipé d'une pointe LaB_6 . Le MET a été utilisé pour observer à l'échelle nanométrique les structures cellulaires et les nano-précipités sur les aciers 316L élaborés à partir des poudres fournies par Trumpf et Praxair. L'appareil est couplé à un détecteur EDS qui a permis de déterminer la nature chimique de ces précipités.

II.4 Techniques d'analyses

II.4.1 Composition chimique

La composition chimique des poudres et des aciers 316L massifs en éléments majeurs a été déterminée par ICP-OES (Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry). Celle des gaz (oxygène/azote) et du carbone ont été mesurées par analyseur chimique Horiba EMGA-920 et IGA. La composition en éléments mineurs a été déterminée par GDMS (Glow Discharge Mass Spectrometry) Element GD Plus, Thermo Scientific.

II.4.2 Caractérisations des poudres

Les poudres utilisées pour le procédé SLM ont été caractérisées avec différents instruments.

La densité réelle de la poudre a été mesurée par pycnomètre à hélium Accupyc II 1340. La distribution granulométrique des poudres a été mesurée par voie sèche par granulométrie laser Partica LA960. Cet appareil peut mesurer des particules de taille comprise entre 0,01 µm à 5 000 µm. La coulabilité de Hall a été mesurée selon la norme ASTM B213. Le principe consiste à mesurer le temps nécessaire à 50 g de poudre pour s'écouler à travers un orifice calibré (2,54 mm de diamètre) d'un entonnoir. La densité apparente a été évaluée selon la norme ASTM B212. Le principe consiste à écouler un volume de poudre dans un récipient de volume défini en conditions contrôlées. La masse de poudre par unité de volume est déterminée et reportée comme densité apparente de Hall.

II.4.3 Densité des échantillons

La densité des échantillons massifs est mesurée par la méthode d'Archimède. Les résultats obtenus par cette méthode sont sous-estimés par rapport aux résultats fournis par des analyses par imagerie [111]. En choisissant cette méthode, on se place donc dans le cas le plus défavorable. 3 mesures ont été effectuées pour chaque condition expérimentale. La densité est déterminée à partir de l'équation (2) :

$$Densité = \frac{m_{sèche} \cdot \rho_{eau}}{m_{humide} - m_{sous\ eau}} \quad (2)$$

avec : $m_{sèche}$, la masse de l'échantillon sous air en g,
 $m_{sous\ eau}$, la masse de l'échantillon sous eau en g,
 m_{humide} , la masse de l'échantillon sous air après avoir été trempé dans de l'eau en g,
 ρ_{eau} , la masse volumique de l'eau à 19°C : 0,998406 g/cm³.

II.4.4 Microdureté

Les mesures de microdureté Vickers ont été effectuées sur un appareil DuraScan G5. Nous avons appliqué une charge de 1 kg pendant 10 secondes. 15 mesures ont été effectuées pour chaque échantillon et une distance de 2 mm est imposée entre chaque empreinte.

II.4.5 Essais de traction

L'essai de traction est un moyen simple et efficace de contrôler la tenue mécanique en statique des pièces réalisées par fusion laser sélective sur lit de poudre. Pour chaque condition d'étude, entre 3 et 5 éprouvettes cylindriques en acier 316L sont élaborées sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. Les éprouvettes sont construites ($//Z$) et/ou ($\perp Z$) selon l'étude réalisée. Les éprouvettes de traction sont toutes construites cylindriques sur le plateau de construction (longueur = 40 mm et diamètre = 10 mm). Après découpe du plateau, elles sont usinées comme illustré sur les figure 21 et figure 22.

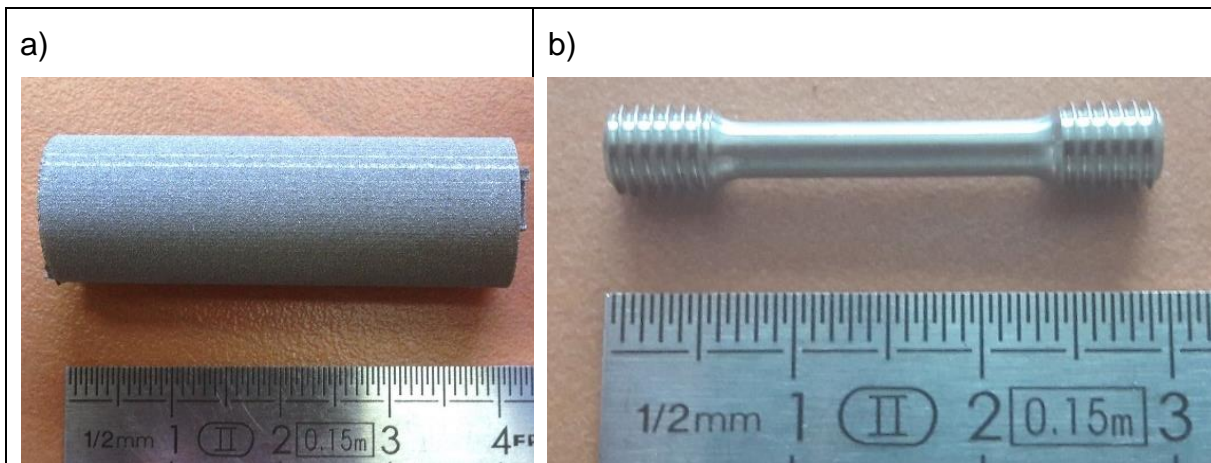


Figure 21 a) Eprouvette de traction cylindrique brut de construction et b) Eprouvette de traction après usinage.

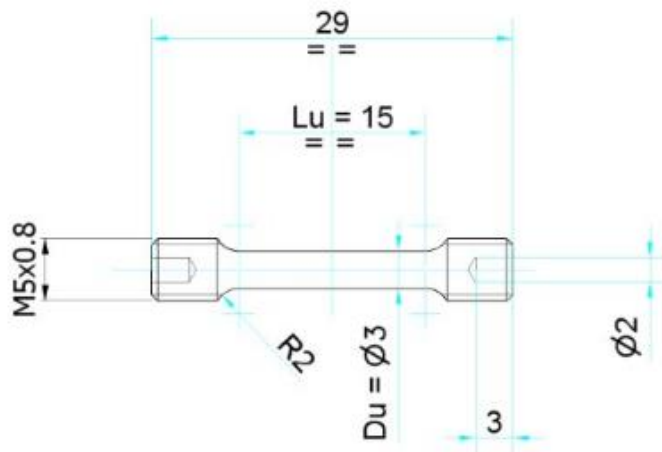


Figure 22 Dimension des éprouvettes pour les essais de traction.

Pour l'étude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés en traction, les éprouvettes cylindriques ont subi un traitement thermique de relaxation à 700°C pendant 1 h ou un traitement thermique de CIC à 1100°C pendant 3h sous 1800 Bar avant d'être usinées.

Les essais de traction présentés dans cette thèse sont conduits sur une machine INSTRON 4204 à température ambiante. La vitesse de déformation imposée est de 10^{-3} s^{-1} .

Chapitre III - Influence des paramètres SLM sur les propriétés de l'acier 316L

| | | |
|-------|---|----|
| III.1 | INTRODUCTION..... | 48 |
| III.2 | PROTOCOLE EXPERIMENTAL | 48 |
| III.3 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LA DENSITE..... | 50 |
| III.4 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LA MICROSTRUCTURE | 56 |
| III.5 | INFLUENCE DES PARAMETRES SLM SUR LES PROPRIETES EN TRACTION | 67 |
| III.6 | SYNTHESE..... | 73 |

III.1 Introduction

L'état de l'art a permis d'identifier certains paramètres clés du procédé SLM qui influencent les propriétés des matériaux élaborés. La stratégie de balayage, la puissance, la vitesse de balayage, hatching distance (HD) et l'épaisseur du lit de poudre sont les paramètres de fabrication qui affectent le plus la microstructure des pièces élaborées par SLM. Il est primordial de connaître précisément l'influence de chacun de ces paramètres afin de mieux maîtriser le procédé SLM afin de garantir une bonne reproductibilité des résultats.

Bien que ce soit un paramètre fondamental, l'influence de l'épaisseur du lit de poudre sur les caractéristiques des matériaux consolidés n'est pas étudiée dans cette partie. L'épaisseur du lit de poudre pour le procédé SLM est généralement comprise entre 20 μm et 70 μm selon le type de machine et le matériau utilisé. Il a été démontré que plus l'épaisseur du lit de poudre est petite et meilleure est la densité de la pièce [25,92]. Dans le cadre de ces travaux, l'épaisseur du lit de poudre a été fixée à 20 μm , suivant les préconisations du constructeur. L'étude se focalise sur quatre autres paramètres d'élaboration :

- la puissance du laser (P),
- la vitesse de balayage du faisceau laser (V),
- la distance entre deux traits lasers successifs, Hatching Distance (HD),
- la stratégie de balayage.

Cette étude a pour but d'évaluer l'influence de ces quatre paramètres du procédé SLM sur les propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L. Elle est menée sur l'imprimante **Trumpf Truprint Série 1000**. L'objectif vise à évaluer la robustesse de l'imprimante Trumpf Truprint Série 1000 utilisée pour l'ensemble des consolidations réalisées dans le cadre de cette thèse. Pour cela, l'intervalle paramétrique étudié est centré autour des paramètres fournis par le constructeur machine pour élaborer des pièces en acier inoxydable 316L. On évalue comment les critères de sortie, à savoir la microstructure (densité, taille des grains et cellules, texture cristallographique) et les propriétés en traction de l'acier 316L, varient en fonction des paramètres de l'équipement.

III.2 Protocole expérimental

Pour cette étude, certains paramètres du procédé SLM ont été fixés. La poudre d'acier 316L utilisée est celle fournie par le constructeur Trumpf de granulométrie 20-45 μm . Le taux d'oxygène dans la chambre de construction est imposé à 100 ppm, soit la teneur minimale imposable sur la machine. La chambre de construction est balayée par un flux constant d'argon 6.0 et l'épaisseur du lit de poudre est fixée à 20 μm . Les paramètres de fabrication préconisés par le fournisseur Trumpf pour élaborer l'acier 316L sont : P = 150 W, V = 675 mm/s et HD = 55 μm . Dans le cadre de ce travail, on élargit l'intervalle de chacun de ces paramètres. La plage paramétrique est présentée dans le tableau 7 et la figure 23.

| Stratégie de balayage | Puissance laser (W) | Vitesse de balayage (mm/s) | Distance entre deux traits laser (HD) (μm) |
|--------------------------------------|---------------------|----------------------------|---|
| 4 stratégies de balayage (Figure 23) | 75 à 200 W | 400 à 900 mm/s | 30 à 90 μm |

Tableau 7 Paramètres d'étude du procédé SLM, imprimante Trumpf TruPrint Série 1000.

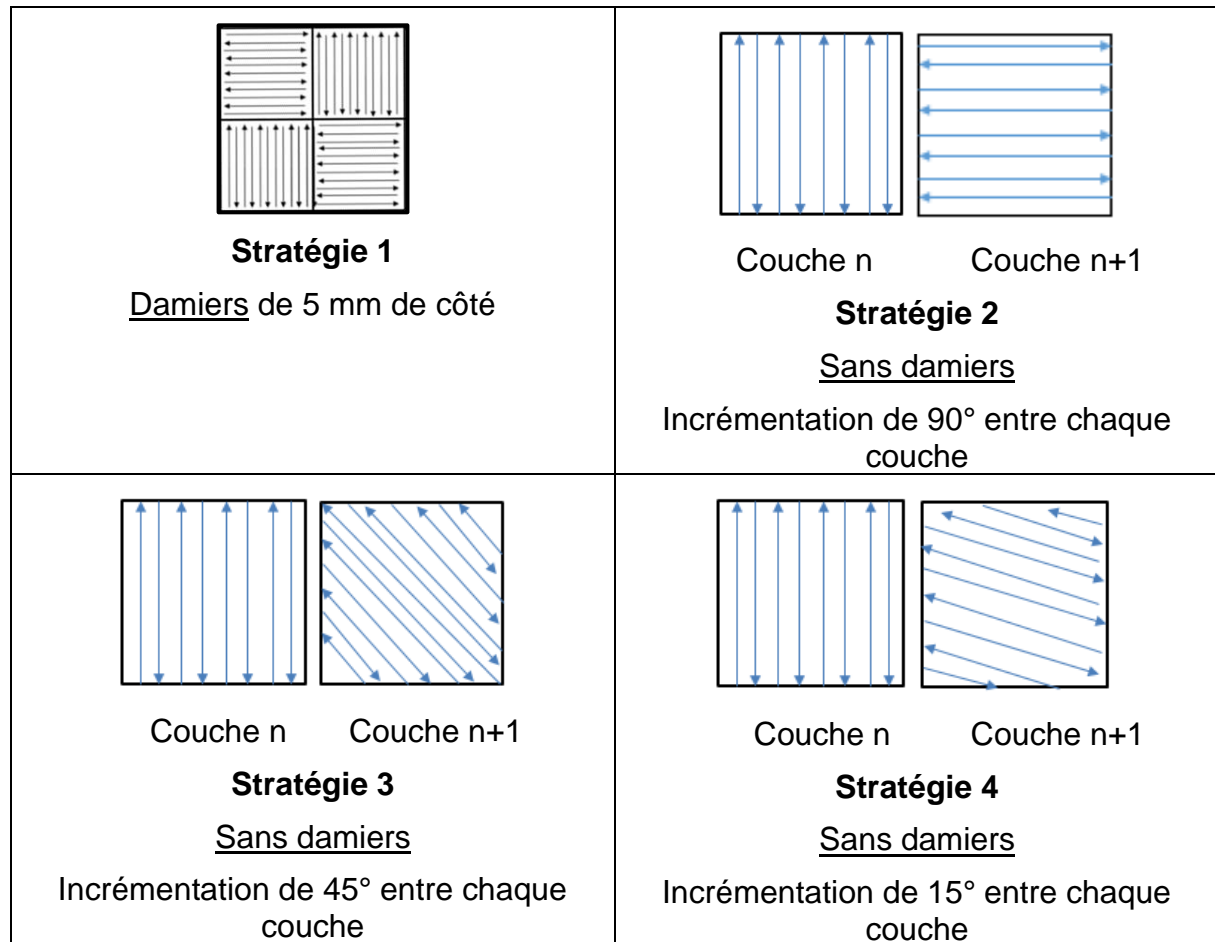


Figure 23 Stratégies de balayage étudiées.

Les quatre stratégies de balayage étudiées sont celles majoritairement rencontrées dans la littérature [12]. La stratégie sans damiers permet d'éviter la formation de porosités entre les lignes des bains de fusion [12,96]. La stratégie avec damiers permet de mieux répartir les contraintes résiduelles et d'homogénéiser la thermique durant la fabrication [99].

III.3 Influence des paramètres SLM sur la densité

III.3.1 Influence de la stratégie de balayage

La figure 24 regroupe les résultats de densité en fonction des quatre stratégies de balayage employées. Les autres paramètres d'étude sont fixés : $P = 150 \text{ W}$, $V = 675 \text{ mm/s}$, $HD = 55 \mu\text{m}$.

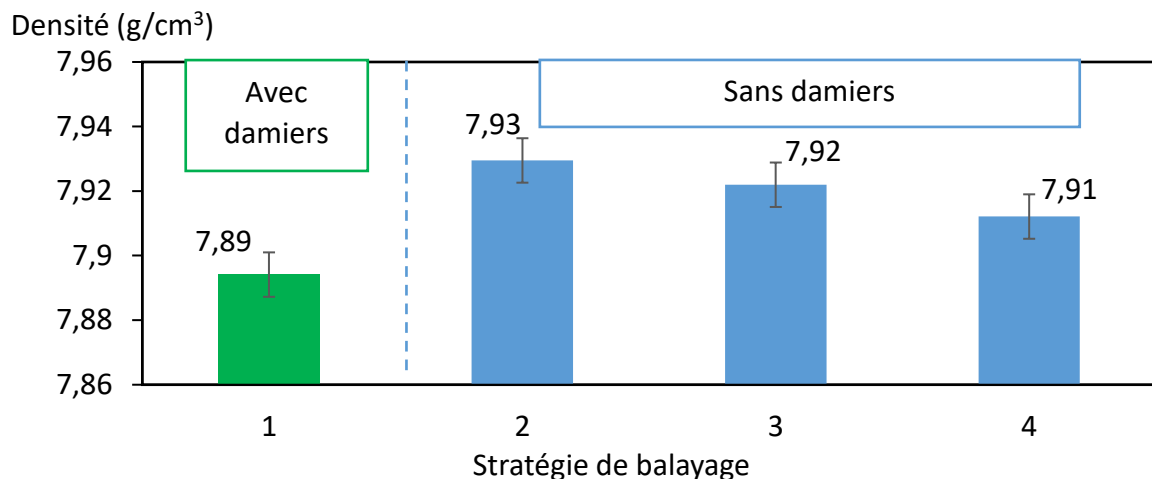


Figure 24 Evolution de la densité des cubes en fonction de la stratégie de balayage avec $P = 150 \text{ W}$, $V = 675 \text{ mm/s}$, $HD = 55 \mu\text{m}$.

On constate tout d'abord que la construction avec damiers (stratégie 1) entraîne l'obtention d'un matériau consolidé avec une densité légèrement moindre que les matériaux obtenus avec une stratégie sans damiers (stratégies 2, 3 et 4). Ensuite parmi les stratégies sans damiers, l'incrémentation de 90° entre chaque couche (stratégie 2) donne le meilleur résultat en termes de densité. La densité augmente avec l'angle d'incrémentation (stratégie 4 : 15° , stratégie 3 : 45°). La densité expérimentale se rapproche de celle d'un acier 316L obtenue par forgeage (8 g/cm^3) [55]. Elles sont également très proches de la valeur de densité de la poudre initiale $7,99 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$.

La stratégie de balayage numéro 2 avec rotation de 90° entre chaque couche conduit à la densité optimale de l'acier 316L élaboré par SLM. Cette stratégie a été sélectionnée pour l'ensemble de l'étude paramétrique à suivre.

III.3.2 Influence de la densité volumique d'énergie

L'influence de la puissance, de la vitesse de balayage et de HD sur la densité est exprimée à travers la densité volumique d'énergie E_v (3). C'est une grandeur qui combine l'ensemble des paramètres d'analyse :

$$E_v = \frac{P}{e \times V \times HD} \quad (3)$$

avec : E_v : densité volumique d'énergie (J/mm³),
 P : puissance (W),
 e : épaisseur de la couche de poudre (mm),
 V : vitesse de balayage (mm/s),
 HD : Hatching Distance (mm).

Au total, 16 combinaisons de paramètres ont été étudiées (tableau 8). Les densités volumiques d'énergie varient entre 101 et 370 J/mm³.

| Puissance (W) | Vitesse (mm/s) | HD (μm) | E_v (J/mm ³) |
|---------------|----------------|---------|----------------------------|
| 75 | 675 | 55 | 101 |
| 100 | 675 | 55 | 135 |
| 125 | 675 | 55 | 168 |
| 150 | 675 | 55 | 202 |
| 175 | 675 | 55 | 236 |
| 200 | 675 | 55 | 269 |
| 150 | 400 | 55 | 341 |
| 150 | 500 | 55 | 273 |
| 150 | 600 | 55 | 227 |
| 150 | 800 | 55 | 170 |
| 150 | 900 | 55 | 152 |
| 150 | 675 | 30 | 370 |
| 150 | 675 | 40 | 278 |
| 150 | 675 | 50 | 222 |
| 150 | 675 | 70 | 159 |
| 150 | 675 | 90 | 123 |

Tableau 8 Paramètres SLM étudiés. Les paramètres fournisseurs apparaissent en gras.

La figure 25 montre l'évolution de la densité des cubes d'acier 316L en fonction de la densité volumique d'énergie appliquée.

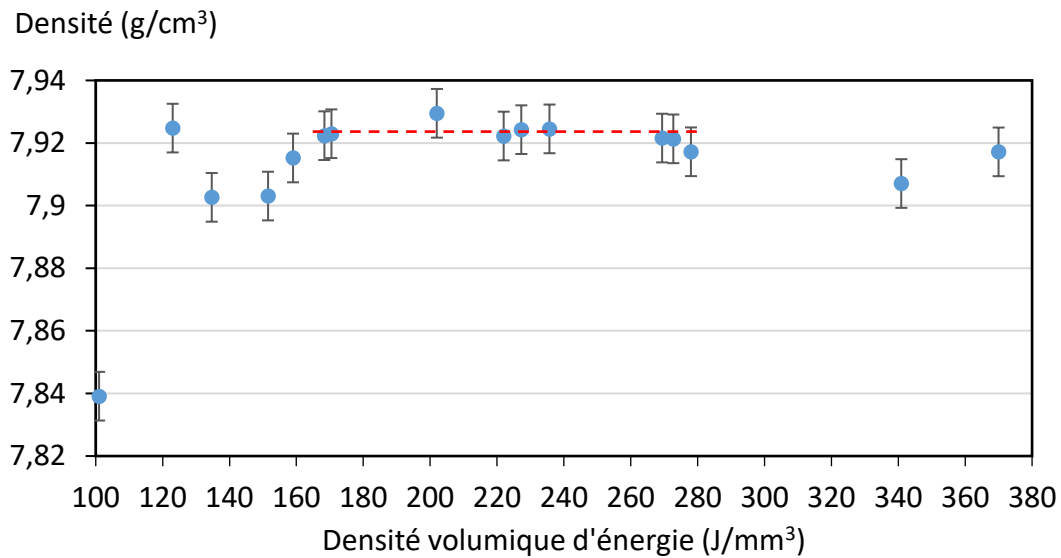


Figure 25 Densité des pièces élaborées par SLM en fonction de la densité volumique d'énergie.

Il existe un intervalle de densité volumique d'énergie [168-278 J/mm^3] où la densité des échantillons ne varie pas significativement et reste supérieure à 7,92 g/cm^3 (densité relative supérieure à 99%). Des valeurs similaires de densité mesurées sur des pièces en acier 316L fabriquées par SLM sont mentionnées dans la littérature [20].

Une densité volumique de 202 J/mm^3 ($P = 150W$, $V = 675$ mm/s, stratégie de balayage numéro 2, et HD de 55 μm) conduit à la meilleure densité expérimentale d'acier 316L élaboré par SLM, soit $7,93 \pm 0,01$ g/cm^3 . Au-dessous de 168 J/mm^3 , la densité des échantillons diminue. L'énergie déposée n'est pas suffisante pour fusionner toutes les particules de poudre et permettre de consolider des pièces sans former de porosités. Ce manque de fusion est visible sur la figure 26.b pour l'échantillon élaboré avec la plus faible densité volumique d'énergie de 101 J/mm^3 . L'échantillon le plus dense ($E_v=202$ J/mm^3) est présenté figure 26.a à titre de comparaison.

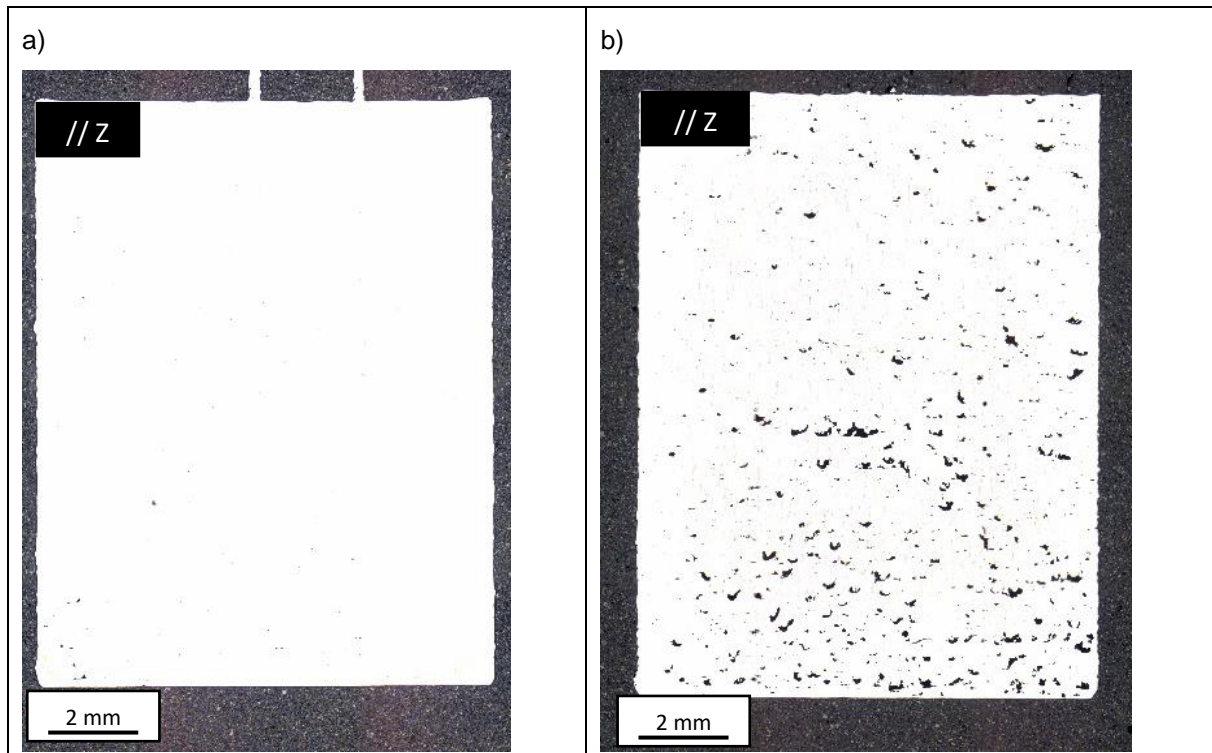


Figure 26 Observations au MO de deux coupes longitudinales ($//Z$) d'échantillons d'aciers 316L élaborés avec une densité volumique d'énergie de a) 202 J/mm^3 et b) 101 J/mm^3 .

Pour l'échantillon le moins dense, de nombreuses porosités sont réparties de façon homogène dans la matrice. Elles sont très majoritairement de formes irrégulières et allongées perpendiculairement à la direction de construction. Elles témoignent d'un manque de fusion des particules de poudre de la « couche n » lors du passage du faisceau laser entraînant la formation de pores entre les couches n et n+1. Leurs tailles peuvent atteindre une centaine de micromètres pour l'échantillon le moins dense et une dizaine de micromètres pour le matériau le plus dense. La densité diminue également pour E_v au-dessus de 280 J/mm^3 . Dans ce cas de figure, la densité volumique d'énergie est au contraire très élevée. Une hypothèse est proposée pour expliquer cette tendance. Lorsque l'énergie déposée est élevée, la matière commence à fondre sous le faisceau laser puis la vaporisation de l'acier commence lorsque de hautes températures sont atteintes dans le bain liquide [61]. Dans le cas d'une vaporisation excessive, la vapeur exerce une pression sur la surface fondue. La pression de vapeur accélère la fusion et crée un perçage du bain liquide appelé « Keyhole » (figure 27) [123].

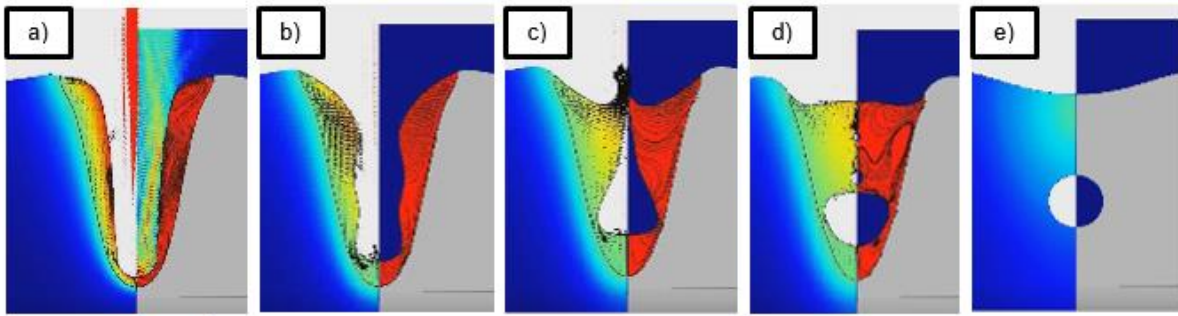


Figure 27 Différentes étapes du mode « keyhole » : a) formation d'un bain de fusion profond/perçage du bain liquide - b),c),d) Refroidissement et solidification - e) état final : porosité piégée en bas du bain de fusion [124].

Le bain de fusion créé est alors plus profond. Lors du refroidissement et solidification de ce bain de fusion, l'argon utilisé comme gaz de protection se retrouve piégé en bas du bain de fusion, ce qui engendre la formation d'une porosité dans la pièce finale. L'effet « keyhole » pourrait être à l'origine de cette diminution de densité pour des densités volumiques d'énergie supérieures à 278 J/mm^3 .

III.3.3 Influence de HD, puissance, et vitesse de balayage

Les densités volumiques d'énergie de 123 J/mm^3 et 370 J/mm^3 (figure 25) ne sont pas comprises dans l'intervalle optimal [$168\text{-}278 \text{ J/mm}^3$]. Pourtant les densités mesurées pour ces deux densités volumiques d'énergie sont bonnes puisqu'elles atteignent environ $7,92 \text{ g/cm}^3$. Ces deux valeurs de densités volumiques d'énergie correspondent à des valeurs de HD respectives de $90 \mu\text{m}$ et $30 \mu\text{m}$. Le graphique présenté en figure 28 montre l'évolution de la densité en fonction de HD à puissance et vitesse fixées ($P = 150 \text{ W}$ et $V = 675 \text{ mm/s}$).

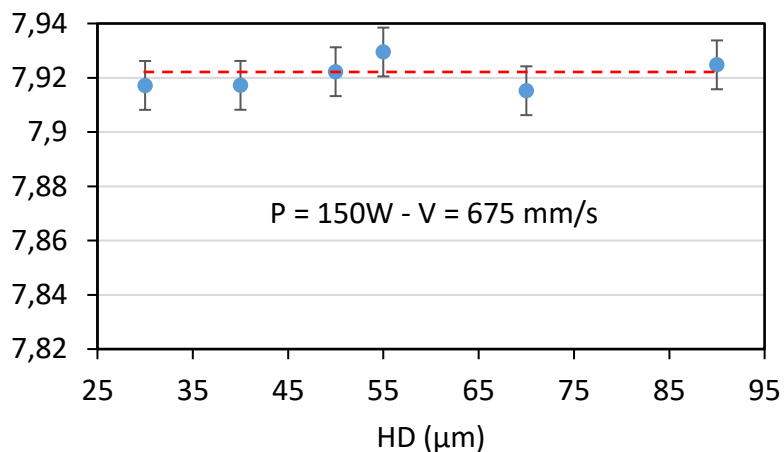


Figure 28 Evolution de la densité (g/cm^3) en fonction de HD avec $P = 150 \text{ W}$ et $V = 675 \text{ mm/s}$.

En tenant compte de la dispersion des résultats, la variation de HD entre 30 et 90 μm n'a aucune incidence sur la densité de l'acier 316L élaboré par SLM. Dans cet intervalle de valeur, le recouvrement des cordons n'a pas d'influence sur la densité du matériau pour les HD comprises entre 30 et 90 μm . La densité reste en effet constante à $7,92 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ quelle que soit la HD utilisée entre 30 et 90 μm . Ce résultat rejoint celui de Liverani et al. [42] qui n'observent aucune variation de la densité lorsque la HD est modifiée de 50 à 70 μm . Ce résultat démontre également que la densité volumique d'énergie n'est pas adaptée pour décrire l'influence de HD sur la densité des pièces.

Les évolutions des densités des pièces en acier 316L en fonction de la puissance (HD et V fixées) et de la vitesse (HD et P fixées) sont représentées figure 29 et figure 30.

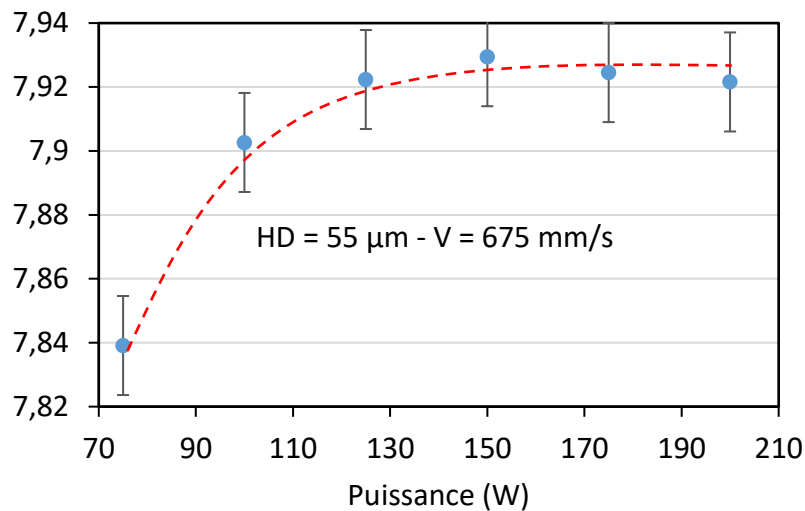


Figure 29 Evolution de la densité (g/cm^3) en fonction de P avec $V = 675 \text{ mm/s}$ et $HD = 55 \mu\text{m}$.

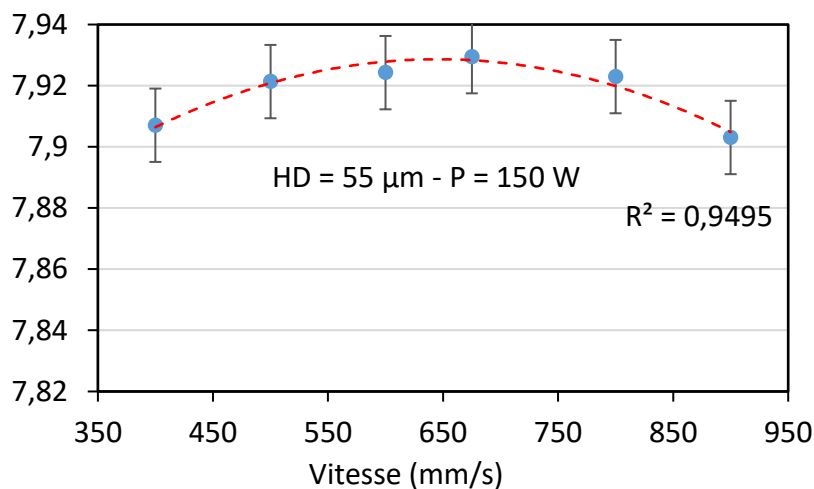


Figure 30 Evolution de la densité (g/cm^3) en fonction de V avec $P = 150 \text{ W}$ et $HD = 55 \mu\text{m}$.

A vitesse et HD fixées ($V = 675 \text{ mm/s}$ et $HD = 55 \text{ }\mu\text{m}$), la densité augmente avec la puissance jusqu'à atteindre un palier à $7,92 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ pour une puissance supérieure à 125 W (figure 29). Pour une puissance laser de 75 W, la densité mesurée est de $7,84 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$. Pour les puissances inférieures à 125 W, l'énergie déposée est relativement faible pour fusionner toutes les particules de poudre. En conséquence, le matériau final se retrouve composé de porosités liées au manque de fusion comme en témoigne la figure 26.b pour une puissance de 75 W.

La courbe de la densité en fonction de la vitesse de balayage à P et HD fixées ($P = 150 \text{ W}$ et $HD = 55 \text{ }\mu\text{m}$) évolue de façon parabolique (figure 30). Les vitesses extrêmes de 400 mm/s et 900 mm/s conduisent à une densité de $7,90 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$. L'extremum est atteint pour une vitesse de 675 mm/s et une densité de $7,93 \text{ g/cm}^3$. Lorsque la vitesse de balayage est trop rapide, la fusion totale des particules de poudre ne se produit pas et certaines particules peuvent être éjectées par le passage rapide du faisceau laser. A l'opposé, lorsque la vitesse de balayage est lente, l'énergie déposée est plus élevée, ce qui favorise la formation de fusion de type « Keyhole ». Une vitesse intermédiaire est donc à privilégier pour optimiser la densité du matériau final.

Compte tenu de ces résultats, une HD comprise entre 30 et 90 μm , une puissance supérieure à 125 W et une vitesse comprise entre 400 et 900 mm/s sont nécessaires pour obtenir une densité relative supérieure à 99%.

III.4 Influence des paramètres SLM sur la microstructure

Sur l'ensemble de la plage paramétrique précédente, sept jeux de paramètres ont été sélectionnés pour évaluer les interactions paramètres procédé (P, V et HD) – microstructure – propriétés mécaniques.

L'objectif est d'évaluer l'effet d'une variation des valeurs affectées à certains paramètres par rapport aux valeurs fournies par le constructeur sur les propriétés microstructurales et les propriétés en traction. Les paramètres permettant l'élaboration d'un acier avec la densité optimale, qui sont aussi les paramètres donnés par le constructeur, servent de référence. Les paramètres du procédé SLM étudiés sont définis autour de ces paramètres optimaux pour la densité :

- $E_v=101 \text{ J/mm}^3$: échantillon ayant la moins bonne densité et la plus faible puissance **P= 75 W**,
- $E_v=123 \text{ J/mm}^3$: plus grande valeur de HD : **90 μm** ,
- $E_v=152 \text{ J/mm}^3$: vitesse de balayage la plus élevée **V= 900 mm/s**,
- **$E_v=202 \text{ J/mm}^3$: densité optimale (P= 150 W, V= 675 mm/s et HD = 55 μm)**,
- $E_v=269 \text{ J/mm}^3$: puissance la plus élevée **P= 200 W**,
- $E_v=341 \text{ J/mm}^3$: vitesse de balayage la plus faible **V= 400 mm/s**,
- $E_v=370 \text{ J/mm}^3$: plus faible **HD : 30 μm** .

Les propriétés microstructurales observées sur les matériaux consolidés sont les tailles des grains et des cellules, et la texture cristallographique. Quelle que soit la densité volumique d'énergie utilisée, les échantillons en acier inoxydable 316L élaborés dans cette étude par SLM présentent de nombreux points en commun. Ils sont en effet tous constitués d'une structure 100 % austénitique cubique à faces centrées. Ils présentent ensuite tous une texture $\langle 101 \rangle$ plus ou moins prononcée le long de la direction de construction. Leurs grains sont colonnaires et sont constitués d'une sous-structure cellulaire sub-micrométrique avec des tailles différentes selon la densité volumique d'énergie appliquée (figure 31).

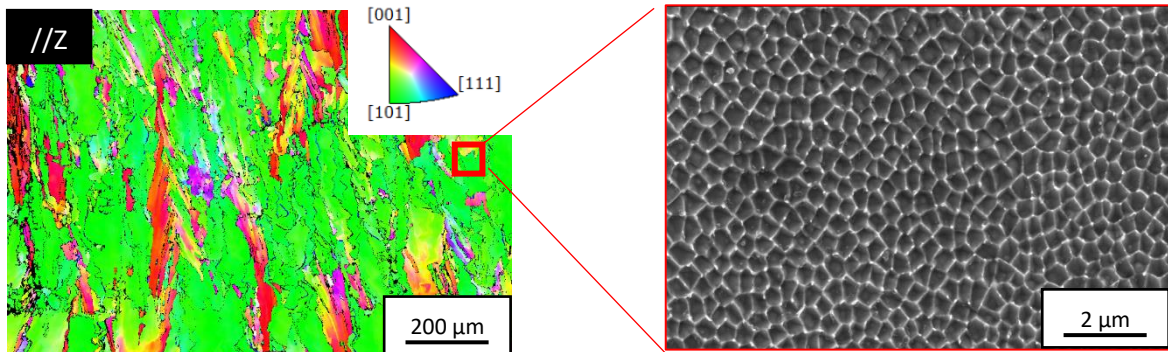


Figure 31 Acier 316L élaboré avec $E_v=202 \text{ J/mm}^3$. IPF // à la direction de construction Z. L'acier 316L est texturé $\langle 101 \rangle$. Les grains sont constitués d'une sous-structure cellulaire sub-micrométrique.

III.4.1 Taille des grains

L'évolution de la taille des grains (longueur et largeur) en fonction de la densité volumique d'énergie appliquée est tracée sur la figure 32.

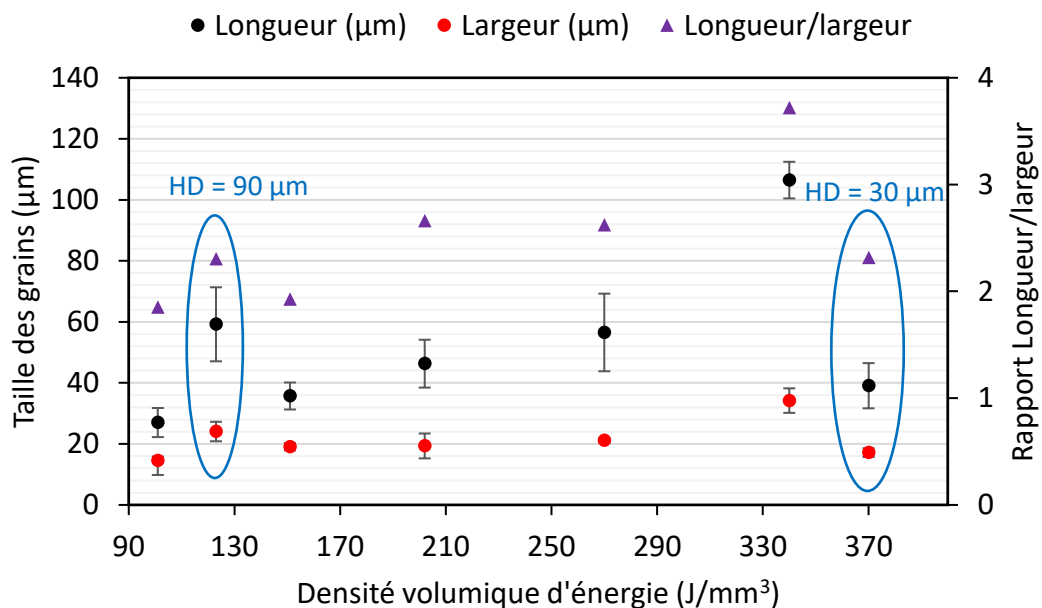


Figure 32 Evolution de la taille des grains en fonction de la densité volumique d'énergie.

La densité volumique d'énergie prend en compte les variations des trois paramètres d'étude à savoir la puissance, la vitesse de balayage et HD. On constate dans l'ensemble un grossissement de la taille des grains lorsque la densité volumique d'énergie croît. Les longueurs et largeurs minimales des grains, respectivement 27 μm et 15 μm , sont atteintes pour la plus petite densité volumique d'énergie de 101 J/mm^3 . La longueur et la largeur maximale des grains, respectivement 106 μm et 34 μm , sont atteintes pour une densité volumique d'énergie de 340 J/mm^3 . Le rapport longueur/largeur passe de 1,9 pour la plus faible densité volumique d'énergie appliquée à 3,7 pour une densité volumique d'énergie de 340 J/mm^3 . On a bien un grossissement de la taille grain avec la densité volumique d'énergie. La largeur semble cependant moins affectée à une variation de la densité volumique d'énergie que la longueur des grains.

Deux points ne suivent pas la tendance croissante de la taille des grains en fonction de la densité volumique d'énergie. Ces deux points correspondent à des densités volumiques d'énergie de 123 et 370 J/mm^3 , respectivement pour une HD de 90 et 30 μm . De même que pour la densité des pièces, ce résultat démontre que la densité volumique d'énergie n'est pas une grandeur adaptée pour décrire l'influence de HD sur la taille des grains car elle n'évolue pas dans le même sens que les paramètres P et V. L'influence du processus de refusion des bains de fusion sur le gradient thermique est à prendre en compte pour décrire l'effet de HD sur la taille des grains. La densité volumique d'énergie ne tient pas compte de ce mécanisme de refusion.

La densité volumique d'énergie n'est pas directement contrôlée mais résulte de la combinaison de quatre paramètres de fabrication. Les évolutions des tailles des grains en fonction des trois paramètres d'étude (puissance, vitesse de balayage et HD) sont étudiées indépendamment et sont représentées figure 33, figure 35, et figure 37. La variation de chacun de ces trois paramètres engendre une modification de la taille des grains. Pour les paramètres de référence permettant d'obtenir l'acier le plus dense, la longueur et la largeur des grains sont égales à 46 μm et 19 μm .

A HD et vitesse de balayage fixées, la taille des grains augmente avec la puissance (figure 33 et figure 34).

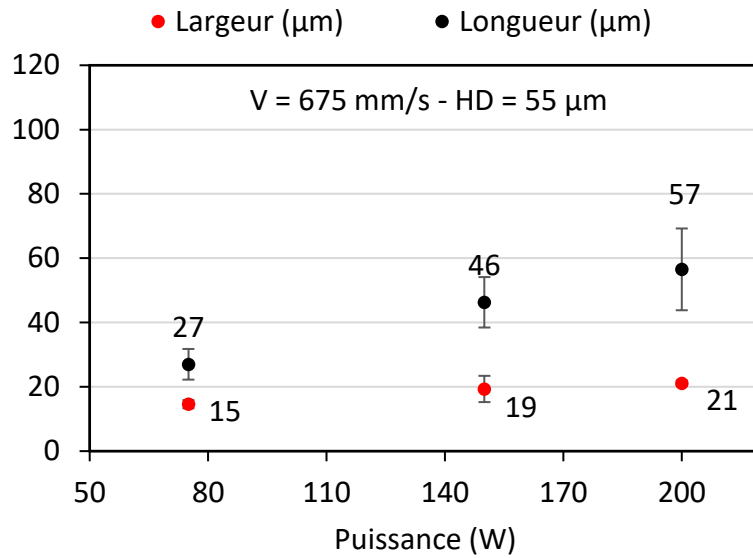


Figure 33 Evolution de la taille des grains en fonction de P avec $V = 675 \text{ mm/s}$ et $HD = 55 \mu\text{m}$.

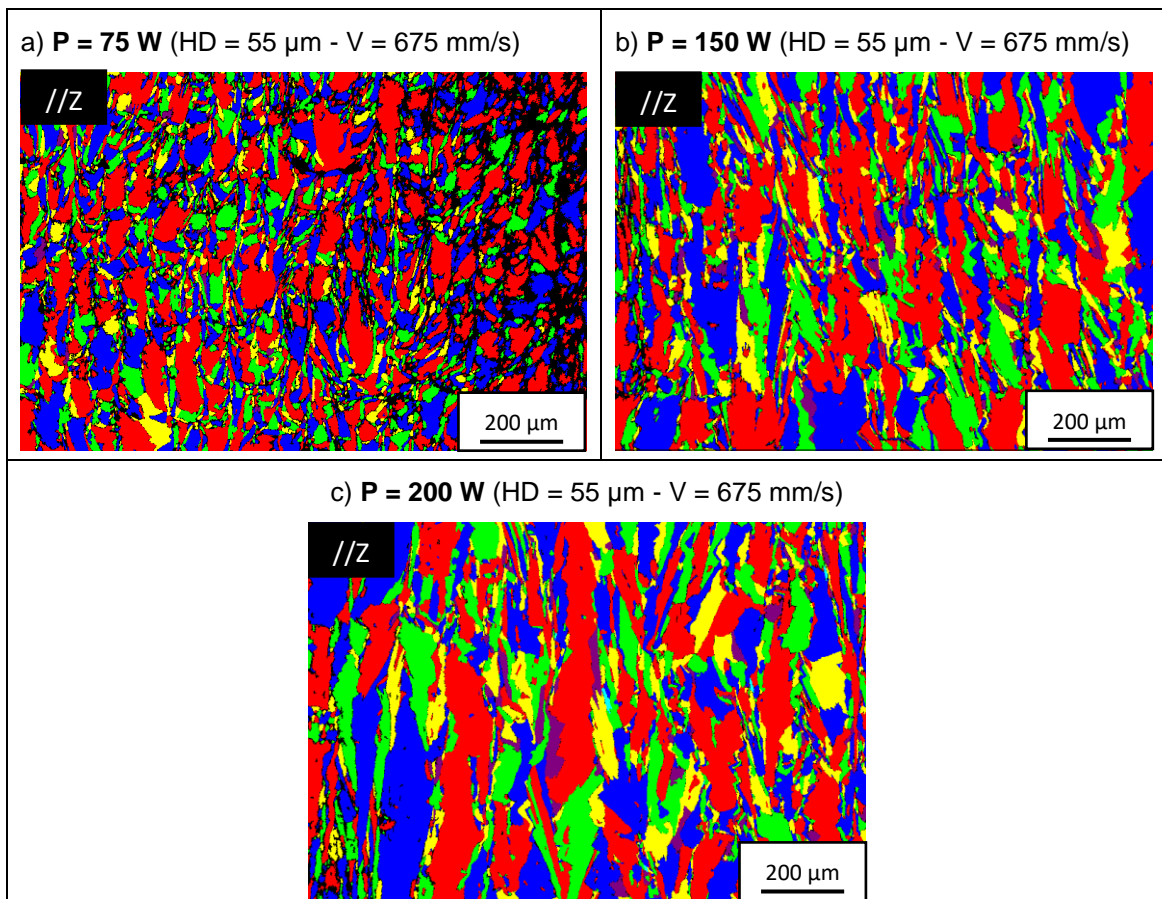


Figure 34 Images EBSD représentant les grains en fonction de P avec $V = 675 \text{ mm/s}$ et $HD = 55 \mu\text{m}$. a) $P = 75 \text{ W}$, b) $P = 150 \text{ W}$ et c) $P = 200 \text{ W}$.

Augmenter la puissance de 75 W à 200 W entraîne un grossissement de la taille des grains. La longueur des grains passe ainsi de 27 μm à 57 μm et la largeur de 15 à 21 μm .

A HD et puissance laser fixées, l'allongement des grains le long de la direction de construction diminue avec la vitesse de balayage (figure 35 et figure 36).

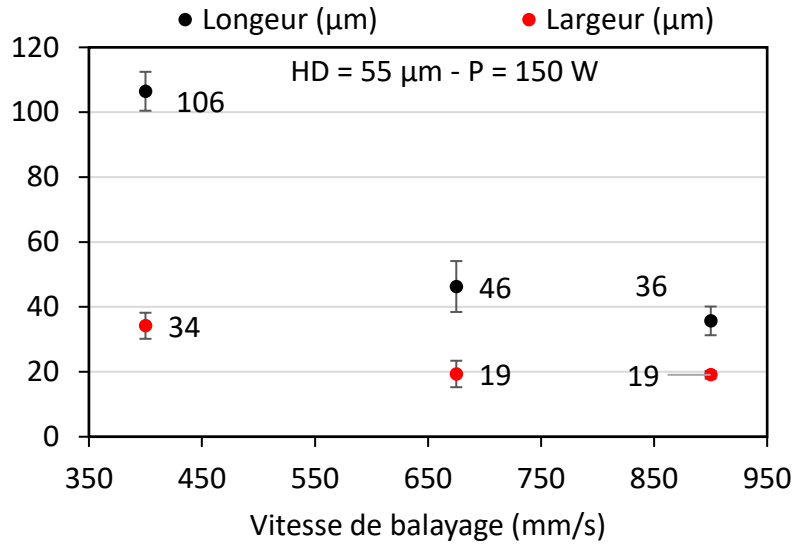


Figure 35 Taille des grains en fonction de V avec P = 150 W et HD = 55 μm .

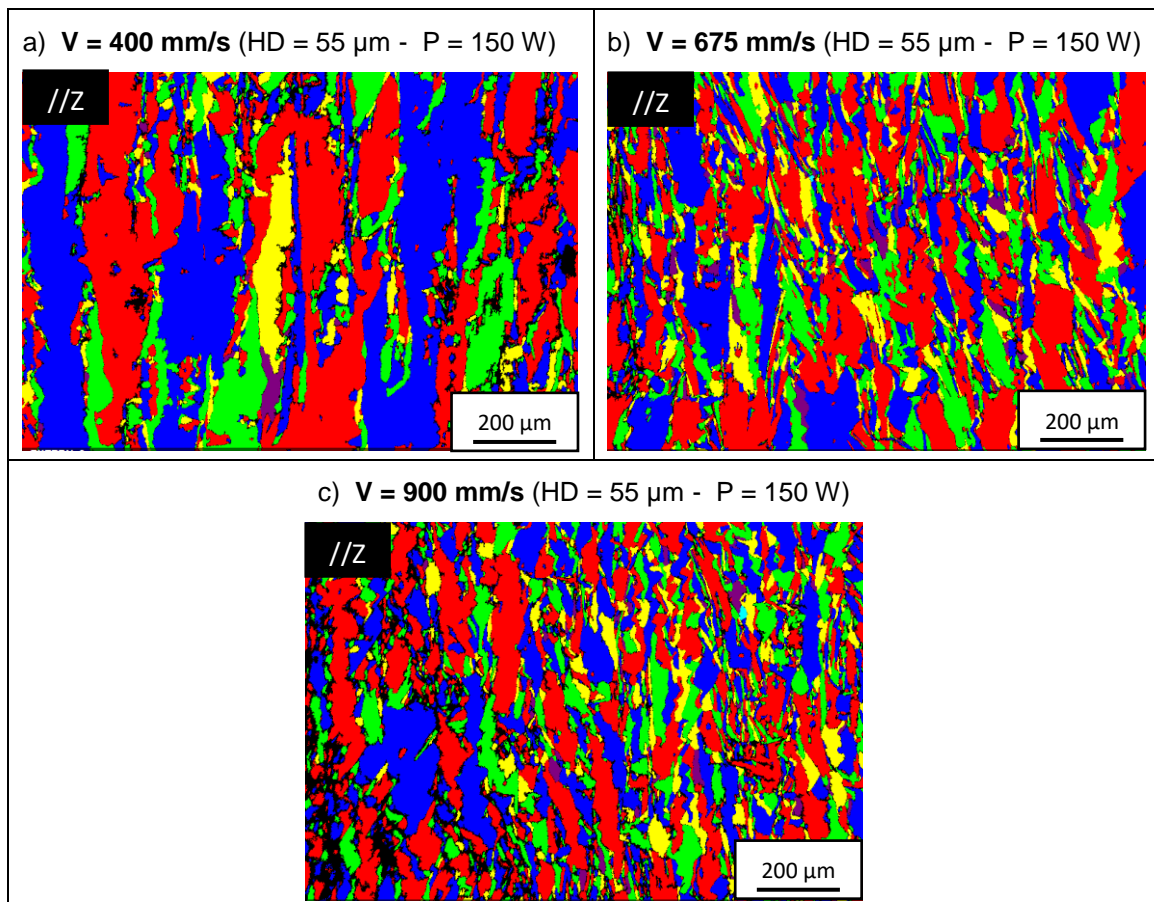


Figure 36 Images EBSD représentant les grains en fonction de V avec P = 150 W et HD = 55 μm . a) V = 400 mm/s, b) V = 675 mm/s et c) V = 900 mm/s.

Pour une vitesse de balayage de 400 mm/s la longueur et la largeur des grains mesurent respectivement 106 μm et 34 μm contre 36 μm et 19 μm pour une vitesse de 900 mm/s.

Augmenter la puissance ou diminuer la vitesse de balayage revient à augmenter la densité volumique d'énergie E_v . D'après les premiers résultats, la longueur et la largeur des grains augmentent avec la densité volumique d'énergie. Le gradient thermique à l'interface solide/liquide est le facteur majeur contrôlant la croissance colonnaire des grains [62]. Plus la densité volumique d'énergie déposée est élevée, c'est-à-dire plus la puissance est élevée et la vitesse de balayage faible, et plus la zone affectée thermiquement est profonde. En conséquence, le gradient thermique s'étire sur une profondeur plus élevée, ce qui conduit à la formation de grains de plus en plus colonnaires.

Diminuer la HD revient également à augmenter la densité volumique d'énergie E_v . On s'attend ainsi à une tendance similaire à celle observée lorsque la puissance augmente et la vitesse de balayage diminue, c'est-à-dire à un grossissement des grains lorsque la HD diminue. Or ce n'est pas le cas dans notre étude. D'après la figure 37, à puissance et vitesse de balayage fixées, lorsque la HD diminue de 90 à 30 μm , c'est-à-dire lorsque la densité d'énergie augmente de 123 à 370 J/mm^3 , la taille des grains diminue. En effet, la longueur décroît de 59 μm à 39 μm et la largeur de 24 à 17 μm .

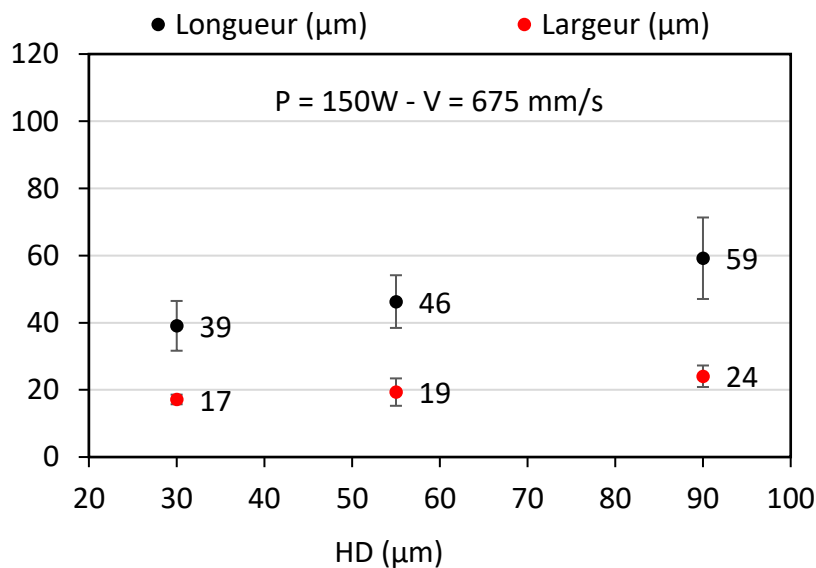


Figure 37 Taille des grains en fonction de HD avec $P = 150 \text{ W}$ et $V = 675 \text{ mm/s}$.

La figure 38 présente les images EBSD des grains pour une HD de 30 μm et 90 μm , soit une densité volumique d'énergie respective de 370 et 123 J/mm^3 .

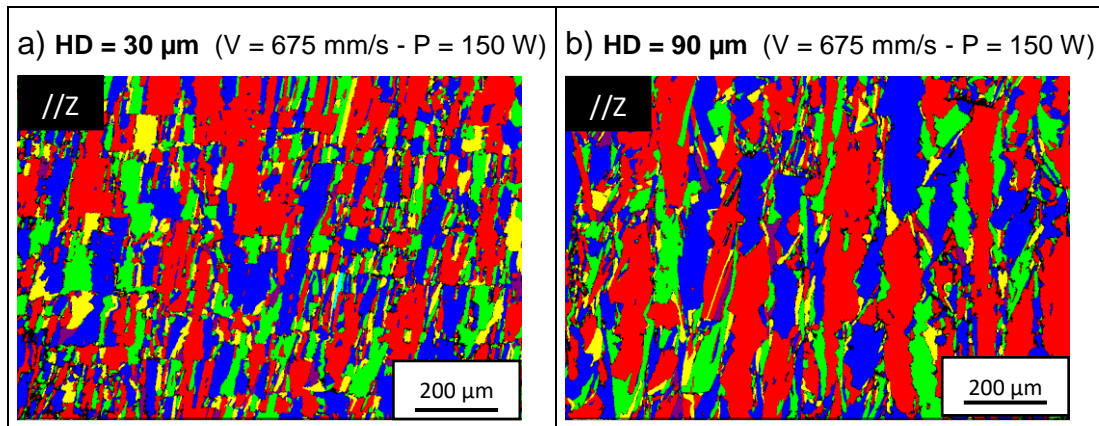


Figure 38 Images EBSD représentant les grains pour a) $E_v = 370 \text{ J/mm}^3$ ($HD = 30 \mu\text{m}$) et b) $E_v = 123 \text{ J/mm}^3$ ($HD = 90 \mu\text{m}$).

On visualise nettement la différence de taille de grains entre les deux valeurs de HD. Les grains sont plus petits et se caractérisent par une structure colonnaire moins marquée lorsque la distance entre deux traits lasers successifs est de 30 μm .

Plus les traits lasers sont proches et plus le recouvrement des bords de fusion est important. Une refusion locale de plus de la moitié du bain (environ 70 %) a lieu pour une HD de 30 μm sur la figure 39.a.



Figure 39 Images MO illustrant le recouvrement des bords de fusion pour a) $E_v=370 \text{ J/mm}^3$ ($HD=30 \mu\text{m}$) et b) $E_v=123 \text{ J/mm}^3$ ($HD=90 \mu\text{m}$).

Un ancien bain de fusion est donc fusionné successivement trois fois au minimum pour une HD de 30 μm et seulement une fois pour une HD de 90 μm (figure 39.b). Le gradient thermique est le moteur de la croissance colonnaire des grains. Pour une HD de 30 μm , les fusions successives d'un même bain altèrent la direction du gradient thermique. Ce dernier n'est plus dirigé du bas vers le haut de la pièce comme pour une HD de 90 μm mais à tendance à s'incliner (de droite à gauche sur la figure 39.a) en direction des refusions progressives du bain de fusion pour une HD de 30 μm . Le gradient thermique et le front de solidification sont donc inclinés, ce qui rend difficile la croissance colonnaire par épitaxie le long de la direction de construction. Au contraire, lorsque la HD est de 90 μm , le recouvrement entre deux bords de fusion voisins représente moins de 10 % (figure 39.b). Le gradient thermique orienté le long de la direction de construction est donc moins altéré par la refusion et a le temps de se

propager du bas vers le haut de la pièce. Les grains sont ainsi plus gros et colonnaires pour une HD de 90 μm .

III.4.2 Texture cristallographique

Les grains des aciers 316L élaborés par SLM sont texturés $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction Z indépendamment du paramètre d'étude. Ils présentent une texture de type fibre α comme illustré sur la figure 40 avec des intensités de texture différentes selon la densité volumique d'énergie appliquée.

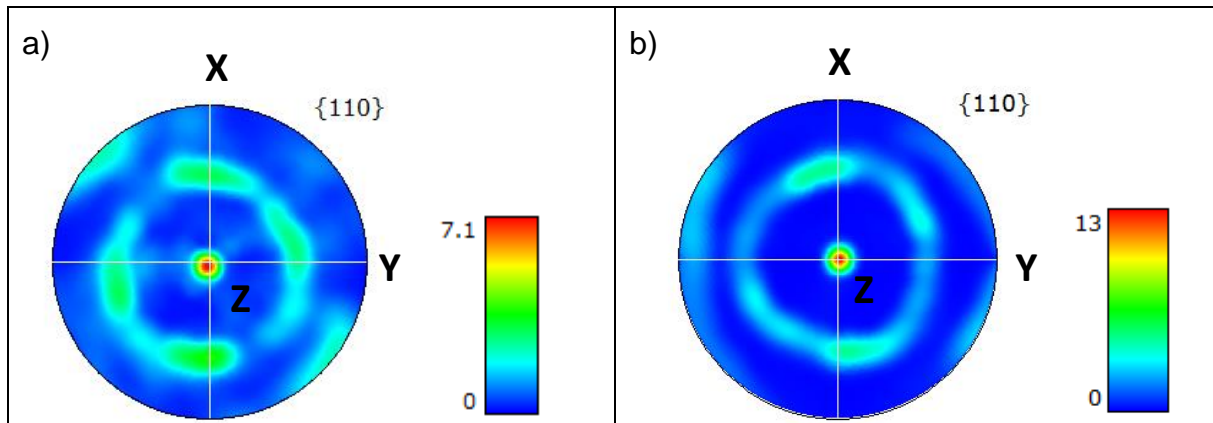


Figure 40 Figures de pôle $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction Z a) $E_v = 123 \text{ J/mm}^3$ ($HD = 90 \mu\text{m}$) et b) $E_v = 340 \text{ J/mm}^3$ ($V = 400 \text{ mm/s}$).

L'évolution de l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction en fonction de la densité volumique d'énergie est décrite figure 41.

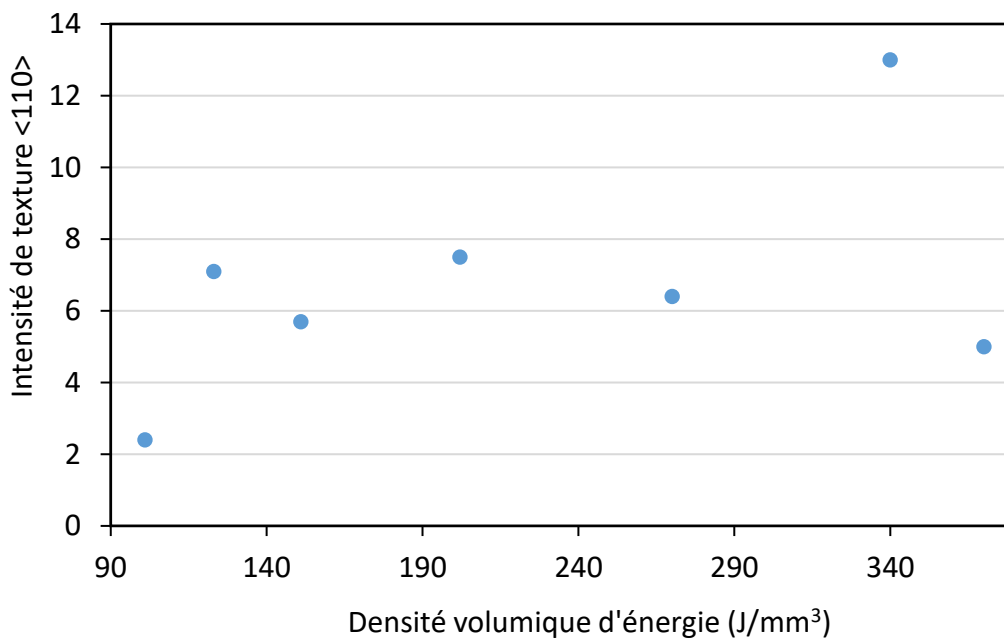


Figure 41 Intensité de la texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction en fonction de la densité volumique d'énergie.

La tendance de la courbe est similaire à celle représentant la taille des grains en fonction de la densité volumique d'énergie figure 32. La taille des grains et la texture le long de la direction de construction sont étroitement liées comme le montre la figure 42.

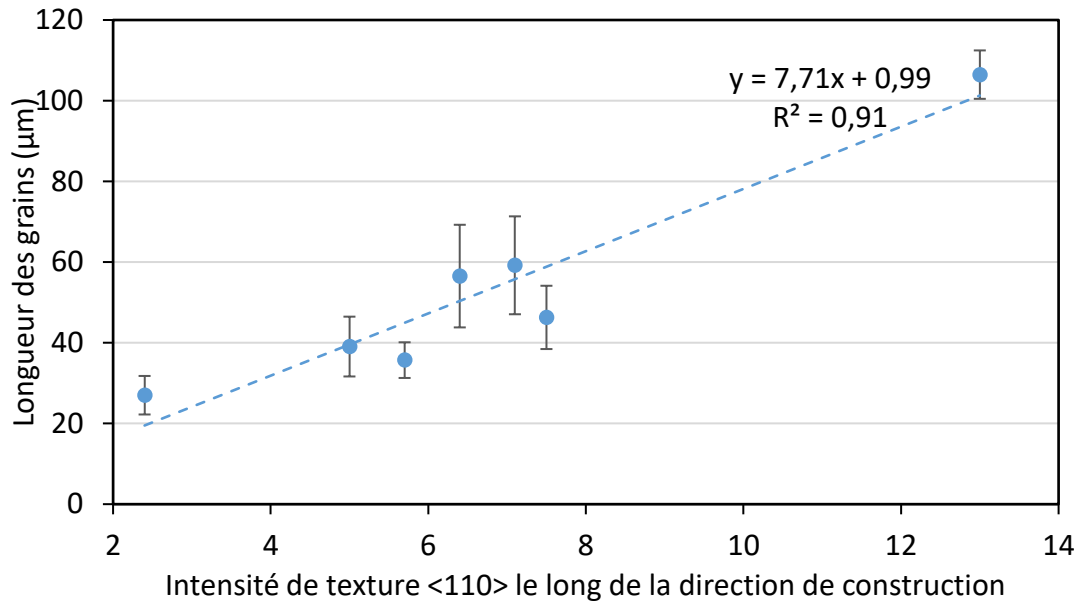


Figure 42 Longueur des grains en fonction de l'intensité de texture <110>.

L'intensité de texture croît linéairement avec la longueur des grains. La texture <110> le long de la direction de construction est plus marquée lorsque les grains sont colonnaires. La taille des grains est gouvernée par le gradient thermique. Plus la densité volumique d'énergie est élevée et plus le gradient thermique s'étend sur une plus grande profondeur. Le gradient thermique est orienté du bas vers le haut de la pièce, ce qui favorise la croissance de grains colonnaires. Cette dernière se fait par épitaxie à travers les bains de fusion, ce qui permet de conserver l'orientation cristallographique des grains. Ce constat est vrai excepté pour les variations de HD. Ce dernier paramètre modifie en effet l'orientation et l'intensité du gradient thermique du fait des refusions successives des bains de fusion comme observé précédemment. Plus la HD augmente (plus la densité volumique d'énergie diminue) et plus les grains sont colonnaires et texturés.

III.4.3 Taille des cellules

L'évolution de la taille des cellules en fonction de la densité volumique d'énergie est présentée sur la figure 43.

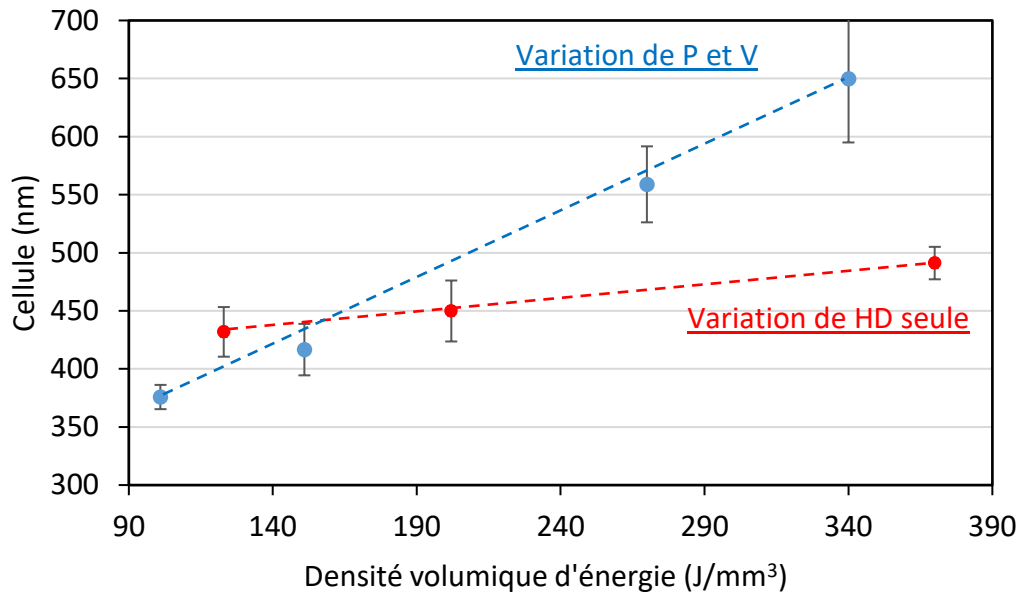


Figure 43 Diamètre des cellules en fonction de la densité volumique d'énergie.

La densité volumique d'énergie permet d'apprécier les variations combinées des trois paramètres d'étude. On constate dans l'ensemble un grossissement de la taille des cellules lorsque la densité volumique d'énergie croît. La figure 43 présente, d'une part, l'influence de la variation des paramètres P et V et, d'autre part, celle de HD sur la taille des cellules. Pour une meilleure interprétation de ce graphique, on différencie l'influence de P et V de celle de HD sur la taille des cellules sur la figure 43.

Si on considère seulement l'influence de P et V, on constate une croissance linéaire de la taille des cellules avec la densité volumique d'énergie. Les cellules croissent de 376 nm à 650 nm pour une augmentation de E_v de 101 à 340 J/mm³. Le diamètre de cette sous-structure λ est contrôlé par la vitesse de refroidissement [63,64,89]. Elle est reliée à la vitesse locale de refroidissement V_{ref} par l'équation (4) [60] :

$$\lambda = 80.V_{ref}^{-0.33} \quad (4)$$

D'après l'équation (4), pour une densité d'énergie comprise entre 101 à 340 J/mm³, la vitesse de refroidissement diminue de $1,13 \cdot 10^7$ K/s à $2,16 \cdot 10^6$ K/s. Si on considère ensuite l'influence de HD à travers la densité volumique d'énergie, on remarque également une croissance linéaire de la taille des cellules en fonction de la densité d'énergie. La taille des cellules croit de 432 à 491 nm pour une variation de E_v de 123 à 370 J/mm³. D'après l'équation (4), sur cet

intervalle de densité d'énergie la vitesse de refroidissement diminue légèrement de $7,44 \cdot 10^6$ K/s à $5,05 \cdot 10^6$ K/s.

Augmenter la puissance laser, ou diminuer la vitesse de balayage et/ou la HD revient à augmenter la densité volumique d'énergie. Cette augmentation induit une diminution de la vitesse de refroidissement, ce qui favorise la croissance de la taille des cellules. D'après les valeurs des coefficients directeurs des deux droites (0,24 pour HD et 1,17 pour P et V) et des valeurs de vitesses de refroidissement estimées dans chacun des cas, l'impact d'une variation de HD sur la vitesse de refroidissement est plus faible que celui de P et V réunis. Diminuer la HD de 90 à 30 μm (E_v de 123 à 370 J/mm^3) entraîne une faible diminution de la vitesse de refroidissement ($\Delta V_{\text{ref}} = 2,39 \cdot 10^6$ K/s) et donc une plus faible croissance de la taille des cellules par rapport à une variation de P de 125 W ou à une variation de V de 500 mm/s ($\Delta V_{\text{ref}} = 9,14 \cdot 10^6$ K/s).

Les évolutions de la taille des cellules sub-micrométriques en fonction des trois paramètres d'étude (puissance, vitesse de balayage et HD) sont présentées séparément sur la figure 44.

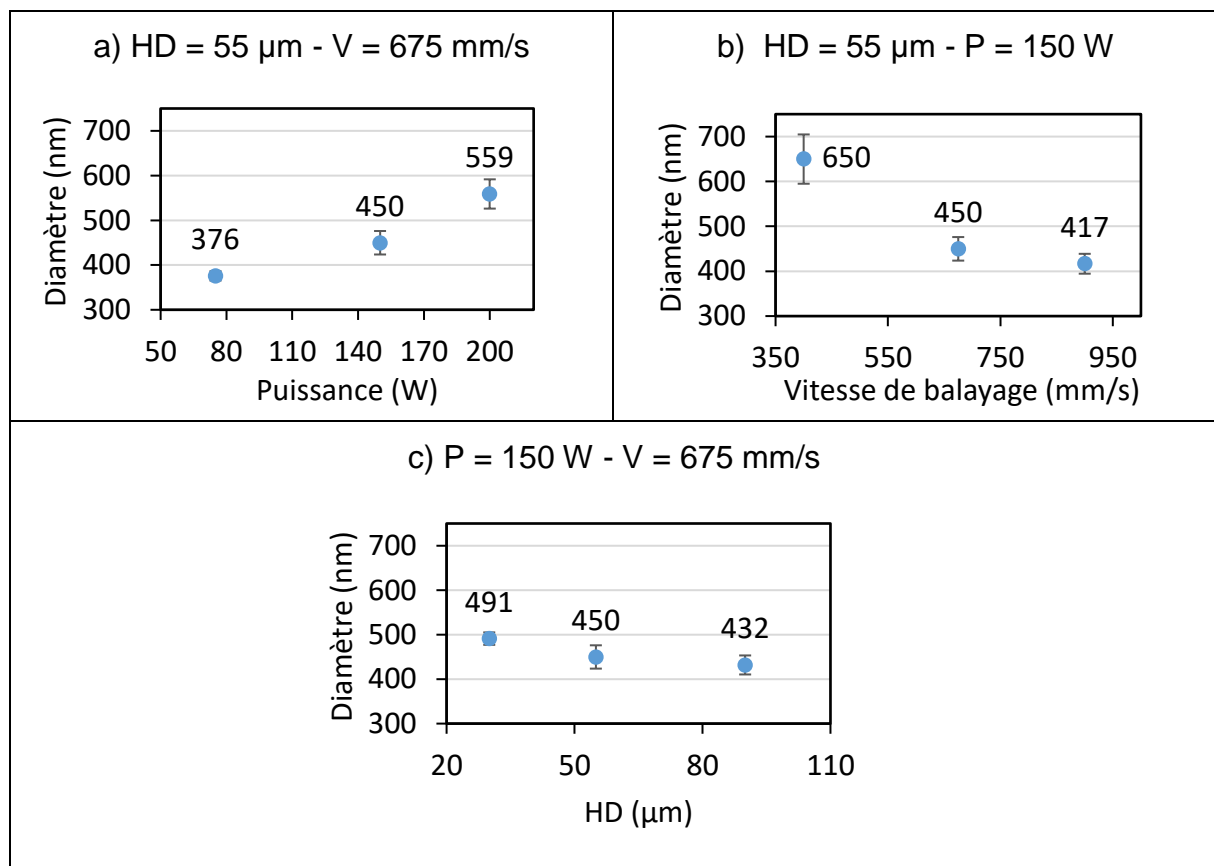


Figure 44 Diamètre des cellules en fonction des paramètres SLM a) puissance laser (V et HD fixées), b) vitesse de balayage (P et HD fixées) et c) Hatching distance (P et V fixées).

La variation de chacun de ces trois paramètres engendre une modification plus ou moins importante de la taille des cellules. La taille des cellules est égale à 450 nm pour les paramètres de référence utilisés pour élaborer l'acier le plus dense. A HD et vitesse de

balayage fixées, la taille des cellules augmente avec la puissance. Elle croît de 376 à 559 nm lorsque la puissance laser passe de 75 W à 200 W (figure 44.a). Une augmentation de la vitesse de balayage, à HD et puissance fixées, entraîne une diminution de la taille des cellules. Celles-ci décroissent de 650 à 417 nm lorsque la vitesse de balayage augmente de 400 à 900 mm/s. La variation de HD, à puissance et vitesse fixées, entraîne une légère modification de la taille des cellules par rapport à une variation de la puissance ou de la vitesse de balayage. En augmentant la HD de 30 à 90 μm , le diamètre des cellules augmente de 491 à 432 nm. Faire croître la puissance, diminuer la vitesse de balayage ou la HD conduit donc à une croissance de la taille des cellules.

III.5 Influence des paramètres SLM sur les propriétés en traction

III.5.1 Influence de P, V et HD

Le tableau 9 regroupe l'ensemble des résultats des essais de traction, en fonction des paramètres d'étude (P, V et HD), réalisés sur les éprouvettes élaborées dans le sens (//Z).

| Condition | R_m (MPa) | | $R_{p0,2}$ (MPa) | | $A_{rupture}$ (%) | |
|---|-------------------------------|--------------|--------------------------------|--------------|------------------------------|--------------|
| | (//Z) | (\perp Z) | (//Z) | (\perp Z) | (//Z) | (\perp Z) |
| Norme RCC-MRx | | | | | | |
| Valeurs minimales | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 |
| Normes ASTM A666-15/A240 [76] | | | | | | |
| Valeurs minimales | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 |
| Acier forgé [109] | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 |
| P = 150 W | | | | | | |
| V = 675 mm/s | 575\pm5,4 | - | 533\pm24,5 | - | 84\pm3,8 | - |
| HD = 55 μm | | | | | | |
| P = 75 W | 596 \pm 3,2 | - | 535 \pm 8,1 | - | 38 \pm 10 | - |
| P = 200 W | 559 \pm 7,9 | - | 504 \pm 15,8 | - | 76 \pm 6,2 | - |
| V = 400 mm/s | 565 \pm 9 | - | 523 \pm 16,7 | - | 88 \pm 5,8 | - |
| V = 900 mm/s | 576 \pm 4 | - | 526 \pm 9,4 | - | 71 \pm 8,3 | - |
| HD = 30 μm | 553 \pm 11 | - | 489 \pm 4,8 | - | 67 \pm 9 | - |
| HD = 90 μm | 582 \pm 3,5 | - | 535 \pm 11,8 | - | 85 \pm 5,9 | - |

Tableau 9 Résultats des essais de traction en fonction des paramètres P, V et HD.

Les essais de traction ont été réalisés sur des échantillons construits uniquement parallèlement à la direction de construction (//Z) car cette orientation donne de moins bonnes propriétés en traction [54]. On se place donc dans les conditions les plus défavorables. Les paramètres du procédé SLM de référence conduisent à un $R_{p0,2}$ de 533 MPa, un R_m de 575 MPa et un allongement à la rupture de 84 %. Ces résultats sont bien au-dessus des valeurs requises par la norme RCC-MRx ($R_{p0,2} = 190$ MPa, $R_m = 490$ MPa, et $A_{rupture} = 45$ %) et comparables à ceux d'un acier 316 forgé ($R_{p0,2} = 270$ MPa, $R_m = 611$ MPa et $A_{rupture} = 74$ %) [109]. La résistance

mécanique maximale et l'allongement à la rupture sont du même ordre de grandeur que ceux mesurés sur un acier 316L forgé. En revanche, la limite d'élasticité de l'acier élaboré par SLM est deux fois plus élevée que celle mesurée sur un acier forgé.

- Effet de la puissance :

Une diminution de la puissance laser de 150 W à 75 W diminue drastiquement l'allongement à la rupture qui atteint 38 %. Cette valeur est inférieure aux spécifications préconisées par les normes RCC-MRX et ASTM A240. Cette diminution est liée au taux de porosités dans le matériau. En effet, les porosités réduisent l'allongement à la rupture. Lors de sollicitations mécaniques, ces porosités induisent des zones de fortes concentrations de contraintes qui mènent à une rupture prématurée de l'éprouvette [42,65]. La densité obtenue pour l'acier élaboré avec une puissance de 75 W est de 7,84 g/cm³, valeur bien inférieure aux résultats obtenus dans les conditions de référence.

La figure 45 présente le facies de rupture d'une éprouvette élaborée avec une puissance de 75 W. Les observations montrent clairement la présence de zones poreuses liées au manque de fusion lors de l'élaboration.

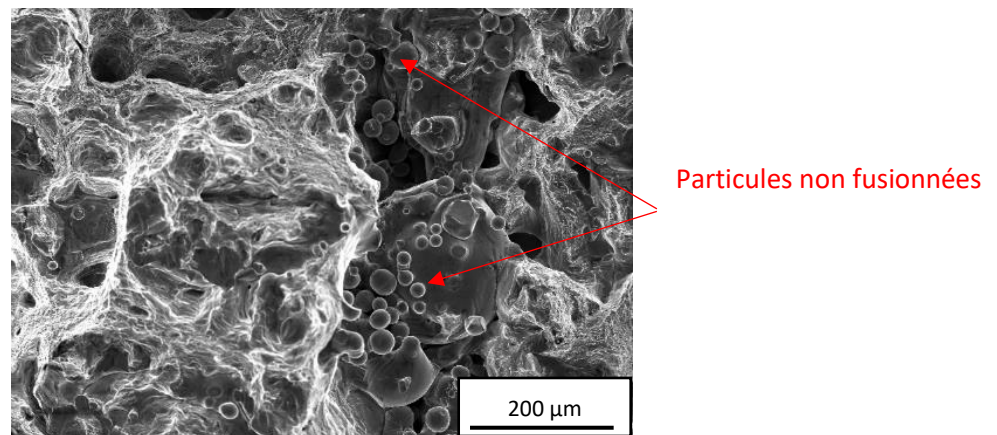


Figure 45 Facies de rupture d'une éprouvette élaborée avec une puissance de 75 W.

En constituant des sites préférentiels pour l'initiation et la propagation de fissures lors de sollicitations mécaniques, ces zones augmentent la sensibilité du matériau à l'endommagement. Malgré la diminution de l'allongement à la rupture pour cette puissance de 75 W, la limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale restent similaires aux valeurs mesurées sur le matériau obtenu avec les paramètres de référence. Dans les conditions testées, l'évolution du taux de porosités n'a donc pas d'incidence significative sur la limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale du matériau élaboré.

De même, une augmentation de la puissance à 200 W n'entraîne pas de modification significative des résultats obtenus en traction.

- Effet de la vitesse de balayage :

Dans les conditions testées, les résultats montrent que la vitesse de balayage n'a d'influence significative ni sur la limite d'élasticité, ni sur la résistance mécanique maximale de l'acier élaboré. Néanmoins, on note une baisse de l'allongement à la rupture avec la vitesse de balayage : 88 % pour 400 mm/s à 71 % pour 900 mm/s.

- Effet de HD :

Une HD de 30 μm conduit à une baisse de l'ensemble des résultats de traction : $R_m = 553 \text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 489 \text{ MPa}$ et $A_{\text{rupture}} = 67 \%$. Cependant, malgré cette baisse, les résultats obtenus restent supérieurs aux valeurs préconisées par les normes RCC-MRX et ASTM A240 pour l'acier 316L forgé.

Les résultats pour une HD de 90 μm sont quasiment identiques à ceux obtenus avec les paramètres de référence.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus sont supérieurs au minimum requis par les normes RCC-MRX et ASTM A240 pour un acier 316 forgé. Appliquer une puissance de 75 W aboutit à un matériau consolidé avec un taux élevé de porosités et une ductilité moindre. A l'exception de cette faible puissance de 75 W, le procédé SLM est robuste sur toute la plage paramétrique étudiée puisqu'une variation de puissance, de vitesse de balayage ou de HD n'entraîne pas de modification significative des propriétés en traction.

III.5.2 Influence de la densité volumique d'énergie

- Résistance mécanique maximale et limite d'élasticité :

Les évolutions de la résistance mécanique maximale et de la limite d'élasticité en fonction de la densité volumique d'énergie sont présentées sur la figure 46.

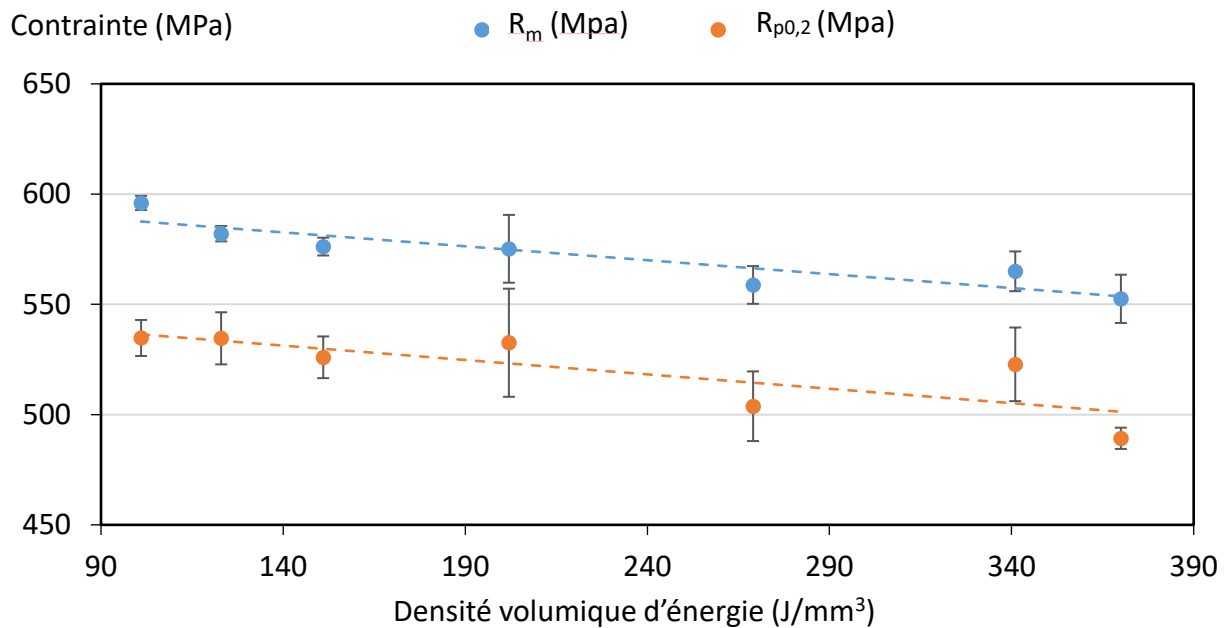


Figure 46 Evolution de la résistance mécanique maximale (R_m), de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) en fonction de la densité volumique d'énergie.

Les valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique maximale sont supérieures au minimum requis par les normes RCC-MRx et ASTM A240 sur toute la plage de densité volumique d'énergie étudiée. On observe une décroissance linéaire de ces deux grandeurs avec la densité volumique d'énergie. Il existe une différence d'environ 7 % entre les deux valeurs extrêmes de limite d'élasticité.

La loi de Hall-Petch lie la limite d'élasticité à la taille des grains par l'équation (5) : $R_{p0,2} = \beta + \frac{\alpha}{\sqrt{d}}$ avec d la taille des grains, α et β des constantes. Certains auteurs constatent une diminution de la limite d'élasticité avec l'augmentation de la taille des grains sur les matériaux élaborés par SLM [19,54]. La taille des grains peut représenter la taille des cellules, la longueur ou la largeur des grains [60]. Dans notre étude, la taille des cellules ou la taille des grains ne permettent pas d'expliquer à elles-seules la diminution linéaire de $R_{p0,2}$ lorsque la densité volumique d'énergie augmente. En effet, d'après les figure 32 et figure 43, la taille des cellules et la taille des grains ne croient pas linéairement avec la densité volumique d'énergie et ne peuvent donc pas être corrélées à la décroissance linéaire de $R_{p0,2}$. D'autres caractéristiques sont à prendre en compte pour comprendre cette diminution. L'évolution de la densité de dislocations ou de la densité de nano-oxydes en fonction de la densité volumique d'énergie appliquée pourraient éclaircir ce point. Ces caractéristiques n'ont pas été étudiées mais Wang et al. [69] soutiennent qu'un effet collectif de la microstructure hétérogène et hiérarchique contribue au bon comportement en traction. Une analyse de l'ensemble de ces caractéristiques permettrait de mieux interpréter ces variations mécaniques.

- Allongement à la rupture :

L'allongement à la rupture en fonction de la densité volumique d'énergie est tracé sur la figure 47.

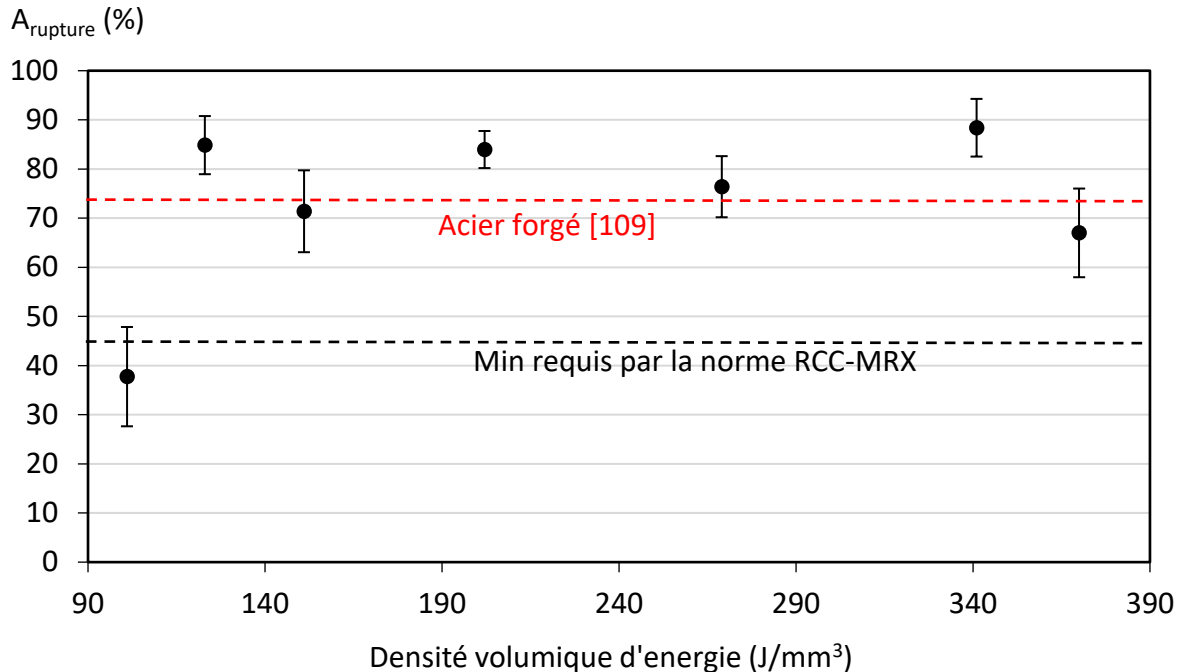


Figure 47 Evolution de l'allongement à la rupture en fonction de la densité volumique d'énergie.

On ne constate pas de tendance particulière mais un effet significatif de la densité volumique d'énergie sur l'allongement à la rupture est perceptible. Excepté pour la faible valeur de 101 J/mm³ (P = 75W), les valeurs d'allongement à la rupture sont supérieures aux valeurs requises par les deux normes RCC-MRx et ASTM A240 et comparables à celles d'un acier 316L forgé (74 %).

Pour un métal, il existe deux mécanismes de déformations compétitives : glissement des dislocations ou maillage [67]. Pour une structure cfc, le système de glissement préférentiel est (111) $\langle 110 \rangle$. Dans notre étude, la direction $\langle 110 \rangle$ est alignée le long de la direction de construction et donc le long de l'axe de traction. Le facteur de Schmid maximal calculé pour une direction $\langle 110 \rangle$ alignée le long de l'axe de sollicitation est 0,4. Le système de glissement est donc favorablement activé lors d'une sollicitation mécanique.

La figure 48 présente l'allongement à la rupture en fonction de l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$.

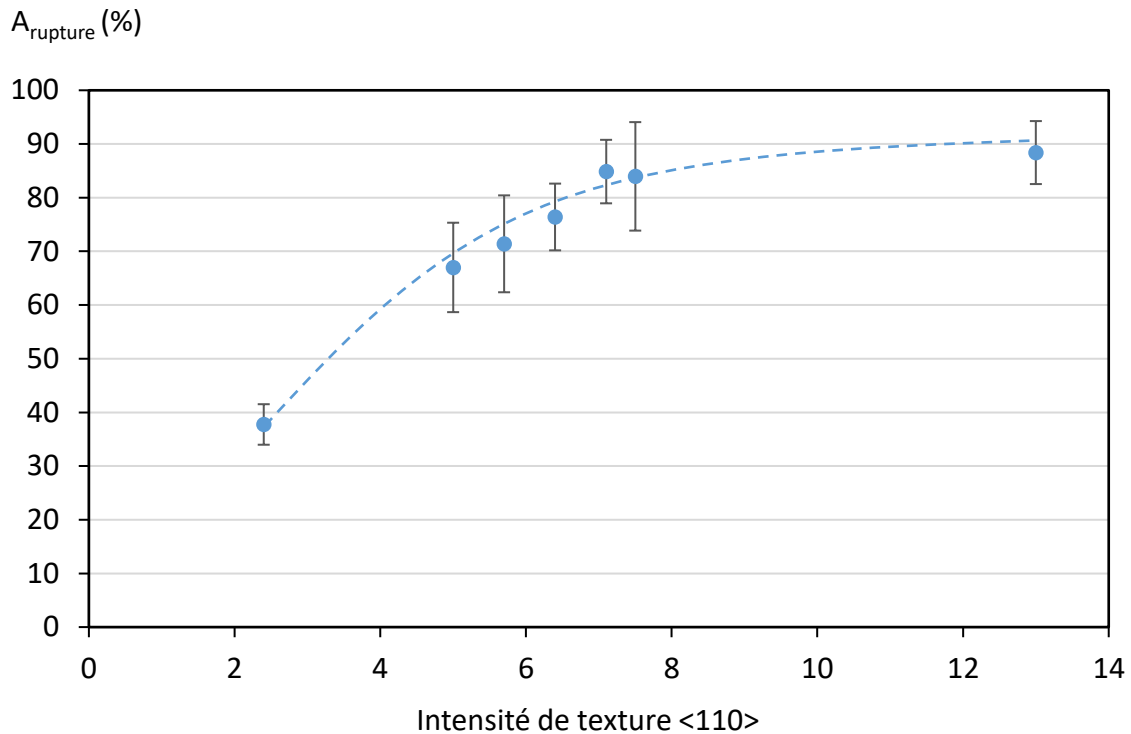


Figure 48 Allongement à la rupture en fonction de l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction ($//Z$).

Les grains sont texturés $\langle 110 \rangle$ indépendamment de la densité volumique d'énergie appliquée avec une intensité de texture plus ou moins différente (figure 41). On constate d'après ce graphique que la ductilité augmente avec l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de l'axe de traction jusqu'à atteindre un palier. Plus l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ est prononcée le long de la direction de construction et plus le système de glissement $(111) \langle 110 \rangle$ est préférentiellement activé. Par conséquent, l'allongement à la rupture augmente.

La ductilité de l'acier 316L élaboré par SLM est étroitement liée à la densité et à la texture du matériau. Le facteur le plus critique reste la densité. Une densité relative inférieure à 99 % ne permet pas d'atteindre des valeurs d'allongement à la rupture supérieure à 40 %. C'est le cas pour une densité volumique d'énergie de 101 J/mm^3 . Pour les matériaux denses à plus de 99%, on peut améliorer la ductilité en jouant sur les paramètres du procédé pour faciliter la texturation $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction. Le meilleur allongement à la rupture est obtenu pour $E_v = 340 \text{ J/mm}^3$, soit une vitesse de balayage de 400 mm/s. Le passage très lent du faisceau laser facilite la mise en place d'un fort gradient thermique le long de la direction de construction. Les grains sont ainsi très colonnaires et texturés $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction, ce qui améliore l'allongement à la rupture.

III.6 Synthèse

L'influence de quatre paramètres du procédé SLM (stratégie de balayage, puissance, vitesse et HD) sur la microstructure et les propriétés en traction d'acier 316L a été étudiée. Plusieurs points clés émergent de cette étude. Ils sont propres à l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 et à l'acier inoxydable 316L :

- La stratégie de balayage a une influence sur la densité des pièces. La stratégie sans damiers apporte de meilleurs résultats qu'une stratégie avec damiers. Parmi les stratégies sans damiers, une rotation de 90° entre chaque couche permet une meilleure densification de l'acier 316L.
- La puissance laser et la vitesse de balayage ont une grande répercussion sur la densité des pièces. Pour l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000, les puissances doivent être comprises entre 125 W et 200 W pour garantir une densité relative de 99%. La densité évolue de façon parabolique avec la vitesse de balayage. La vitesse doit être ciblée autour de 700 mm/s pour garantir une densité optimale.
- Une variation de HD comprise entre 30 et 90 μm n'a pas d'incidence sur la densité finale de l'acier.

La microstructure est également impactée par les paramètres du procédé :

- Une augmentation de la puissance ou de la HD ou une diminution de la vitesse de balayage entraînent une augmentation de la taille des grains. La longueur des grains varie entre 27 μm et 106 μm sur la plage paramétrique étudiée.
- Une augmentation de la puissance ou une diminution de la vitesse de balayage ou de HD entraînent une augmentation de la taille des cellules. Le diamètre des cellules varie entre 376 nm et 650 nm sur la plage paramétrique étudiée.
- L'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction peut être contrôlée à partir des paramètres SLM : puissance, vitesse et HD.

Les propriétés en traction de l'acier 316L élaboré par SLM satisfont le minimum requis par les normes RCC-MRx et ASTM A240. Le procédé SLM est robuste sur toute la gamme paramétrique analysée en termes de propriétés en traction. En effet, la limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale sont stables et supérieures aux spécifications requises. Cela malgré les modifications microstructurales, taille de grains et taille de cellules, engendrées par une variation des paramètres du procédé.

Excepté pour une faible puissance de 75 W, les valeurs d'allongement à la rupture sont comparables à celles d'un acier 316 forgé. La ductilité de l'acier 316L est étroitement liée à l'intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction. L'allongement à la rupture augmente avec l'intensité de texture. Le contrôle de l'intensité de texture via les paramètres SLM permet d'améliorer l'allongement à la rupture.

Les paramètres analysés dans cette partie sont propres au procédé SLM et à l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. Un autre paramètre souvent sous-estimé est la poudre utilisée comme matière première. Ce paramètre n'est pas pris en compte dans la formule de la densité volumique d'énergie. L'influence des caractéristiques de la poudre d'acier 316L sur les propriétés microstructurales et mécaniques des pièces consolidées avec l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 est examinée dans le chapitre suivant.

Chapitre IV – Relations entre les propriétés de la poudre et les propriétés de l'acier 316L massif élaboré par SLM

| | | |
|------|---|-----|
| IV.1 | INTRODUCTION..... | 76 |
| IV.2 | CARACTERISATIONS DE POUDRES D'ACIER INOXYDABLE 316L COMMERCIALES | 77 |
| IV.3 | COMPARAISON DES PROPRIETES DE DEUX ACIERS INOXYDABLES 316L OBTENUS PAR FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUVRE A PARTIR DE DEUX POUVRES DIFFERENTES | 85 |
| IV.4 | INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE LA POUVRE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER 316L ELABORE PAR FUSION LASER SELECTIVE SUR LIT DE POUVRE | 101 |
| IV.5 | SYNTHESE..... | 107 |

IV.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, la robustesse du procédé SLM a été évaluée. On a confirmé que les paramètres préconisés par le constructeur permettent d'obtenir un acier 316L dense avec de bonnes propriétés en traction. Une puissance de 150 W, une vitesse de 675 mm/s et une HD de 55 μm sont adaptées pour l'élaboration de pièces en acier 316L. Cette étude était menée avec de la poudre fournie par le constructeur Trumpf.

La poudre métallique constitue la matière première utilisée pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre. Ce paramètre n'est pas pris en compte dans la formule de la densité volumique d'énergie. Pourtant, son impact sur les propriétés finales est loin d'être négligeable. Il est indispensable de connaître et comprendre l'influence des caractéristiques de la poudre sur les propriétés finales des pièces élaborées par SLM. Les caractéristiques de la poudre dépendent du procédé de mise en couche (gravité, piston) et du système de mise en couche (caractéristiques de la raclette, du rouleau). Idéalement, la poudre utilisée pour le procédé SLM doit répondre à certains critères pour garantir l'élaboration de pièces denses avec de bonnes propriétés finales. Il est recommandé par exemple d'utiliser une poudre atomisée sous gaz et de forme sphérique. La poudre doit posséder une bonne coulabilité et une distribution granulométrique comprise entre 10 et 50 μm . Enfin, la densité apparente de la poudre doit être la plus élevée possible pour garantir une bonne densification du lit de poudre.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer les corrélations entre la matière première et les propriétés finales des pièces. Pour cela les paramètres SLM sont fixés : $P = 150 \text{ W}$, $V = 675 \text{ mm/s}$ et $HD = 55 \mu\text{m}$. Dans un premier temps, les caractéristiques de plusieurs poudres commerciales d'acier inoxydable 316L sont comparées (granulométrie, composition chimique, densité, coulabilité, morphologie). A l'issue de cette étape, deux poudres sont sélectionnées suivant certains critères. Des pièces sont ensuite élaborées sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 à partir de ces deux poudres. Les propriétés microstructurales et mécaniques des deux aciers obtenus sont comparées. A partir de ces analyses, l'influence des caractéristiques des deux poudres sur les propriétés des deux aciers est discutée.

IV.2 Caractérisations de poudres d'acier inoxydable 316L commerciales

Des analyses physico-chimiques et rhéologiques ont été réalisées sur onze poudres d'acier inoxydable 316L en vue d'examiner les paramètres intrinsèques à la poudre qui auraient une influence sur les propriétés finales de pièces élaborées par SLM.

Les fournisseurs des poudres suivants ont été sollicités :

- LPW (lot UK80788),
- Praxair (lot 12 - 034043-10),
- LSN diffusion (lot 47165),
- Höganäs (lot 2264448),
- Carpenter (lot 818440),
- Oerlikon (2 lots de poudre : 461772 et 461736),
- M4P (2 lots de poudre : 162301 et 164702),
- SLM solutions (lot 2016000242),
- Trumpf (lot 2051164).

Seule la poudre fournie par Praxair est atomisée sous argon. Les autres sont toutes atomisées sous azote.

IV.2.1 Granulométrie

La distribution granulométrique, mesurée par granulométrie laser, des particules en fréquence cumulée des onze poudres étudiées est présentée sur la figure 49.

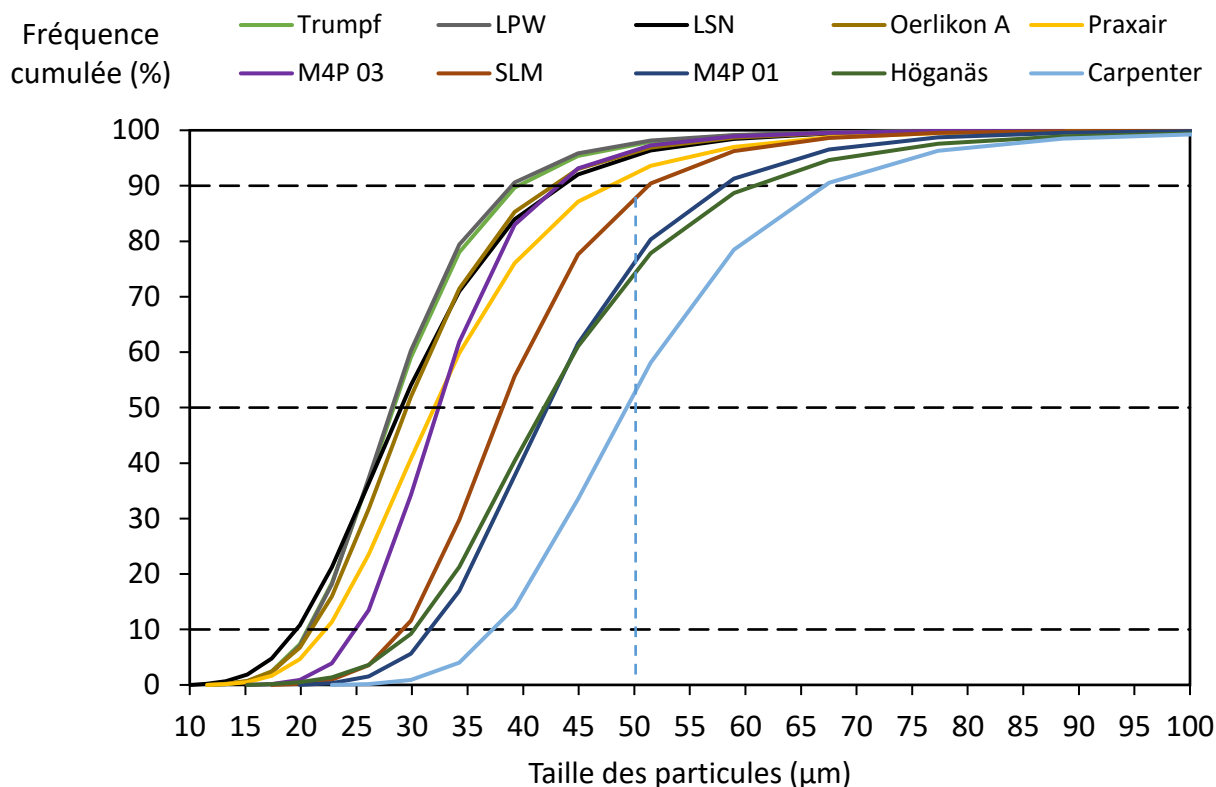


Figure 49 Fréquence cumulée de la taille des particules de poudre en acier inoxydable 316L commerciales.

Parmi ces poudres, sept ont une valeur de d_{90} inférieure à $50 \mu\text{m}$: les poudres fournies par Trumpf, LPW, LSN Diffusion, Oerlikon A, Praxair, M4P 03 et SLM solutions. Ces poudres peuvent être des candidates potentielles pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. La taille des particules des autres poudres est trop élevée pour des épaisseurs de lit de poudre fixées à $20 \mu\text{m}$ sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. La poudre Oerlikon Si (non représentée sur ce graphique) possède un d_{50} avoisinant les $80 \mu\text{m}$.

IV.2.2 Composition chimique

La composition des poudres en éléments majeurs a été déterminée par ICP-OES et celle des gaz (oxygène/azote) et du carbone par analyseur chimique. La composition en éléments mineurs a été déterminée par GDMS. Les résultats sont présentés dans le tableau 10.

| Elément | Pourcentage massique (incertitude relative de 3%) | | | | | Ppm massique | | | | | |
|-----------------------|---|----------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------|-----------------|----------------|----------------|----------------|-------------------|
| | Cr | Ni | Mn | Mo | Si | O | N | C | P | S | Cu |
| ASTM A240 [38] | 16-18 | 10-14 | <2 | 2-3 | <0,75 | - | <1000 | <300 | <450 | <300 | - |
| Norme RCC-MRx | 16,50 - 18,50 | 10 - 13 | <2 | 2 – 2,50 | <1 | - | <1100 | <300 | <300 | <150 | <10 000 |
| Trumpf | 17,55 | 11,75 | 1,15 | 2 | 0,45 | 231 | 877 | 170 | 7 | 65 | 250 |
| LPW | 17,10 | 12,12 | 1,21 | 2,18 | 0,64 | 865 | 517 | NC | 40 | 65 | 25 |
| LSN diffusion | 16,95 | 12,51 | 0,35 | 2,22 | 0,12 | 1593 | 90 | 58 | 35 | 80 | 65 |
| Oerlikon A | 17,98 | 12,86 | 0,38 | 2,27 | 0,40 | 1245 | 299 | NC | 40 | 70 | 150 |
| Praxair | 17,26 | 12,42 | 0,51 | 2,5 | 0,43 | 284 | 86 | 170 | 44 | 95 | 100 |
| M4p 0.3 | 17,69 | 13,89* | 1,56 | 2,41 | 0,76 | 1329 | 546 | NC | 45 | 20 | 20 |
| SLM solutions | 17,35 | 11,45 | 1,06 | 2,07 | 0,51 | 1876 | 982 | NC | 300 | 130 | 2150 |
| M4p 0.1 | 16,98 | 12,69 | 1,54 | 2,35 | 0,66 | 770 | 1104* | NC | 22 | 25 | 30 |
| Högånäs | 17,20 | 12,86 | 1,59 | 2,35 | 0,69 | 2006 | 1048* | NC | 30 | 80 | 35 |
| Carpenter | 18,04 | 12,95 | 0,73 | 2,21 | 0,55 | 621 | 377 | NC | 25 | 31 | 15 |
| Oerlikon Si | 17,83 | 12,68 | 0,47 | 2,93* | 2,16* | 735 | 202 | NC | 40 | 50 | 25 |

Tableau 10 Composition chimique de poudres 316L commerciales. *valeurs supérieures à celles requises par l'une des deux normes. En rouge : les poudres dont la composition chimique ne respecte pas l'une des deux normes. Souligné : les poudres dont le d_{90} est supérieur à 50 μm .

La composition des poudres est comparée avec celle présentée dans la norme ASTM A240 et le code RCC-MRx pour définir l'acier inoxydable 316L. La majorité des poudres analysées respecte la composition chimique recommandée par les spécifications de ces deux normes. Quatre poudres font exceptions car leur composition en un des éléments (nickel, silicium, azote ou molybdène) est trop élevée. Il s'agit des poudres M4P 0.3, M4P 0.1, Oerlikon Si et Högånäs. Compte tenu des analyses de composition chimique, ces quatre poudres ne seront pas utilisées pour élaborer des pièces en 316L. Par ailleurs, le taux d'oxygène dans l'acier 316L n'est pas spécifié dans le code RCC-MRx. On remarque cependant que les valeurs en oxygène oscillent entre 231 ppm pour la poudre Trumpf et 2006 ppm pour la poudre Högånäs. La teneur en oxygène des poudres d'acier 316L dans la littérature est autour de 500 ppm [75]. Fréquemment, la teneur en oxygène n'est pas mentionnée dans la composition des aciers 316L présentée dans la littérature pour des pièces élaborées par fabrication additive.

Le taux d'oxygène dans la poudre pourrait être influencé par des paramètres du procédé d'atomisation et des conditions de stockage de la poudre. L'acier 316L est composé d'éléments très réactifs avec l'oxygène comme le silicium, le chrome ou le manganèse. La formation de couches d'oxyde riches en manganèse et en chrome en surface des particules (20-100 nm d'épaisseur) neuves d'acier 316L a été observée par Hedberg et al. [24].

IV.2.3 Densité, coulabilité et morphologie

Les valeurs des densités, mesurées par pycnomètre hélium, et des coulabilités des poudres selon la norme ASTM B213 sont répertoriées dans le tableau 11.

| | Densité réelle (g/cm ³) ± 0,03 g/cm ³ | Densité apparente Norme ASTM B212 (g/cm ³) ± 0,01 g/cm ³ | $\frac{D_{app}}{D_{réelle}}$ | Coulabilité (s/50g) Norme ASTM B213 ± 1s / 50g |
|----------------------|--|--|------------------------------|--|
| Trumpf | 7,99 | 4,39 | 55% | 16 |
| LPW | 7,95 | 4,22 | 53% | 14 |
| LSN diffusion | 8,01 | 4,34 | 54% | 16 |
| Oerlikon A | 7,97 | 4,38 | 55% | 15 |
| Praxair | 7,99 | 4* | 50% | S'écoule difficilement |
| M4P 03 | 7,95 | 4,39 | 55% | 13 |
| SLM Solutions | 7,97 | 3,68* | 46% | S'écoule difficilement |
| M4P 01 | 7,99 | 4,16 | 52% | 15 |
| Höganäs | 7,98 | 4,21 | 53% | 14 |
| Carpenter | 7,96 | 4,34 | 55% | 15 |
| Oerlikon Si | 7,81 | 4,12 | 53% | 17 |

Tableau 11 Caractéristiques de poudres 316L commerciales * Données fournies par le fournisseur. En rouge : les poudres dont la composition chimique ne respecte pas l'une des deux normes. Souligné : les poudres dont le d_{90} est supérieur à 50 μm .

La coulabilité représente l'aptitude de la poudre à s'écouler librement de manière régulière et constante sous forme de particules individuelles à travers un orifice [125]. Cette propriété reflète un ensemble de caractéristiques intrinsèques à la poudre comme sa morphologie et sa distribution en taille des particules.

Les valeurs de densités réelles de toutes les poudres sont comparables à celles rencontrées pour un acier 316L forgé (8 g/cm³ [126]). La plus basse densité réelle 7,81 g/cm³ est obtenue pour la poudre Oerlikon Si. Les particules de poudre Oerlikon Si sont très grosses et possèdent un d_{50} supérieur à 80 μm . De par leur plus grande taille, il est possible que ces poudres renferment plus de porosités liées au procédé d'atomisation.

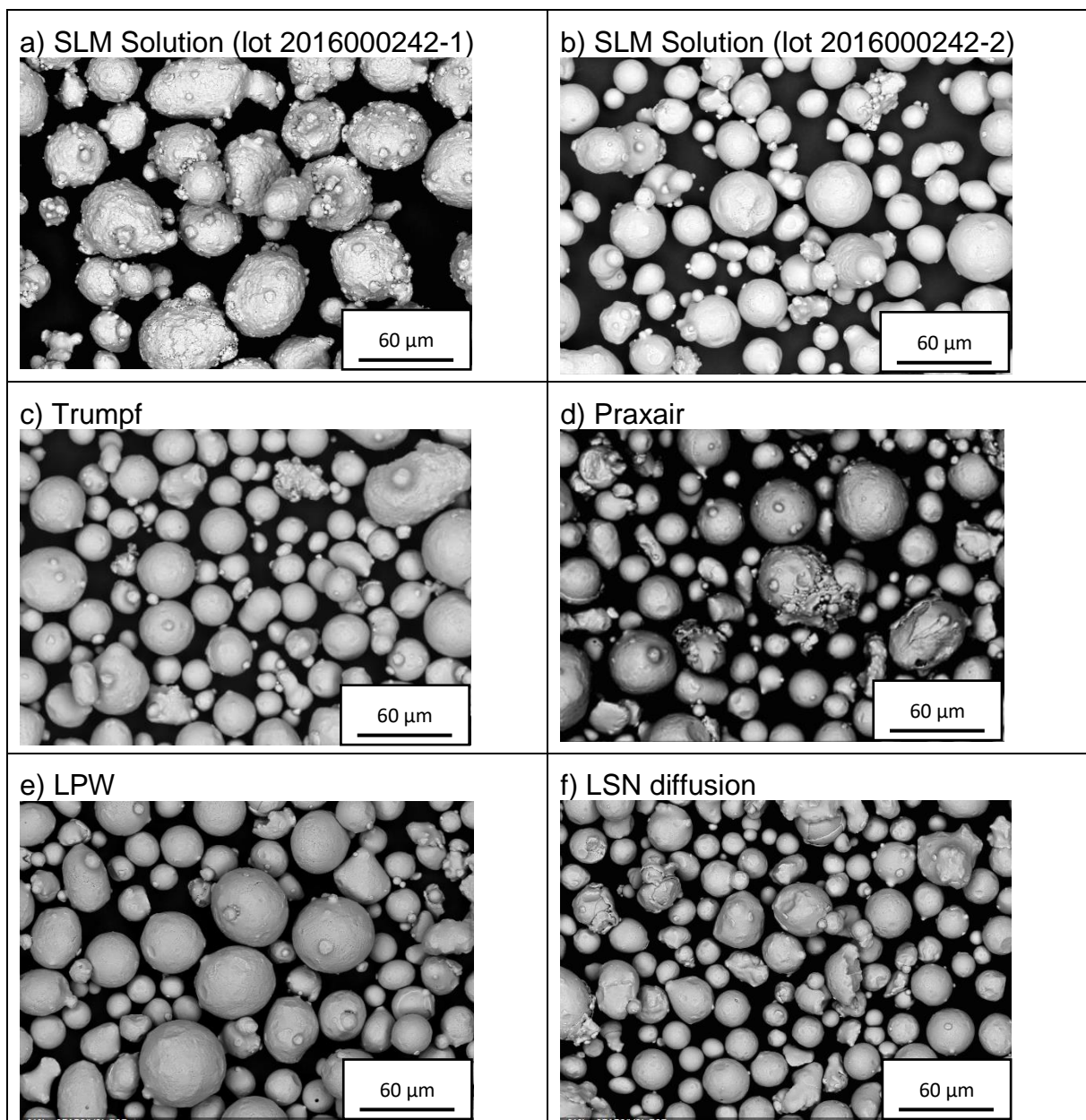
Les densités apparentes se situent entre 3,68 et 4,39 g/cm³, ce qui représente entre 46% et 55% de la densité réelle. Les valeurs de coulabilités mesurées sur neuf des onze poudres étudiées varient entre 13 et 17 s ± 1 s pour 50 g de matière. Compte tenu des caractéristiques de l'imprimante, les valeurs de coulabilité de chaque poudre constituent un intervalle relativement restreint et les différences mesurées ne permettent pas de mettre en avant un impact significatif de ce paramètre sur le comportement de la poudre lors de la mise en couche. La coulabilité de la poudre est donc un paramètre dont le caractère discriminant se limite à la présence ou l'absence d'écoulement au cours de l'essai. Les valeurs de densité apparente et de coulabilité des poudres étudiées sont très proches de celles de la littérature. A titre de comparaison, Schade et al. [21] ont mesuré une densité apparente de 4,41 g/cm³ et

une coulabilité de 21,5 s pour 50 g de poudre d'acier 316L de granulométrie 15-45 μm atomisée par gaz.

Les densités apparentes les moins bonnes 3,68 g/cm^3 et 4 g/cm^3 sont obtenues respectivement pour les poudres SLM Solutions et Praxair. La coulabilité de ces deux poudres n'a pas pu être mesurée car elles s'écoulent difficilement à travers l'entonnoir normé utilisé pour la mesure.

IV.2.4 Morphologie

Les observations MEB des poudres sont présentées sur la figure 50. Les particules sont majoritairement de formes sphériques avec la présence plus ou moins importante de satellites en surface des particules.



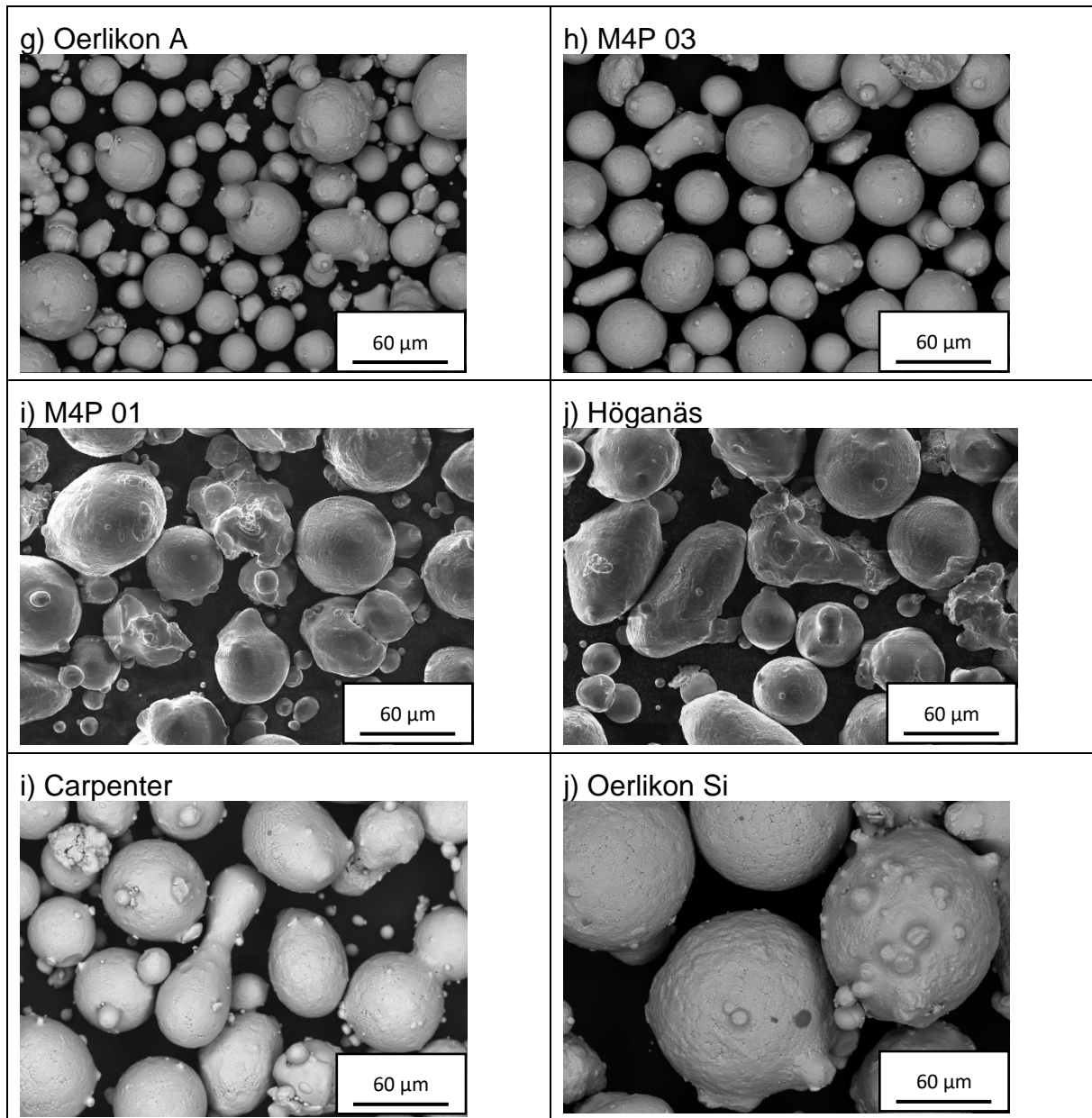


Figure 50 Observations MEB des poudres étudiées.

Deux poudres sont particulières de par leurs morphologies. Il s'agit des poudres SLM Solutions (lot 2016000242-1) et Praxair. Ces poudres possèdent une densité de satellites en surface des particules supérieure aux autres poudres. La densité apparente et la coulabilité sont deux grandeurs dépendantes de la morphologie de la poudre [18,26]. La présence de ces satellites peut être une des raisons expliquant la mauvaise coulabilité de ces deux poudres. De la poudre neuve provenant d'un second lot fourni par SLM Solutions a également été observée (lot 2016000242-2). On constate que ce lot présente des particules de poudre beaucoup plus sphériques avec moins de satellites en surface que le lot numéro 1. Pour certains fournisseurs, il existe donc des différences en termes de morphologie de poudre d'un lot à l'autre. Ce résultat démontre qu'il existe un réel problème de reproductibilité du procédé d'atomisation chez certains fournisseurs qui ne contrôlent pas l'optimisation de leurs

paramètres. Or, la forme des particules de poudre présente une influence sur la densité finale des pièces élaborées par SLM. Des particules de poudre de formes hétérogènes mènent à des pièces de moins bonnes densités qu'avec des particules sphériques [28]. Il est donc d'un grand intérêt d'effectuer une caractérisation systématique des poudres neuves avant leur utilisation. La poudre Praxair atomisée par argon est également particulière puisqu'elle est la seule à présenter cet aspect « pâteux » (figure 51.b). A titre de comparaison, la figure 51.a présente la morphologie de la poudre Trumpf qui est similaire à celles des autres poudres étudiées.

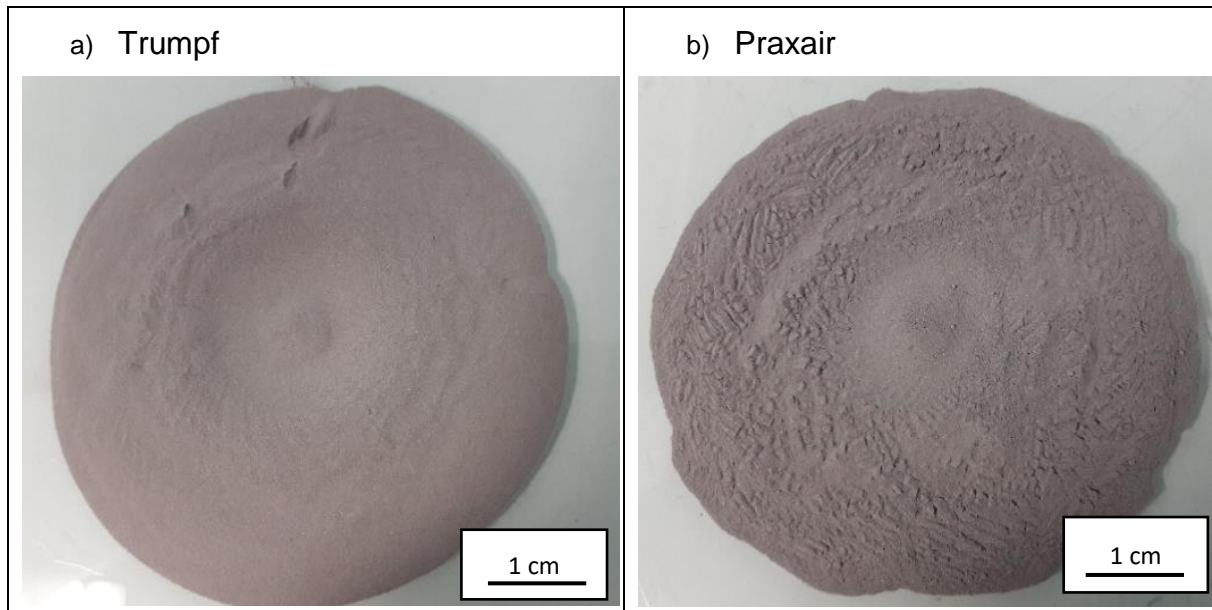


Figure 51 Morphologie des poudres fournies par a) Trumpf et b) Praxair.

IV.2.5 Nano-précipités

Des observations approfondies ont été réalisées pour déterminer la nature et la densité de précipités au sein des particules des poudres (figure 52).

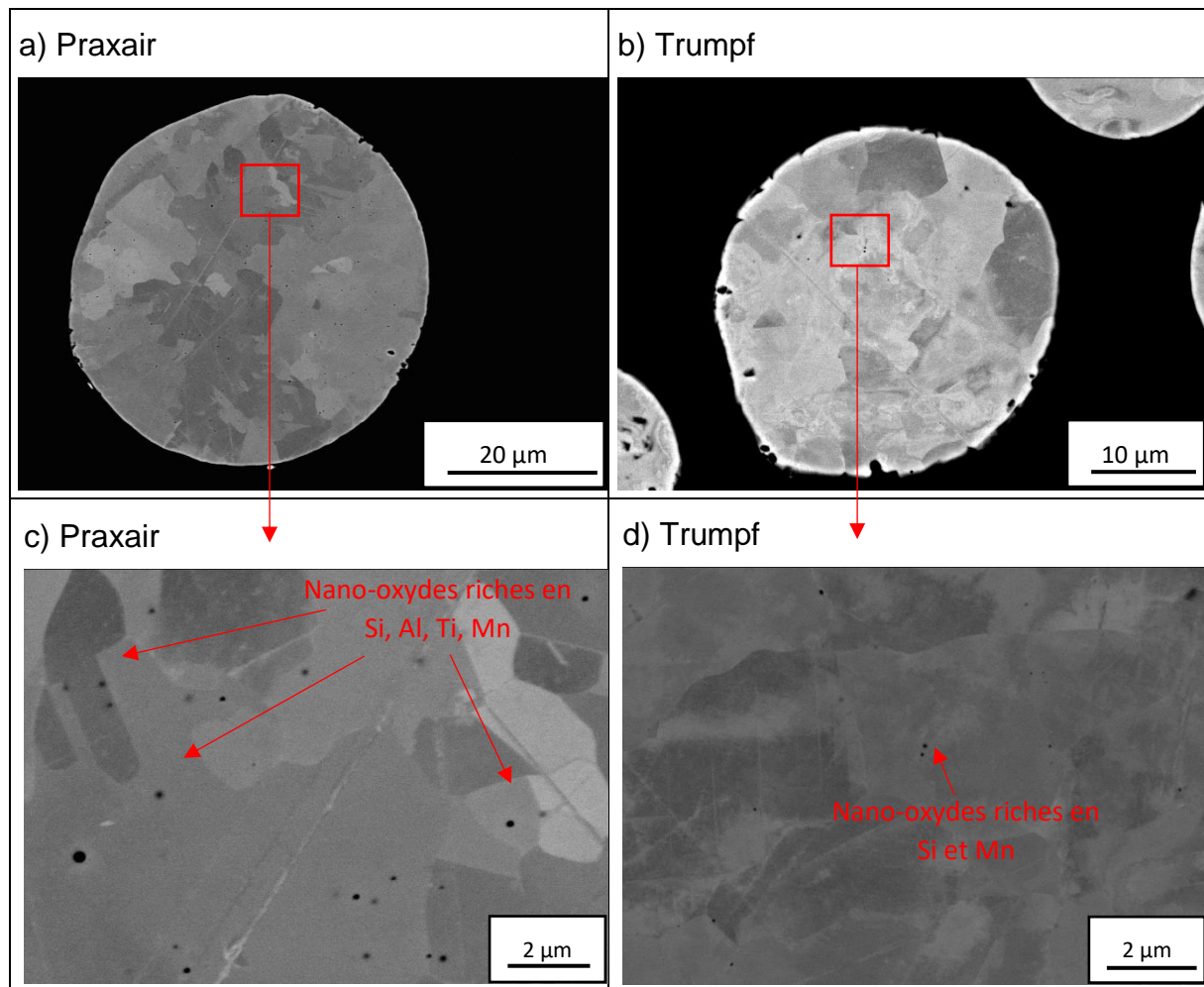


Figure 52 Images MEB de particules de poudre a) et c) Praxair et b) et d) Trumpf.

Ces analyses ont été effectuées uniquement sur les poudres Trumpf et Praxair à la suite des observations précédentes. Les deux poudres sont constituées de nano-précipités avec des densités et des compositions chimiques différentes (tableau 12).

| | O | Al | Ti | Si | Cr | Mn | Ni | Mo | Fe |
|---------------------------|-----|-----|-----|-----|------|-----|------|-----|------|
| Matrice Trumpf | - | - | - | 0,7 | 17,5 | 0,7 | 13,5 | 2 | Bal. |
| Matrice Praxair | - | - | - | 0,5 | 16 | 0,9 | 11,8 | 2,7 | Bal. |
| Précipités Trumpf | 2,0 | - | - | 2,1 | 18 | 2,2 | 12,7 | 2,2 | Bal. |
| Précipités Praxair | 3,4 | 1,3 | 0,5 | 0,9 | 16,2 | 1,9 | 9,5 | 2,4 | Bal. |

Tableau 12 Composition chimique en % massique mesurée par EDS (MEB) des précipités et de la matrice sur les poudres Trumpf et Praxair.

Les mesures de compositions ont été réalisées par EDS sur les deux échantillons. Compte tenu de l'échelle des images, les mesures quantitatives sont à prendre avec beaucoup

de précaution. Les mesures sont utilisées qualitativement pour comparer les deux échantillons. La poudre Trumpf est composée de nano-oxydes riches en Si et Mn. Les quelques précipités observés sur la poudre Trumpf (environ 10 précipités sur plusieurs dizaines de particules observées) ont un diamètre inférieur à 40 nm. La poudre Praxair est constituée de nano-oxydes riches en Si, Al, Ti et Mn. Les précipités sont beaucoup plus nombreux dans la poudre Praxair. Une étude statistique basée sur une dizaine d'image a été effectuée par ImageJ. Le diamètre moyen des précipités avoisine les 63 nm (min-max : 25 à 120 nm) avec une densité moyenne de 6 précipités par micromètre cube.

IV.3 Comparaison des propriétés de deux aciers inoxydables 316L obtenus par fusion laser sélective sur lit de poudre à partir de deux poudres différentes

IV.3.1 Protocole expérimental

Chacune des caractérisations précédentes a permis de restreindre le choix des poudres potentiellement utilisables pour le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre. Sur les onze poudres de départ, sept ont un d_{90} inférieur à 50 μm . Il s'agit des poudres Trumpf, LPW, LSN Diffusion, Oerlikon A, Praxair, M4P 0.3 et SLM solutions. Ces poudres peuvent être des candidates potentielles pour le procédé SLM sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. La taille des particules des autres poudres est trop élevée pour une épaisseur de lit de poudre fixée à 20 μm sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. Sur ces 7 poudres, la poudre M4P 0.3 ne satisfait pas les normes de composition chimique de l'acier 316L. Aucun critère de densité ne permet de distinguer l'une de ces sept poudres.

Le critère de coulabilité a révélé deux familles de poudre : celles qui s'écoulent et celles qui s'écoulent difficilement. Parmi les 6 poudres restantes, les poudres Praxair et SLM Solutions font parties de celles qui s'écoulent difficilement.

Finalement, sur les onze poudres initiales, deux sont utilisées pour évaluer l'influence de leurs propriétés sur les propriétés finales des pièces élaborées par SLM : les poudres provenant des fournisseurs Trumpf et Praxair. La poudre fournie par Trumpf provient du constructeur machine et sert de point de référence dans cette étude. La poudre fournie par Praxair possède des propriétés très éloignées des caractéristiques préconisées dans la littérature pour être utilisée en SLM. En effet, cette dernière regroupe plusieurs particularités pertinentes à étudier. Elle possède entre autres un aspect morphologique « pâteux », un mauvais comportement rhéologique, des particules hétérogènes, et a été atomisée par argon contrairement à toutes les autres poudres.

Les deux aciers de nuance 316L consolidés à partir des poudres fournies par Trumpf et Praxair seront nommés Trumpf et Praxair dans la suite du manuscrit.

Pour cette étude, les paramètres du procédé Trumpf TruPrint Série 1000 sont fixés afin d'évaluer exclusivement l'influence de la poudre sur les propriétés finales des pièces consolidées. Les principaux paramètres du procédé sont reportés dans le tableau 13 et la figure 53. Ils correspondent aux paramètres fournis par le constructeur pour élaborer l'acier

316L. Les damiers carrés font 4 mm de côté. La couche n+1 subit une rotation de 90° par rapport à la couche n.

| Puissance laser | Vitesse de balayage | Hatching distance | Epaisseur du lit de poudre |
|-----------------|---------------------|-------------------|----------------------------|
| 150 W | 675 mm/s | 55 μm | 20 μm |

Tableau 13 Paramètres du procédé SLM Trumpf TruPrint Série 1000 utilisés.

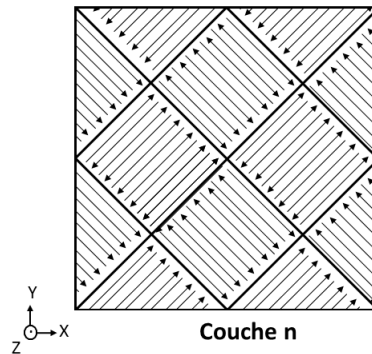


Figure 53 Stratégie de balayage utilisée pour l'étude. Les damiers font 4 mm de côté.

IV.3.2 Santé matière

IV.3.2.1 Densité de l'acier inoxydable 316L élaboré par SLM

Les densités des pièces consolidées à partir de chacune des deux poudres sont quasiment identiques (tableau 14) et s'élèvent à 7,92 et 7,93 \pm 0,01 g/cm³. La densité des pièces massives est inférieure à celle de la poudre. Cette différence peut s'expliquer par la présence de porosités au sein des pièces créées durant l'élaboration.

| Acier Trumpf (g/cm ³) | Acier Praxair (g/cm ³) | Densité initiale des poudres Praxair et Trumpf (g/cm ³) |
|-----------------------------------|------------------------------------|---|
| 7,92 \pm 0,01 | 7,93 \pm 0,01 | 7,99 \pm 0,03 |

Tableau 14 Densités des échantillons consolidés par SLM Trumpf TruPrint Série 1000.

IV.3.2.2 Composition chimique de l'acier inoxydable 316L élaboré par SLM

Le tableau 15 présente la composition chimique analysée sur les échantillons massifs.

| Elément | Pourcentage massique (incertitude relative de 3%) | | | | | Ppm massique | | | | | |
|-----------------------|---|----------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------|-----------------|----------------|----------------|----------------|-------------------|
| | Cr | Ni | Mn | Mo | Si | O | N | C | P | S | Cu |
| ASTM A240 [38] | 16-18 | 10-14 | <2 | 2-3 | <0,75 | - | <1000 | <300 | <450 | <300 | - |
| Norme RCC-MRx | 16,50 - 18,50 | 10 - 13 | <2 | 2 - 2,50 | <1 | - | <1100 | <300 | <300 | <150 | <10 000 |
| Poudre Trumpf | 17,55 | 11,75 | 1,15 | 2 | 0,45 | 231 | 877 | 170 | 7 | 65 | 250 |
| Acier Trumpf | 16,85 | 12,35 | 1,05 | 1,98 | 0,61 | 344 | 1228 | 150 | 80 | 40 | 450 |
| Poudre Praxair | 17,26 | 12,42 | 0,51 | 2,5 | 0,43 | 284 | 86 | 170 | 44 | 95 | 100 |
| Acier Praxair | 17,7 | 12,25 | 0,55 | 2,17 | 0,65 | 344 | 103 | 130 | 35 | 48 | 75 |

Tableau 15 Composition chimique des pièces en acier inoxydable 316L élaborées par SLM.

Les deux échantillons respectent la composition chimique recommandée par les deux normes excepté pour un élément. La teneur en azote pour l'acier Trumpf est légèrement supérieure à la spécification donnée par la norme RCC-MRx.

IV.3.3 Microstructure

IV.3.3.1 Echelle micrométrique

- Grains et bords de fusion :

L'attaque à l'eau régale a révélé les grains et les bords de fusion (figure 54) sur les faces parallèles et perpendiculaires à la direction de construction (Z).

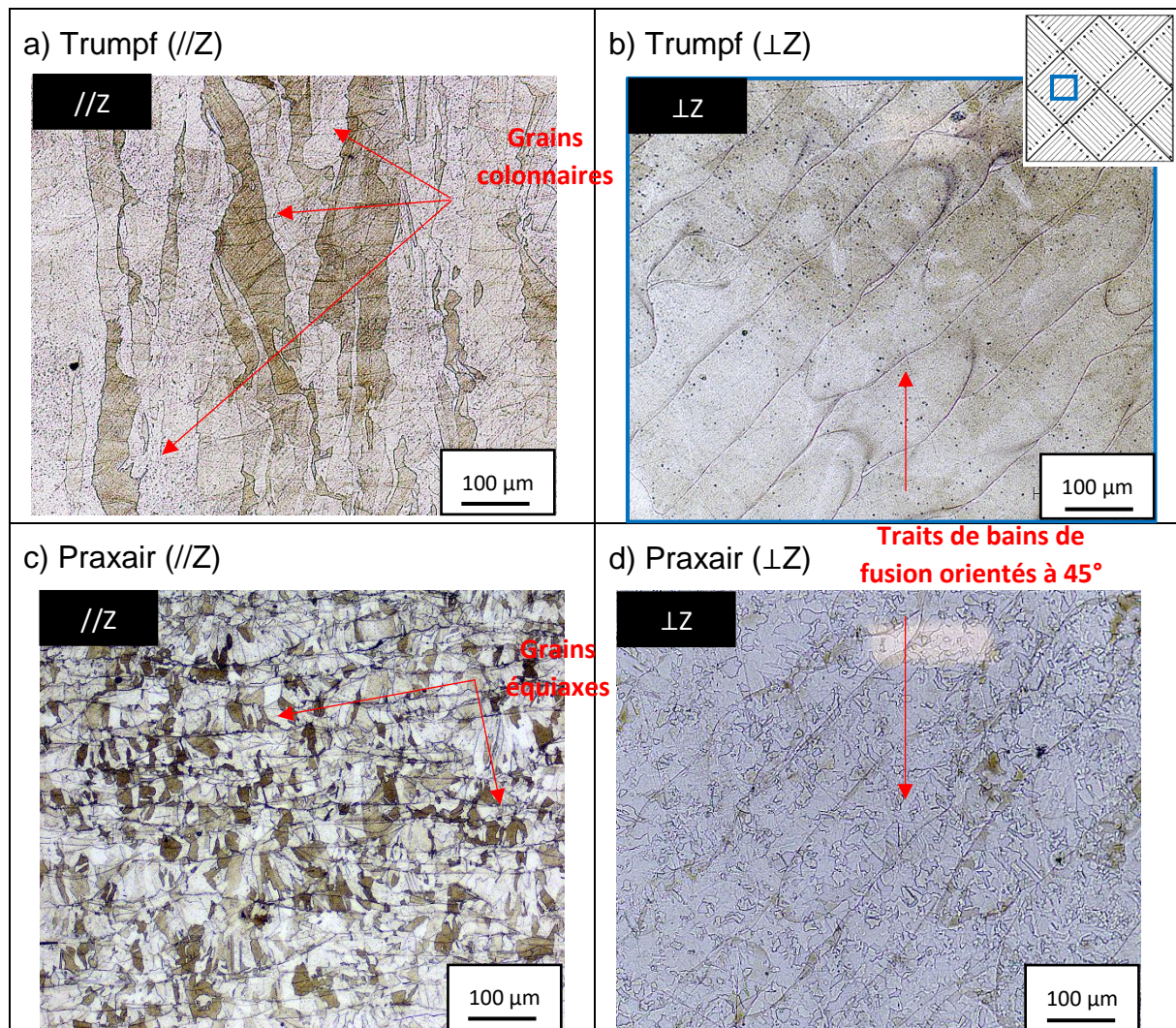


Figure 54 Observations au microscope optique après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf a) plan ($//Z$) et b) plan ($\perp Z$) et de la poudre Praxair c) plan ($//Z$) et d) plan ($\perp Z$).

On observe, sur les figure 54.b et .d en vue de dessus, les traits des bains de fusion orientés à 45° dans le plan (XY). Cette orientation des bains de fusion correspond à la stratégie de balayage utilisée avec les damiers orientés à 45° par rapport à l'axe X.

La largeur des bains de fusion est similaire pour les deux échantillons élaborés à partir des deux poudres Trumpf et Praxair. Cette largeur de bain de fusion mesure entre 90 et 130 μm (figure 54.b et d), soit environ deux fois le diamètre du spot laser (55 μm). La profondeur des bains de fusion n'a pas été mesurée sur les coupes longitudinales des figure 54.a et c. En effet, la stratégie de balayage en damier avec rotation de 90° entre chaque couche employée pour élaborer ces échantillons (figure 53) ne permet pas d'évaluer la profondeur réelle de ces bains de fusion.

La principale différence entre ces deux échantillons réside dans la taille et la forme des grains. Les grains de l'échantillon Trumpf sont colonnaires le long de la direction Z et traversent plusieurs bains de fusion (figure 54.a) contrairement à l'échantillon élaboré avec la poudre Praxair (figure 54.c). Les échantillons en acier 316L élaborés à partir de la poudre Praxair ont des grains plus fins et équiaxes. Cette microstructure est très particulière

puisque'elle n'a jamais été observée dans la littérature sur des matériaux en acier 316L bruts de construction élaborés par SLM.

Les cartographies de grains des deux aciers 316L, Praxair et Trumpf, sont représentées sur la figure 55.

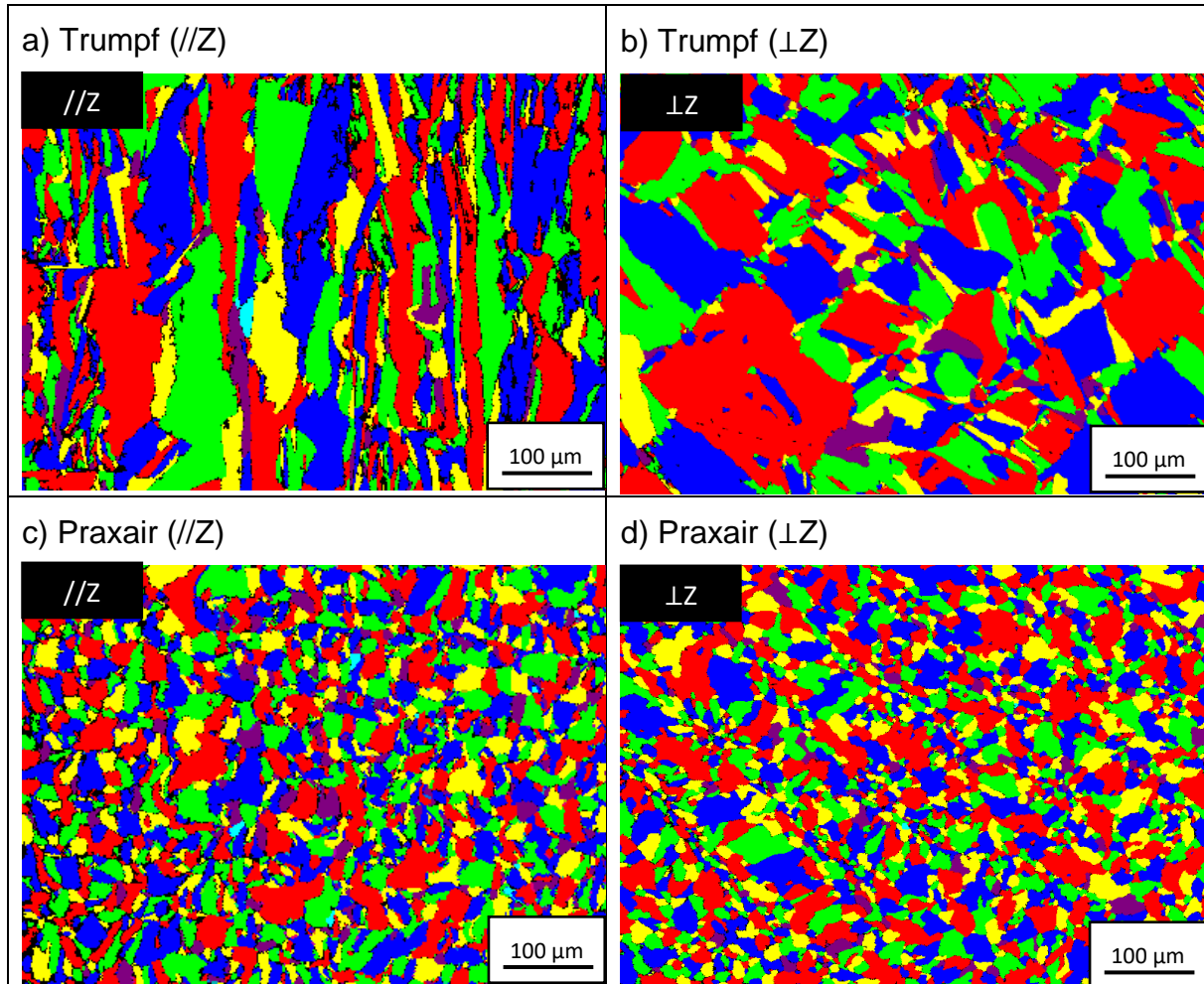


Figure 55 Micrographies de grains déterminées par EBSD sur des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf a) plan ($//Z$) et b) plan ($\perp Z$) et de la poudre Praxair c) plan ($//Z$) et d) plan ($\perp Z$).

Cette méthode d'analyse a permis de déterminer la taille, la forme des grains et l'orientation cristallographique des mailles cristallines. Les valeurs moyennes des longueurs et des largeurs des grains mesurées sur ces images sont regroupées dans le tableau 16.

| | Longueur (μm) | Largeur (μm) | Longueur/largeur |
|---------------------------|----------------------------|---------------------------|------------------|
| Acier 316L Trumpf | $68,6 \pm 8,3$ | $20,8 \pm 2,7$ | $3,2 \pm 0,1$ |
| Acier 316L Praxair | $20,6 \pm 1,5$ | $16,2 \pm 1,5$ | $1,3 \pm 0,1$ |

Tableau 16 Tailles des grains mesurées sur des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf et Praxair.

Les grains de l'acier Trumpf sont allongés le long de la direction de construction Z avec une longueur de $68,6 \pm 8,3 \mu\text{m}$. Cette longueur correspond à plus de trois fois l'épaisseur d'une couche de poudre, $20 \mu\text{m}$, déposée pendant le procédé. Dans le plan (\perp Z), les grains de l'acier 316L élaboré à partir de la poudre Trumpf sont de formes équiaxes et mesurent environ $20,8 \pm 2,7 \mu\text{m}$ (figure 55.b). Les grains de l'acier Praxair sont beaucoup plus fins et moins colonnaires quelle que soit la face d'observation (figure 55.c et .d). La longueur et la largeur moyenne des grains mesurent respectivement $20,6 \pm 1,5 \mu\text{m}$ et $16,2 \pm 1,5 \mu\text{m}$.

Le rapport longueur sur largeur vaut 1,3 et 3,2 respectivement pour les échantillons Praxair et Trumpf. Lui et al. [127] définissent les grains de matériaux élaborés par SLM comme équiaxes pour un rapport longueur/largeur inférieur à 2. En prenant ce critère comme référence, les grains de l'échantillon Praxair peuvent être qualifiés d'équiaxes.

L'évolution de l'angle de désorientation des joints de grains pour les deux échantillons est tracée sur la figure 56.

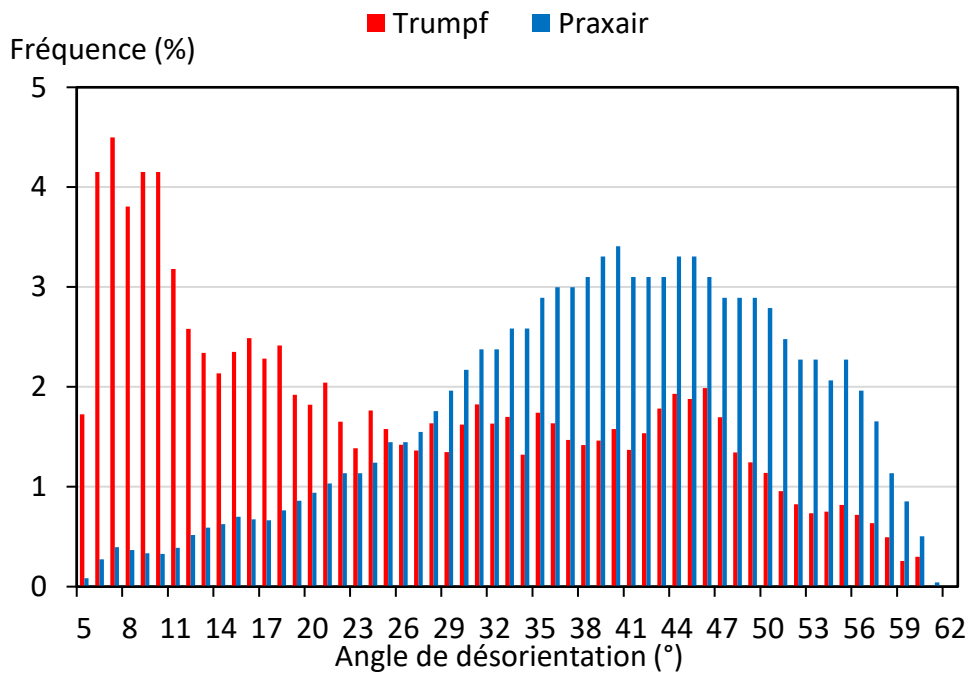


Figure 56 Angle de désorientation des joints de grains des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf et Praxair.

Les deux échantillons présentent une distribution des joints de grains très différente. Les grains colonnaires de l'échantillon Trumpf sont peu désorientés avec 32% des joints inférieurs à 15° . Les grains équiaxes de l'échantillon Praxair sont très désorientés avec une majorité de joints de grains compris entre 30° et 60° .

Aucune différence n'est constatée pour la structure des deux aciers. L'analyse EBSD a en effet confirmé une structure 100 % austénitique des échantillons Trumpf et Praxair (figure 57).

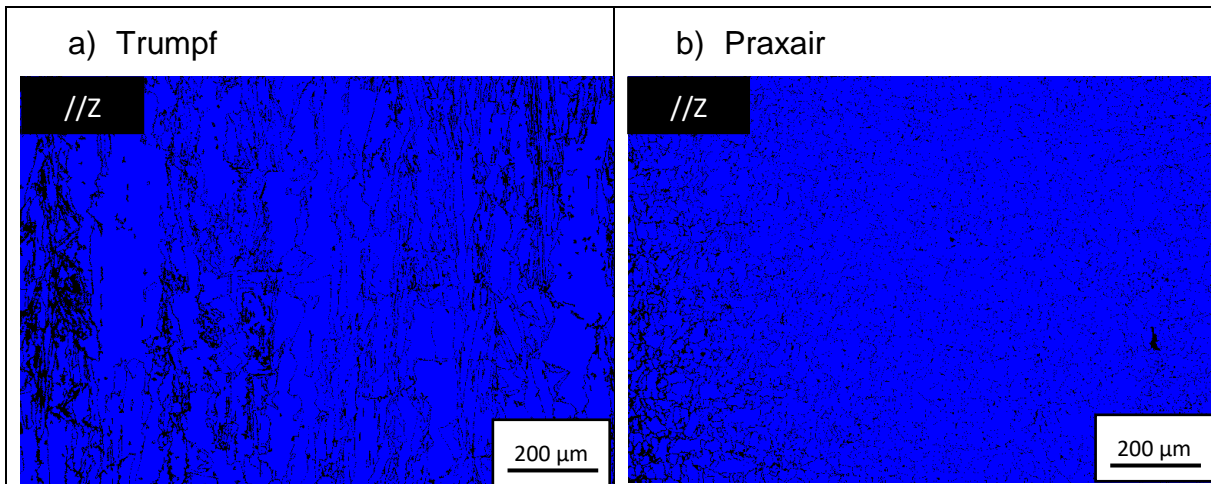


Figure 57 Cartographies des phases déterminées par EBSD. Pièces élaborées à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair. Le bleu représente la phase austénitique.

Les figures de pôle, présentées sur la figure 58, mettent en évidence une texture pour les deux échantillons Trumpf et Praxair.

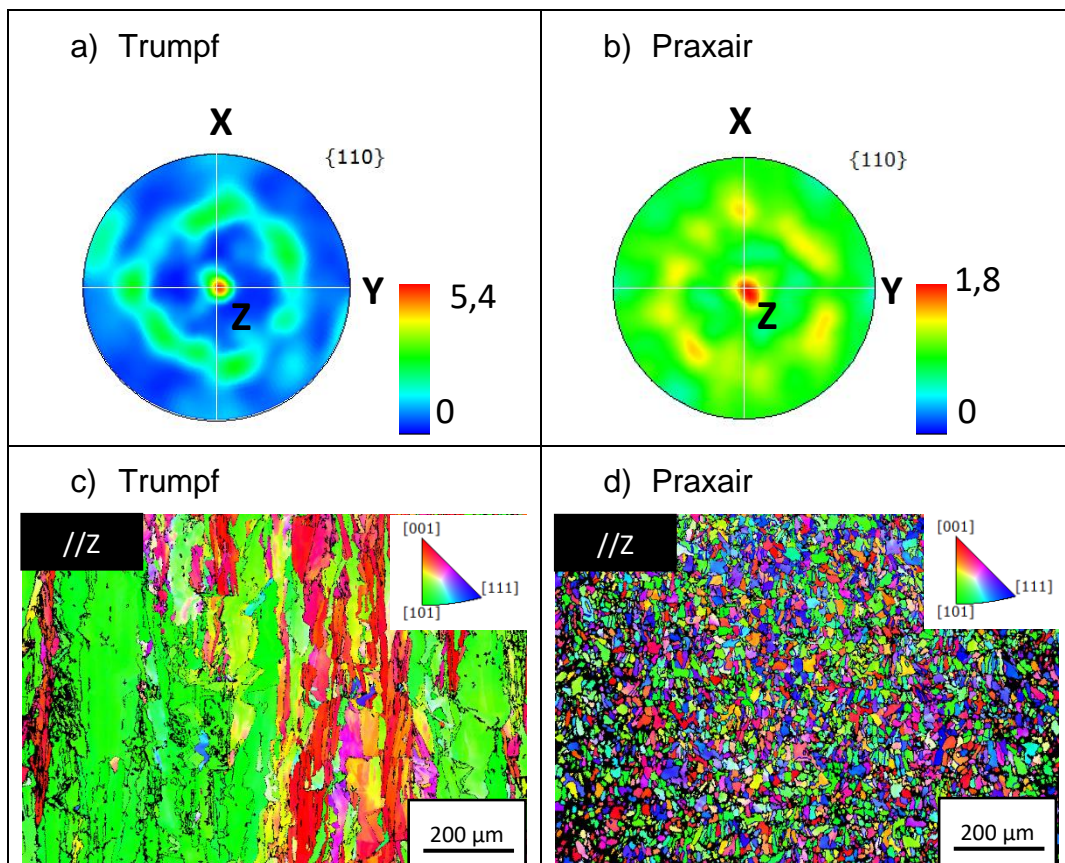


Figure 58 Figures de pôle des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair et IPF (//Z) c) Trumpf et d) Praxair.

Les directions $\langle 110 \rangle$ sont orientées préférentiellement parallèlement à la direction de construction Z pour les deux échantillons avec des intensités de texture différentes.

L'orientation préférentielle des mailles cristallines est plus prononcée pour l'échantillon Trumpf. En effet, à paramètres de post-traitements des analyses EBSD identiques, l'intensité maximale de texture $\langle 110 \rangle$ selon la direction de construction est de 5,4 et 1,8 respectivement pour les aciers élaborés à partir de la poudre Trumpf et Praxair. L'acier Praxair est très légèrement texturé $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction (figure 58.d). L'intensité de texture augmente avec la longueur des grains comme observé dans le chapitre précédent. La texture est donc plus forte pour l'acier Trumpf car les grains sont plus allongés le long de la direction de construction. Les grains croissent par épitaxie à travers les bains de fusion, ce qui permet de conserver la texture cristallographique le long de la direction de construction. Au contraire, la texture est faible pour l'acier Praxair car les grains sont fins et équiaxes (tableau 16).

- Cellules sub-micrométriques :

Ces mêmes échantillons ont été analysés au MEB. Les observations sont présentées sur la figure 59.

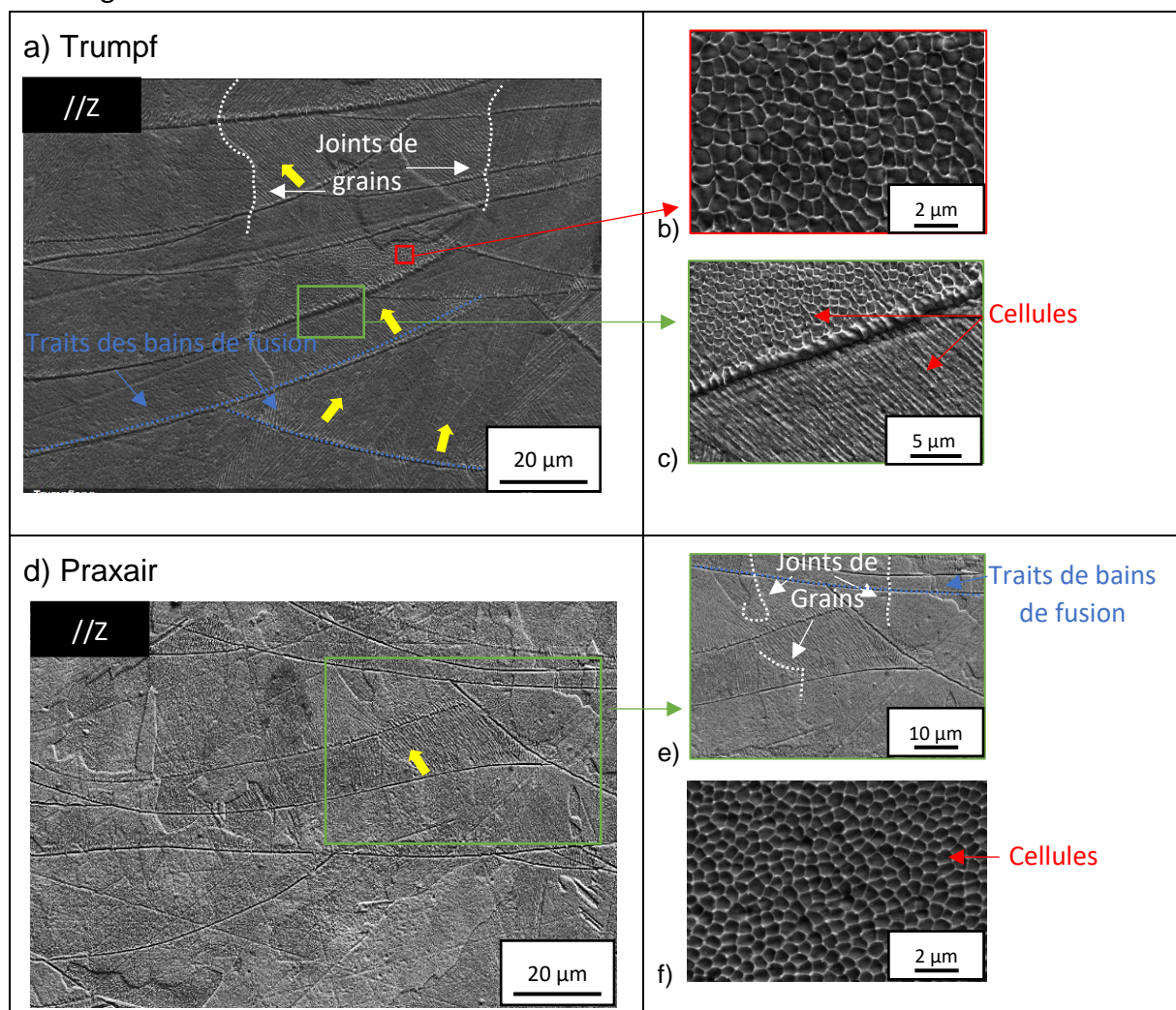


Figure 59 Observations MEB après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf a, b et c) et de la poudre Praxair d, e et f).

Cette échelle apporte des informations complémentaires sur la microstructure de l'acier 316L.

On retrouve sur la figure 59.a les grains colonnaires de l'échantillon Trumpf traversant plusieurs joints de bain de fusion le long de la direction de construction Z comme observés précédemment sur la figure 54. On a bien une croissance par épitaxie des grains entre chaque bain de fusion. Les grains de l'échantillon Praxair sont fins et équiaxes. Les grains ne sont pas exclusivement localisés dans un bain de fusion et peuvent être répartis sur plusieurs bains de fusion. On observe en effet les joints de grains représentés en pointillés blancs sur la figure 59.e traversant plusieurs traits de bains de fusion.

Quelle que soit la poudre utilisée, ces grains colonnaires ou équiaxes sont constitués de cellules sub-micrométriques (figure 59.b et .f). Cette sous-structure cellulaire témoigne d'une vitesse de refroidissement très élevée de l'ordre de 10^6 K/s [59]. La morphologie de ces cellules varie au sein des bains de fusion. Deux morphologies sont observées : colonnaires et équiaxes. Elles correspondent en réalité à une même structure cellulaire mais observée avec des angles différents. La direction du gradient thermique est un facteur essentiel de détermination de la direction préférentielle de solidification. Celle-ci est normale à l'interface solide/liquide, c'est-à-dire normale aux joints des bains de fusion [128]. Les cellules croissent en suivant la direction du gradient thermique, ce qui explique la forme colonnaire des cellules orientées perpendiculairement aux joints des bains de fusion (flèches jaunes sur les figure 59.a et .d) [129,130]. Les cellules observées de formes équiaxes correspondent simplement à une vue en section transverse des cellules colonnaires. La stratégie de balayage en damiers avec rotation de 90° entre chaque couche explique la présence aléatoire de bains de fusion et de cellules dans le plan d'observation ($//Z$) (figure 59.a et .d). Le diamètre des cellules en vue transverse est mesuré pour les deux aciers. Le diamètre de ces cellules est estimé à 687 ± 36 nm pour l'échantillon Trumpf et 488 ± 15 nm pour l'échantillon Praxair. Ces tailles sont du même ordre de grandeur que les tailles des cellules observées dans la littérature pour l'acier 316L [83].

IV.3.3.2 Echelle nanométrique

Des nano-précipités ont été détectés sur les deux échantillons élaborés à partir des poudres Trumpf et Praxair. Des observations complémentaires au MET, présentées sur les figure 60 et figure 61 ont permis de déterminer la nature, la forme, la taille, et la localisation de ces précipités. Les échantillons analysés ont été prélevés sur la face perpendiculaire à Z.

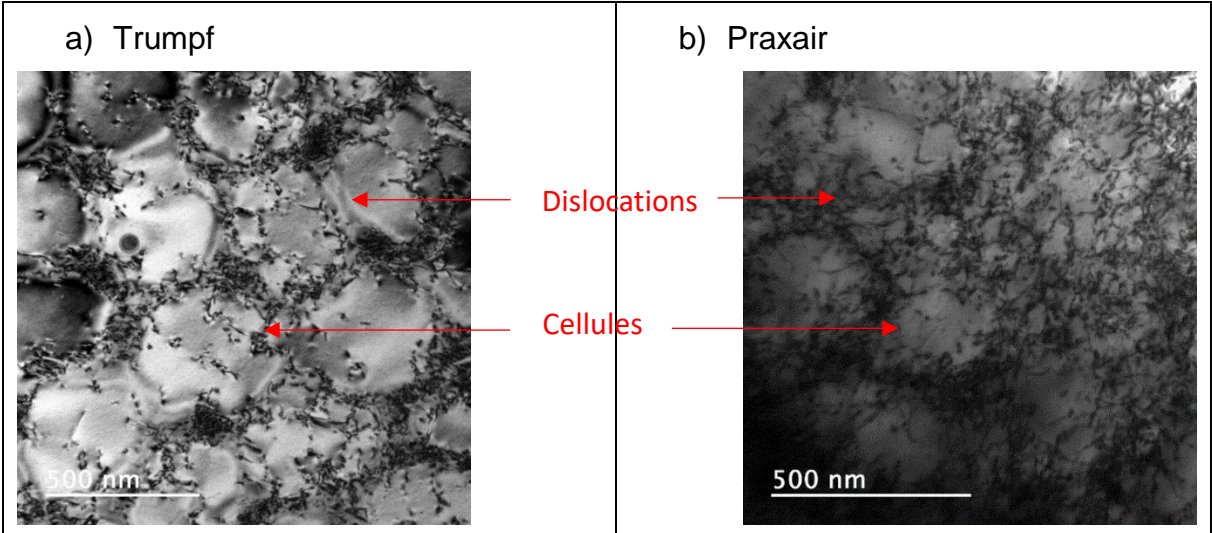


Figure 60 Observations MET des cellules nanométriques sur les échantillons a) Trumpf et b) Praxair.

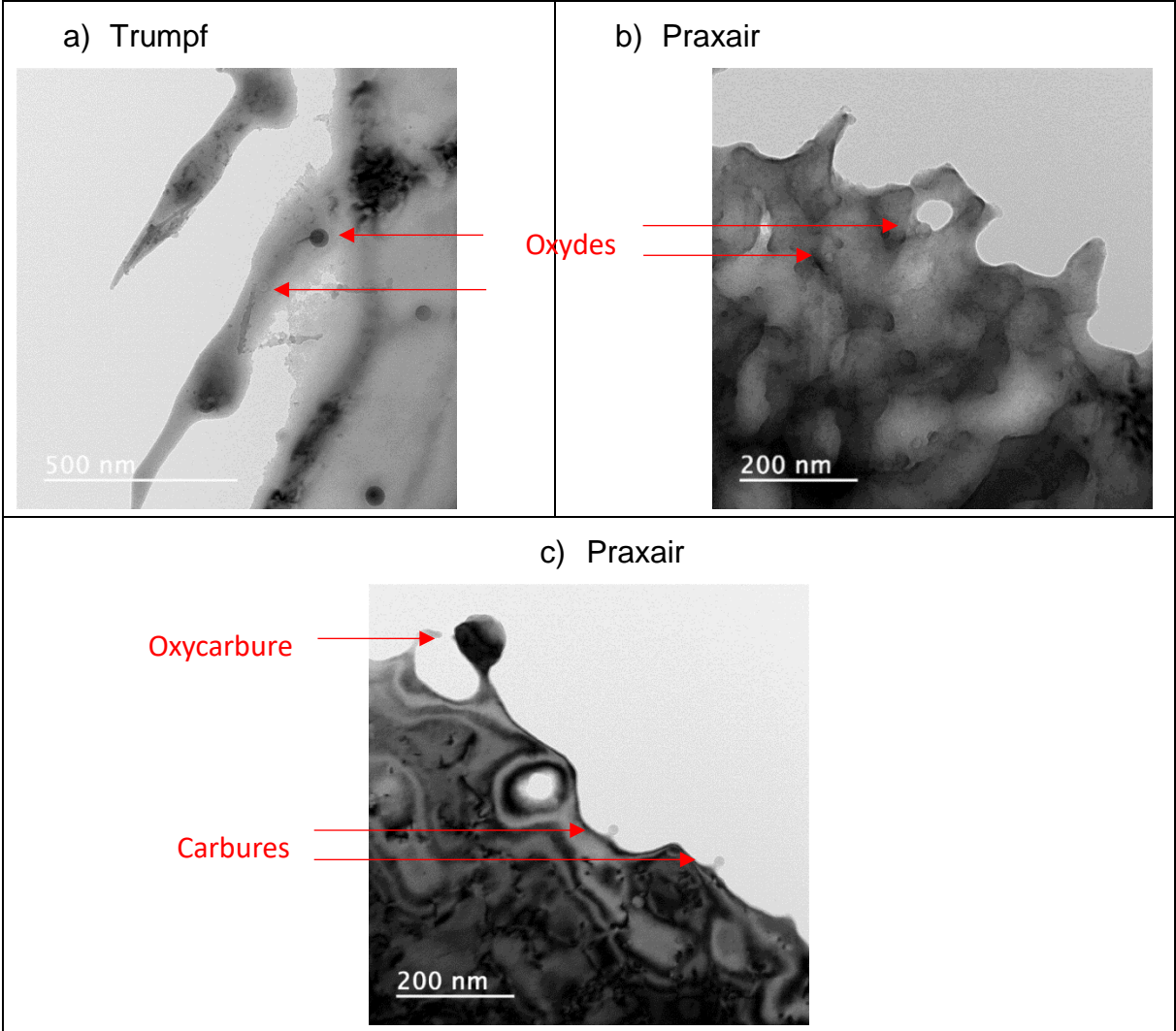


Figure 61 Observations MET des échantillons a) Trumpf et b,c) Praxair.

Les deux échantillons présentent des similitudes à cette échelle. Les cellules précédemment observées au MEB sur les deux échantillons contiennent une forte densité de dislocations. Ces dernières sont ancrées essentiellement sur les joints des cellules (figure 60). On note ensuite la présence d'oxydes de formes sphériques et de diamètres 20-100 nm pour les deux échantillons (figure 61.a et .b). Les oxydes n'ont pas de sites de localisation préférentiels. Ils sont localisés dans la matrice et dans les joints des cellules. Contrairement aux poudres, la densité d'oxydes est plus élevée dans l'échantillon Trumpf que dans l'échantillon Praxair. La composition des oxydes est similaire à celle des oxydes initialement présents dans la poudre (tableau 17).

| | O | Al | Ti | Si | Cr | Mn | Ni | C | Fe |
|---------------------------|-------|------|------|-------|-------|-------|------|-------|-------|
| Oxyde Trumpf | 51,12 | 1,49 | - | 20,81 | 8,19 | 16,32 | 0,24 | - | 1,73 |
| Oxyde Praxair | 41,62 | 1,94 | 1,96 | 14,91 | 12,34 | 5,32 | 2,63 | - | 18,72 |
| Carbure Praxair | - | - | - | - | 5,07 | 1,2 | 2,71 | 75,83 | 15,19 |
| Oxycarbure Praxair | 7,03 | 0,39 | 2,06 | 3,91 | 23,06 | 16,9 | 2,76 | 24,62 | 19,28 |

Tableau 17 Composition chimique en % massique des nano-précipités observés au MET sur la figure 61.

Les oxydes de l'échantillon Trumpf sont composés d'aluminium, silicium, et manganèse. Les oxydes de l'échantillon Praxair sont quant à eux riches en aluminium, silicium, manganèse et titane (figure 62 et tableau 17).

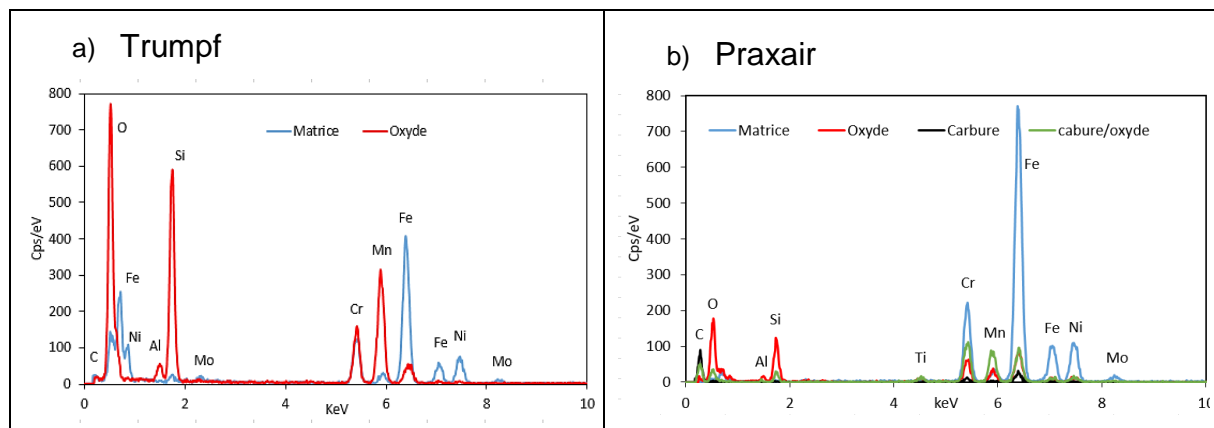


Figure 62 Spectres EDS (MET) des nano-précipités a) Trumpf et b) Praxair.

On observe dans l'échantillon Praxair, en plus des oxydes, la présence de carbures de chrome/fer d'une taille d'environ 20 nm répartis de façon homogène dans la matrice et un mélange de carbures et d'oxydes d'une taille d'environ 80 nm (figure 61.c et figure 62). Les carbures sont plus nombreux que les oxydes dans l'échantillon Praxair. De plus, seulement deux oxycarbures ont été observés sur l'acier Praxair.

IV.3.4 Propriétés mécaniques

IV.3.4.1 Microduretés

La microdureté est mesurée sur les faces parallèles et perpendiculaires à la direction de construction Z pour les deux échantillons. Les résultats sont présentés dans le tableau 18.

| | Plan (//Z) | Plan (⊥Z) |
|---------|-------------------------|-------------------------|
| Trumpf | 226 ± 6 HV ₁ | 206 ± 5 HV ₁ |
| Praxair | 202 ± 6 HV ₁ | 196 ± 5 HV ₁ |

Tableau 18 Microduretés mesurées sur les deux aciers Trumpf et Praxair.

Les valeurs de microduretés mesurées sont du même ordre de grandeur que celles que l'on retrouve dans la littérature. Zhong et al. [54] mesurent une microdureté de 230 HV₁ sur un acier 316L élaboré par SLM. La microdureté est légèrement plus élevée pour l'acier élaboré à partir de la poudre fournie par Trumpf.

Ensuite, la microdureté dans le plan (//Z) est légèrement supérieure à celle dans le plan (⊥Z) pour l'acier Trumpf. On ne note pas de différences remarquables entre les deux plans pour l'acier Praxair. D'après Sun et al. [111] et Saeidi et al. [104], les densités de dislocations et de nano-précipités sont les deux principaux facteurs contrôlant la microdureté. Cette anisotropie de microdureté observée pour l'échantillon Trumpf pourrait donc être liée à des différences de densités de dislocations et de nano-précipités entre les plans (//Z) et (⊥Z).

IV.3.4.2 Propriétés en traction

Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes élaborées dans les directions (//Z) et (⊥Z) à partir des poudres Trumpf et Praxair. Les courbes de traction sont présentées sur la figure 63. Le tableau 19 regroupe les résultats des essais de traction.

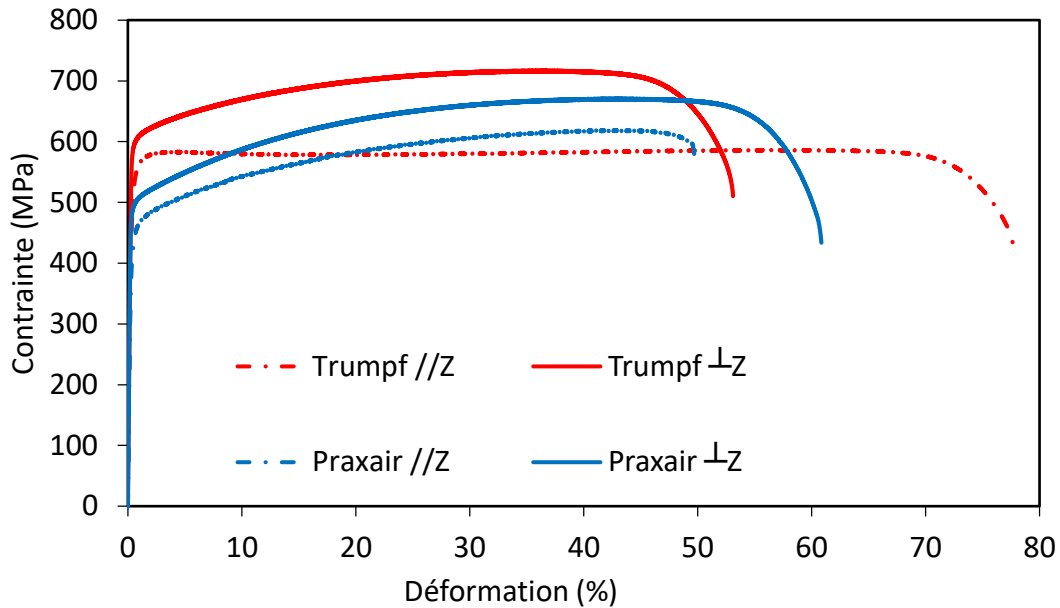


Figure 63 Courbes de traction des aciers 316L élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf et Praxair selon deux directions : parallèle et perpendiculaire à la direction de construction (Z).

| Conditions | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | |
|--------------------------------------|----------------------|---------|-------------------------|---------|--------------------------|--------|
| | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) |
| Norme RCC-MRx | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 |
| Valeurs minimales | | | | | | |
| Normes ASTM A666-15/A240 [76] | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 |
| Valeurs minimales | | | | | | |
| Acier forgé [109] | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 |
| Acier 316L Praxair | | | | | | |
| Praxair | 620 ± 3 | 670 ± 1 | 429 ± 6 | 486 ± 2 | 49 ± 5 | 62 ± 2 |
| % anisotropie | 8% | | 13% | | 27% | |
| Acier 316L Trumpf | | | | | | |
| Trumpf | 584 ± 3 | 717 ± 2 | 520 ± 7 | 588 ± 9 | 77 ± 6 | 55 ± 2 |
| % anisotropie | 22% | | 13% | | 40% | |

Tableau 19 R_m, R_{p0,2} et A_{rupture} des éprouvettes élaborées par SLM à partir de la poudre Trumpf et Praxair selon deux directions : parallèle et perpendiculaire à la direction de construction (Z).

Indépendamment de la direction de construction et de la poudre utilisée, les valeurs obtenues sont supérieures au minimum requis pour les aciers 316L forgés par la norme RCC-MRx (R_m = 490 MPa, R_{p0,2} = 190 MPa, A_{rupture} = 45%) et la norme ASTM A240 (tableau 19). Les valeurs de R_m sont du même ordre de grandeur que celles d'un acier 316L forgé (611 MPa) : 620 MPa et 584 MPa pour l'acier élaboré dans la direction (//Z) respectivement à partir de la poudre Trumpf et Praxair. L'allongement à la rupture est légèrement inférieur à celui de l'acier forgé (74%) et varie entre 49 % et 77 % pour les deux aciers.

La limite d'élasticité est au contraire plus élevée que celle de l'acier forgé (279 MPa). Les plus faibles valeurs de limite d'élasticité sont obtenues pour les éprouvettes élaborées dans la direction ($//Z$) pour les deux aciers : 486 MPa et 588 MPa respectivement pour les aciers consolidés à partir des poudres Praxair et Trumpf. Les écarts observés entre les valeurs de résistance mécanique maximale et de limite d'élasticité sur les aciers 316L élaborés par SLM et les valeurs minimales requises par les spécifications s'expliquent principalement par la présence de nano-précipités, la structure cellulaire des grains et la forte densité de dislocations [61,69,75,79,90,110,111].

Enfin, une faible dispersion des valeurs mesurées de R_m , $R_{p0,2}$ et $A_{rupture}$ (inférieure à 10 %) est observée, indiquant une bonne homogénéité des propriétés mécaniques d'un échantillon à l'autre.

- Influence de la poudre sur les propriétés en traction :

Les valeurs de résistance mécanique maximale et d'allongement à la rupture sont comparables entre les deux aciers 316L Praxair et Trumpf pour les deux directions d'élaboration. La limite d'élasticité est en revanche plus faible pour l'échantillon Praxair d'environ 100 MPa par rapport à l'acier Trumpf, indépendamment de la direction d'élaboration. Les propriétés en traction sont donc influencées significativement par les propriétés de la poudre utilisée.

Suivant la loi de Hall-Petch, la limite d'élasticité augmente lorsque la taille des grains diminue. Or, bien que la taille des grains soit plus faible pour l'acier Praxair que pour l'acier Trumpf (tableau 16), la limite d'élasticité est plus faible pour l'acier Praxair que pour l'acier Trumpf. La taille de grains n'est donc pas un paramètre suffisant dans l'interprétation des résultats d'essais de traction des aciers élaborés par SLM. D'autres paramètres microstructuraux comme les contraintes résiduelles, la densité de dislocations et la précipitation sont à prendre en compte.

- Influence de la direction de construction :

On constate une anisotropie du comportement en traction selon la direction d'élaboration (tableau 19). La limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale sont plus élevées lorsqu'elles sont mesurées dans la direction ($\perp Z$) indépendamment de la nature de la poudre de départ. Cette anisotropie mécanique est liée à l'anisotropie microstructurale.

Dans le cas de l'acier Praxair, l'allongement à la rupture est également plus élevé lorsqu'il est mesuré dans la direction ($\perp Z$). Ce n'est pas le cas pour l'acier Trumpf où l'on observe un allongement à la rupture plus élevé dans la direction ($//Z$) (figure 63).

L'échantillon Trumpf ($//Z$) se caractérise par un faible taux d'érouissage, comme le montre la courbe présentée en figure 63. La contrainte atteint rapidement un plateau horizontal, qui n'est pas observé pour l'échantillon Praxair ($//Z$). La principale différence microstructurale entre les aciers Trumpf ($//Z$) et Praxair ($//Z$) réside dans la taille des grains le

long de la direction de construction. L'échantillon Trumpf présente des grains très allongés qui traversent plusieurs joints de bain de fusion le long de la direction de construction. L'échantillon Praxair possède au contraire des grains moins allongés traversant au maximum un seul joint de bain de fusion. Cette différence microstructurale peut être à l'origine de cette différence de comportement en traction entre ces deux aciers élaborés dans la direction ($//Z$).

L'anisotropie des propriétés en traction selon la direction de construction est cependant réduite pour les aciers élaborés à partir de la poudre Praxair (tableau 19). Les échantillons Praxair ont des grains équiaxes (figure 55). Cette forme équiaxe des grains favorise l'isotropie des propriétés mécaniques. L'anisotropie n'est pas totalement supprimée car le matériau Praxair présente une texture $\langle 110 \rangle$, légèrement marquée, le long de la direction de construction (figure 58).

- Mécanisme de rupture :

Des observations en coupe longitudinale d'éprouvettes après traction ont été réalisées pour les quatre conditions (figure 64). Ces images permettent d'analyser l'état des éprouvettes après rupture et de mieux comprendre le mécanisme de rupture.

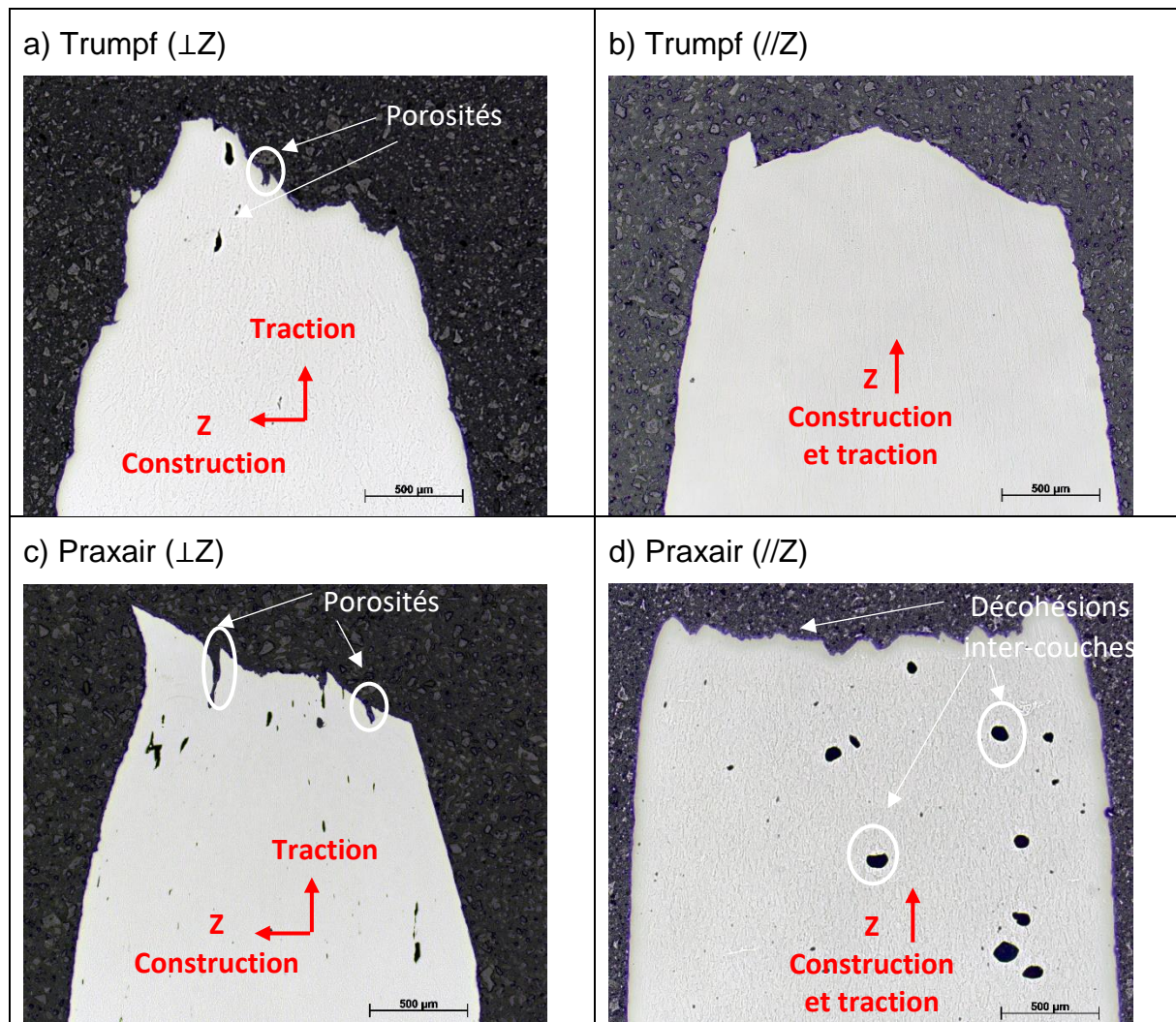


Figure 64 Observations au MO de coupes longitudinales des éprouvettes de traction après essais de traction a,b) acier Trumpf et c,d) acier Praxair.

L'acier Praxair élaboré dans la direction ($//Z$) (figure 64.d) présente plusieurs porosités d'une centaine de micromètres réparties de façon homogène dans toute la matrice. Cette éprouvette présente une interface de rupture horizontale. Lors de la construction d'une pièce, la cohésion entre les couches déposées ne se fait pas toujours de manière optimale. Ces zones inter-couches sont susceptibles de contenir une plus forte concentration de défauts (porosités, fissures) liés aux variations propres au recouvrement des couches déposées. Les couches sont perpendiculaires à l'axe de sollicitation pour les éprouvettes ($//Z$). La sollicitation mécanique le long de la direction Z provoque une décohésion préférentielle de ces zones inter-couches peu cohésives sur l'acier Praxair, ce qui mène à une rupture prématurée de l'éprouvette. Ceci explique le moins bon comportement en traction des éprouvettes élaborées dans la direction ($//Z$) par rapport à la direction ($\perp Z$) (tableau 19).

Les éprouvettes élaborées dans la direction ($\perp Z$) présentent un meilleur comportement en traction que celles élaborées dans la direction ($//Z$). Ce résultat est vrai pour l'acier 316L élaboré à partir de la poudre Praxair. L'acier 316L consolidé à partir de la poudre Trumpf possède une meilleure résistance à la traction et limite d'élasticité dans la direction

($\perp Z$) et un meilleur allongement à la rupture pour la direction ($//Z$). Cette éprouvette ($//Z$) est constituée de grains très allongés le long de la direction de construction. Ces grains traversent plusieurs bains de fusion, ce qui renforce la cohésion entre les couches. Lors de la traction le long de cette direction, les grains s'étirent avant qu'une décohésion inter-couche ait lieu. Les propriétés en traction sont donc meilleures dans la direction ($\perp Z$), sauf quand l'acier présente des grains très colonnaires le long de la direction de construction. Dans ce dernier cas, la ductilité est meilleure dans la direction ($//Z$).

Indépendamment de la poudre initiale, les défauts présents dans les éprouvettes élaborées perpendiculairement au sens de construction (figure 64.a et c) sont de formes allongées le long de l'axe de sollicitation et sont concentrés essentiellement à l'interface de rupture. Ils sont des sites d'initiation de fissures qui entraînent par la suite la rupture de l'éprouvette.

IV.4 Influence des caractéristiques de la poudre sur la microstructure de l'acier 316L élaboré par fusion laser sélective sur lit de poudre

Une comparaison entre les deux aciers 316L consolidés à partir des poudres Trumpf et Praxair est réalisée. Les paramètres du procédé SLM ont été fixés pour cette étude. Les différences constatées entre ces deux aciers sont donc essentiellement induites par les caractéristiques de la poudre. Les corrélations entre les caractéristiques des poudres et les propriétés microstructurales des deux aciers élaborés par SLM sont discutées.

IV.4.1.1 Similitudes microstructurales entre les deux aciers

Certaines caractéristiques microstructurales de l'acier 316L consolidé par SLM sont indépendantes de la poudre utilisée comme matière première.

La densité relative des deux aciers est supérieure à 99%. Aucune différence de densité n'a été constatée entre les deux aciers malgré l'utilisation de deux poudres de nature différente. La poudre Praxair est atomisée sous argon et possède une mauvaise coulabilité. La poudre Trumpf est atomisée sous azote et s'écoule comme la majorité des poudres utilisées en SLM. La coulabilité, la nature du gaz d'atomisation et la morphologie des poudres ne sont donc pas des paramètres limitant dans le choix des poudres pour l'obtention de matériaux denses par SLM. Toutefois, ce résultat a été démontré sur la machine Trumpf TruPrint Série 1000 où l'approvisionnement de la poudre se fait par l'intermédiaire de pistons et la mise en couche par raclette. Ce résultat ne peut donc pas être généralisé à toutes les imprimantes SLM.

La composition chimique est stable pour les deux aciers 316L. On retrouve globalement la même composition que celle de la poudre. Après élaboration, les deux aciers se sont enrichis en azote. La composition chimique en azote était initialement élevée sur la poudre Trumpf. Par conséquent, après consolidation, la teneur en azote a dépassé la teneur requise par la norme RCC-MRx.

Pour les deux aciers, la largeur des bains de fusion est également similaire. Les grains sont texturés $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction et sont constitués de cellules sub-micrométriques. Les joints de ces cellules contiennent une forte densité de dislocations.

Quelle que soit la poudre utilisée, on observe la présence d'oxydes sur les deux aciers consolidés. Leurs tailles varient entre 20 et 100 nm. La densité d'oxydes est plus élevée dans l'acier Trumpf que dans l'acier Praxair. Ces oxydes étaient présents initialement dans les poudres avec des tailles similaires. Leurs compositions chimiques restent stables après consolidation. Les oxydes sont riches en Al, Si et Mn dans la poudre et dans l'acier Trumpf. Ils sont riches en Al, Si, Mn, et Ti dans la poudre et l'acier Praxair. La nature des oxydes est différente pour les deux aciers et dépend de la nature des éléments et des oxydes présents initialement dans la poudre.

IV.4.1.2 Différences microstructurales entre les deux aciers

Certaines caractéristiques microstructurales de l'acier 316L élaboré par SLM sont dépendantes des caractéristiques de la poudre utilisée comme matière première.

Deux principales différences sont observées entre les deux aciers. Il s'agit de la taille et la forme des grains ainsi que la présence de carbures et oxycarbures sur l'acier élaboré à partir de la poudre Praxair.

On note la présence de carbures de chrome et de fer de taille inférieure à celle des oxydes (20 nm) et de gros oxycarbures d'une taille d'environ 80 nm dans l'acier Praxair. Par ailleurs, la densité de carbures est plus élevée que celle des oxydes dans cet acier. Aucun de ces précipités n'est observé sur l'acier Trumpf. De plus, aucun de ces précipités n'a été observé sur la poudre d'acier Praxair. Deux hypothèses sont émises :

- soit les carbures sont présents dans la poudre mais les analyses MEB ne permettent pas de les observer car ils sont trop petits,
- soit les carbures ne sont pas présents dans la poudre Praxair.

Dans les deux cas, les températures atteintes dans le bain de fusion sont supérieures à 2500°C [66]. Les carbures ne sont pas stables à cette température et sont dissous dans le bain liquide.

L'acier Praxair est constitué de grains équiaxes d'environ 20 μm . L'acier Trumpf possède au contraire des grains colonnaires le long de la direction de construction similaires à ceux rencontrés dans la littérature. Les paramètres SLM peuvent avoir un effet sur la taille des grains. Pour vérifier l'influence des paramètres SLM sur cette microstructure équiaxe, deux échantillons ont été élaborés à partir de la poudre d'acier Praxair avec des paramètres SLM éloignés des paramètres SLM utilisés. Seule la vitesse de balayage a été modifiée. Les vitesses de balayage utilisées sont 50 mm/s et 3000 mm/s. La vitesse initialement utilisée était de 675 mm/s. Les observations des grains de ces deux échantillons sont présentées sur la figure 65.

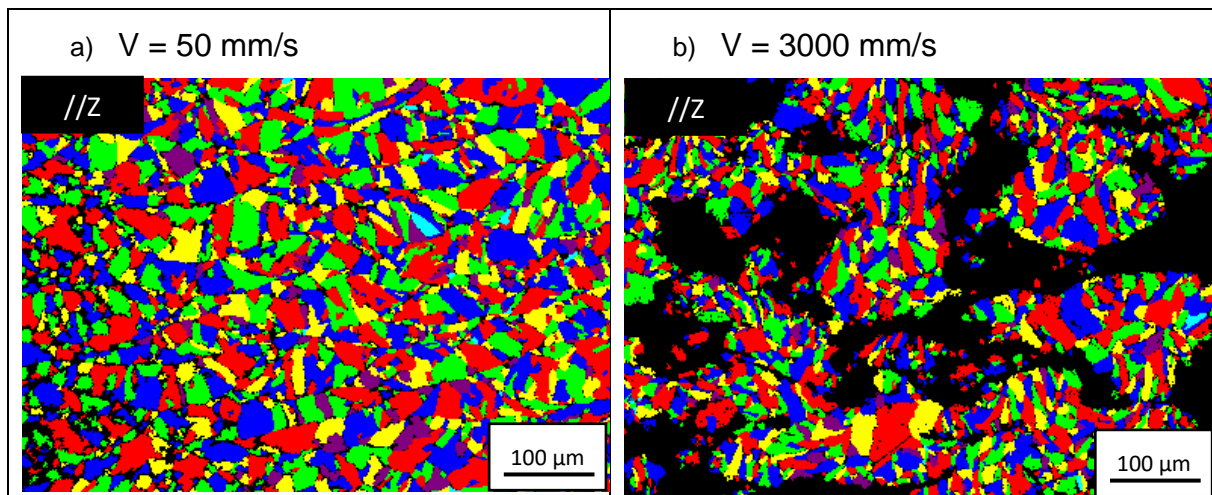


Figure 65 Micrographies de grains déterminées par EBSD sur des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Praxair a) $V = 50 \text{ mm/s}$ et b) $V = 3000 \text{ mm/s}$.

On ne constate pas de changement de tailles ni de formes des grains par rapport à l'échantillon élaboré avec les paramètres de référence. Les grains sont toujours équiaxes et mesurent environ $20 \mu\text{m}$. L'échantillon élaboré avec une vitesse de 3000 mm/s présente de nombreuses porosités en noir sur la figure 65.b. La vitesse de balayage est très élevée et la fusion de toutes les particules de poudre n'a pas le temps se produire. Par conséquent, le matériau est très poreux. L'objectif de cette étude n'est pas d'optimiser la densité du matériau mais d'observer la taille et la forme des grains. De cette étude, on a pu démontrer que la forme équiaxe des grains n'est pas liée aux paramètres SLM.

La deuxième hypothèse pour expliquer la forme équiaxe des grains repose sur les caractéristiques de la poudre Praxair et est discutée dans la partie suivante.

IV.4.1.3 Influence des caractéristiques de la poudre sur la taille et la forme des grains

Les aciers 316L élaborés par SLM à partir de la poudre Praxair ont la particularité d'avoir des grains fins et équiaxes. Aucun résultat similaire n'est observé dans la littérature sur de l'acier 316L élaboré par SLM. Un mécanisme de formation, illustré sur la figure 66, est proposé pour expliquer la formation de cette microstructure particulière.

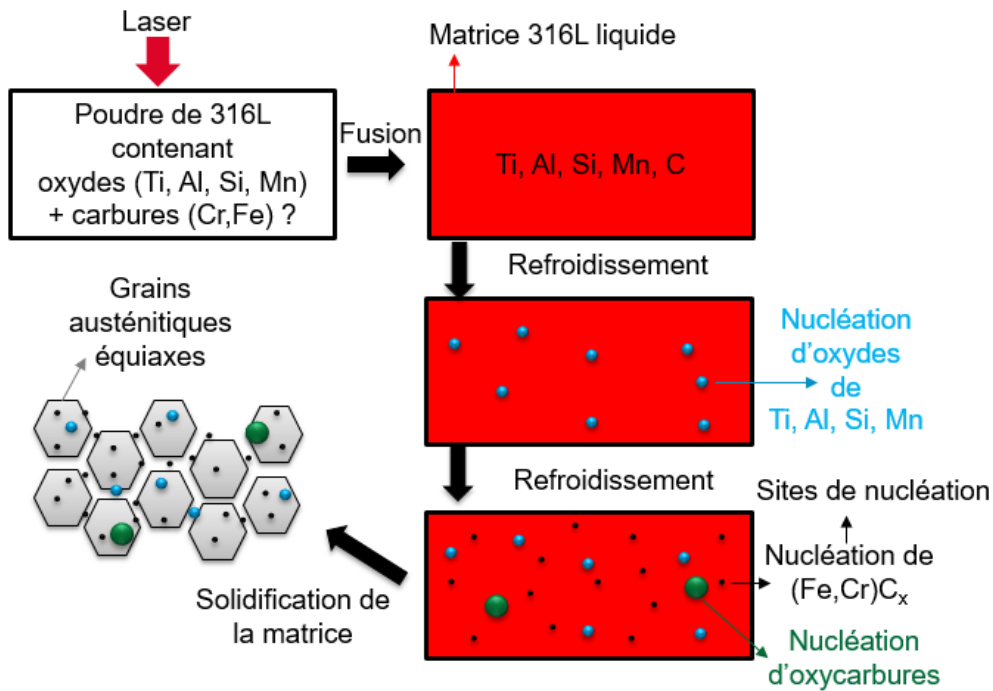


Figure 66 Schéma illustrant le mécanisme de formation des grains équiaxes sur l'acier Praxair.

- Etape 1 : fusion de la poudre

La poudre Praxair est constituée d'oxydes riches en Ti, Al, Si et Mn et potentiellement de carbures de chrome. Durant l'étape de fusion des particules de poudre, la température du bain liquide dépasse les 2500°C [66]. Ces précipités sont dissous et se dispersent dans le bain liquide.

- Etape 2 : nucléation et solidification

Lors du refroidissement du bain liquide, les oxydes de Ti, Al, Si, et Mn se forment en premier car ils sont plus stables que les carbures. L'énergie libre nécessaire pour la formation d'oxydes (SiO_2 , MnO , Al_2O_3 , TiO_2) est plus basse que celle nécessaire pour la formation de carbures ($M_{23}C_6$, M_7C_3) sur le diagramme d'Ellingham [131,132]. Les oxydes ont besoin de moins d'énergie que les carbures pour précipiter.

Lorsque la température du bain diminue, les carbures de type $(Fe, Cr)C_x$ précipitent instantanément avant la solidification de la matrice.

Ces nano-précipités en grande quantité sont des sites de nucléation dans le bain liquide. Ils contribuent à la nucléation hétérogène et à la croissance de nouveaux grains austénitiques avant l'arrivée du front de solidification [48]. La nucléation en amont déstabilise l'épitéxie en favorisant énergétiquement la formation de nouveaux grains. Cette nucléation hétérogène fait barrière à la croissance de grains colonnaires portée par le gradient thermique. Les grains équiaxes apparaissent si la condition suivante sur le gradient thermique à l'interface solide/liquide, $G_{S/L}$ est satisfaite [133] :

$$G_{S/L} < \alpha \cdot (N_0)^{1/3} \cdot \beta \quad (6)$$

avec : β une fonction de la température de surfusion,
 N_0 la densité de nucléi par unité de volume.

Une forte densité de nucléi est donc nécessaire pour faciliter la formation de grains équiaxes. L'acier Trumpf est constitué uniquement de nano-oxydes et les grains sont colonnaires. Au contraire, l'acier Praxair est composé d'oxydes et de carbures et les grains sont équiaxes. La nature des oxydes est également différente. Les oxydes dans l'acier Praxair sont composés de titane contrairement aux oxydes de l'acier Trumpf. Deux hypothèses sont proposées :

- soit ce sont les carbures seuls qui agissent en tant que sites de nucléation,
- soit les oxydes riches en titane participent aussi en tant que sites de germination. Les oxydes de titane ont déjà été référenciés comme sites de nucléation pour les aciers [134,135].

- Etape 3 : inhibition de la croissance des grains

Globalement, les carbures sont répartis de manière homogène dans la matrice et dans les joints de grains. Les carbures localisés dans les joints de grains participent à l'inhibition de la croissance des grains sous l'effet « Zener Pinning ». Ils limitent la croissance des grains durant la solidification des grains austénitiques. D'après le modèle de Zener [136], la taille des grains austénitiques d s'exprime par l'équation (7) suivante :

$$d = 4\alpha \frac{d_p}{3v_p} \quad (7)$$

avec : d la taille des grains,
 d_p le diamètre des précipités,
 v_p la fraction volumique des précipités.

La taille des grains est donc corrélée à la taille et à la densité des précipités. Une augmentation de la densité de précipités ou une baisse de la taille des précipités retardent la croissance des grains et conduisent à un affinement de la microstructure. Les carbures, de diamètres environ 20 nm, sont plus nombreux que les oxydes dans l'acier Praxair. Ils participent donc davantage à l'affinement des grains de l'acier.

- Remarques :

Les carbures précipitent dans l'acier Praxair mais pas dans l'acier Trumpf ni dans les aciers 316L couramment élaborés par SLM.

Une teneur similaire en carbone de 170 ppm est mesurée sur les deux poudres d'acier. La teneur en carbone n'est donc pas responsable de cette précipitation.

La poudre Praxair est atomisée par argon et par conséquent sa teneur en azote est très faible (86 ppm) contrairement aux autres poudres atomisées par azote (877 pour la poudre Trumpf). L'azote est un élément connu pour inhiber la précipitation de carbures de type $M_{23}C_6$ dans les aciers [137]. La présence d'azote en moindre quantité dans la poudre Praxair peut donc potentiellement favoriser la précipitation de carbures.

Enfin, Dadoo et al. [138] ont démontré que l'ajout de titane dans les aciers permet d'augmenter la température de précipitation des carbures sans avoir de répercussions sur la température de solidification de l'acier. On retrouve dans l'acier Praxair des oxydes riches en titane contrairement à l'acier Trumpf. Le titane a donc pu participer à l'augmentation de la température de précipitation des carbures. Ces derniers ont donc pu précipiter en amont de la solidification de l'acier.

La présence d'azote en faible quantité et la présence d'oxydes de titane dans la poudre Praxair sont deux paramètres susceptibles de favoriser l'obtention de grains équiaxes sur des aciers 316L élaborés par SLM. La composition chimique des oxydes et de la poudre est très importante car elle influence considérablement la taille des grains des aciers élaborés par SLM.

IV.5 Synthèse

Cette étude a permis de comparer les propriétés intrinsèques de onze poudres d'acier 316L. Les principaux résultats de cette étude sont rappelés :

- La poudre Praxair est la seule à être atomisée par argon.
- Le diamètre médian d_{50} des poudres s'étend de 30 à 80 μm . Sept poudres ont un d_{90} inférieur à 50 μm . Il s'agit des poudres Trumpf, LPW, LSN Diffusion, Oerlikon A, Praxair, M4P 0.3 et SLM solutions.
- Sur ces 7 poudres, la poudre M4P 0.3 ne satisfait pas la norme RCC-MRx en termes de composition chimique.
- Aucun critère de densité ne permet de distinguer l'une de ces sept poudres.
- On différencie deux types de poudre : celles qui s'écoulent et celles qui s'écoulent difficilement. Les poudres Praxair et SLM Solutions font parties des poudres qui s'écoulent difficilement.
- Les poudres sont majoritairement de formes sphériques. Certaines présentent une densité élevée de satellites en surface. La forme des particules influence la coulabilité. En effet, les particules de formes hétérogènes diminuent la coulabilité.
- Les poudres sont constituées de nano-oxydes. La poudre Praxair est composée d'une grande densité d'oxydes riches en Si, Mn, Al, Ti. La poudre Trumpf est composée d'une faible densité d'oxydes de Mn et Si.

L'ensemble de ces résultats souligne l'intérêt d'analyser les poudres afin de vérifier certaines caractéristiques de base comme la composition chimique de l'acier 316L.

Des aciers ont été élaborés à partir des poudres fournies par Trumpf et Praxair sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000. Les paramètres SLM ont été fixés pour cette étude. L'objectif a été de déterminer les corrélations possibles entre les propriétés finales des pièces et la matière première utilisée. Certaines caractéristiques microstructurales de l'acier sont indépendantes de la nature de la poudre :

- La densité relative est supérieure à 99% pour les deux aciers. La coulabilité, la nature du gaz d'atomisation et la morphologie des poudres ne sont pas des paramètres limitant dans le choix des poudres pour l'obtention d'aciers 316L denses élaborés sur l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000.
- La composition chimique des aciers est stable et similaire à celle des poudres.
- La forme et la largeur des bords de fusion est similaire sur les deux aciers.
- Les deux aciers sont texturés $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction. L'acier Trumpf est beaucoup plus texturé que l'acier Praxair.
- Les grains des deux aciers sont constitués de cellules sub-micrométriques contenant une forte densité de dislocations.

- Les aciers sont constitués de nano-oxydes de tailles variant entre 20 et 100 nm. La composition chimique de ces oxydes est similaire à celle des oxydes initialement présents dans la poudre.

Au contraire, les caractéristiques de la poudre peuvent avoir une influence sur certaines caractéristiques microstructurales de l'acier. La composition chimique de la poudre a été évaluée comme le paramètre capital dans le contrôle de la microstructure. Elle a un effet sur la forme et la taille des grains de l'acier élaboré par SLM. La synergie entre la faible teneur en azote et la présence d'oxydes riches en titane dans la poudre Praxair a conduit à l'élaboration d'un acier 316L avec des grains fins et équiaxes.

Les propriétés en traction obtenues sur les deux aciers sont supérieures à celles requises par les normes RCC-MRx et ASTM A240. Le R_m , $R_{p0.2}$ sont comparables pour les deux aciers. Le $R_{p0.2}$ est plus faible de 100 MPa pour l'acier Praxair par rapport à celui de l'acier Trumpf indépendamment de la direction d'élaboration. Les propriétés en traction sont donc dépendantes de la poudre utilisée.

L'anisotropie des propriétés en traction selon la direction d'élaboration est observée sur les deux aciers. Cependant, elle est réduite pour l'acier Praxair compte tenu de la forme équiaxe des grains.

L'obtention de grains équiaxes sur des aciers 316L fait partie d'un des challenges dans le domaine de la fabrication additive métallique. Cette partie démontre qu'il est possible en contrôlant la composition chimique de la poudre d'obtenir des grains équiaxes le long de la direction de construction sur de l'acier 316L brut de fabrication.

Un recours à des post-traitements est souvent utile en fabrication additive métallique pour modifier la microstructure, favoriser la formation de grains équiaxes et améliorer les propriétés mécaniques. Dans le chapitre suivant, deux traitements thermiques sont effectués sur les deux aciers 316L Trumpf et Praxair. Les microstructures et les propriétés mécaniques de ces deux aciers traités sont évaluées et comparées.

Chapitre V - Influence de deux post-traitements thermiques sur les propriétés finales de l'acier 316L élaboré par SLM

| | | |
|-----|---|-----|
| V.1 | INTRODUCTION..... | 110 |
| V.2 | PROTOCOLE EXPERIMENTAL | 110 |
| V.3 | INFLUENCE D'UN TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANQUES DES DEUX ACIERS 316L ELABORES PAR SLM..... | 111 |
| V.4 | INFLUENCE D'UN TRAITEMENT DE COMPRESSION ISOSTATIQUE A CHAUD SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANQUES DES DEUX ACIERS 316L | 118 |
| V.5 | SYNTHESE..... | 131 |

V.1 Introduction

Après fabrication, la mise en œuvre de traitements thermomécaniques peut s'avérer nécessaire pour optimiser les propriétés des pièces élaborées par fabrication additive. Les post-traitements thermiques de relaxation et de compression isostatique à chaud (CIC) sont couramment utilisés pour l'acier inoxydable 316L élaboré par SLM.

Les traitements thermiques permettent de relaxer les contraintes résiduelles [43]. Les traitements de CIC sur les pièces massives ont pour but de réduire le taux de porosités et d'améliorer les performances mécaniques [46].

Dans le chapitre précédent, deux aciers de nuance 316L ont été consolidés à partir de poudres fournies par Trumpf et Praxair. Les résultats obtenus à partir de la caractérisation de ces deux aciers montrent qu'ils présentent des caractéristiques différentes en termes de microstructures et de propriétés mécaniques.

Dans ce chapitre, un post-traitement thermique de relaxation à 700°C pendant 1h et un post-traitement de CIC à 1100°C pendant 3h à 1800 bar sont effectués sur les deux aciers 316L consolidés à partir des poudres fournies par Trumpf et Praxair. Ces deux aciers 316L massifs seront nommés Trumpf et Praxair dans la suite du manuscrit. Les microstructures et les propriétés mécaniques de ces deux aciers post-traités sont caractérisées et comparées. L'objectif de cette étude consiste à évaluer l'influence de ces deux post-traitements sur la microstructure et le comportement mécanique de ces deux aciers.

V.2 Protocole expérimental

Deux post-traitements sont réalisés sur les deux aciers 316 Praxair et Trumpf bruts élaborés par SLM :

- un traitement thermique à 700°C pendant 1h sous argon visant à relaxer les contraintes internes du matériau,
- un traitement de compression isostatique à chaud à 1100°C pendant 3h à 1800 bar sous argon visant à densifier le matériau et homogénéiser la microstructure.

Les vitesses de chauffage et de refroidissement sont fixées à 800°C/h pour les deux traitements. Les éprouvettes cylindriques et cubiques sont dissociées du plateau de construction puis traitées. Après traitements les éprouvettes cylindriques sont usinées pour les essais de traction.

V.3 Influence d'un traitement thermique sur la microstructure et les propriétés mécaniques des deux aciers 316L élaborés par SLM

V.3.1 Microstructure

La densité des deux aciers post-traités, mesurée par la méthode d'Archimède, est présentée dans le tableau 20.

| | Acier Trumpf (g/cm ³) | Acier Praxair (g/cm ³) | Densité initiale des poudres Praxair et Trumpf (g/cm ³) |
|---|--------------------------------------|---------------------------------------|--|
| Brut de construction | 7,92 ± 0,01 | 7,93 ± 0,01 | |
| Après traitement thermique de relaxation | 7,93 ± 0,01 | 7,93 ± 0,01 | 7,99 ± 0,03 |

Tableau 20 Densité des aciers 316L avant et après traitement thermique de relaxation.

Les résultats montrent que le traitement de relaxation n'a pas d'influence significative sur la densité des deux aciers. La densité est similaire pour les deux aciers post-traités et vaut $7,93 \pm 0,01$ g/cm³.

- Grains et bains de fusion :

La figure 67 présente des observations réalisées par microscope optique des deux aciers attaqués à l'eau régale après traitement thermique.

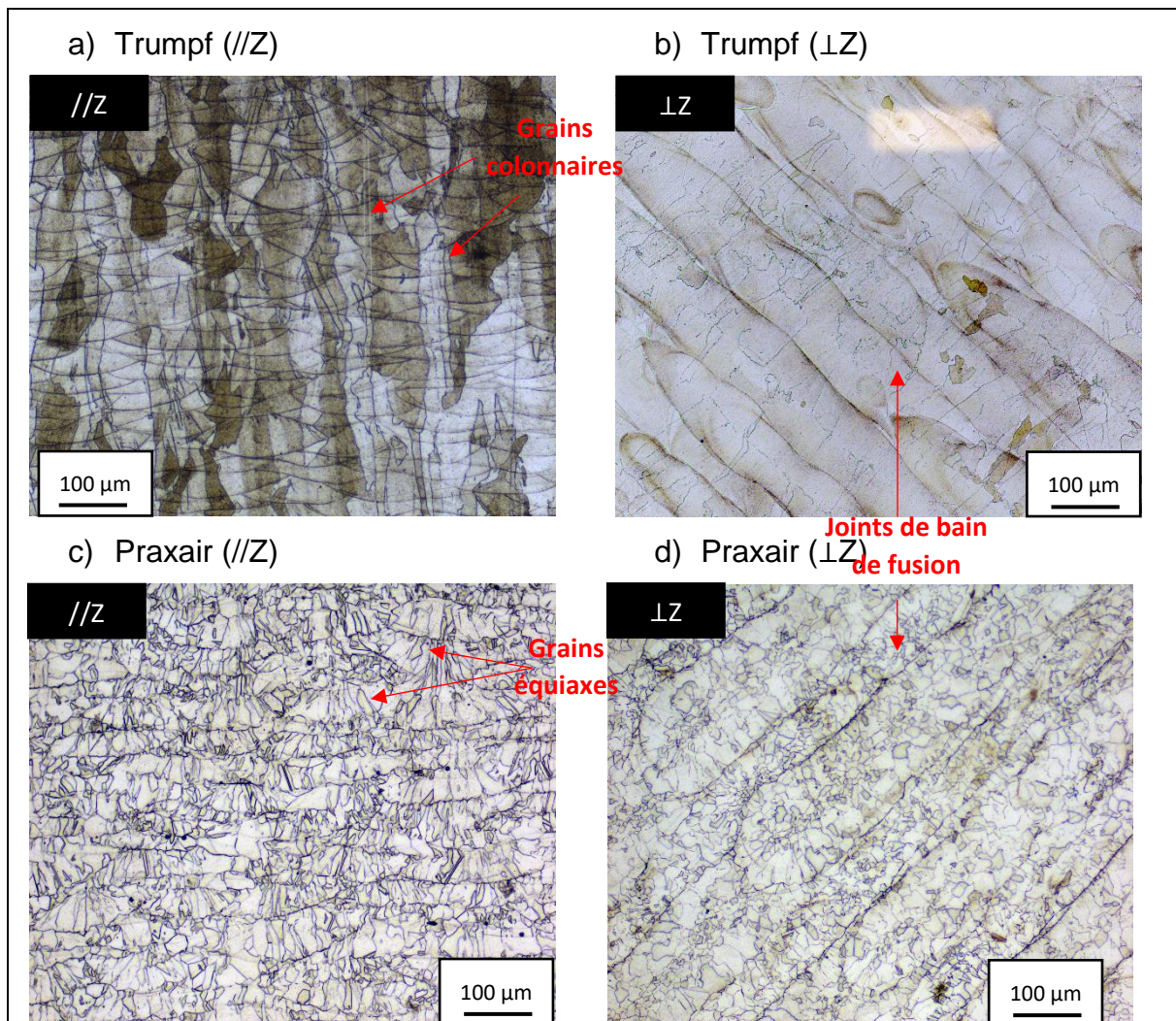


Figure 67 Observations au microscope optique après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement thermique de 700°C pendant 1h à partir de la poudre Trumpf a) plan (//Z) et b) plan (⊥Z) et de la poudre Praxair c) plan (//Z) et d) plan (⊥Z).

Le traitement thermique de relaxation des contraintes n'a aucune influence sur la largeur des bains de fusion. En effet, les bains de fusion observés après traitement sont similaires aux bains observés sur les deux aciers avant traitement. Leur taille et forme sont identiques à celles des échantillons bruts de construction. On retrouve sur les plans (⊥Z) les marques laissées par les bains de fusion orientés à 45° (figure 67.b et .d) qui témoignent de la stratégie de balayage employée.

Les grains de l'échantillon Trumpf post-traité sont colonnaires, orientés selon la direction Z, et traversent plusieurs bains de fusion (figure 67.a) contrairement à l'échantillon Praxair post-traité (figure 67.c). Ce dernier conserve ses grains fins et équiaxes.

La figure 68 présente les résultats des analyses EBSD réalisées sur les deux aciers.

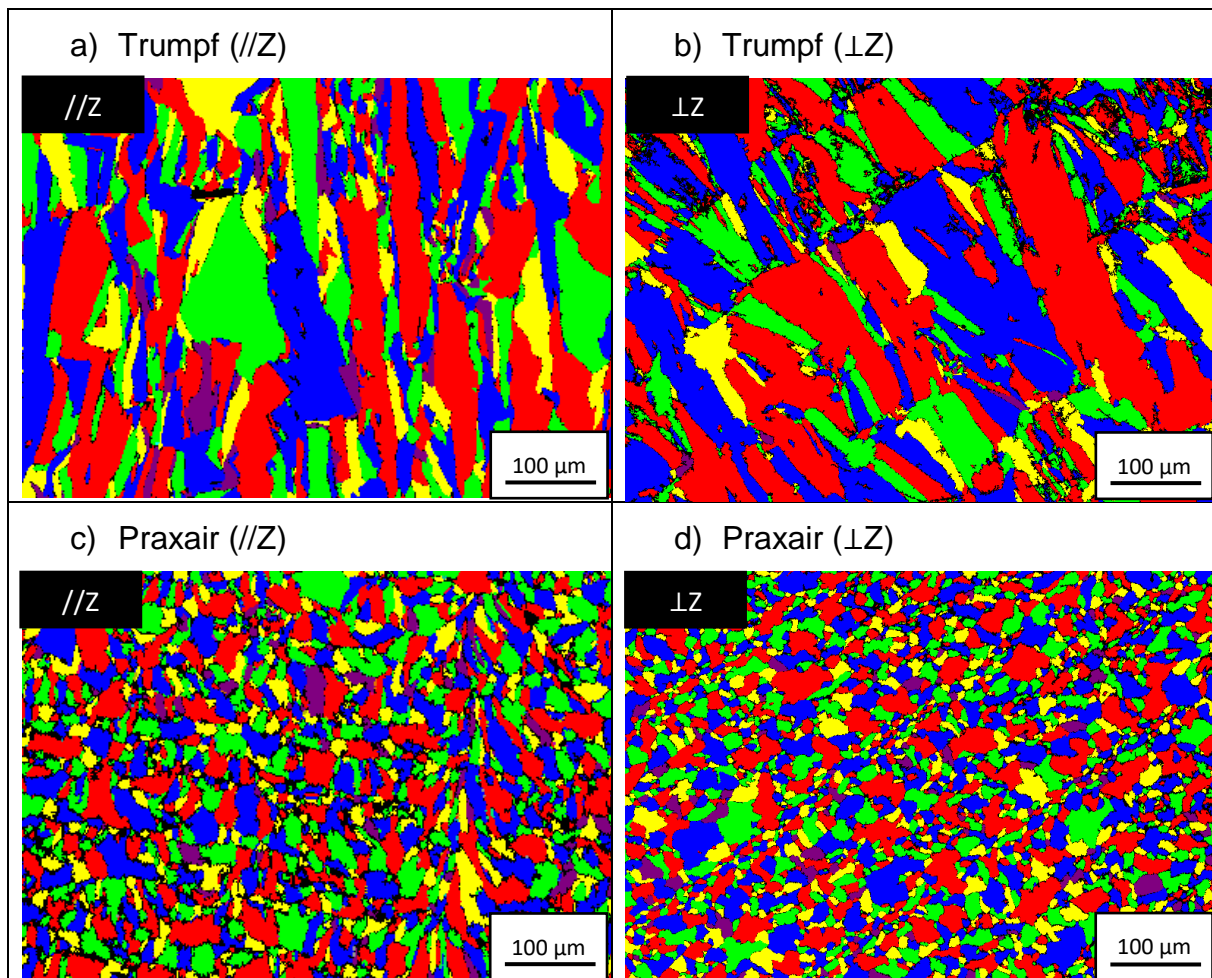


Figure 68 Micrographies de grains déterminées par EBSD sur des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement thermique de 700°C pendant 1h à partir de la poudre Trumpf a) plan (//Z) et b) plan (⊥Z) et de la poudre Praxair c) plan (//Z) et d) plan (⊥Z).

Les mesures réalisées par EBSD montrent que le traitement de relaxation des contraintes ne semble pas avoir d'influence sur la taille et la forme des grains. En effet, on observe sur la figure 68 des grains de formes similaires à ceux des échantillons bruts de construction. Le tableau 21 présente les valeurs des longueurs, largeurs et rapports longueur/largeur des grains des deux échantillons post-traités.

| | Longueur (μm) | Largeur (μm) | Longueur/largeur |
|---|---------------|--------------|------------------|
| Brut de construction Trumpf | 68,6 ± 8,3 | 20,8 ± 2,7 | 3,2 ± 0,1 |
| Après traitement de relaxation Trumpf | 59,6 ± 11 | 20,7 ± 3 | 3 ± 0,7 |
| Brut de construction Praxair | 20,6 ± 1,5 | 16,2 ± 1,5 | 1,3 ± 0,1 |
| Après traitement de relaxation Praxair | 22,2 ± 1,5 | 16,8 ± 1 | 1,3 ± 0,1 |

Tableau 21 Comparaison de la taille des grains entre les échantillons bruts de construction et soumis à un traitement thermique 700°C pendant 1h.

Les mesures réalisées confirment que la taille moyenne des grains observés dans les échantillons post-traités est identique à celle des grains observés dans les échantillons avant traitement. Les grains de l'acier Trumpf sont colonnaires le long de la direction de construction et mesurent $59,6 \pm 11 \mu\text{m}$ de longueur et $20,7 \pm 3 \mu\text{m}$ de largeur avec un rapport longueur sur largeur de $3 \pm 0,7$. Les grains de l'acier Praxair ont une taille moyenne moindre par rapport à l'acier Trumpf ($22,2 \pm 1,5 \mu\text{m}$) et sont de formes équiaxes avec un rapport longueur sur largeur constant de $1,3 \pm 0,1$.

De plus, les deux échantillons restent austénitiques même après un traitement thermique de relaxation comme en témoigne les cartographies des phases sur la figure 69. Le taux d'indexation est supérieur à 99% pour les deux aciers.

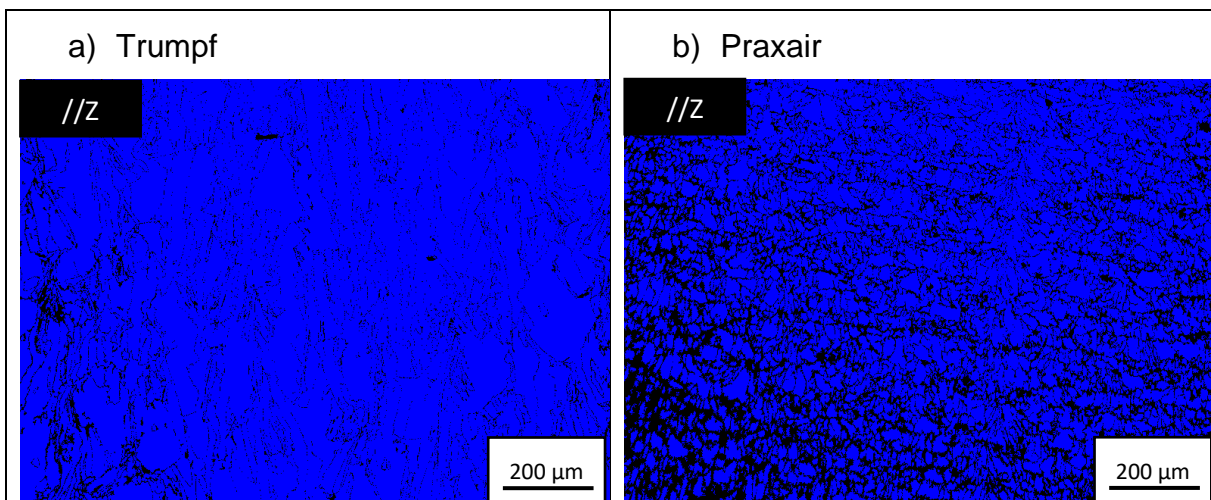


Figure 69 Cartographies des phases déterminées par EBSD. Pièces soumises à un traitement thermique 700°C pendant 1h élaborées à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair. Le bleu représente la phase austénitique.

Les figures de pôle des deux aciers, présentées sur la figure 70, mettent en évidence la texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction pour les deux aciers post-traités.

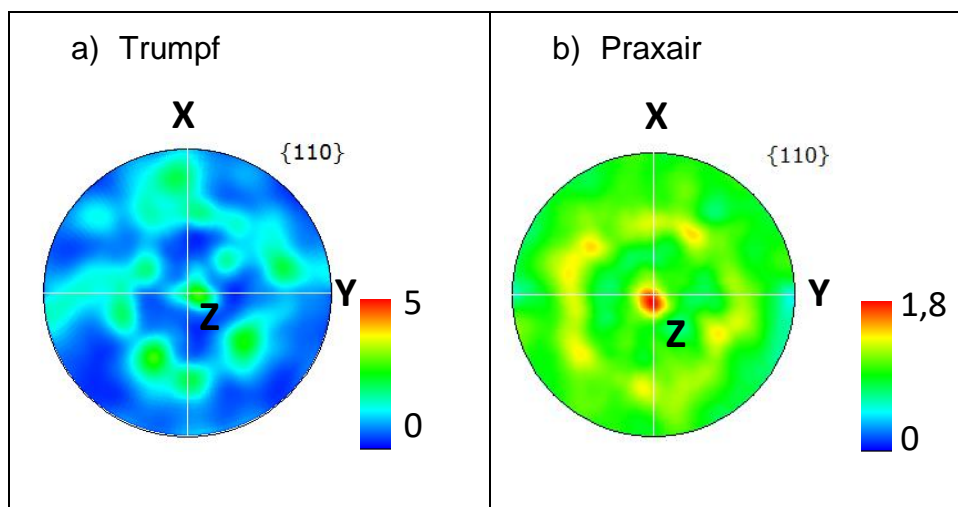


Figure 70 Figures de pôle des échantillons soumis à un traitement thermique 700°C pendant 1h élaborés par SLM à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair.

Le traitement thermique à 700°C n'a modifié ni la texture ni l'intensité de texture des deux échantillons. L'intensité de texture de l'acier Praxair est toujours moins élevée que celle de l'échantillon Trumpf.

- Echelle micrométrique :

La figure 71 présente les observations au microscope électronique à balayage des deux aciers après attaque à l'eau régale.

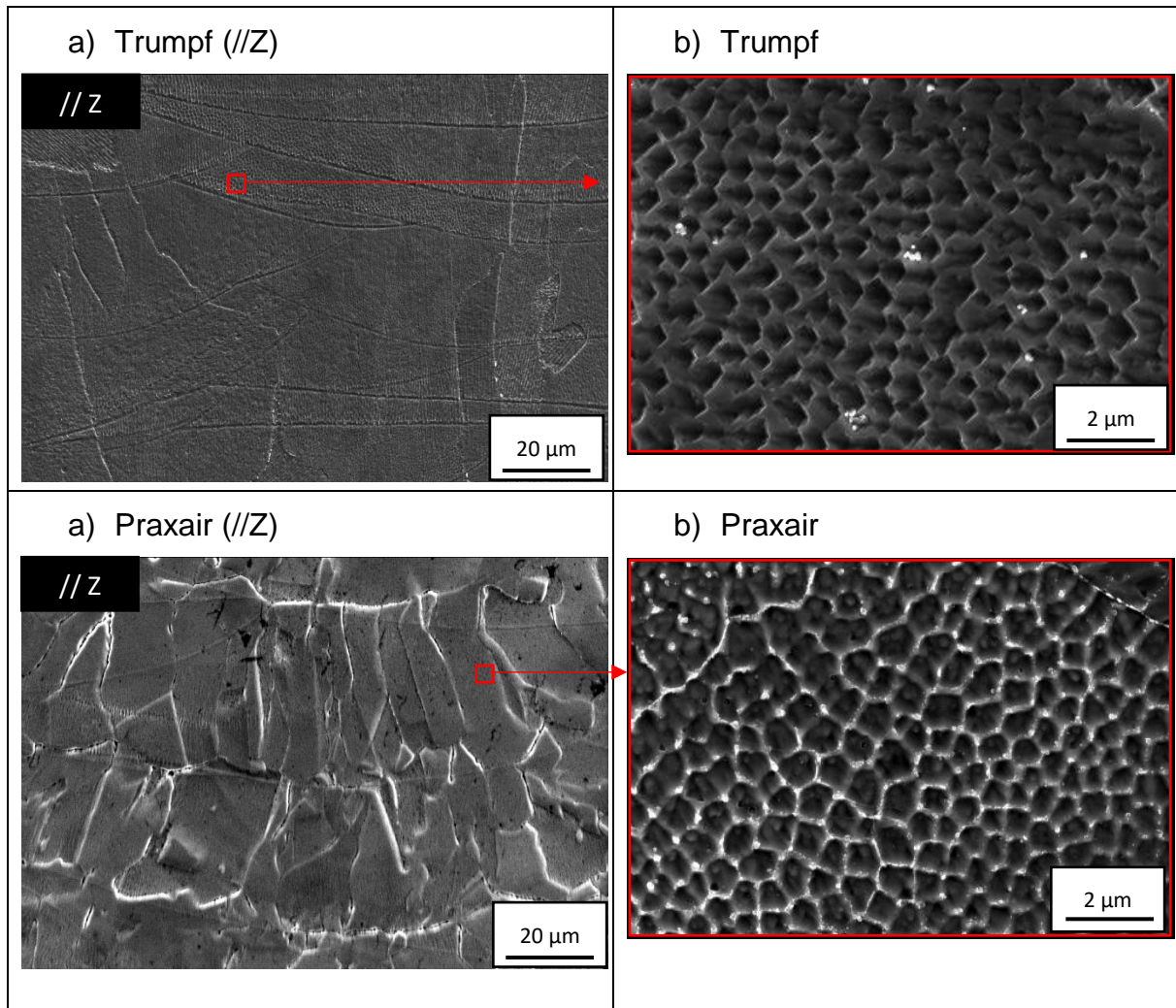


Figure 71 Observations MEB après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement thermique de 700°C pendant 1h à partir de la poudre Trumpf a) et b) et de la poudre Praxair c) et d).

Le traitement thermique de relaxation des contraintes n'a pas d'effet sur les cellules sub-micrométriques initialement présentes dans les échantillons bruts de construction. Sur les deux échantillons Trumpf et Praxair, on observe des cellules de tailles similaires à celles des échantillons bruts d'élaboration.

V.3.2 Propriétés mécaniques

V.3.2.1 Microdureté

La microdureté a été mesurée sur les deux échantillons sur les deux plans ($//Z$) et ($\perp Z$). Les résultats sont présentés dans le tableau 22.

| | Plan ($//Z$) | Plan ($\perp Z$) |
|---|-------------------------|-------------------------|
| Trumpf brut de construction | 226 ± 6 HV ₁ | 206 ± 5 HV ₁ |
| Trumpf après traitement de relaxation | 209 ± 8 HV ₁ | 196 ± 3 HV ₁ |
| Praxair brut de construction | 202 ± 6 HV ₁ | 196 ± 5 HV ₁ |
| Praxair après traitement de relaxation | 185 ± 3 HV ₁ | 188 ± 3 HV ₁ |

Tableau 22 Microduretés mesurées sur les deux échantillons Trumpf et Praxair avant et après traitement thermique à 700°C pendant 1h.

On constate une diminution de la microdureté pour les deux échantillons indépendamment du plan d'analyse. Dans le plan ($//Z$), la microdureté diminue de 8 % et 9 % respectivement pour l'échantillon Trumpf et Praxair. D'après Wang et al. [44], la baisse de microdureté au sein du matériau après traitement thermique est attribuée à la diminution des contraintes résiduelles. De plus, pour les deux échantillons traités thermiquement, on ne note pas de différences significatives entre les deux plans d'analyse

V.3.2.2 Propriétés en traction

Les résultats des essais de traction sur les aciers traités thermiquement sont comparés à ceux des aciers bruts de construction et sont regroupés dans le tableau 23.

| Conditions | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | |
|---|----------------------|---------|-------------------------|---------|--------------------------|--------|
| | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) |
| Norme RCC-MRx Valeurs minimales | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 |
| Normes ASTM A666- 15/A240 [76] Valeurs minimales | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 |
| Acier forgé [109] | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 |
| Acier 316L Trumpf brut de construction | | | | | | |
| Trumpf | 584 ± 3 | 717 ± 2 | 520 ± 7 | 588 ± 9 | 77 ± 6 | 55 ± 2 |
| % anisotropie | 22% | | 13% | | 40% | |
| Acier 316L Trumpf après traitement de relaxation | | | | | | |
| Trumpf | 577 ± 3 | 709 ± 4 | 430 ± 2 | 483 ± 9 | 72 ± 8 | 47 ± 2 |
| % anisotropie | 22% | | 12% | | 53% | |
| Acier 316L Praxair brut de construction | | | | | | |
| Praxair | 620 ± 3 | 670 ± 1 | 429 ± 6 | 486 ± 2 | 49 ± 5 | 62 ± 2 |
| % anisotropie | 8% | | 13% | | 27% | |
| Acier 316L Praxair après traitement de relaxation | | | | | | |
| Praxair | 607 ± 7 | 662 ± 1 | 367 ± 4 | 403 ± 2 | 46 ± 5 | 62 ± 1 |
| % anisotropie | 9% | | 10% | | 34% | |

Tableau 23 R_m, R_{p0,2} et A_{rupture} des éprouvettes Trumpf et Praxair brutes de construction et traitées thermiquement.

Après traitement thermique, les deux aciers 316L conservent de meilleures propriétés en traction que celles requises par les deux normes RCC-MRx et ASTM A240. Les valeurs de résistance mécanique maximale sont comparables à celles d'un acier 316L forgé (611 MPa). La limite d'élasticité a baissé après traitement thermique mais elle reste largement supérieure à celle d'un acier forgé (279 MPa). Enfin, l'allongement à la rupture est toujours inférieur à celui d'un acier 316L forgé (74%).

Quelques différences entre les propriétés en traction avant et après traitement thermique sont observées. Pour les deux aciers après traitement thermique, la résistance mécanique maximale et l'allongement à la rupture sont similaires à celles des aciers bruts de construction. On constate cependant une diminution de la limite d'élasticité. Pour l'acier Praxair, la limite d'élasticité diminue de 62 Mpa et 83 Mpa respectivement pour les directions (//Z) et (⊥Z) après traitement thermique. Cette diminution est plus prononcée pour l'échantillon Trumpf : 90 MPa et 105 MPa respectivement pour les directions (//Z) et (⊥Z).

La limite d'élasticité est liée à la densité de dislocations [83]. Plus cette densité est élevée, moins les dislocations sont mobiles du fait de la multiplication des points d'ancrage induit par l'augmentation du nombre d'interactions entre les dislocations elles-mêmes. Cette perte de mobilité des dislocations engendre une augmentation de la limite d'élasticité. La limite d'élasticité augmente donc avec la densité de dislocations. Durant le traitement thermique, un phénomène de restauration entraîne une réorganisation et une diminution du

nombre de défauts dans la microstructure du matériau (dislocations, lacunes, éléments en solution solides, ...). L'ensemble de ces modifications microstructurales est à l'origine de la diminution de la limite d'élasticité.

Pour les deux aciers, on observe toujours cette anisotropie des propriétés en traction selon les directions d'élaboration ($//Z$) et ($\perp Z$) après traitement thermique. Le pourcentage d'anisotropie pour la limite d'élasticité et la résistance mécanique maximale est identique après traitement thermique. Cependant il augmente pour les valeurs d'allongement à la rupture après traitement thermique.

V.4 Influence d'un traitement de compression isostatique à chaud sur la microstructure et les propriétés mécaniques des deux aciers 316L

V.4.1 Microstructure

Le tableau 24 regroupe les densités des deux aciers après traitement de compression isostatique à chaud.

| | Acier Trumpf (g/cm³) | Acier Praxair (g/cm³) | Densité initiale des poudres Praxair et Trumpf (g/cm³) |
|---------------------------------|--|---|--|
| Brut de construction | 7,92 ± 0,01 | 7,93 ± 0,01 | |
| Après traitement CIC | 7,92 ± 0,01 | 7,94 ± 0,01 | 7,99 ± 0,03 |

Tableau 24 Densité des aciers 316L avant et après traitement CIC.

La densité des deux aciers Trumpf et Praxair n'est pas modifiée par le traitement de CIC. Il y a deux principales raisons possibles :

- soit les paramètres du procédé de CIC utilisés ne sont pas optimaux pour densifier le matériau [41],
- soit les porosités contenues dans l'acier contiennent du gaz qui ne se dissout pas dans la matrice austénitique [119]. Les porosités étant fermées, il est impossible d'évacuer ce gaz qui reste emprisonné dans le matériau. Ces porosités sont induites par le procédé SLM ou proviennent directement de la poudre.

- Grains et bains de fusion :

La figure 72 présente des observations réalisées au microscope optique sur des coupes transverses et longitudinales des deux aciers 316L traités.

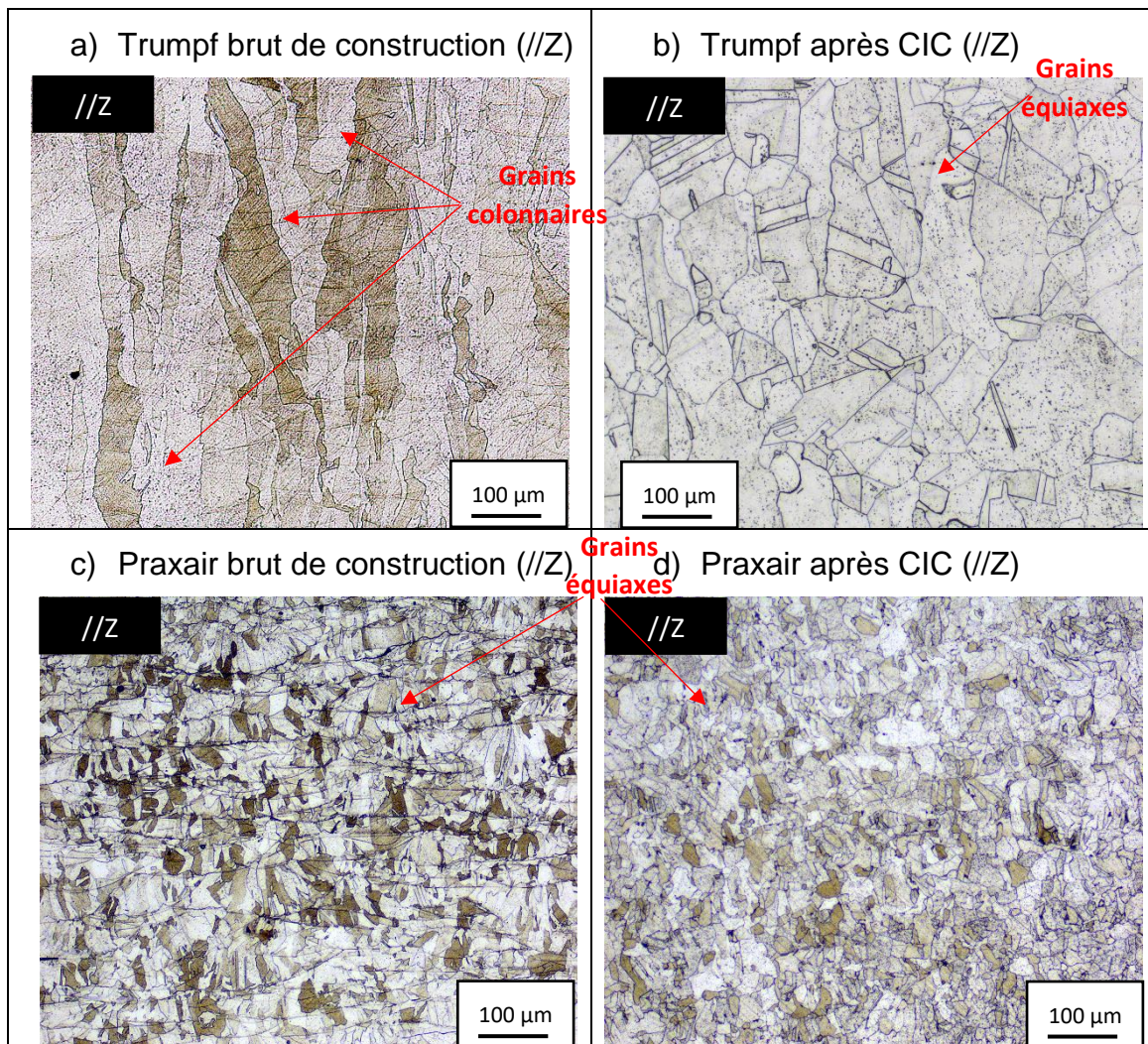


Figure 72 Observations au microscope optique après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar à partir de la poudre Trumpf a) Trumpf brut de construction, b) Trumpf après CIC, c) Praxair brut de construction, et d) Praxair après CIC.

Pour les deux aciers, on note la disparition des bords de fusion sur les deux plans observés. On remarque une modification de la taille et de la forme des grains sur l'échantillon Trumpf. Les grains de l'acier Trumpf après traitement CIC sont en effet plus gros et de formes équiaxes. Les grains de l'acier Praxair traité sont identiques à ceux de l'acier brut de construction. Ce résultat est surprenant car le traitement de CIC à des températures supérieures ou égales à 1100°C entraîne des modifications en termes de tailles et formes de grains significatives sur l'acier 316L élaboré par SLM. Les grains des aciers 316L sont systématiquement équiaxes après CIC [47,68,101,102,108].

Les micrographies EBSD des grains des deux aciers sont présentées en figure 73.

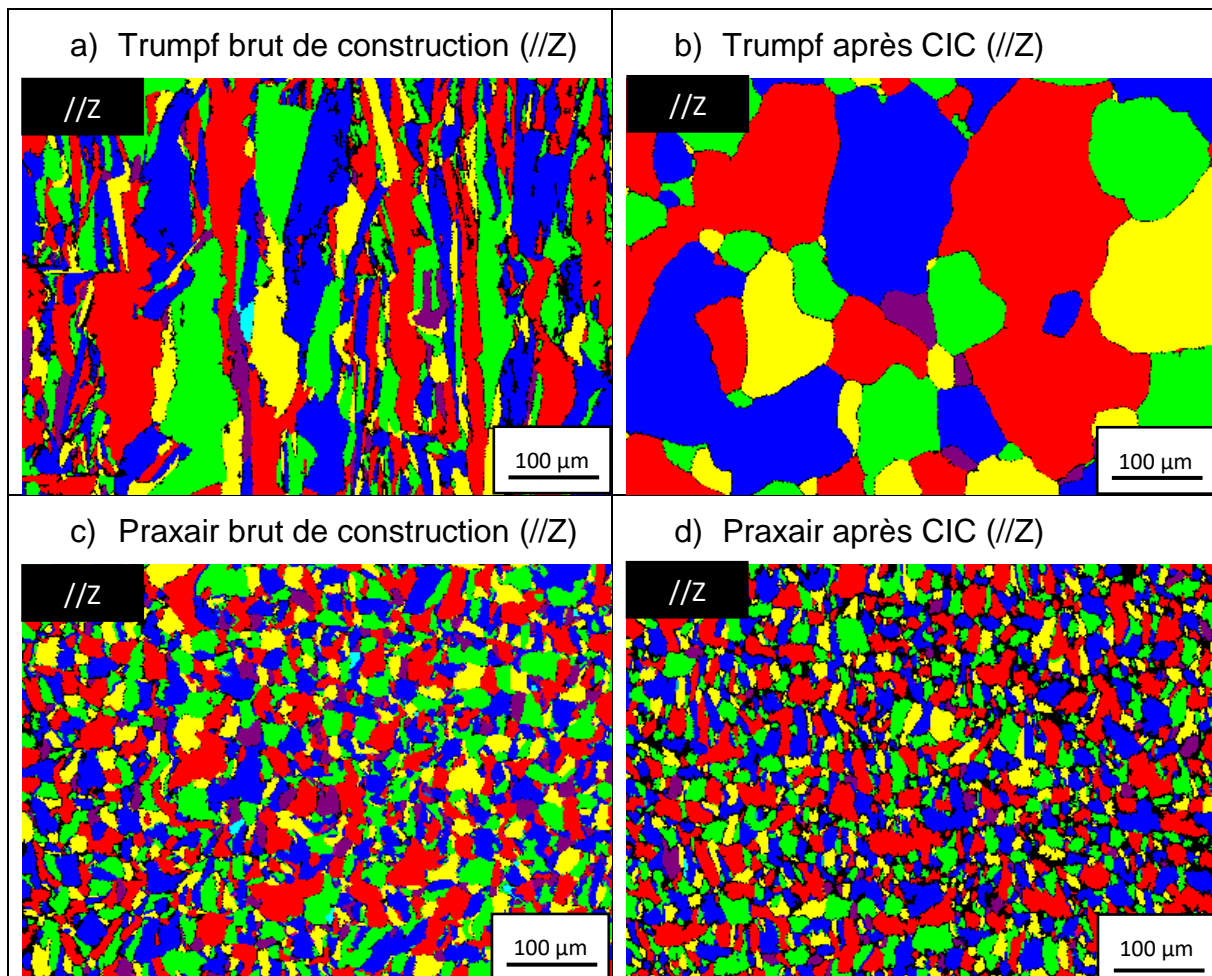


Figure 73 Micrographies de grains déterminées par EBSD sur des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar à partir de la poudre Trumpf a) plan (//Z) et b) plan (\perp Z) et de la poudre Praxair c) plan (//Z) et d) plan (\perp Z).

On ne constate pas de différences sur la taille et la forme des grains avant et après traitement de CIC sur l'acier Praxair (tableau 25).

| | Longueur (μm) | Largeur (μm) | Longueur/largeur |
|--|----------------------------|---------------------------|------------------|
| Brut de construction Trumpf | $68,6 \pm 8,3$ | $20,8 \pm 2,7$ | $3,2 \pm 0,1$ |
| Après traitement de CIC Trumpf | 84 ± 7 | 71 ± 12 | $1,2 \pm 0,2$ |
| Brut de construction Praxair | $20,6 \pm 1,5$ | $16,2 \pm 1,5$ | $1,3 \pm 0,1$ |
| Après traitement de CIC Praxair | $21,5 \pm 1,2$ | $15,9 \pm 2$ | $1,3 \pm 0,2$ |

Tableau 25 Comparaison de la taille des grains entre les échantillons bruts de construction et soumis à un traitement de CIC 1100°, 3h sous 1800 bar.

La longueur et la largeur des grains varient peu pour l'acier Praxair après traitement de CIC : $21,5 \pm 1,2 \mu\text{m}$ et $15,9 \pm 2 \mu\text{m}$ respectivement pour la longueur et la largeur des grains. Le ratio longueur/largeur reste constant.

Dans le cas de l'acier Trumpf, le traitement de compression isostatique à chaud a un impact significatif sur la taille et la forme des grains. On n'observe plus de grains colonnaires le long de la direction de construction. Les grains sont équiaxes quel que soit le plan d'observation avec une longueur de $84 \pm 7 \mu\text{m}$ et une largeur de $71 \pm 12 \mu\text{m}$. On observe un grossissement de la taille des grains par rapport à l'acier brut de construction. Le rapport longueur/largeur de $1,2 \pm 0,2$ confirme le caractère équiaxe de ces nouveaux grains. Cette microstructure est typique d'une recristallisation. Les grains de l'acier Trumpf sont entièrement recristallisés après le traitement de CIC. Lou et al. [139] ont observé un comportement similaire pour l'acier 316L soumis à un traitement CIC à 1150°C pendant 4h sous 1000 bar. Dans leur étude, la taille des grains recristallisés est comprise entre 70 et 100 μm .

Pour l'échantillon Trumpf, on observe après traitement de CIC une augmentation de la densité de grains de fortes désorientations au détriment d'une diminution de la densité de grains de faibles désorientations (figure 74).

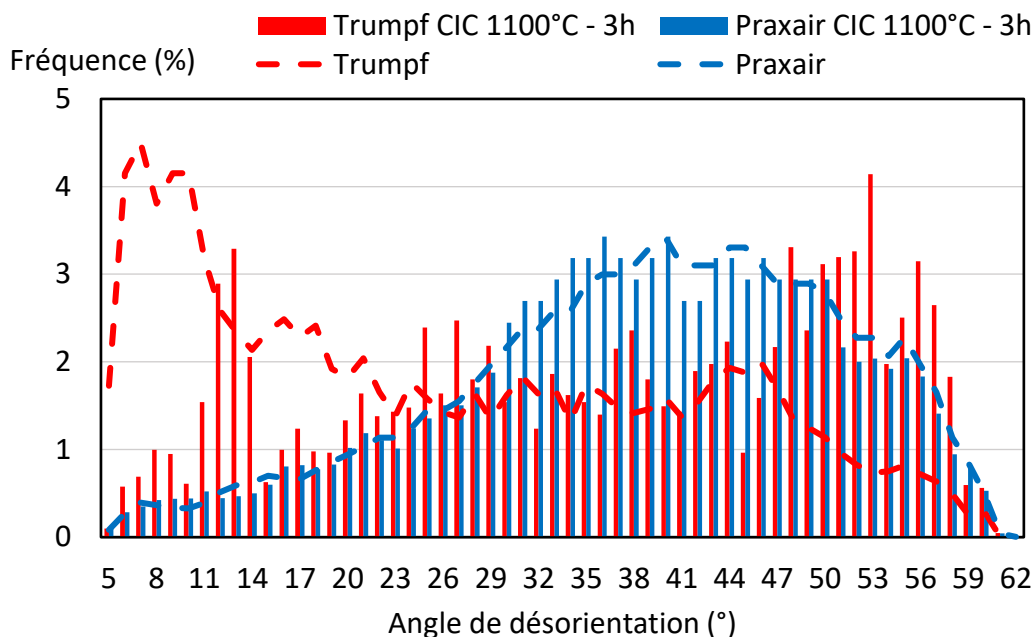


Figure 74 Comparaison de l'angle de désorientation des joints de grains des échantillons élaborés par SLM à partir de la poudre Trumpf et Praxair bruts et soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar.

La recristallisation engendre la formation de nouveaux grains de fortes désorientations. Ce n'est pas le cas pour l'acier Praxair où aucun effet du traitement de CIC sur les angles de désorientation n'est constaté. Cette observation confirme la stabilité des grains de l'acier Praxair après traitement de CIC.

La structure austénitique (fcc) des deux aciers 316L Praxair et Trumpf est conservée après traitement de CIC à 1100°C (figure 75).

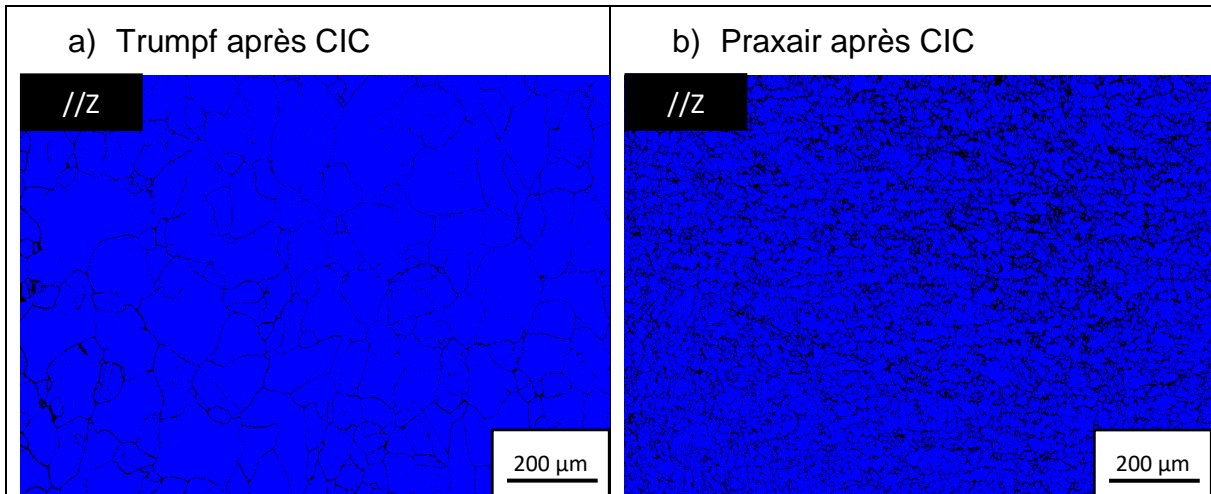


Figure 75 Cartographies des phases déterminées par EBSD. Pièces soumises à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar élaborées à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair. Le bleu représente la phase austénitique.

Les figures de pôle, présentées sur la figure 76, mettent en évidence une texture pour les deux échantillons après post-traitement.

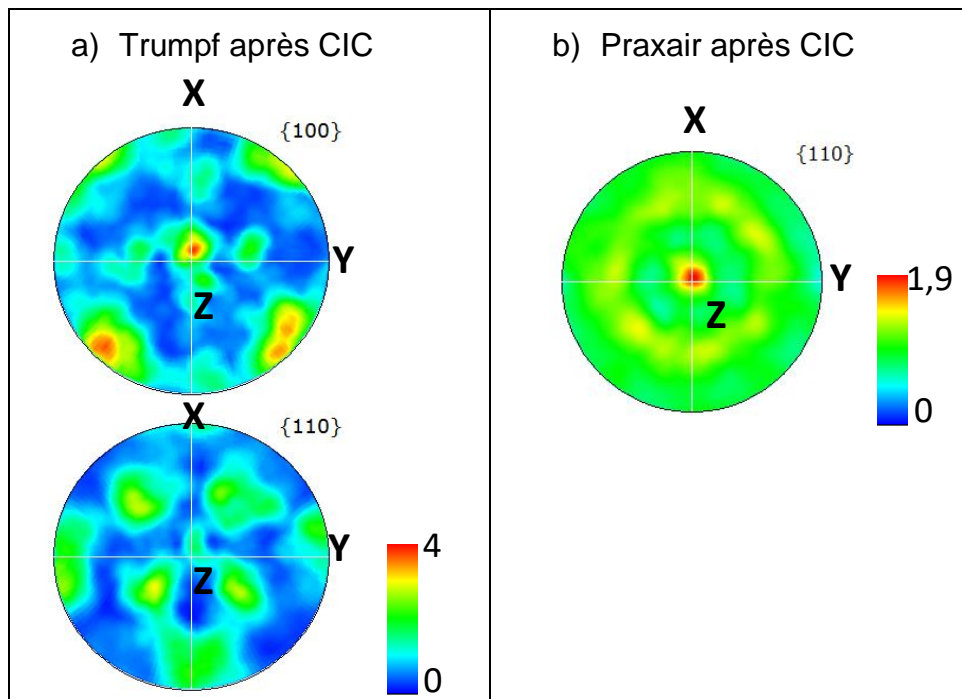


Figure 76 Figures de pôle des échantillons soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar élaborés par SLM à partir de la poudre a) Trumpf et b) Praxair.

L'échantillon Praxair conserve sa texture et son intensité de texture $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction Z après traitement de CIC. L'échantillon Trumpf n'est plus texturé $\langle 110 \rangle$ le long de la direction d'élaboration. L'orientation préférentielle des mailles cristallines

devient $\langle 100 \rangle$ dans la direction $(//Z)$. Cette modification de texture est liée à l'apparition de nouveaux grains équiaxes. Les nouveaux grains apparus après recristallisation ont tendance à s'orienter préférentiellement dans la direction $\langle 100 \rangle (//Z)$.

- Echelle micrométrique :

La microstructure des deux aciers à l'échelle micrométrique est modifiée par le traitement de CIC.

Premièrement, on constate la disparition de la microstructure cellulaire des grains pour les deux aciers (figure 77.a figure 78.a).

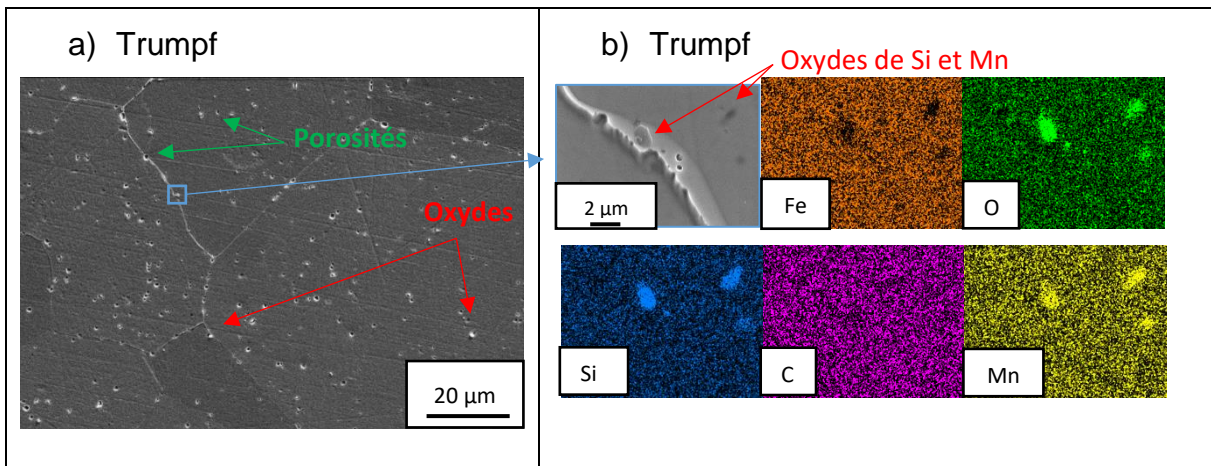


Figure 77 Observations MEB et EDS (MEB) après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar à partir de la poudre Trumpf a) MEB et b) analyses EDS.

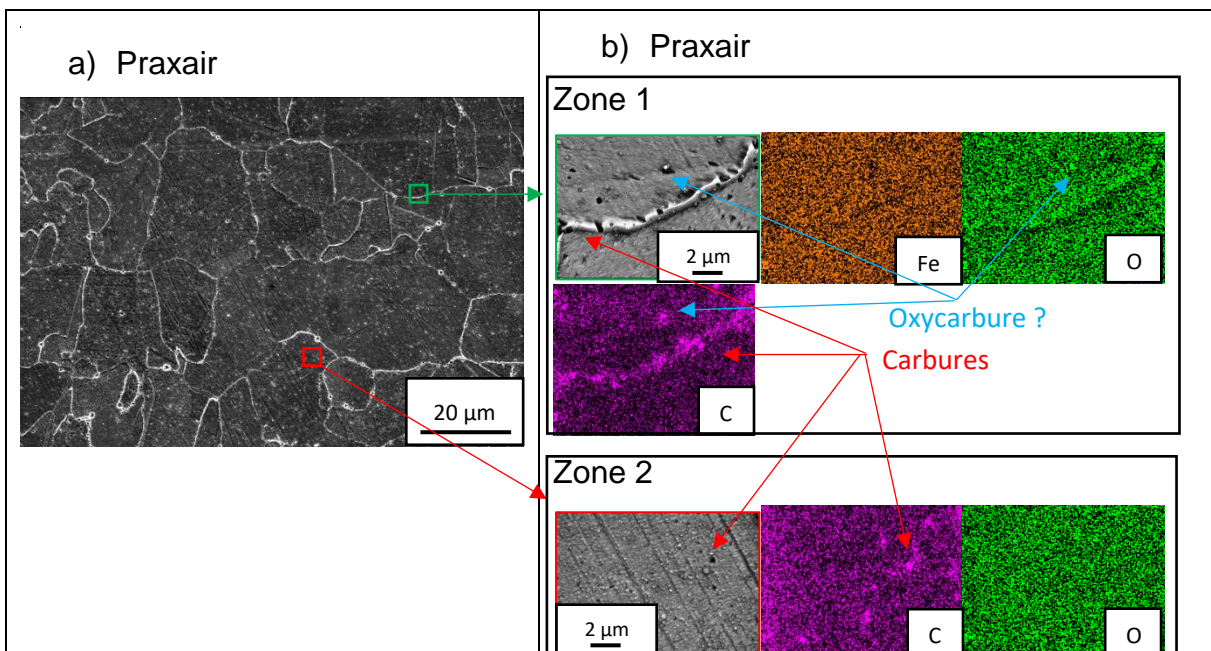


Figure 78 Observations MEB et EDS (MEB) après attaque à l'eau régale des échantillons élaborés par SLM puis soumis à un traitement de compression isostatique à chaud 1100°C pendant 3h sous 1800 bar à partir de la poudre Praxair a) MEB et b) analyses EDS.

La disparition de la structure cellulaire au cours du traitement de CIC est un phénomène décrit dans la littérature : d'après Salman et al. [83], les cellules disparaissent après un traitement thermique à une température supérieure à 1000°C pour les aciers 316L élaborés par SLM.

On observe pour l'acier Trumpf après un traitement de CIC la présence d'oxydes répartis de façon homogène dans les joints de grains et dans la matrice (figure 77.a). Ces oxydes sont beaucoup plus gros (jusqu'à 2 µm) que ceux présent initialement dans l'acier brut de construction (100 nm max). De plus, comme pour les oxydes observés sur l'échantillon Trumpf brut d'élaboration, ces oxydes sont riches en silicium et manganèse (figure 77.b). Le traitement de CIC a probablement favorisé la ségrégation des éléments silicium et manganèse, ce qui a entraîné un grossissement de ces oxydes. On ne détecte pas de trace de carbone sur ces oxydes. Par ailleurs, des porosités sont également observées sur la figure 77.a. Elles correspondent à l'emplacement d'oxydes qui ont été arrachés lors de la préparation métallographique.

Pour l'acier Praxair après CIC, on observe la présence d'une grande concentration de carbures répartis de façon homogène dans la matrice. Ces carbures sont majoritairement observés sur les joints de grains (figure 78 .a et .b). Les carbures étaient initialement présents dans l'acier 316L Praxair brut de construction. Ils restent donc stables après ce traitement de CIC. De plus, aucun oxyde n'est observé dans l'acier Praxair traité par CIC. Or des oxydes étaient présents dans l'acier Praxair brut de construction. Ils disparaissent donc après le traitement de CIC.

- Discussion :

Le post-traitement de CIC a une influence significative sur la microstructure des deux aciers Trumpf et Praxair.

Certaines observations microstructurales sont communes aux deux aciers. Les deux aciers 316L conservent leur structure austénitique. Le traitement de CIC à 1000°C n'est pas effectué à une température suffisamment élevée pour créer un changement de phase [83]. Le traitement de CIC permet cependant de supprimer les marques des bains de fusions et la structure cellulaire constituant les grains austénitiques. Les joints des cellules sont constitués d'une ségrégation d'éléments chimiques comme le molybdène et d'une forte densité de dislocations. Le traitement de CIC à 1100°C favorise la restauration et la diffusion des éléments dans la matrice. Les dislocations deviennent de plus en plus mobiles et s'annihilent. Ces deux phénomènes peuvent expliquer la disparition des cellules.

D'autres modifications microstructurales après le traitement de CIC ont été observées. Elles diffèrent cependant entre les deux aciers.

- Acier Trumpf :

L'acier Trumpf possède une microstructure très différente après le traitement de CIC. La densité de grains de fortes désorientations ($>15^\circ$) augmente au détriment des grains de faibles désorientations après le traitement de CIC. Les grains de faibles désorientations sont constitués d'une forte densité de contraintes résiduelles [16,72]. La disparition des joints de grains de faibles désorientations témoigne donc d'une baisse importante des contraintes résiduelles après le traitement de CIC à 1100°C .

La taille et la forme des grains ont été modifiées de manière significative après le traitement de CIC. Les grains étaient initialement colonnaires le long de la direction de construction pour l'acier Trumpf brut de construction. Ils sont équiaxes et d'une taille plus importante après le traitement de CIC. Cette modification microstructurale s'est accompagnée d'une modification de la texture. Les nouveaux grains apparus après recristallisation sont texturés $\langle 100 \rangle$ le long de la direction de construction. De plus, on observe toujours après le traitement de CIC, la présence d'oxydes de composition chimique similaire à celle des oxydes initialement présents dans l'acier Trumpf brut de fabrication. Cependant, les oxydes sont plus gros et mesurent jusqu'à $2 \mu\text{m}$ après le traitement de CIC. Le traitement de CIC à une température de 1100°C a favorisé la diffusion d'éléments dans la matrice. Les éléments ont ségrégré préférentiellement sur les oxydes déjà présents, ce qui explique la croissance en taille des oxydes après le traitement de CIC.

- Acier Praxair :

L'acier Praxair, après le traitement de CIC, conserve la même taille et la même forme des grains que celles du matériau brut de construction. Aucune modification de la texture ni de l'angle de désorientation des grains n'est constatée sur l'acier Praxair après le traitement de CIC. L'ensemble de ces résultats confirme la stabilité des grains de l'acier 316L Praxair après le traitement de CIC à 1100°C pendant 3h sous 1800 Bar. Le traitement de CIC a deux importantes répercussions sur la microstructure de l'acier Praxair : la disparition des oxydes présents initialement dans l'acier Praxair brut d'élaboration et l'apparition d'une forte densité de carbures dans les joints de grains.

Durant le traitement de CIC, l'augmentation de la température active les phénomènes de diffusion. Le carbone présent sous forme de carbures dans l'acier Praxair brut d'élaboration diffuse très tôt lors de la montée en température. Il peut ainsi réduire certains oxydes plus stables dans l'acier et libérer des éléments dans la matrice. Ces éléments préalablement réduits peuvent lors du refroidissement réagir avec le carbone ou avec l'oxygène pour recréer des carbures ou des oxydes. Dans le cas de l'acier Praxair, seuls les carbures précipitent dans la matrice lors du refroidissement puisqu'on n'observe pas d'oxydes dans l'acier Praxair traité.

Le refroidissement lors du traitement de CIC est lent (800°C/h). Les carbures ont le temps de ségréger en grande densité aux joints de grains [120]. Ces carbures, localisés aux joints de grains, participent au ralentissement de la croissance des grains austénitiques en

agissant sous l'effet « Zener Pinning » [79]. Durant le traitement de CIC la vitesse de déplacement des joints de grains est régit par l'équation (8) [140] :

$$v = m.P \quad (8)$$

avec P la force motrice et m la mobilité des joints de grains.

La mobilité suit en générale une loi d'Arrhenius $m = m_0 e^{\frac{-Q_{app}}{kT}}$. Une augmentation de la température favorise donc la mobilité des joints de grains. Il faut cependant prendre en compte l'interaction entre la mobilité des joints de grains et la présence de précipités. L'effet « Zener Pinning » est exprimé par l'équation (9) [134] :

$$P_z = \frac{3V_f\gamma}{2r} \quad (9)$$

avec : r le rayon des précipités,

γ l'énergie des joints de grains,

V_f la fraction volumique de précipités.

L'effet pinning augmente avec la densité de précipités. Or l'échantillon Praxair est très riche en carbures de taille nanométriques. Le rapport V_f/r est donc très élevé pour l'acier Praxair contrairement à l'acier Trumpf, ce qui favorise l'effet pinning pour l'acier Praxair. Toutes les conditions sont donc réunies pour atténuer la mobilité des joints de grains. De plus, l'acier Praxair possède une plus faible densité de grains de faibles désorientations que l'acier Trumpf. Or ces grains de faibles désorientations sont une force motrice pour la recristallisation [16,72]. Il est donc possible que l'énergie stockée dans les joints de grains de l'acier Praxair ne soit pas suffisante pour favoriser la recristallisation pendant le traitement de CIC à 1100°C [48].

V.4.2 Propriétés mécaniques

V.4.2.1 Microdureté

La microdureté a été mesurée sur les deux échantillons sur les deux plans ($//Z$) et ($\perp Z$). Les résultats sont présentés dans le tableau 26.

| | Plan ($//Z$) | Plan ($\perp Z$) |
|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Trumpf brut de construction | 226 ± 6 HV ₁ | 206 ± 5 HV ₁ |
| Trumpf après CIC | 152 ± 2 HV ₁ | 160 ± 4 HV ₁ |
| Praxair brut de construction | 202 ± 6 HV ₁ | 196 ± 5 HV ₁ |
| Praxair après CIC | 172 ± 2 HV ₁ | 175 ± 2 HV ₁ |

Tableau 26 Microduretés mesurées sur les deux échantillons Trumpf et Praxair avant et après traitement de compression isostatique à chaud à 1100°C pendant 3h.

On constate une diminution de la microdureté pour les deux aciers indépendamment du plan d'analyse. Cette diminution est attribuée à la disparition des cellules et à la baisse de la densité de dislocations ancrées sur les joints de cellules après le traitement de CIC. La microdureté diminue jusqu'à 152 ± 2 dans le plan ($//Z$) pour l'acier Trumpf. La microdureté est de 172 ± 2 dans le plan ($//Z$) pour l'acier Praxair traité par CIC. La baisse de la microdureté est moins importante pour l'acier Praxair que pour l'acier Trumpf. Après traitement, la microdureté est plus élevée pour l'acier Praxair que pour l'acier Trumpf. La présence de carbures dans l'acier Praxair peut expliquer les meilleurs résultats de microduretés. De plus, on ne note pas de différences significatives de la microdureté entre les deux plans d'analyse pour les deux aciers traités par CIC.

V.4.2.2 Propriétés en traction

Les courbes de traction des deux aciers traités par CIC sont comparées à celles des aciers bruts de fabrication sur les figure 79 et figure 80.

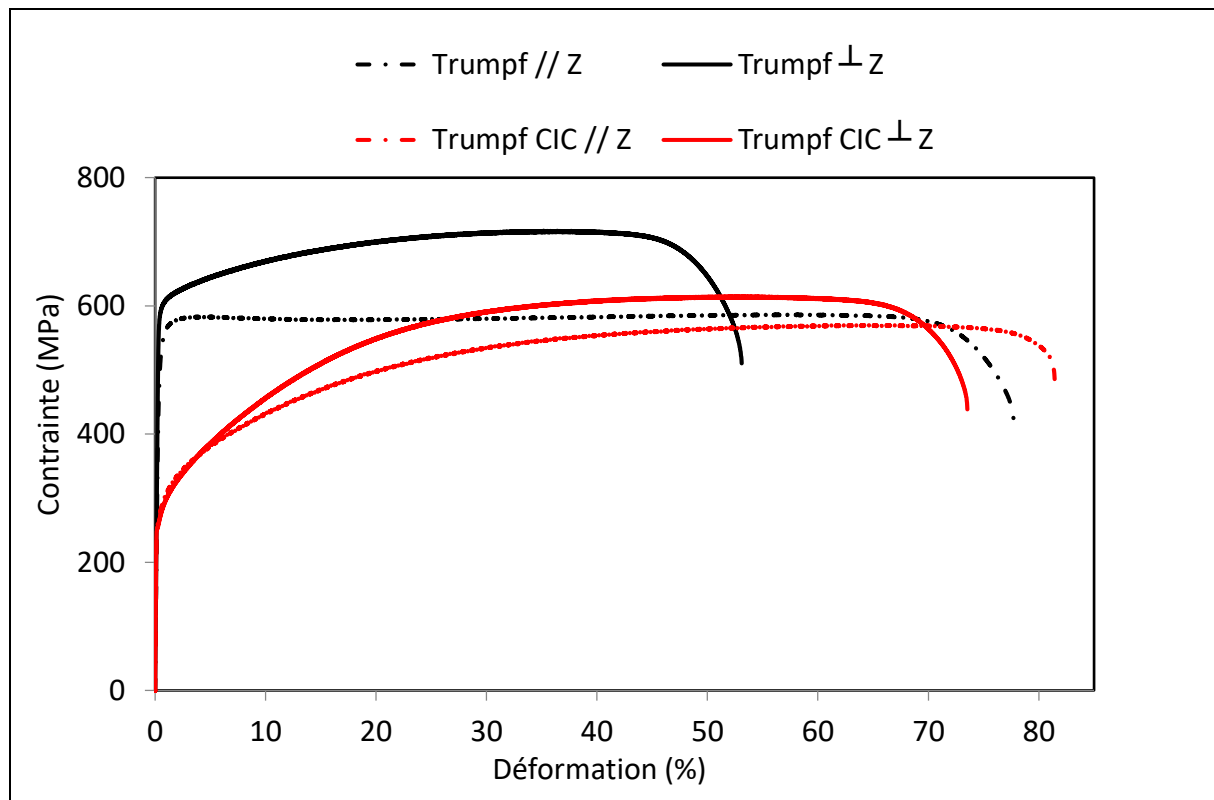


Figure 79 Courbes de traction. Acier Trumpf brut de construction et traité par CIC

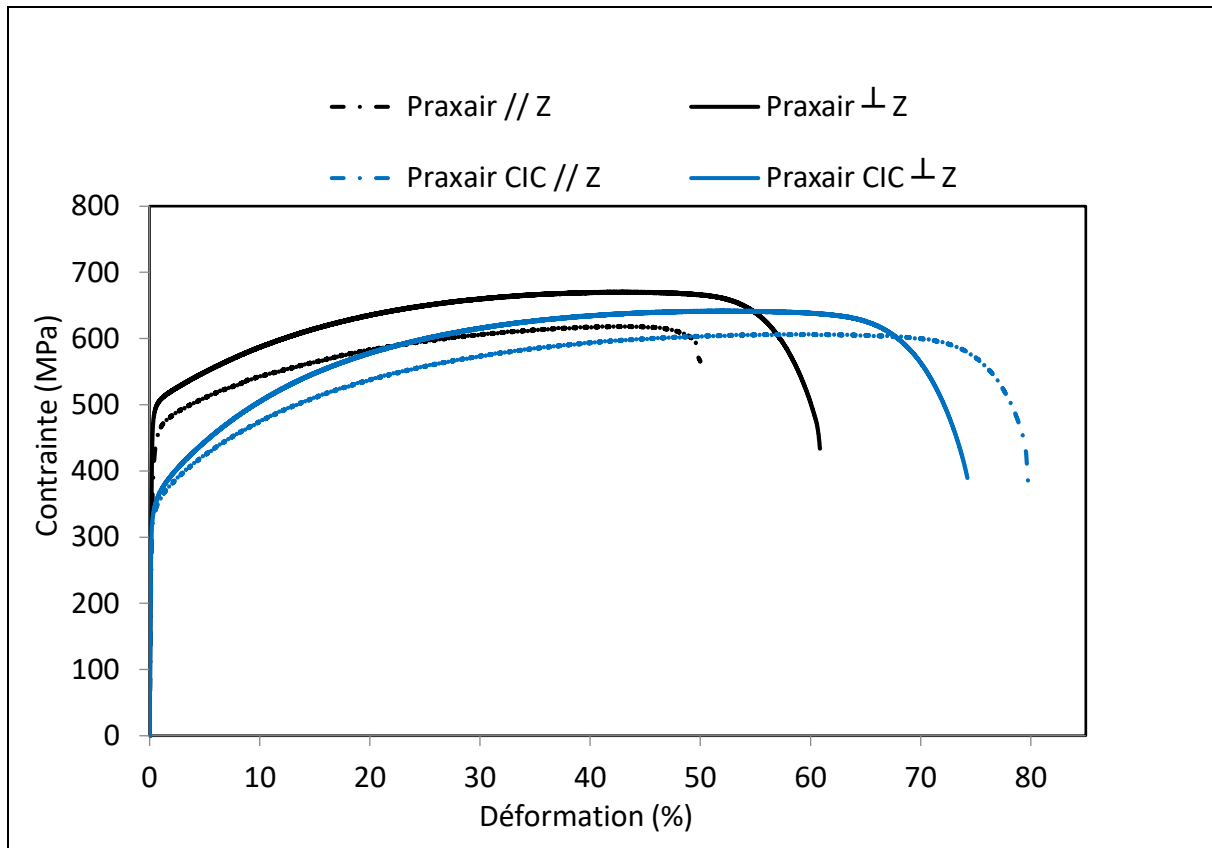


Figure 80 Courbes de traction. Acier Praxair brut de construction et traité par CIC.

On observe un comportement mécanique en traction similaire pour les deux aciers. La limite d'élasticité est plus basse sur les deux aciers après le traitement de CIC. Cette diminution est attribuée entre autres à la diminution de la densité de dislocations induite par le traitement de CIC. On a une superposition des courbes des deux aciers traités pour les deux directions d'élaboration ($//Z$) et ($\perp Z$) jusqu'à la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ contrairement aux courbes des aciers bruts d'élaboration. Ensuite, l'écrouissage est plus accentué pour les deux aciers traités par CIC. Les dislocations sont créées durant la déformation contrairement aux aciers bruts de construction où elles sont présentes en forte densité avant traction. Enfin, le traitement de CIC améliore l'allongement à la rupture quelle que soit la direction d'élaboration pour les deux aciers.

Les résultats des essais de traction sont regroupés dans le tableau 27.

| Conditions | R _m (MPa) | | R _{p0,2} (MPa) | | A _{rupture} (%) | |
|--|----------------------|---------|-------------------------|---------|--------------------------|--------|
| | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) | (//Z) | (⊥Z) |
| Norme RCC-MRx | 490 | 490 | 190 | 190 | 45 | 45 |
| Normes ASTM A666-15/A240 [76] | 485 | 485 | 170 | 170 | 40 | 40 |
| Acier forgé [109] | 611 | 611 | 279 | 279 | 74 | 74 |
| Acier 316L Trumpf brut de construction | | | | | | |
| Trumpf | 584 ± 3 | 717 ± 2 | 520 ± 7 | 588 ± 9 | 77 ± 6 | 55 ± 2 |
| % anisotropie | 22% | | 13% | | 40% | |
| Acier 316L Trumpf après traitement CIC | | | | | | |
| Trumpf | 570 ± 2 | 611 ± 3 | 270 ± 2 | 260 ± 2 | 80 ± 4 | 74 ± 2 |
| % anisotropie | 7% | | 4% | | 8% | |
| Acier 316L Praxair brut de construction | | | | | | |
| Praxair | 620 ± 3 | 670 ± 1 | 429 ± 6 | 486 ± 2 | 49 ± 5 | 62 ± 2 |
| % anisotropie | 8% | | 13% | | 27% | |
| Acier 316L Praxair après traitement CIC | | | | | | |
| Praxair | 608 ± 8 | 642 ± 1 | 333 ± 4 | 337 ± 7 | 78 ± 2 | 74 ± 1 |
| % anisotropie | 5% | | 1% | | 5% | |

Tableau 27 R_m, R_{p0,2} et A_{rupture} des aciers Trumpf et Praxair bruts de construction et traités par CIC.

Premièrement, les propriétés en traction des deux aciers sont supérieures aux valeurs minimales requises par les deux normes RCC-MRx et ASTM A240. De plus, on constate après traitement de CIC, que les valeurs de résistance mécanique maximale, limite d'élasticité et allongement à la rupture sont supérieures ou égales à celles d'un acier 316L forgé.

Pour l'acier Trumpf, on note une diminution de la résistance mécanique maximale de 106 Mpa sur l'éprouvette élaborée (⊥Z). La limite d'élasticité diminue drastiquement. Elle passe de 520 MPa à 270 MPa pour la direction (//Z). L'allongement à la rupture dans cette même direction croît de 55 % à 74 %.

Pour l'acier Praxair, on ne constate pas de variation importante de la résistance mécanique maximale. La limite d'élasticité diminue comme pour l'acier Trumpf. Elle passe de 429 MPa à 333 MPa pour la direction (//Z). Cette diminution est attribuée à une baisse de la densité de dislocations.

On constate que la baisse de la limite d'élasticité est plus importante pour l'acier Trumpf que pour l'acier Praxair. Durant le traitement de CIC, la restauration et la recristallisation ont lieu dans l'acier Trumpf. On a donc une baisse de la densité de dislocations mais également la germination et la croissance de nouveaux grains pauvres en dislocations. Dans l'acier Praxair, seul la restauration a lieu pendant le traitement de CIC. Il est donc possible que la densité de dislocations soit moins réduite dans l'acier Praxair que dans l'acier Trumpf. C'est pourquoi la limite d'élasticité de l'acier Praxair est plus élevée que celle de l'acier Trumpf avec une différence d'environ 60 MPa. La présence de carbures dans l'acier Praxair après le traitement de CIC permet aussi d'améliorer la limite d'élasticité, puisque les carbures peuvent bloquer le mouvement des dislocations.

L'anisotropie des propriétés en traction est fortement réduite par le traitement de CIC. L'anisotropie selon la direction de construction est inférieure à 8% pour l'acier Trumpf et inférieure à 5% pour l'acier Praxair après CIC. Les grains équiaxes de l'acier Trumpf contribuent à l'isotropie des propriétés en traction selon la direction d'élaboration. Pour les deux aciers, l'anisotropie après CIC est réduite significativement notamment pour l'allongement à la rupture. Le traitement de CIC a renforcé la cohésion inter-couches, ce qui peut expliquer l'amélioration de l' A_{rupture} dans la direction ($//Z$).

V.5 Synthèse

Les deux aciers 316L élaborés par SLM ont des caractéristiques microstructurales et mécaniques similaires lorsqu'ils sont soumis à un traitement thermique de relaxation des contraintes. Le traitement thermique de relaxation des contraintes à 700°C pendant 1h n'a pas d'effet significatif sur la microstructure. La forme et la taille des grains, ainsi que la taille des cellules, restent stables après ce traitement thermique.

La microdureté et la limite d'élasticité sont les deux grandeurs impactées par le traitement thermique. Indépendamment de la direction d'élaboration, ces deux propriétés diminuent significativement après traitement thermique. Cette baisse est attribuée à une diminution des contraintes résiduelles et de la densité de dislocations.

Les pièces élaborées par SLM contiennent une forte concentration de contraintes résiduelles. Ce traitement est parfaitement adapté pour atténuer les contraintes résiduelles. Il peut être effectué avant dissociation des pièces du plateau de construction dans le but de d'éviter la formation de fissures liées à ces contraintes résiduelles. Par ailleurs, la microstructure n'est pas modifiée. Seules la microdureté et la limite d'élasticité diminuent après ce traitement thermique tout en restant supérieures aux valeurs préconisées par les normes. L'acier 316L traité thermiquement à 700°C pendant 1h peut donc toujours bénéficier de cette microstructure hétérogène.

Le traitement de compression isostatique à chaud à 1100°C pendant 3h sous 1800 bar a un effet significatif sur la microstructure et les propriétés mécaniques des deux aciers élaborés par SLM.

Certaines variations microstructurales et mécaniques sont similaires sur les deux aciers.

- Les deux aciers conservent leur structure austénitique (cfc). Aucune autre phase n'est formée.
- Le traitement de CIC élimine les marques des bains de fusion et les structures cellulaires constituant les grains austénitiques.
- Les propriétés en traction des deux aciers sont supérieures aux valeurs minimales requises par les deux normes RCC-MRx et ASTM A240 et similaires à celles d'un acier 316L forgé.
- Le traitement de CIC entraîne une diminution de la limite d'élasticité et une augmentation de l'allongement à la rupture. Ceci est dû à une diminution de la densité de dislocations et à un meilleur compactage des aciers.
- L'anisotropie des propriétés en traction selon la direction d'élaboration est réduite pour les deux aciers et inférieure à 8%.

Cependant les comportements microstructuraux et mécaniques n'évoluent pas forcément de la même manière pour les deux aciers Praxair et Trumpf après le traitement de CIC :

- La taille et la forme des grains, la texture ainsi que la distribution des angles de désorientation des joints de grains ne sont pas modifiés sur l'acier Praxair contrairement à l'acier Trumpf. On n'observe plus les grains colonnaires le long de la direction de construction sur l'acier Trumpf traité par CIC. Les grains sont dorénavant équiaxes avec un diamètre moyen d'environ 80 μm .
- L'acier Praxair après traitement de CIC se caractérise par la présence de précipités de carbures majoritairement localisés dans les joints de grain. Les oxydes initialement présents dans l'acier Praxair brut d'élaboration disparaissent après le traitement de CIC et seuls les carbures sont conservés.
- L'acier Trumpf est toujours constitué d'oxydes de silicium et manganèse après le traitement de CIC.
- Après le traitement de CIC, les propriétés en traction de l'acier Praxair et notamment la limite d'élasticité sont supérieures à celles de l'acier Trumpf quelle que soit la direction d'élaboration.

Dans ce chapitre, on a pu mettre en évidence le caractère singulier des post-traitements thermiques. Le traitement thermique à 700°C pendant 1h n'a pas d'effet significatif sur les aciers 316L élaborés par SLM. Par contre, le traitement de CIC à 1100°C pendant 3h sous 1800 bar a un effet significatif. Cependant, les conséquences de ce traitement de CIC sur les propriétés des deux aciers diffèrent. La microstructure initiale de l'acier 316L brut d'élaboration est d'une grande importance car elle conditionne l'effet du traitement de CIC. Il n'existe pas de traitement de CIC universel et les paramètres de CIC doivent être adaptés à chaque acier 316L élaboré par SLM. Enfin, ce traitement CIC a permis en grande partie d'homogénéiser la microstructure et d'améliorer les propriétés en traction tout en réduisant les anisotropies microstructurales et mécaniques selon la direction d'élaboration.

Conclusion générale et perspectives

Objectifs de la thèse

De par les nombreux avantages technico-économiques qu'ils offrent, les procédés de fabrication additive sont de plus en plus utilisés dans diverses industries. Ils apportent une grande liberté en termes de design et de géométries des pièces et permettent des gains économiques considérables. Parmi les nombreux procédés de fabrication additive, le procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM) est l'un des procédés les plus répandus et utilisés pour l'élaboration de pièces métalliques.

Le procédé SLM est envisagé pour l'élaboration de pièces, en acier inoxydable 316L, destinées à des applications nucléaires comme les réacteurs de Génération IV. Il n'existe pas de normes spécifiques pour les propriétés mécaniques en traction des aciers 316L élaborés par SLM. Les résultats des essais de traction sont comparés à ceux d'un acier 316L élaboré par forgeage décrit dans le code RCC-MRx. Le choix de ce code s'avère pertinent puisqu'il s'agit du référentiel technique pour la réalisation des composants mécaniques des réacteurs innovants de Génération IV.

Cette thèse est axée exclusivement sur la partie fabrication de la chaîne du procédé SLM. Elle est menée entièrement sur une machine SLM de type Trumpf TruPrint Série 1000. Elle a pour objectif d'apporter des éléments de compréhension sur les interactions existantes entre trois paramètres d'étude (paramètres du procédé SLM, caractéristiques de la poudre et traitements thermiques) et les propriétés finales de l'acier inoxydable 316L (microstructure et propriétés en traction). Afin de répondre à ces objectifs, trois axes de recherche ont été menés.

Paramètres du procédé SLM

Ce premier axe a permis d'étudier l'influence de quatre paramètres du procédé SLM (stratégie de balayage, puissance, vitesse et HD) sur la microstructure et les propriétés en traction de pièces en acier 316L. De nombreux résultats ont pu être tirés de cette étude. Ils sont propres à l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 et à l'acier inoxydable 316L. Les paramètres de référence préconisés par le constructeur de la machine pour l'élaboration de pièces en acier inoxydable 316L sont : $P = 150 \text{ W}$, $V = 675 \text{ mm/s}$, $HD = 55 \mu\text{m}$. A travers cette partie, on a pu analyser l'effet d'une variation des valeurs de ces paramètres sur la densité, la microstructure et les propriétés en traction.

Premièrement, pour l'obtention d'une pièce dense à plus de 99%, la puissance laser doit être supérieure à 125 W et la vitesse de balayage doit être ciblée autour de 700 mm/s. Le cas échéant, les pièces consolidées seront moins denses et présenteront des porosités liées au manque de fusion ou à l'effet « Keyhole ». L'effet d'une variation de HD entre 30 et 90 μm n'a montré aucune influence sur la densité du matériau massif.

Ensuite, on a pu évaluer l'effet de la puissance ($P = 75 \text{ W}$, 150 W et 200 W), de la vitesse de balayage ($V = 400 \text{ mm/s}$, 675 mm/s et 900 mm/s) et de HD ($HD = 30 \text{ }\mu\text{m}$, $55 \text{ }\mu\text{m}$ et $90 \text{ }\mu\text{m}$) sur la microstructure de l'acier 316L. Il a été observé qu'une augmentation de la puissance ou de la HD ou une diminution de la vitesse de balayage entraînent une augmentation de la taille des grains. La longueur des grains varie entre $27 \text{ }\mu\text{m}$ et $106 \text{ }\mu\text{m}$ sur la plage paramétrique étudiée. Les cellules localisées dans les grains sont sensibles à une variation des paramètres du procédé. Une augmentation de la puissance ou une diminution de la vitesse de balayage ou de HD entraînent une augmentation de la taille des cellules. Le diamètre des cellules varie entre 376 nm et 650 nm sur toute la plage paramétrique étudiée. Les aciers 316L élaborés par SLM présentent une texture cristallographique selon la direction de construction imposée notamment par le gradient thermique et la croissance colonnaire des grains. La texture est identique sur toute la plage paramétrique étudiée. Les grains sont texturés $\langle 110 \rangle$ le long de la direction de construction. L'intensité de texture varie cependant en fonction des paramètres et est proportionnelle à la longueur des grains. Plus les grains sont colonnaires et plus la texture est prononcée. En jouant sur les paramètres du procédé, il est possible d'obtenir des grains plus allongés et ainsi accroître l'intensité de texture.

Enfin, le dernier résultat de cette partie concerne les propriétés en traction. Il a été démontré que malgré les variations microstructurales énoncées précédemment lors d'une variation des paramètres du procédé, les valeurs de résistance mécanique maximale, de limite d'élasticité et d'allongement à la rupture sont stables sur toute la plage paramétrique sauf pour les aciers élaborés avec une puissance de 75 W . Elles sont par ailleurs supérieures à celles requises par la norme RCC-MRX pour l'acier 316L forgé. Le procédé SLM Trumpf TruPrint Série 1000 est robuste en termes de propriétés en traction sur l'acier 316L lorsque la puissance laser appliquée est supérieure à 75 W .

Caractéristiques de la poudre

Le second axe de recherche était ciblé sur l'influence des caractéristiques de la poudre sur la microstructure et les propriétés en traction de l'acier 316L élaboré par SLM.

Dans un premier temps, onze poudres d'acier 316L commerciales ont été examinées et comparées. Cette étape a mis en évidence de nombreuses hétérogénéités dans les spécificités des poudres. A partir de ces analyses, deux poudres ont été sélectionnées selon des critères spécifiques pour élaborer des pièces par SLM. Sur les onze poudres, seulement une était atomisée sous argon. Les autres étaient atomisées sous azote. En termes de granulométries, le diamètre médian des particules de poudre variait entre $30 \text{ }\mu\text{m}$ et $80 \text{ }\mu\text{m}$ pour les onze poudres. Pour le procédé SLM, il est préconisé d'utiliser des poudres dont le d_{90} est inférieur à $50 \text{ }\mu\text{m}$. Ce critère a permis d'exclure quatre poudres sur les onze de départ. Les analyses de composition chimique ont démontré qu'une des poudres avait une teneur en nickel supérieure à celle préconisée par la norme RCC-MRx. A ce stade, parmi les onze poudres de départ, seulement six étaient potentiellement utilisables pour élaborer des pièces en acier inoxydable 316L par SLM. Le critère de coulabilité a mis en évidence deux familles de poudre.

On distingue ainsi les poudres qui s'écoulent de celles qui ne s'écoulent pas. A travers cette première étude, on a pu démontrer l'importance d'analyser en amont les poudres pour valider certaines caractéristiques recommandées pour le procédé SLM.

Finalement, le choix s'est porté sur l'étude de deux poudres : celles fournies par Trumpf et par Praxair. La poudre Trumpf est la poudre fournie par le constructeur de l'imprimante SLM et sert de référence. La poudre Praxair est la plus intrigante de par son comportement rhéologique et sa forme « pâteuse ». C'est par ailleurs la seule poudre à être atomisée sous argon.

Dans un second temps, deux aciers ont été consolidés à partir de ces deux poudres. Tous les paramètres de l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 ont été fixés pour l'élaboration de ces deux aciers nommés Praxair et Trumpf. Ceci dans le but d'évaluer exclusivement l'influence des caractéristiques de la poudre sur les propriétés finales.

Pour ces deux aciers, de nombreuses similitudes microstructurales ont pu être constatées :

- densité finale de la pièce supérieure à 99%,
- composition chimique stable,
- forme des bains de fusion similaire,
- présence de cellules sub-micrométriques au sein des grains,
- présence de nano-oxydes dans la matrice.

Ces résultats démontrent que deux poudres présentant des caractéristiques différentes notamment en termes de coulabilité peuvent être utilisées pour élaborer des pièces denses sur une imprimante Trumpf TruPrint Série 1000.

Néanmoins, la poudre peut avoir une influence non négligeable sur certaines caractéristiques microstructurales de l'acier élaboré par SLM. La composition chimique de la poudre a été évaluée comme le paramètre clé dans le contrôle de la taille des grains. Plus précisément, la synergie entre la faible teneur en azote et la présence d'oxydes riches en titane dans la poudre Praxair a conduit à l'élaboration d'un acier 316L avec des grains fins et équiaxes d'environ 20 μm . Ce résultat n'a jamais été observé auparavant sur un acier 316L élaboré par SLM et figure comme l'un des principaux résultats de cette thèse.

Les propriétés en traction ont été évaluées pour les deux aciers Praxair et Trumpf. Les propriétés en traction obtenues sur les deux aciers sont supérieures à celles de la norme RCC-MRx pour l'acier 316L forgé. La limite d'élasticité est toutefois plus faible de 100 MPa pour l'acier Praxair par rapport à celle de l'acier Trumpf indépendamment de la direction d'élaboration. Enfin, une anisotropie des propriétés en traction selon la direction d'élaboration a été observée sur les deux aciers. Cependant, cette anisotropie est faible pour l'acier Praxair compte tenu de la forme équiaxe des grains de cet acier.

Ces résultats démontrent que la taille et la forme des grains ainsi que les propriétés en traction peuvent être fortement influencées par les caractéristiques de la poudre utilisée en SLM.

Traitements thermiques

Un recours à des post-traitements est souvent nécessaire en fabrication additive métallique pour homogénéiser la microstructure, favoriser la formation de grains équiaxes et améliorer les propriétés mécaniques. Deux traitements thermiques ont été effectués sur les deux aciers 316L Trumpf et Praxair. Les microstructures et les propriétés mécaniques de ces deux aciers traités ont été évaluées et comparées.

Les deux aciers 316L élaborés par SLM ont des caractéristiques microstructurales et mécaniques similaires lorsqu'ils sont soumis à un traitement thermique de relaxation des contraintes. Le traitement thermique de relaxation des contraintes à 700°C pendant 1h n'a pas d'effet significatif sur la microstructure. La forme et la taille des grains, ainsi que la taille des cellules, restent stables après ce traitement thermique. La microdureté et la limite d'élasticité sont les deux seules grandeurs impactées par le traitement thermique. Indépendamment de la direction d'élaboration, ces deux caractéristiques diminuent significativement après traitement thermique. Cette baisse est attribuée à une diminution des contraintes résiduelles et de la densité de dislocations.

Le traitement de compression isostatique à chaud à 1100°C pendant 3h sous 1800 bar a un effet significatif sur la microstructure et les propriétés mécaniques des deux aciers élaborés par SLM. Cependant, la nature de cet effet varie en fonction de l'acier étudié. L'acier Praxair conserve ses grains équiaxes d'une taille d'environ 20 µm après le traitement de CIC. Au contraire, l'acier Trumpf brut de fabrication est constitué de grains colonnaires le long de la direction de construction. Après le traitement de CIC, les grains de l'acier Trumpf sont équiaxes d'une taille d'environ 80 µm. Cette différence de comportement s'explique par la présence de nano-carbures localisés aux joints de grains de l'acier Praxair qui stabilisent les joints de grains et limitent donc la croissance des grains sous l'effet « Zener Pinning ». Ce résultat n'a jamais été observé dans la littérature pour un acier 316L élaboré par SLM et soumis à un traitement thermique de CIC à 1100°C.

Malgré cette différence microstructurale, certaines caractéristiques sont identiques pour les deux aciers. Ils conservent tous les deux une structure austénitique. Cependant, les marques des bords de fusion et les structures cellulaires disparaissent après le traitement de CIC. En termes de propriétés en traction, le traitement de CIC a permis de diminuer l'anisotropie à 8 % selon la direction de construction pour les deux aciers. De plus, les aciers traités possèdent après le traitement de CIC des propriétés en traction supérieures au minimum requis par la norme RCC-MRx pour un acier 316L forgé.

Dans ce chapitre, on a pu mettre en évidence le caractère singulier des post-traitements. Le traitement thermique à 700°C pendant 1h n'a pas d'effet significatif en termes de microstructure et de propriétés en traction sur les aciers 316L élaborés par SLM. Aussi, il n'existe pas de traitement de CIC spécifiquement développé pour les aciers 316L élaborés par SLM et les paramètres de CIC doivent être adaptés pour chaque acier.

On a pu confirmer à travers cette thèse que l'acier 316L élaboré par SLM possède des propriétés en traction supérieures au minimum requis par le code RCC-MRx pour l'acier 316L forgé. Les trois axes de recherche ont apporté une connaissance plus approfondie du procédé SLM et de l'acier inoxydable 316L. On a pu confirmer la robustesse du procédé Trumpf TruPrint série 1000 en termes de propriétés en traction. Désormais, on connaît l'impact potentiel des caractéristiques de la poudre sur les propriétés microstructurales et en traction de l'acier 316L élaboré par SLM. On a également réussi à consolider pour la première fois un acier 316L présentant des grains fins et équiaxes par SLM. De plus, on a démontré qu'il n'existe pas de traitements thermiques spécifiquement développés pour les aciers 316L élaborés par SLM. Deux aciers 316L élaborés par SLM peuvent réagir différemment lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermiques identiques.

Perspectives

Certaines études complémentaires n'ont pas pu être effectuées durant cette thèse. Elles pourraient s'avérer bénéfiques et complémentaires à ce travail.

Les études ont été menées sur des cubes de 1 cm³ pour des facilités expérimentales mais elles pourraient être menées sur des pièces plus grandes et de formes plus complexes pour vérifier l'ensemble des résultats observés.

L'étude paramétrique et l'étude des poudres pourraient être réalisées sur d'autres imprimantes SLM présentant des caractéristiques différentes de celles de l'imprimante Trumpf TruPrint Série 1000 en termes de puissance laser et d'approvisionnement et de mise en couche de la poudre. Ceci permettrait de comparer et généraliser les résultats.

Des essais de traction, pour l'étude des paramètres du procédé, doivent être réalisés sur des éprouvettes consolidées dans la direction ($\perp Z$) pour confirmer la robustesse du procédé dans les deux directions d'élaboration.

Des analyses complémentaires sont à réaliser sur la poudre fournie par Praxair à l'échelle du MET pour observer les éventuelles différences avec d'autres poudres.

Il aurait été intéressant également d'effectuer un traitement de CIC à une température supérieure à 1100°C sur l'acier 316L Praxair afin de déterminer l'évolution microstructurale de cet acier particulier à plus hautes températures.

Enfin, d'autres propriétés sont à évaluer sur l'acier 316L élaboré par SLM : comportement en résilience, en fatigue, en corrosion et sous irradiation.

Références bibliographiques

- [1] Lockheed Martin, Direct Manufacturing of Nuclear Power Components, Présent. Orale DOE AMM Workshop Arligton VA. (2015).
- [2] Lockheed Martin, Nuclear Energy Enabling Technologies Advanced Methods for Manufacturing, Rapp. DOE -NE0000542. (2015).
- [3] B. Zhang, L. Dembinski, C. Coddet, The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder, *Mater. Sci. Eng. A.* 584 (2013) 21–31. doi:10.1016/j.msea.2013.06.055.
- [4] R. Ramanna, Centre for Advanced Technology, (2015). <http://www.rrcat.gov.in/newsletter/NL/nl2015/issue2/index.htm> (accessed May 1, 2018).
- [5] China North Nuclear Fuel CO., LTD, Advanced Materials and Equipment manufacturing, Présent. Orale. (2017).
- [6] D. W. Gandy, Advanced Manufacturing Technologies for Nuclear, (2016).
- [7] Y. Zhong, L.-E. Rännar, L. Liu, A. Koptuyug, S. Wikman, J. Olsen, D. Cui, Z. Shen, Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications, *J. Nucl. Mater.* 486 (2017) 234–245. doi:10.1016/j.jnucmat.2016.12.042.
- [8] B. Verquin, C. Reynaud, Fabrication additive ... de quoi parle-t-on ? : Quelles sont leurs utilisations et leur potentiel pour l'étude et la fabrication de pièces mécaniques ? État de l'art de la fabrication additive, (2013).
- [9] A. Li Puma, Potentialités de la fabrication additive pour la fabrication des échangeurs à plaques pour ASTRID : étude bibliographique et premiers tests de faisabilité, *Note Tech.* 15-023 Indice A. (2015).
- [10] F. Lomello, Note d'étape sur la Fabrication Additive, *Note Tech.* 16-006 Indice A. (2016).
- [11] W. King, A. T. Anderson, R. Ferencz, N. E. Hodge, C. Kamath, S. Khairallah, A. Rubenchik, Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges, *Appl. Phys. Rev.* 2 (2015) 041304. doi:10.1063/1.4937809.
- [12] S. Pillot, Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques, *Technique de l'ingénieur*, 2016.
- [13] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Prog. Mater. Sci.* 92 (2018) 112–224. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [14] B.A. AlMangour, Additive Manufacturing of High-Performance 316L Stainless Steel Nanocomposites via Selective Laser Melting, UCLA, 2017. <https://escholarship.org/uc/item/4jp76591> (accessed December 21, 2017).
- [15] A. Kudzal, B. McWilliams, C. Hofmeister, F. Kellogg, J. Yu, J. Taggart-Scarff, J. Liang, Effect of scan pattern on the microstructure and mechanical properties of Powder Bed Fusion additive manufactured 17-4 stainless steel, *Mater. Des.* 133 (2017) 205–215. doi:10.1016/j.matdes.2017.07.047.
- [16] C. Li, R. White, X.Y. Fang, M. Weaver, Y.B. Guo, Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A.* 705 (2017) 20–31. doi:10.1016/j.msea.2017.08.058.
- [17] I. Baturynska, O. Semeniuta, K. Martinsen, Optimization of Process Parameters for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing by Combination of Machine Learning and Finite Element Method: A Conceptual Framework, *Procedia CIRP.* 67 (2018) 227–232. doi:10.1016/j.procir.2017.12.204.
- [18] S. Dietrich, M. Wunderer, A. Huissel, M.F. Zaeh, A New Approach for a Flexible Powder Production for Additive Manufacturing, *Procedia Manuf.* 6 (2016) 88–95. doi:10.1016/j.promfg.2016.11.012.
- [19] K. Saeidi, F. Akhtar, Microstructure-Tailored Stainless Steels with High Mechanical Performance at Elevated Temperature, in: 2018. doi:10.5772/intechopen.80468.

- [20] A. Spierings, G. Levy, Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with Selective Laser Melting using different powder grades, 20th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. SFF 2009. (2009).
- [21] C.T. Schade, T.F. Murphy, C. Walton, Development of atomized powders for additive manufacturing, in: Powder Metall. Word Congr. 2014 Accessed 2nd July, 2014.
- [22] R. Li, Y. Shi, Z. Wang, L. Wang, J. Liu, W. Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 4350–4356. doi:10.1016/j.apsusc.2010.02.030.
- [23] H. Fayazfar, M. Salarian, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, E. Toyserkani, A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties, *Mater. Des.* 144 (2018) 98–128. doi:10.1016/j.matdes.2018.02.018.
- [24] Y. Hedberg, M. Norell, P. Linhardt, H. Bergqvist, I. Odnevall Wallinder, Influence of Surface Oxide Characteristics and Speciation on Corrosion, Electrochemical Properties and Metal Release of Atomized 316L Stainless Steel Powders, *Int. J. Electrochem. Sci.* 7 (2012) 11655–11677.
- [25] S. Cacace, A.G. Demir, Q. Semeraro, Densification Mechanism for Different Types of Stainless Steel Powders in Selective Laser Melting, *Procedia CIRP.* 62 (2017) 475–480. doi:10.1016/j.procir.2016.06.010.
- [26] R. Baitimerov, P. Lykov, D. Zherebtsov, L. Radionova, A. Shultc, K.G. Prashanth, Influence of Powder Characteristics on Processability of AlSi12 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting, *Mater. Basel Switz.* 11 (2018). doi:10.3390/ma11050742.
- [27] A.B. Spierings, M. Voegtlin, T. Bauer, K. Wegener, Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing, *Prog. Addit. Manuf.* 1 (2016) 9–20. doi:10.1007/s40964-015-0001-4.
- [28] E.O. Olakanmi, Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties, *J. Mater. Process. Technol.* 213 (2013) 1387–1405. doi:10.1016/j.jmatprotec.2013.03.009.
- [29] D. Boisselier, S. Sankaré, Influence of Powder Characteristics in Laser Direct Metal Deposition of SS316L for Metallic Parts Manufacturing, *Phys. Procedia.* 39 (2012) 455–463. doi:10.1016/j.phpro.2012.10.061.
- [30] R.K. McGEARY, Mechanical Packing of Spherical Particles, *J. Am. Ceram. Soc.* 44 (1961) 513–522. doi:10.1111/j.1151-2916.1961.tb13716.x.
- [31] R.M. German, Mathematical relations in particulate materials processing ceramics, powder metals, cermets, carbides, hard materials, and minerals /, Wiley, Hoboken, NJ :, c2008.
- [32] Effects of Powder Characteristics on Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel Powder | Request PDF, ResearchGate. (n.d.). doi:http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.189-193.3664.
- [33] W. Chen, G. Yin, Z. Feng, X. Liao, Effect of Powder Feedstock on Microstructure and Mechanical Properties of the 316L Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting, *Metals.* 8 (2018) 729. doi:10.3390/met8090729.
- [34] A. Zhukov, A. Deev, P. Kuznetsov, Effect of Alloying on the 316L and 321 Steels Samples Obtained by Selective Laser Melting, *Phys. Procedia.* 89 (2017) 172–178. doi:10.1016/j.phpro.2017.08.010.
- [35] C. Kamath, B. El-dasher, G.F. Gallegos, W.E. King, A. Sisto, Density of additively-manufactured, 316L SS parts using laser powder-bed fusion at powers up to 400 W, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 74 (2014) 65–78. doi:10.1007/s00170-014-5954-9.
- [36] G. Egger, P.E. Gyax, R. Glardon, N.P. Karapatis, Optimization of powder layer density in selective laser sintering, *Solid Free. Fabr. Proc.* August 1999. (1999) 255–263.
- [37] A. Leicht, U. Klement, E. Hryha, Effect of build geometry on the microstructural development of 316L parts produced by additive manufacturing, *Mater. Charact.* (2018). doi:10.1016/j.matchar.2018.04.040.
- [38] U. Scipioni Bertoli, A.J. Wolfer, M.J. Matthews, J.-P.R. Delplanque, J.M. Schoenung, On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting, *Mater. Des.* 113 (2017) 331–340. doi:10.1016/j.matdes.2016.10.037.

- [39] J.H. Tan, W.L.E. Wong, K.W. Dalgarno, An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 18 (2017) 228–255. doi:10.1016/j.addma.2017.10.011.
- [40] L. Hitzler, J. Hirsch, B. Heine, M. Merkel, W. Hall, A. Öchsner, On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel, *Mater. Basel Switz.* 10 (2017). doi:10.3390/ma10101136.
- [41] N.P. Lavery, J. Cherry, S. Mehmood, H. Davies, B. Girling, E. Sackett, S.G.R. Brown, J. Sienz, Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion, *Mater. Sci. Eng. A.* 693 (2017) 186–213. doi:10.1016/j.msea.2017.03.100.
- [42] E. Liverani, S. Toschi, L. Ceschini, A. Fortunato, Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel, *J. Mater. Process. Technol.* 249 (2017) 255–263. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.05.042.
- [43] K.V. Yang, P. Rometsch, C.H.J. Davies, A. Huang, X. Wu, Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of A357 alloy produced by selective laser melting, *Mater. Des.* 154 (2018) 275–290. doi:10.1016/j.matdes.2018.05.026.
- [44] M. Wang, B. Song, Q. Wei, Y. Zhang, Y. Shi, Effects of annealing on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 739 (2019) 463–472. doi:10.1016/j.msea.2018.10.047.
- [45] E. RIGAL, Compression isostatique à chaud, Ref TIP551WEB - Étude Propr. Métaux. (2017). <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-metalliques-avances-42660210/compression-isostatique-a-chaud-m3310/> (accessed March 20, 2019).
- [46] N.L. Loh, K.Y. Sia, An overview of hot isostatic pressing, *J. Mater. Process. Technol.* 30 (1992) 45–65. doi:10.1016/0924-0136(92)90038-T.
- [47] X. Lou, P.L. Andresen, R.B. Rebak, Oxide inclusions in laser additive manufactured stainless steel and their effects on impact toughness and stress corrosion cracking behavior, *J. Nucl. Mater.* 499 (2018) 182–190. doi:10.1016/j.jnucmat.2017.11.036.
- [48] F. Yan, W. Xiong, E.J. Faierson, Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials, *Materials.* 10 (2017) 1260. doi:10.3390/ma10111260.
- [49] B. AlMangour, D. Grzesiak, J.-M. Yang, Selective laser melting of TiB₂/316L stainless steel composites: The roles of powder preparation and hot isostatic pressing post-treatment, *Powder Technol.* 309 (2017) 37–48. doi:10.1016/j.powtec.2016.12.073.
- [50] M. Blanc, Astrid Program & Key material Issues, Présent. Orale 1st Workshop Stakehold. Czech Repub. (2015).
- [51] H. Sassoulas, Traitements thermiques des aciers inoxydables, (2016) 26.
- [52] M.K. Herliansyah, P. Dewo, M.H. Soesatyo, W. Siswomihardjo, The effect of annealing temperature on the physical and mechanical properties of stainless steel 316L for stent application, in: 2015 4th Int. Conf. Instrum. Commun. Inf. Technol. Biomed. Eng. ICICI-BME, 2015: pp. 22–26. doi:10.1109/ICICI-BME.2015.7401308.
- [53] G.T. Gray, V. Livescu, P.A. Rigg, C.P. Trujillo, C.M. Cady, S.R. Chen, J.S. Carpenter, T.J. Lienert, S.J. Fensin, Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel, *Acta Mater.* 138 (2017) 140–149. doi:10.1016/j.actamat.2017.07.045.
- [54] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, Z. Shen, Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting, *J. Nucl. Mater.* 470 (2016) 170–178. doi:10.1016/j.jnucmat.2015.12.034.
- [55] K. Saeidi, L. Kevetkova, F. Lofaj, Z. Shen, Novel ferritic stainless steel formed by laser melting from duplex stainless steel powder with advanced mechanical properties and high ductility, *Mater. Sci. Eng. A.* 665 (2016) 59–65. doi:10.1016/j.msea.2016.04.027.
- [56] M. Yakout, M.A. Elbestawi, S.C. Veldhuis, A study of thermal expansion coefficients and microstructure during selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L, *Addit. Manuf.* 24 (2018) 405–418. doi:10.1016/j.addma.2018.09.035.

- [57] A.A. Deev, P.A. Kuznetsov, S.N. Petrov, Anisotropy of Mechanical Properties and its Correlation with the Structure of the Stainless Steel 316L Produced by the SLM Method, *Phys. Procedia*. 83 (2016) 789–796. doi:10.1016/j.phpro.2016.08.081.
- [58] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong, Z.J. Shen, Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting, *Mater. Sci. Eng. A*. 625 (2015) 221–229. doi:10.1016/j.msea.2014.12.018.
- [59] R. Casati, J. Lemke, M. Vedani, Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting, *J. Mater. Sci. Technol.* 32 (2016) 738–744. doi:10.1016/j.jmst.2016.06.016.
- [60] M. Ma, Z. Wang, X. Zeng, A comparison on metallurgical behaviors of 316L stainless steel by selective laser melting and laser cladding deposition, *Mater. Sci. Eng. A*. 685 (2017) 265–273. doi:10.1016/j.msea.2016.12.112.
- [61] Q.B. Nguyen, Z. Zhu, F.L. Ng, B.W. Chua, S.M.L. Nai, J. Wei, High mechanical strengths and ductility of stainless steel 304L fabricated using selective laser melting, *J. Mater. Sci. Technol.* 35 (2019) 388–394. doi:10.1016/j.jmst.2018.10.013.
- [62] S. Ren, P. Li, D. Jiang, Y. Tan, J. Li, L. Zhang, Removal of metal impurities by controlling columnar grain growth during directional solidification process, *Appl. Therm. Eng.* 106 (2016) 875–880. doi:10.1016/j.applthermaleng.2016.06.037.
- [63] C. Mutke, K. Geenen, A. Röttger, W. Theisen, Interaction between laser radiation and metallic powder of 316L austenitic steel during selective laser melting, *Mater. Charact.* 145 (2018) 337–346. doi:10.1016/j.matchar.2018.08.061.
- [64] L. Beltran-Sanchez, D.M. Stefanescu, A quantitative dendrite growth model and analysis of stability concepts, *Metall. Mater. Trans. A*. 35 (2004) 2471–2485. doi:10.1007/s11661-006-0227-3.
- [65] M.S. Pham, B. Dovygytė, P.A. Hooper, Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing, *Mater. Sci. Eng. A*. 704 (2017) 102–111. doi:10.1016/j.msea.2017.07.082.
- [66] F. Yan, W. Xiong, E. Faierson, G.B. Olson, Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion, *Scr. Mater.* 155 (2018) 104–108. doi:10.1016/j.scriptamat.2018.06.011.
- [67] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, C.K. Chua, Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting, *NPG Asia Mater.* 10 (2018) 127. doi:10.1038/s41427-018-0018-5.
- [68] A. Riemer, S. Leuders, M. Thöne, H.A. Richard, T. Tröster, T. Niendorf, On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting, *Eng. Fract. Mech.* 120 (2014) 15–25. doi:10.1016/j.engfracmech.2014.03.008.
- [69] X. Wang, J.A. Muñoz-Lerma, O. Sánchez-Mata, M. Attarian Shandiz, M. Brochu, Microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L vertical struts manufactured by laser powder bed fusion process, *Mater. Sci. Eng. A*. 736 (2018) 27–40. doi:10.1016/j.msea.2018.08.069.
- [70] B. AlMangour, D. Grzesiak, T. Borkar, J.-M. Yang, Densification behavior, microstructural evolution, and mechanical properties of TiC/316L stainless steel nanocomposites fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* 138 (2018) 119–128. doi:10.1016/j.matdes.2017.10.039.
- [71] T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H.A. Richard, T. Tröster, D. Schwarze, Highly Anisotropic Steel Processed by Selective Laser Melting, *Metall. Mater. Trans. B*. 44 (2013) 794–796. doi:10.1007/s11663-013-9875-z.
- [72] X.Y. Fang, H.Q. Li, M. Wang, C. Li, Y.B. Guo, Characterization of texture and grain boundary character distributions of selective laser melted Inconel 625 alloy, *Mater. Charact.* 143 (2018) 182–190. doi:10.1016/j.matchar.2018.02.008.
- [73] L. Thijs, K. Kempen, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, *Acta Mater.* 61 (2013) 1809–1819. doi:10.1016/j.actamat.2012.11.052.
- [74] Y.M. Wang, T. Voisin, J.T. McKeown, J. Ye, N.P. Calta, Z. Li, Z. Zeng, Y. Zhang, W. Chen, T.T. Roehling, R.T. Ott, M.K. Santala, P.J. Depond, M.J. Matthews, A.V. Hamza, T. Zhu, Additively manufactured

- hierarchical stainless steels with high strength and ductility, *Nat. Mater.* 17 (2018) 63. doi:10.1038/nmat5021.
- [75] K. Saeidi, L. Kvetková, F. Lofaj, Z. Shen, Austenitic stainless steel strengthened by the in situ formation of oxide nano-inclusions, *RSC Adv.* 5 (2015) 20747–20750. doi:10.1039/C4RA16721J.
- [76] U. Scipioni Bertoli, B.E. MacDonald, J.M. Schoenung, Stability of cellular microstructure in laser powder bed fusion of 316L stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 739 (2019) 109–117. doi:10.1016/j.msea.2018.10.051.
- [77] T. Mukherjee, H.L. Wei, A. De, T. DebRoy, Heat and fluid flow in additive manufacturing – Part II: Powder bed fusion of stainless steel, and titanium, nickel and aluminum base alloys, *Comput. Mater. Sci.* 150 (2018) 369–380. doi:10.1016/j.commatsci.2018.04.027.
- [78] J. Olsén, Z. Shen, L. Liu, A. Koptug, L.-E. Rännar, Micro- and macro-structural heterogeneities in 316L stainless steel prepared by electron-beam melting, *Mater. Charact.* 141 (2018) 1–7. doi:10.1016/j.matchar.2018.04.026.
- [79] T. Kurzynowski, K. Gruber, W. Stopyra, B. Kuźnicka, E. Chlebus, Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316 L stainless steel processed by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 718 (2018) 64–73. doi:10.1016/j.msea.2018.01.103.
- [80] S. Gorsse, C. Hutchinson, M. Gouné, R. Banerjee, Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 18 (2017) 584–610. doi:10.1080/14686996.2017.1361305.
- [81] J.R. Trelewicz, G.P. Halada, O.K. Donaldson, G. Manogharan, Microstructure and Corrosion Resistance of Laser Additively Manufactured 316L Stainless Steel, *JOM.* 68 (2016) 850–859. doi:10.1007/s11837-016-1822-4.
- [82] W.M. Tucho, V.H. Lysne, H. Austbø, A. Sjolyst-Kverneland, V. Hansen, Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L, *J. Alloys Compd.* 740 (2018) 910–925. doi:10.1016/j.jallcom.2018.01.098.
- [83] O.O. Salman, C. Gammer, A.K. Chaubey, J. Eckert, S. Scudino, Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 748 (2019) 205–212. doi:10.1016/j.msea.2019.01.110.
- [84] X. Zhou, Z. An, Z. Shen, W. Liu, C. Yao, Particles control in selective laser melting in-situ oxide dispersion strengthened method, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 167 (2017) 012048. doi:10.1088/1757-899X/167/1/012048.
- [85] G. Miranda, S. Faria, F. Bartolomeu, E. Pinto, S. Madeira, A. Mateus, P. Carreira, N. Alves, F.S. Silva, O. Carvalho, Predictive models for physical and mechanical properties of 316L stainless steel produced by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 657 (2016) 43–56. doi:10.1016/j.msea.2016.01.028.
- [86] K. Kempen, L. Thijs, J. Humbeeck, J.-P. Kruth, Processing AlSi10Mg by selective laser melting: Parameter optimisation and material characterisation, *Mater. Sci. Technol.* (2014). doi:10.1179/1743284714Y.0000000702.
- [87] X. Zhou, X. Liu, D. Zhang, Z. Shen, W. Liu, Balling phenomena in selective laser melted tungsten, *J. Mater. Process. Technol.* 222 (2015). doi:10.1016/j.jmatprotec.2015.02.032.
- [88] A. Ahmadi, R. Mirzaeifar, N.S. Moghaddam, A.S. Turabi, H.E. Karaca, M. Elahinia, Effect of manufacturing parameters on mechanical properties of 316L stainless steel parts fabricated by selective laser melting: A computational framework, *Mater. Des.* 112 (2016) 328–338. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.043.
- [89] M.L. Montero-Sistiaga, M. Godino-Martinez, K. Boschmans, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, K. Vanmeensel, Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting), *Addit. Manuf.* 23 (2018) 402–410. doi:10.1016/j.addma.2018.08.028.
- [90] D. Kong, X. Ni, C. Dong, X. Lei, L. Zhang, C. Man, J. Yao, X. Cheng, X. Li, Bio-functional and anti-corrosive 3D printing 316L stainless steel fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* 152 (2018) 88–101. doi:10.1016/j.matdes.2018.04.058.

- [91] H. Choo, K.-L. Sham, J. Bohling, A. Ngo, X. Xiao, Y. Ren, P.J. Depond, M.J. Matthews, E. Garlea, Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel, *Mater. Des.* (2018). doi:10.1016/j.matdes.2018.12.006.
- [92] V.Sh. Sufiiarov, A.A. Popovich, E.V. Borisov, I.A. Polozov, D.V. Masaylo, A.V. Orlov, The Effect of Layer Thickness at Selective Laser Melting, *Procedia Eng.* 174 (2017) 126–134. doi:10.1016/j.proeng.2017.01.179.
- [93] A.T. Sutton, C.S. Kriewall, M.C. Leu, J.W. Newkirk, *Powders for Additive Manufacturing Processes: Characterization Techniques and Effects on Part Properties*, (n.d.) 27.
- [94] D. Wang, C. Song, Y. Yang, Y. Bai, Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts, *Mater. Des.* 100 (2016) 291–299. doi:10.1016/j.matdes.2016.03.111.
- [95] J. Olsen, X. Zhou, Y. Zhong, L. Liu, D. Wang, C. Yu, Y. Wang, K. Li, Leilei Xing, J. Ma, D. Cui, W. Liu, Z. Shen, Tailoring hierarchical structures in selective laser melted materials, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 219 (2017) 012036. doi:10.1088/1757-899X/219/1/012036.
- [96] D. Sun, X. Li, W. Tan, A parametric study on grain structure in selective laser melting process for stainless steel 316, *Solid Free. Fabr. Symp.* (2017).
- [97] H. Ali, H. Ghadbeigi, K. Mumtaz, Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V, *Mater. Sci. Eng. A.* 712 (2018) 175–187. doi:10.1016/j.msea.2017.11.103.
- [98] D. Gu, H. Chen, Selective laser melting of high strength and toughness stainless steel parts: The roles of laser hatch style and part placement strategy, *Mater. Sci. Eng. A.* 725 (2018) 419–427. doi:10.1016/j.msea.2018.04.046.
- [99] J. Jhabvala, E. Boillat, T. Antignac, R. Glardon, On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process, *Virtual Phys. Prototyp.* 5 (2010). doi:10.1080/17452751003688368.
- [100] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G.K. Muralidharan, C. de Formanoir, F. Berto, K. Vanmeensel, B. Van Hooreweder, Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *Int. J. Fatigue.* 123 (2019) 31–39. doi:10.1016/j.ijfatigue.2019.01.013.
- [101] T. Niendorf, Process microstructure property relationships in Ni and Fe based alloys processed by AM, *Alloys Addit. Manuf. Workshop.* (2016).
- [102] M. Song, M. Wang, X. Lou, R.B. Rebak, G.S. Was, Radiation damage and irradiation-assisted stress corrosion cracking of additively manufactured 316L stainless steels, *J. Nucl. Mater.* 513 (2019) 33–44. doi:10.1016/j.jnucmat.2018.10.044.
- [103] K. Saeidi, M. Neikter, J. Olsen, Z.J. Shen, F. Akhtar, 316L stainless steel designed to withstand intermediate temperature, *Mater. Des.* 135 (2017) 1–8. doi:10.1016/j.matdes.2017.08.072.
- [104] K. Saeidi, X. Gao, F. Lofaj, L. Kvetková, Z.J. Shen, Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting, *J. Alloys Compd.* 633 (2015) 463–469. doi:10.1016/j.jallcom.2015.01.249.
- [105] C. Man, Z. Duan, Z. Cui, C. Dong, D. Kong, T. Liu, S. Chen, X. Wang, The effect of sub-grain structure on intergranular corrosion of 316L stainless steel fabricated via selective laser melting, *Mater. Lett.* 243 (2019) 157–160. doi:10.1016/j.matlet.2019.02.047.
- [106] M. Montero Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne, 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*, 2016: pp. 558–565. <https://lirias.kuleuven.be/handle/123456789/548789> (accessed December 21, 2017).
- [107] D. Kong, X. Ni, C. Dong, L. Zhang, C. Man, X. Cheng, X. Li, Anisotropy in the microstructure and mechanical property for the bulk and porous 316L stainless steel fabricated via selective laser melting, *Mater. Lett.* 235 (2019) 1–5. doi:10.1016/j.matlet.2018.09.152.
- [108] A. Röttger, K. Geenen, M. Windmann, F. Binner, W. Theisen, Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-

- isostatic pressed and cast material, *Mater. Sci. Eng. A.* 678 (2016) 365–376. doi:10.1016/j.msea.2016.10.012.
- [109] A.J. Cooper, W.J. Brayshaw, A.H. Sherry, Tensile Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Manufactured by Hot Isostatic Pressing, *Metall. Mater. Trans. A.* 49 (2018) 1579–1591. doi:10.1007/s11661-018-4518-2.
- [110] M. Ziętała, T. Durejko, M. Polański, I. Kunce, T. Płociński, W. Zieliński, M. Łazińska, W. Stępniewski, T. Czujko, K.J. Kurzydłowski, Z. Bojar, The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping, *Mater. Sci. Eng. A.* 677 (2016) 1–10. doi:10.1016/j.msea.2016.09.028.
- [111] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, W.Y. Yeong, Selective laser melting of stainless steel 316L with low porosity and high build rates, *Mater. Des.* 104 (2016) 197–204. doi:10.1016/j.matdes.2016.05.035.
- [112] D.-R. Eo, S.-H. Park, J.-W. Cho, Inclusion evolution in additive manufactured 316L stainless steel by laser metal deposition process, *Mater. Des.* 155 (2018) 212–219. doi:10.1016/j.matdes.2018.06.001.
- [113] Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang, C. Song, Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder, *Mater. Des.* 87 (2015) 797–806. doi:10.1016/j.matdes.2015.08.086.
- [114] M.J. Heiden, L.A. Deibler, J.M. Rodelas, J.R. Koepke, D.J. Tung, D.J. Saiz, B.H. Jared, Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process, *Addit. Manuf.* 25 (2019) 84–103. doi:10.1016/j.addma.2018.10.019.
- [115] J.A. Slotwinski, E.J. Garboczi, P.E. Stutzman, C.F. Ferraris, S.S. Watson, M.A. Peltz, Characterization of Metal Powders Used for Additive Manufacturing, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 119 (2014) 460–493. doi:10.6028/jres.119.018.
- [116] J. Suryawanshi, K.G. Prashanth, U. Ramamurty, Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 696 (2017) 113–121. doi:10.1016/j.msea.2017.04.058.
- [117] I. Tolosa, F. Garcíandía, F. Zubiri, F. Zapirain, A. Esnaola, Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 51 (2010) 639–647. doi:10.1007/s00170-010-2631-5.
- [118] P. Hanzl, M. Zetek, T. Bakša, T. Kroupa, The Influence of Processing Parameters on the Mechanical Properties of SLM Parts, *Procedia Eng.* 100 (2015) 1405–1413. doi:10.1016/j.proeng.2015.01.510.
- [119] M. Zhang, C.-N. Sun, X. Zhang, J. Wei, D. Hardacre, H. Li, High cycle fatigue and ratcheting interaction of laser powder bed fusion stainless steel 316L: Fracture behaviour and stress-based modelling, *Int. J. Fatigue.* 121 (2019) 252–264. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.12.016.
- [120] D. Tomus, Y. Tian, P.A. Rometsch, M. Heilmaier, X. Wu, Influence of post heat treatments on anisotropy of mechanical behaviour and microstructure of Hastelloy-X parts produced by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 667 (2016) 42–53. doi:10.1016/j.msea.2016.04.086.
- [121] P. Guo, B. Zou, C. Huang, H. Gao, Study on microstructure, mechanical properties and machinability of efficiently additive manufactured AISI 316L stainless steel by high-power direct laser deposition, *J. Mater. Process. Technol.* 240 (2017) 12–22. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.09.005.
- [122] F. Bartolomeu, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F.S. Silva, G. Miranda, 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting, *Addit. Manuf.* 16 (2017) 81–89. doi:10.1016/j.addma.2017.05.007.
- [123] W.E. King, H.D. Barth, V.M. Castillo, G.F. Gallegos, J.W. Gibbs, D.E. Hahn, C. Kamath, A.M. Rubenchik, Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 2915–2925. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005.
- [124] M. Courtois, M. Carin, P. Le Masson, S. Gaid, M. Balabane, Complete heat and fluid flow modeling of keyhole formation and collapse during spot laser welding, in: *Int. Congr. Appl. Lasers*

- Electro-Opt., Laser Institute of America, Miami, Florida, USA, 2013: pp. 77–84. doi:10.2351/1.5062966.
- [125] K. Saleh, P. Guigon, Caractérisation et analyse des poudres - Propriétés comportementales des solides divisés, *Tech. Ing.* (2009).
- [126] K. Saeidi, Stainless steels fabricated by laser melting : Scaled-down structural hierarchies and microstructural heterogeneities, (2016). <http://su.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2:919300> (accessed December 12, 2017).
- [127] X.W. Liu, G. Laplanche, A. Kostka, S.G. Fries, J. Pfetzinger-Micklich, G. Liu, E.P. George, Columnar to equiaxed transition and grain refinement of cast CrCoNi medium-entropy alloy by microalloying with titanium and carbon, *J. Alloys Compd.* 775 (2019) 1068–1076. doi:10.1016/j.jallcom.2018.10.187.
- [128] H. Qin, V. Fallah, Q. Dong, M. Brochu, M.R. Daymond, M. Gallerneault, Solidification pattern, microstructure and texture development in Laser Powder Bed Fusion (LPBF) of Al10SiMg alloy, *Mater. Charact.* 145 (2018) 29–38. doi:10.1016/j.matchar.2018.08.025.
- [129] S.-H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa, T. Nakano, Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting, *Scr. Mater.* 159 (2019) 89–93. doi:10.1016/j.scriptamat.2018.09.017.
- [130] A. Mertens, S. Reginster, Q. Contrepolis, T. Dormal, O. Lemaire, J. Lecomte-Beckers, Microstructures and Mechanical Properties of Stainless Steel AISI 316L Processed by Selective Laser Melting, *Mater. Sci. Forum.* 783–786 (2014) 898–903. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.898.
- [131] M. Hasegawa, Chapter 3.3 - Ellingham Diagram, in: S. Seetharaman (Ed.), *Treatise Process Metall.*, Elsevier, Boston, 2014: pp. 507–516. doi:10.1016/B978-0-08-096986-2.00032-1.
- [132] R.G. Colters, Thermodynamics of binary metallic carbides: A review, *Mater. Sci. Eng.* 76 (1985) 1–50. doi:10.1016/0025-5416(85)90078-3.
- [133] Y. Shan, X. Luo, X. Hu, S. Liu, Mechanisms of Solidification Structure Improvement of Ultra Pure 17 wt% Cr Ferritic Stainless Steel by Ti, Nb Addition, *J. Mater. Sci. Technol.* 27 (2011) 352–358. doi:10.1016/S1005-0302(11)60073-X.
- [134] H. Suito, H. Ohta, S. Morioka, Refinement of Solidification Microstructure and Austenite Grain by Fine Inclusion Particles, *ISIJ Int.* 46 (2006) 840–846. doi:10.2355/isijinternational.46.840.
- [135] S. Hossein Nedjad, A. Farzaneh, Formation of fine intragranular ferrite in cast plain carbon steel inoculated by titanium oxide nanopowder, *Scr. Mater.* 57 (2007) 937–940. doi:10.1016/j.scriptamat.2007.07.016.
- [136] B. AlMangour, M.-S. Baek, D. Grzesiak, K.-A. Lee, Strengthening of stainless steel by titanium carbide addition and grain refinement during selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 712 (2018) 812–818. doi:10.1016/j.msea.2017.11.126.
- [137] A.F. Padilha, P.R. Rios, Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels, *ISIJ Int.* 42 (2002) 325–327. doi:10.2355/isijinternational.42.325.
- [138] A. Dadoo, S.M.A. Boutorabi, S. Kheirandish, Effect of titanium carbide concentration on the morphology of MC carbides in pulsed laser surface alloyed AISI H13 tool steel, *Opt. Laser Technol.* 112 (2019) 236–244. doi:10.1016/j.optlastec.2018.11.001.
- [139] X. Lou, M. Song, P.W. Emigh, M.A. Othon, P.L. Andresen, On the stress corrosion crack growth behaviour in high temperature water of 316L stainless steel made by laser powder bed fusion additive manufacturing, *Corros. Sci.* 128 (2017) 140–153. doi:10.1016/j.corsci.2017.09.017.
- [140] L. Tan, G. He, F. Liu, Y. Li, L. Jiang, Effects of Temperature and Pressure of Hot Isostatic Pressing on the Grain Structure of Powder Metallurgy Superalloy, *Mater. Basel Switz.* 11 (2018). doi:10.3390/ma11020328.

Titre : 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 de traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

Mots clés : Fabrication Additive ; Acier inoxydable 316L ; Microstructure ; Essais de traction ; Poudre ; Traitements thermiques.

Résumé : Dans le domaine de la métallurgie, la fabrication additive (FA) est un procédé de mise en forme des matériaux en pleine expansion dans plusieurs secteurs industriels tels que l'aéronautique, le spatial et l'automobile. L'exploitation des procédés de FA pour des applications dans l'industrie nucléaire est actuellement en cours d'étude dans différents pays. La FA permet d'élaborer des pièces optimisées avec des géométries complexes impossibles à réaliser avec les procédés conventionnels. Dans ce cadre, les travaux réalisés au cours de cette thèse visent à déterminer l'apport potentiel des procédés de FA pour la réalisation de composants métalliques pour diverses applications nucléaires dont les futurs réacteurs de Génération IV. Cette thèse présente les propriétés microstructurales et mécaniques de pièces en acier inoxydable 316L

réalisées par procédé de fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM, Selective Laser Melting). Trois thématiques ont été abordées dans cette étude : les paramètres du procédé SLM, les caractéristiques de la poudre et deux post-traitements thermiques (700°C-1h et compression isostatique à chaud : 1100°C-3h sous 1800 Bar). Leurs effets sur la microstructure et les propriétés mécaniques ont été analysés. Les propriétés en traction sur des éprouvettes en acier 316L ont été mesurées et comparées à celles d'un acier 316L forgé décrit par la norme RCC-MRX utilisée dans le domaine du nucléaire. Les résultats obtenus sont supérieurs à ceux de la norme et comparables à ceux d'un acier forgé. Cette thèse a permis de mieux cerner les interactions entre les paramètres liés au procédé, la microstructure et les propriétés mécaniques.

Title: Study of 316L stainless steel processed by selective laser melting: influence of process parameters, powder characteristics, and heat treatments on the microstructure and mechanical properties.

Keywords: Additive Manufacturing; 316L SS; Microstructure; Tensile tests, Powder; Heat treatments.

Abstract: Additive Manufacturing (AM) recently became an attractive manufacturing process in several industrial fields such as aeronautics, aerospace and automotive. The exploitation of AM processes for the nuclear industry is currently being studied in different countries. The AM enables the creation of optimized parts with complex geometries impossible to manufacture with conventional processes. This thesis aims to determine the potential contribution of AM processes for the production of metal components for various nuclear applications including future Generation IV reactors. First, the microstructural and mechanical properties of 316L stainless steel parts built by Selective Laser Melting (SLM)

process are presented. Three thematic were assessed in this study: the SLM process parameters, the powder characteristics and two post heat treatments (700° C-1h and hot isostatic pressing: 1100 ° C-3h under 1800 Bar). Their effects on microstructure and mechanical properties were analyzed. Tensile properties of 316L steel specimens were measured and compared to those of forged 316L steel described in the nuclear field by RCC-MRX standards. The results obtained are superior to those of the standard and comparable to those of a forged steel. This thesis contributes to a better understanding of interactions between the process parameters, the microstructure and the mechanical properties.

