



**HAL**  
open science

**Elaboration de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par fusion sélective laser : effet des paramètres de fabrication sur la microstructure, le comportement mécanique en traction et la stabilité thermique**

Maxime Lelievre

► **To cite this version:**

Maxime Lelievre. Elaboration de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par fusion sélective laser : effet des paramètres de fabrication sur la microstructure, le comportement mécanique en traction et la stabilité thermique. Matériaux. Normandie Université, 2021. Français. NNT : 2021NORMC239 . tel-03555819

**HAL Id: tel-03555819**

**<https://theses.hal.science/tel-03555819>**

Submitted on 3 Feb 2022

**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.



Normandie Université

## THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité CHIMIE

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

**Elaboration de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par fusion sélective laser : effet des paramètres de fabrication sur la microstructure, le comportement mécanique en traction et la stabilité thermique**

Présentée et soutenue par  
**MAXIME LELIEVRE**

**Thèse soutenue le 10/12/2021  
devant le jury composé de**

M. THIERRY GLORIAN	Professeur des universités, INSA de Rennes	Rapporteur du jury
M. ETIENNE PESSARD	Maître de conférences HDR, LAMPA-ARTS	Rapporteur du jury
MME MARIE-HÉLÈNE BERGER	Directeur de recherche, ECOLE DES MINES DE PARIS	Membre du jury
M. CHARLES MANIÈRE	Chargé de recherche, ENSICAEN	Membre du jury
M. ERIC ANDRIEU	Professeur des universités, Université Toulouse 1 Capitole	Président du jury
M. ERIC HUG	Professeur des universités, Université Caen Normandie	Directeur de thèse
M. CLEMENT KELLER	Professeur des universités, École Nationale des Ingénieurs de Tarbes	Co-directeur de thèse

**Thèse dirigée par ERIC HUG et CLEMENT KELLER, Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux (Caen)**



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE









*« Tous ces moments se perdront dans l'oubli comme  
les larmes dans la pluie. »*

*Blade Runner réalisé par Ridley Scott*



# Remerciements

Après un certain nombre de péripéties, voici venu le temps de conclure cette thèse en remerciant les personnes qui ont permis ces travaux d’aboutir. En premier lieu, je tenais à remercier Wilfrid Prellier pour m’avoir accueilli au sein du laboratoire CRISMAT.

En deuxième temps, je remercie l’ensemble des membres du jury d’avoir accepté de juger mon travail et de m’avoir permis de soutenir ma thèse. Un grand merci à M. Éric Andrieu pour avoir été président du jury et qui a su mettre une ambiance chaleureuse et faire redescendre la pression lors de la soutenance. Un immense merci également à M. Étienne Pessard et M. Thierry Gloriant pour leurs intérêts dans mes travaux, pour leurs rapports ainsi que pour la discussion intéressante survenue lors de la soutenance. Merci également à M. Charles Manière pour tes commentaires instructifs et nos nombreuses discussions tout au long de ma thèse. Enfin, merci à Mme Marie-Hélène Berger malgré le fait que vous n’avez pas pu assister à la soutenance, j’espère que la lecture de mon manuscrit vous a été plaisante.

La thèse, comme dit plus haut, est un travail d’équipe, et dans ce sens j’ai pu avoir une des meilleures directions de thèse grâce à Clément Keller et Éric Hug. Merci à eux pour leurs précieux conseils, leurs déterminations et aussi pour leurs patiences. J’ai beaucoup appris grâce à vous deux à la fois scientifiquement, mais également personnellement, ces 3 ans ont été une sacrée expérience, merci à vous deux. J’espère que le travail accompli dans cette thèse servira par la suite et ouvrira la voie à de nombreuses études.

Le laboratoire est un microcosme où de nombreuses personnes ont pu m’aider et permettre à cette thèse de se dérouler dans les meilleures conditions. Tout d’abord merci à Stéphanie Gascoin pour toutes les analyses DRX effectuées, merci également à Sophie Dufourd pour toutes l’aide, notamment avec les boîtes à gants et également pour les soirées fort sympathiques. En immense merci à l’équipe du « premier étage » du CNRT : Sylvain Marinel, Christophe Cibert,

Guillaume Riquet, Christelle Harnois. Un grand merci à Jérôme Lecourt et Christelle Bilot, pour toutes leurs aides avec la DSC, tronçonneuse, four ... sans vous je me demande comment le labo arriverait à tourner. Un grand merci également aux microscopistes Xavier Larose et Richard Retoux pour leurs nombreuses aides sur un Zeiss un peu capricieux et également pour les analyses chimiques au MET. Enfin, l'informatique est une chose instable, mais grâce à Gratien Cherrier, tout a pu se dérouler dans les meilleures conditions et j'ai pu apprendre que le problème principal se situe souvent entre le clavier et la chaise de bureau, merci à toi et à bientôt.

Le laboratoire de métallurgie se situe au troisième et dernier étage du bâtiment CNRT, cet endroit est empli de gens sympathiques qui permettent d'avoir une ambiance de travail très agréable. Un merci général aux personnes du secrétariat qui « font tourner la machine » et sont toujours là en cas de pépins. Merci également à Solange Boa qui L'heure est venue de remercier le groupe de métallurgie, un groupe soudé chaleureux et studieux. Un grand merci à vous tous, grâce à vous ces trois ans sont passés bien trop vite. Merci aux anciens membres : Florent Moisy, Florent Picot, Lucia Garcia, Pauline Martin et Julie Dorenlor. Un immense merci à Sophie Eve et Mayerling Martinez pour les discussions intéressantes et l'aide pour les manip (notamment les séances de MET avec Mayerling). Bon courage aux nouveaux doctorants : Lydie Mas et Thomas Chiavazza pour la suite de la thèse, le plus long c'est la rédaction, mais si j'y suis arrivé vous aussi et je sais que vous allez être exemplaire. Parmi les personnes qui ont participé activement aux succès de cette thèse, j'aimerais adresser un immense merci à Cendrine Folton qui a su me conseiller, m'aiguiller et à toujours participé aux nombreuses discussions et réflexions. Merci pour tout le soutien, sans toi le labo de métallurgie ne tournerait pas aussi bien. Enfin, je pense que des mots ne pourraient pas remercier aussi bien qu'il le faut Brice Pommier, sans toi, aucun des échantillons présentés dans ce manuscrit n'aurait pu voir le jour. Merci pour ces trois ans, pour les nombreuses manip autour de la machine de fabrication additive, pour les pauses café (élément clef nécessaire à tout doctorant pour recharger les batteries), à plus « Grand Chef ». *En bande organisée...*, un

colossal merci à la « bande » du troisième, collectif hétéroclite et toujours de bonne humeur, grâce vous les pauses du midi étaient toujours des lieux de grandes philosophies et de discussions fortes intéressantes autour de la politique, de la Science ou encore d'idée de Startup innovante à base de balade en chameau dans la baie du Mont-St-Michel. Un immense merci à Gautier Huser (merci encore pour les images en ECCI sur le Jeol, un jour on percera le secret de cette technique), Antoine Levée, Alix Souchon, Alexis Ribet, Paul Cazaumayou et Valentin Rougier pour les beaux cadeaux que j'ai eu le jour de la soutenance et pour la merveilleuse ambiance de travail, vous redonnez le sourire même dans les moments les plus durs de la thèse. J'espère qu'à l'heure où j'écris ces lignes, Antoine a enfin pu commencer sa thèse après plus de 2 ans de pré-thèse, nos grandes discussions vont me manquer. Dépasser 18h 30 au laboratoire, l'ambiance est tamisée et il peut arriver que le doute subsiste, mais Paul et Valentin étaient là pour apporter des discussions et des réflexions sur des sujets toujours très intéressants et bien rigolos, ces moments vont me manquer, merci les gars. Enfin, on a pu prouver Alexis et moi qu'un physicien et un chimiste peuvent s'allier, merci à toi pour tous ces moments de réflexions, de manips en DSC et pour les données qui ont permis de faire avancer la réflexion autour de cette fameuse phase ordonnée, à la prochaine ! Oups.... J'ai failli oublier de remercier Mathieu Calvat ancien doctorant à Rouen. Je n'oublierai jamais les journées de manips avec toi, on a bien galéré, mais j'espère que tous les échantillons ont pu bien t'aider. Je pense que tout le monde se souviendra de notre mésaventure avec le SPS... Désolé encore Jérôme. Par ailleurs, merci également aux nombreuses personnes du labo qui ont su mettre une bonne ambiance : Marie Dallochio, Abdel Bourhim, Radia Hamane, Christophe Couder, Chris Leroux, Hugo Bouteiller et Joseph Cloarec.

Pour finir, la thèse ne se déroule pas essentiellement au laboratoire, il faut savoir de temps en temps relâcher la pression. Pour cela je remercie ma famille qui a été d'un grand soutien durant ces trois ans et qui m'a toujours aidé même dans les moments les plus durs. Un immense merci pour les copains de Caen, pour les nombreux moments de détente de rigolades. Merci au meilleur doctorant en droit et grand génie des jeux de mots : Martin Paummelle. Merci également à l'équipe du

« Barou », Franz, Anaïs et Max. Un immense merci aux anciens étudiants Antoine Perelman (on se reverra un de ces quatre du côté de Grenoble), Marine Timothée (merci pour les nombreuses boissons locales, il faudra que je passe un de ces jours), Audric Neveu (le roi des batteries) et Soizic Lothelier. Lors de ma première journée en Fac, j'ai fait la connaissance de Gabriel Kerbart, on a le même parcours et ces années passées avec toi étaient géniales. D'ailleurs, on n'a toujours pas fini le Prince de Bel-Air, il va falloir remédier à ça. Merci également aux vieux potes qui me suivent depuis longtemps : Maxime Leprovost, Algan Ruault, Jean Bourhis, Wilfried Houssard, Quentin Lefranc. Par ailleurs, j'ai eu la chance de côtoyer le plus grand philosophe, le roi de la 4 cordes, l'ingénieur en produit carné, Mathieu Perrier. Cela fait longtemps qu'on se connaît, et les moments passés avec toi sont toujours les meilleurs, force à toi et merci pour toutes ces années. Comptant une amitié qui dure depuis plus d'une dizaine d'années (je n'ose pas compter), merci à Clément Gérard mon fidèle acolyte toujours présent pour moi malgré la distance. Les moments passés avec toi sont précieux, je te remercie d'être là depuis le début. Je remercie également ta femme Mélody Gérard qui est toujours lumineuse et positive. Enfin, j'aimerais remercier la personne qui a eu le courage de relire l'entièreté de ce manuscrit, merci à Marianne Louvel pour ces moments de rigolades quand tu étais sur Caen et ailleurs.

J'espère que je n'ai oublié personne, si cela est le cas j'en suis vraiment désolé. Pour finir, j'aimerais à travers ces dernières lignes, remercier la personne qui a toujours été là pour moi et qui m'a soutenue depuis le début de ma thèse. Un gigantesque merci à Lysiane Duval - Bernard. Sans toi, je n'aurais pas eu la force de finir ma thèse et je t'en suis éternellement reconnaissant et je n'ai qu'une hâte, c'est de continuer mon aventure avec toi !

---

---

# Table des matières

---

---

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE I : ETAT DE L'ART .....</b>	<b>17</b>
<b>I) LA FABRICATION ADDITIVE (FA) .....</b>	<b>18</b>
1) Eléments généraux .....	18
2) Procédés de fusion sur lit de poudre .....	21
<b>II) GENERALITES SUR LES ALLIAGES NICKEL-CHROME .....</b>	<b>28</b>
1) Éléments de métallurgie.....	29
2) Propriétés mécaniques de l'alliage Ni 20 wt. % Cr.....	32
<b>III) ALLIAGES BASE-NICKEL EN FUSION SELECTIVE LASER.....</b>	<b>34</b>
1) Principaux alliages élaborés.....	34
2) Formation de défauts.....	34
3) Microstructure en fusion sélective laser.....	41
4) Propriétés mécaniques en traction.....	50
5) L'alliage Ni 20 wt. % Cr en FA .....	54
<b>CHAPITRE II : PRESENTATION DU PROCEDE DE FABRICATION ADDITIVE .....</b>	<b>59</b>
<b>I) CARACTERISATIONS DE LA POUDRE.....</b>	<b>60</b>
1) Composition chimique et phase en présence.....	60
2) Morphologie et granulométrie.....	62
3) Masse volumique .....	63
<b>II) PROCEDE DE FABRICATION ADDITIVE.....</b>	<b>64</b>
1) Étapes de fabrication.....	64
2) Caractéristiques techniques de la machine SLM 125 HL .....	65
3) Stratégie et paramètres de fabrication .....	67
<b>CHAPITRE III : OPTIMISATION DU PROCEDE ET CONTROLE DES MICROSTRUCTURES.....</b>	<b>71</b>
<b>I) OPTIMISATION DU PROCEDE DE FABRICATION .....</b>	<b>72</b>
1) Évolution de la densité selon l'énergie de fabrication .....	72
2) Identification des défauts .....	73
3) Gamme optimale de vitesse et de puissance laser .....	79
<b>IV) EFFET DES PARAMETRES SUR LA MICROSTRUCTURE .....</b>	<b>80</b>
1) Description générale de la microstructure.....	81
2) Etude des bains de fusion.....	83
3) Texture et taille de grains.....	89
4) Structure dendritique cellulaire.....	95
5) Cartographie de solidification .....	105

V) SYNTHÈSE DU CHAPITRE.....	107
<b>CHAPITRE IV : COMPORTEMENT MECANIQUE EN TRACTION .....</b>	<b>109</b>
I) METHODOLOGIE EXPERIMENTALE .....	110
1) Présentation de la machine.....	110
2) Analyse des courbes de traction nominales.....	111
3) Paramètres de fabrication.....	113
II) ÉVOLUTION GLOBALE DU COMPORTEMENT MECANIQUE .....	115
1) Courbes nominales de traction.....	115
2) Comportement dans le domaine élastique.....	120
III) ÉCROUISSAGE DE L'ALLIAGE Ni 20 WT. % CR EN FA.....	124
1) Contraintes et déformations vraies.....	124
2) Modélisation de la courbe de traction .....	126
3) Impact de la microstructure sur le comportement mécanique.....	131
IV) IMPACT DES PARAMETRES SUR LA RUPTURE EN TRACTION .....	136
1) Forme générale du faciès .....	137
2) Etude des mécanismes de la rupture .....	140
V) SYNTHÈSE DU CHAPITRE.....	145
<b>CHAPITRE V : STABILITE THERMIQUE DE LA MICROSTRUCTURE ET DES PROPRIETES MECANIQUES.....</b>	<b>147</b>
I) ÉVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES .....	148
1) Courbes de tractions.....	148
2) Evolution des coefficients de la loi d'Hollomon.....	150
II) INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUE SUR LA MICROSTRUCTURE .....	153
1) Effacement progressif des bains de fusions .....	153
2) Evolution de la texture et de la taille de grains .....	154
3) Précipitation de phase riche en chrome.....	158
4) Réorganisation de la structure dendritique cellulaire.....	161
III) MISE EN ORDRE A COURTE DISTANCE .....	163
1) Généralités sur l'analyse thermique.....	164
2) Etude de la formation d'ordre à courte distance.....	166
IV) SYNTHÈSE DU CHAPITRE.....	174
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>177</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>181</b>
<b>ANNEXE A.....</b>	<b>199</b>
<b>ANNEXE B.....</b>	<b>203</b>
<b>ANNEXE C.....</b>	<b>207</b>
<b>ANNEXE D.....</b>	<b>209</b>

<b>ANNEXE E</b> .....	<b>215</b>
<b>ANNEXE F</b> .....	<b>219</b>
<b>LISTES DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES</b> .....	<b>221</b>



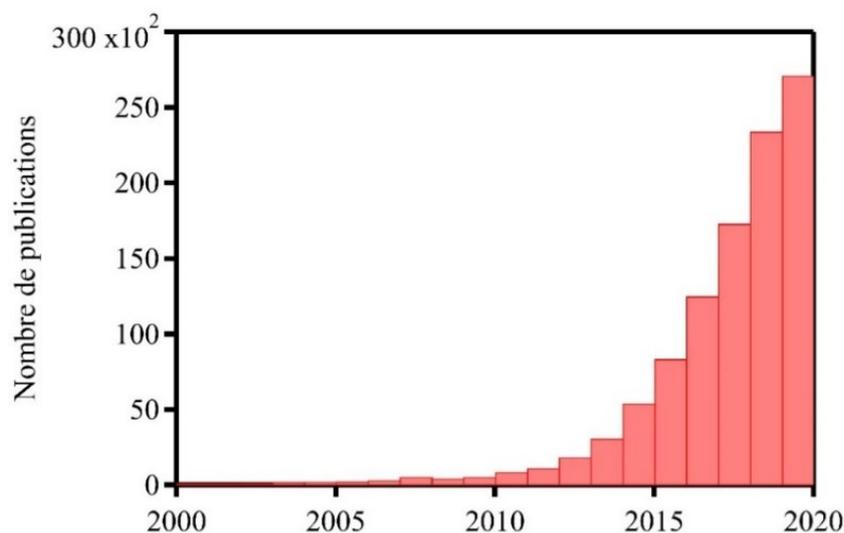
---

# Introduction générale

---

La fabrication additive (FA) regroupe l'ensemble des techniques permettant d'obtenir une pièce par un assemblage couche par couche d'un ou plusieurs matériaux. Cette nouvelle façon de mettre en forme les matériaux connaît depuis 1984, un développement important permettant aujourd'hui de pouvoir élaborer un nombre conséquent de matériaux différents (polymères, céramiques, métaux, composites...). Pour les matériaux métalliques, parmi l'ensemble des procédés développés, la fusion sélective laser sur lit de poudre est le procédé majoritairement utilisé que ce soit dans le milieu industriel ou académique. Ce travail de thèse s'articule autour d'un projet plus global de structuration de la fabrication additive dans la région Normandie par collaboration d'acteurs industriels (NAE, Ariane Group, Volum-e, Analyse et Surface) et académiques (CRISMAT, GPM). C'est dans ce sens que le laboratoire CRISMAT a pu faire l'acquisition d'une machine de fusion sélective laser sur lit de poudre utilisée pour l'élaboration des échantillons de ces travaux de thèse.

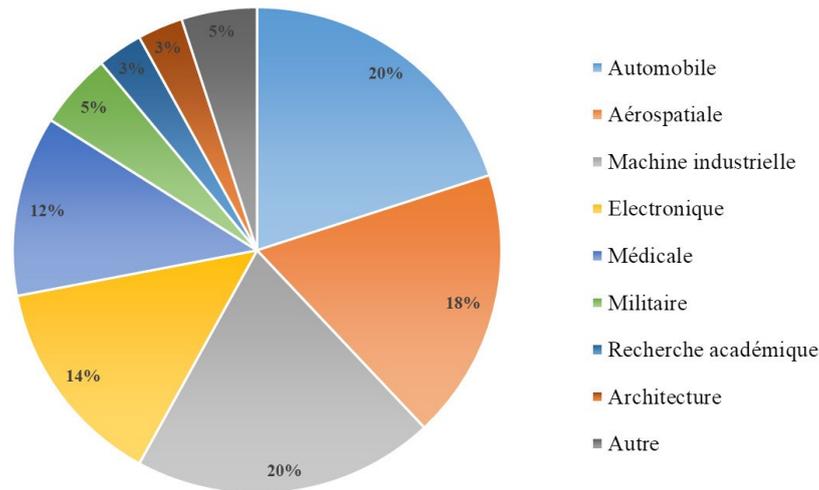
La FA connaît depuis ces dernières années un engouement important aussi bien dans le domaine industriel que dans la recherche scientifique. La **Figure 1** présente l'évolution du nombre de publications scientifiques contenant les mots clefs « metallic additive manufacturing ». Une forte croissance du nombre de publications est observable depuis 2010.



**Figure 1** : Évolution du nombre de publications scientifiques contenant le mot clef « metallic additive manufacturing » entre 2000 et 2020. (Source : BibCNRS)

---

Les principaux domaines industriels ayant adopté la FA dans la production de pièces sont illustrés en **Figure 2** d'après Vafadar et al [1]. La FA est largement utilisée dans les domaines de l'aérospatiale, de l'automobile et du médical [1]–[5]. En outre, son utilisation dans le milieu industriel est vouée à s'étendre par l'émergence de nouvelles techniques de FA, mais également par la compréhension de plus en plus fine des procédés permettant d'accroître les possibilités de fabrication et de mieux comprendre le lien entre le procédé et les propriétés.



**Figure 2** : Applications de la FA dans l'industrie et distribution des revenus en 2018 d'après [1].

Le matériau étudié dans ces travaux de thèse est l'alliage Ni 20 wt. % Cr. Cet alliage est utilisé dans de nombreux domaines industriels pour des applications à haute température et notamment comme résistance chauffante. Malgré un intérêt industriel certain, l'élaboration de cet alliage en FA est encore méconnue. Cette étude ouvre donc la voie concernant l'élaboration de cet alliage en fusion sélective laser et notamment sur les conditions de fabrication permettant d'obtenir un matériau sans défaut et avec des propriétés mécaniques équivalentes à celui du matériau élaboré conventionnellement. L'utilisation d'un alliage binaire formé d'une seule solution solide nous affranchit également de phases multiples comme ce qui peut être rencontré dans les superalliages base nickel, ce qui permet de comprendre plus facilement le lien entre la microstructure et les propriétés mécaniques. Par ailleurs, l'équipe de métallurgie du laboratoire CRISMAT bénéficie également d'une solide connaissance sur le comportement mécanique de ce matériau de par les précédents travaux effectués au laboratoire, cela a également orienté le choix du matériau d'étude [6]–[8]. Cette étude a pour premier objectif de comprendre l'effet des paramètres de fabrication sur l'élaboration, la microstructure et les propriétés mécaniques de Ni 20 wt. % Cr. Le deuxième objectif est d'identifier l'effet des traitements thermiques sur

la modification des propriétés mécaniques et de la microstructure. Pour répondre à ces problématiques, cette étude est divisée en cinq parties qui sont décrites ci-dessous :

La première partie de cette étude se consacre à introduire le sujet par un état de l'art concernant principalement l'effet des paramètres du procédé de FA sur l'élaboration, les microstructures et les propriétés mécaniques en traction des alliages base-nickel. Un point important est également consacré à la métallurgie de l'alliage Ni 20 wt. % Cr et son élaboration par FA malgré le peu d'études connues à ce sujet.

La deuxième partie présente la plateforme de FA utilisée pour l'élaboration des échantillons. Un premier point est consacré à la caractérisation de la matière première. Un deuxième point décrit la machine de fusion sélective laser ainsi que la stratégie et les paramètres de fabrications.

La troisième partie présente les résultats expérimentaux obtenus pour l'optimisation du procédé. L'effet des paramètres de fabrication sur la formation est d'abord étudié afin d'identifier la gamme optimale de paramètres. Ensuite, les évolutions de tailles de grains, de texture et des conditions de solidification sont étudiées pour différents couples de vitesse et de puissance.

La quatrième partie se consacre à étudier l'influence des paramètres de fabrication sur le comportement mécanique en traction et sur la rupture du matériau. Cette étude est également associée avec une analyse de la contribution de chaque élément de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

Enfin, la dernière et cinquième partie s'intéresse à la stabilité thermique de la microstructure et des propriétés mécaniques. De surcroit, des expériences complémentaires en résistivité et en calorimétrie permettent d'apporter des éléments de réponse sur la formation des phases selon la température de traitement.



---

# Chapitre I : État de l'art

---

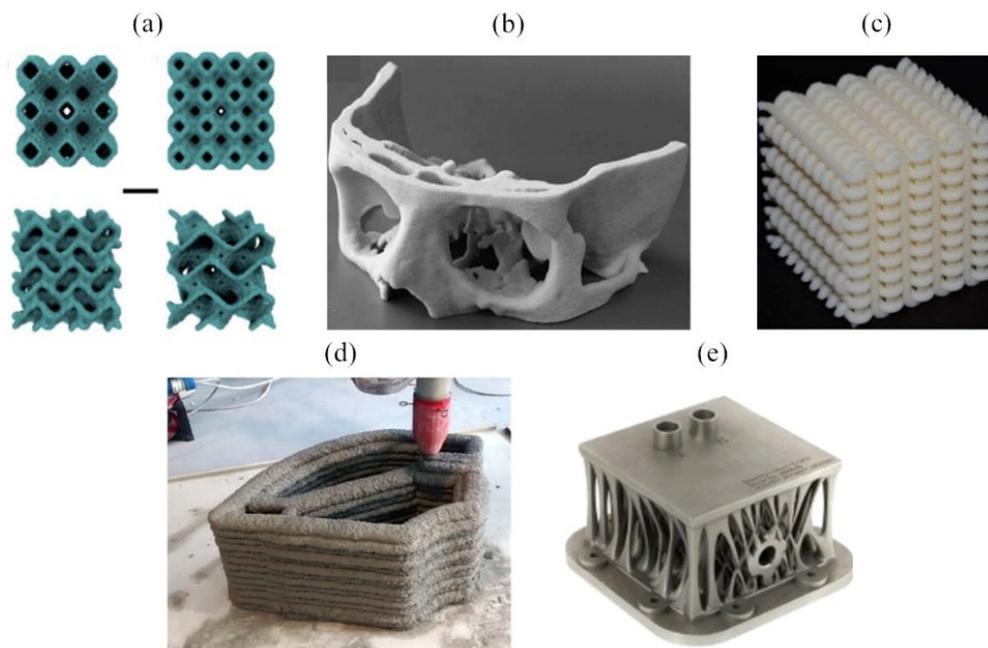
*Ce premier chapitre présente permet d'aborder les différentes problématiques de ces travaux de thèse grâce à une étude bibliographique. Cette étude s'oriente principalement sur une présentation générale de la fabrication additive pour les matériaux métalliques. Ensuite, une partie est consacrée aux propriétés et spécificités du matériau d'étude. Enfin une importante partie est consacrée à l'élaboration des alliages base nickel par le procédé de fusion sélective laser et de l'effet des paramètres de fabrication sur la formation de défauts, la microstructure et les propriétés mécaniques. Ces résultats sont ensuite synthétisés en fin de chapitre afin de mettre en évidence les connaissances manquantes sur la fabrication additive des alliages base nickel monophasés.*

---

## *I) La fabrication additive (FA)*

### 1) Éléments généraux

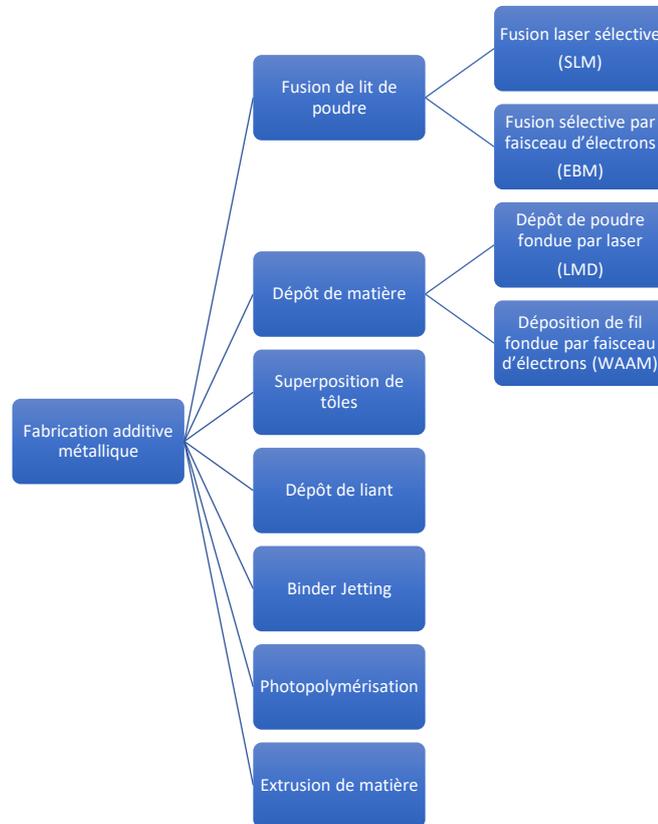
La fabrication additive est qualifiée selon l'ASTM comme un processus permettant d'élaborer un objet 3D par ajout successif de matière [9]. Cette méthode de fabrication se distingue des procédés classiques de fabrication où l'élaboration se fait de manière soustractive et ouvre la voie à une nouvelle façon de penser la mise en forme des matériaux. En outre, cette technologie permet de nos jours comme le montre la **Figure 3**, de mettre en forme un large panel de matériaux tels que des polymères, des céramiques, des bétons, des composites et des matériaux métalliques [10]–[14]. Cette diversité en termes de matériaux a été permise grâce à un nombre de procédés conséquent développés depuis plus de 30 ans permettant de répondre aux contraintes de fabrication de chaque matériau.



**Figure 3** : Exemple de pièces élaborées par FA. (a) Polymère. (b) Céramique. (c) Composite. (d) Béton. (e) Alliage métallique. [10]–[14]

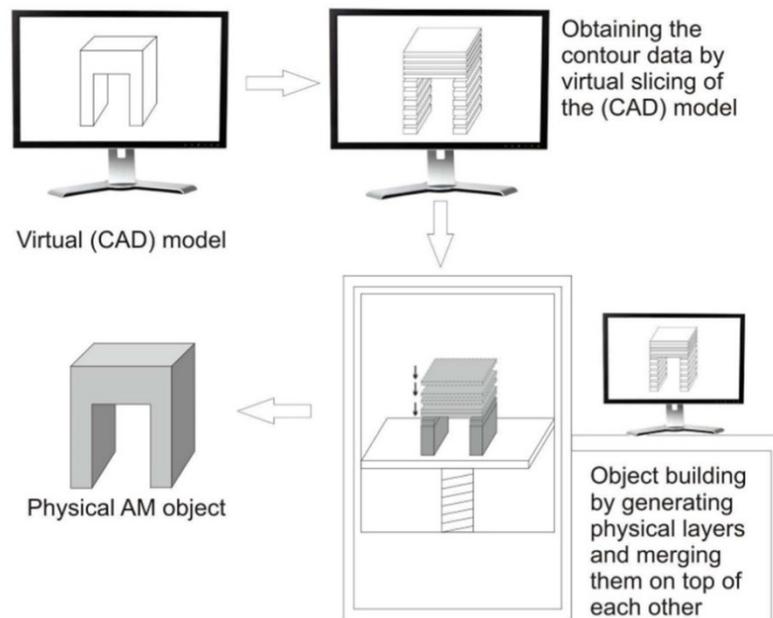
Une liste exhaustive des procédés utilisés en FA pour l'ensemble des matériaux est fastidieuse tant le nombre de procédés est important. Cependant, pour les matériaux métalliques, l'ASTM classe l'ensemble des procédés de FA en 7 familles (**Figure 4**) [15]. Les procédés sont classés selon la matière utilisée (poudre, fil, tôles) mais également par le moyen physique utilisé pour la mise en forme. Par ailleurs, il est également à souligner que certains

procédés (extrusion de matière, photopolymérisation, dépôt de liant) nécessitent plusieurs étapes pour obtenir la pièce voulue. L'utilisation de liant polymère pour ces procédés conduit à la nécessité d'une étape de déliantage puis de frittage avant d'obtenir la pièce.



**Figure 4** : Famille de procédés de fabrication additive métallique d'après [9].

Parmi l'ensemble des procédés de fabrication additive, des étapes communes existent. Celles-ci sont représentées schématiquement en **Figure 5**. La pièce est d'abord dessinée en 3D à la géométrie et aux dimensions voulues à l'aide d'un logiciel de CAO (Conception Assistée par Ordinateur). L'étape de préparation de la fabrication est effectuée numériquement à l'aide d'un logiciel spécifique. La préparation numérique de la pièce permet de mettre en place les supports nécessaires pour le bon déroulé de la fabrication. De plus, le découpage de la pièce en tranches est également effectué, celui-ci permettant de définir le schéma d'élaboration de chaque couche. La phase d'élaboration est ensuite effectuée par ajout couche par couche de la matière. Une fois l'objet 3D formé, un post-traitement est nécessaire afin de retirer les supports de fabrication. Selon les procédés de FA, d'autres étapes de post-traitement peuvent être nécessaires pour obtenir la pièce finale.



**Figure 5 :** Étapes permettant l'obtention d'une pièce en fabrication additive. [16]

La **Figure 6** présente quelques exemples de pièces élaborées par FA pour des matériaux métalliques dans les secteurs de l'automobile, l'aéronautique, du médical et de l'industrie musicale. Ces exemples montrent que la FA possède un potentiel intéressant pour les industriels en termes de conceptions de pièces. Les formes pouvant être élaborées sont nombreuses et ces procédés permettent une personnalisation des pièces.

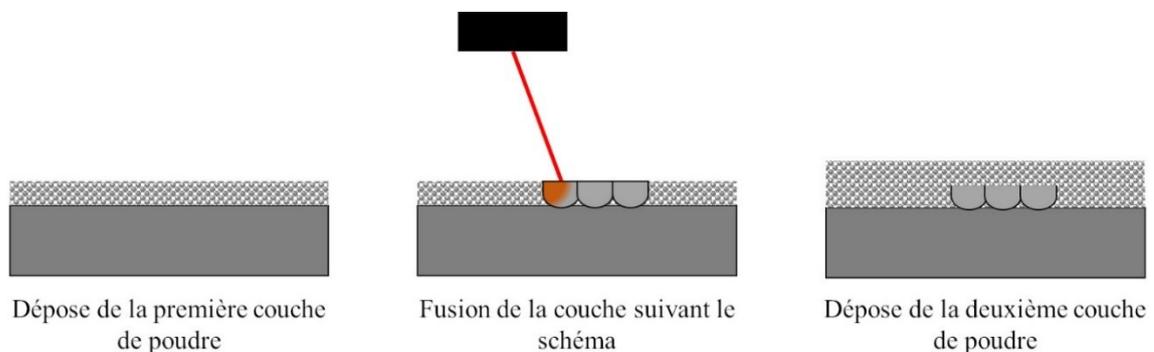


**Figure 6 :** Exemples de pièces élaborés par FA. (a) Étrier de frein de la Bugatti Chiron en TiAl6V4. (b) Support pour l'A350 en TiAl6V4. (c) Implant dentaire en CoCr. (d) Guitare « incassable » en alliage de Titane. [17]–[20]

Pour finir, la crise écologique actuelle impose à l'humanité de réduire son empreinte néfaste sur l'environnement. Cela s'accompagne par la réduction de la consommation des matières premières. Même si la FA n'a pas vocation à apporter une solution à la crise écologique actuelle cette nouvelle technologie permet une économie en termes de consommation de matière première. En effet, celle-ci utilise en théorie essentiellement la matière nécessaire pour la fabrication d'une pièce. L'optimisation topologique des pièces est également possible permettant ainsi d'alléger les structures et de réduire la matière consommée [21], [22].

## 2) Procédés de fusion sur lit de poudre

Parmi l'ensemble des procédés de FA pour les matériaux métalliques, les procédés de fusion sur lit de poudre sont les plus couramment utilisés dans l'industrie et dans la recherche académique [1]. La **Figure 7** illustre schématiquement ce principe. La matière sous forme de poudre est déposée sur un substrat métallique, la hauteur de poudre déposée est définie préalablement par l'utilisateur de la machine. La couche de poudre est ensuite fondue par un faisceau laser ou d'électrons de haute énergie selon le plan de la couche. Ensuite, le substrat descend d'une hauteur correspondant à l'épaisseur de couche voulue et le système dépose alors une nouvelle couche de poudre. Ces différentes étapes sont répétées jusqu'à formation de la pièce.



**Figure 7** : Étapes de fabrication des procédés lit de poudre.

### 2.1 ) Fusion sélective par faisceau d'électrons

Le procédé de fusion sélective par faisceau d'électrons (EBM) est uniquement commercialisé par la société suédoise Arcam depuis 1997. La **Figure 8** présente un schéma descriptif d'une machine EBM [23]. Le principe de fonctionnement est similaire à celui d'un microscope électronique à balayage [24]. Le faisceau d'électrons est créé par chauffage d'un

filament en tungstène en haut de la colonne. Ce faisceau va être ensuite accéléré et collimaté. Des lentilles magnétiques en bas de la colonne permettent la focalisation du faisceau et le contrôle son déplacement. Afin d'éviter toute altération du faisceau, la chambre de fabrication et la colonne sont maintenues sous vide ( $< 10^{-3}$  mbar). Durant la fusion de la matière, quelques ppm d'hélium sont ajoutées pour évacuer les charges électrostatiques de la poudre et assurer la stabilité thermique du processus.

La couche de poudre est déposée sur un substrat métallique préalablement chauffé. La température de préchauffe est dépendante du matériau, celle-ci est généralement comprise entre 300°C et 1100°C [25]. La fusion de la matière s'effectue en deux étapes. La première étape consiste à déplacer le faisceau d'électrons sur l'entièreté du lit de poudre avec une faible puissance et une forte vitesse (10 m/s). Cette étape de préchauffage permet de fritter en partie la poudre augmentant ainsi sa conductivité électrique, mais également de limiter la formation de fumée. Ensuite, le balayage à faible vitesse et à forte puissance permet la fusion de la matière. Lorsque la pièce est entièrement formée, la poudre frittée entourant la pièce est séparée par sablage en utilisant la même poudre comme agent d'abrasion.

L'utilisation d'un faisceau d'électrons pour fondre la poudre contraint la mise en forme essentiellement aux matériaux les plus conducteurs (métaux purs et alliages). Les principaux alliages élaborés par EBM sont les alliages de nickel, de cobalt, de cuivre, de titane et les aciers [25].

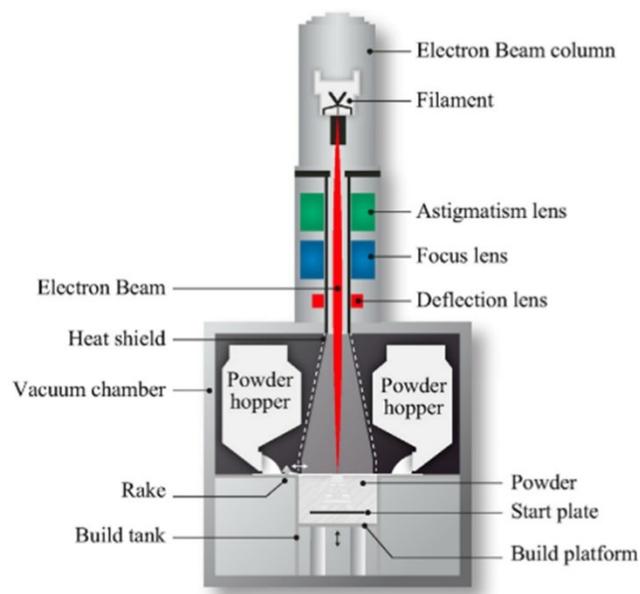


Figure 8 : Schéma du dispositif de fusion par faisceau d'électrons [23].

## 2.2 ) Fusion sélective par laser

### (a) Présentation générale

Le procédé de FA de fusion sélective laser est un des procédés le plus utilisés pour la mise en forme des métaux et alliages. Cette technique utilise un faisceau laser de haute énergie et de grande vitesse pour fondre une couche de poudre. Les différences majeures par rapport au procédé de fusion par faisceau d'électrons sont la source d'énergie utilisée et l'atmosphère de la chambre.

La **Figure 9** présente un schéma de l'intérieur d'une machine de fusion sélective laser proche de celle utilisée dans cette étude et issu de la thèse d'Olivier Andreau [26]. La matière première sous forme de poudre est entraînée par gravité du haut de la machine jusqu'à la goulotte de dosage. Cette goulotte sert à doser la quantité de poudre nécessaire pour déposer une couche dense de poudre. Cette poudre est entraînée ensuite par gravité dans le convoyeur de poudre (ou racleur) qui va déposer une couche de poudre sur le plateau de fabrication. Le laser entre alors en jeu pour fondre la poudre selon le motif 2D de la couche. Après un temps d'attente permettant à la couche de refroidir, la plateforme de fabrication descend d'un incrément équivalent à l'épaisseur de couche permettant alors au racleur de déposer une nouvelle couche de poudre. L'ensemble de ces étapes est répété jusqu'à la formation de la pièce. La poudre non utilisée pour la formation de la pièce est récupérée. Cette poudre est recyclée par tamisage afin d'éliminer les agrégats formés lors du processus de fabrication.

L'atmosphère de la chambre est composée de gaz neutre avec une légère surpression (généralement 12 mbar) afin de limiter l'oxydation des pièces lors de la fabrication. Un flux de gaz inerte est également appliqué pour balayer les éjectas et les fumées qui se forment lors de l'irradiation par le laser de la poudre.

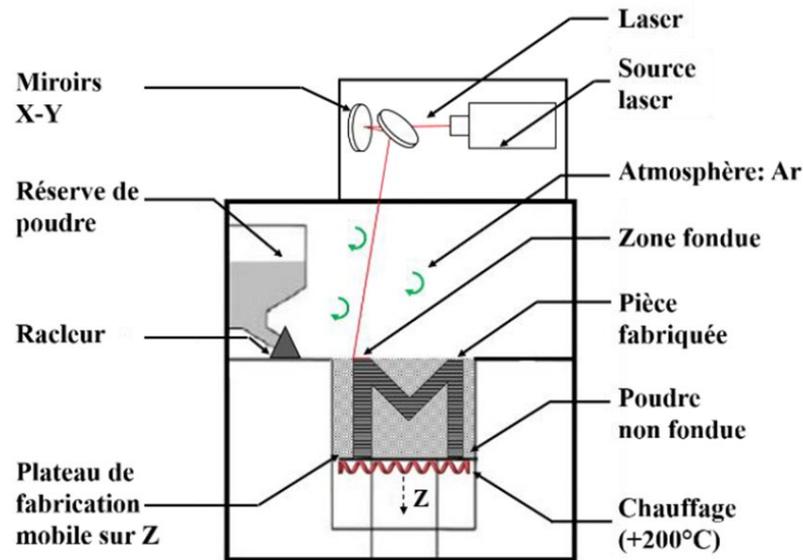


Figure 9 : Schéma d'une machine de fusion sélective laser [26]

### (b) Facteurs influençant le processus

L'élaboration par le procédé de FA de fusion sélective laser dépend de différents paramètres. Ceux-ci se regroupent en trois catégories que sont les paramètres du procédé, les paramètres de la machine et les caractéristiques de la poudre. La maîtrise de l'ensemble de ces paramètres permet l'élaboration de pièces denses avec les propriétés voulues.

- **Paramètres du procédé et stratégie de fabrication**

Les paramètres de fabrication sont un des facteurs les plus influents pour l'élaboration des pièces en FA [27]–[30]. Les principaux paramètres sont la distance entre vecteurs laser ( $h$ ), l'épaisseur de couche ( $e$ ), la puissance ( $P$ ) et la vitesse du laser ( $v$ ). Le schéma en **Figure 10** propose une visualisation de ces différents paramètres d'après Yap et al. [31]. L'ensemble de ces paramètres est modifiable aisément grâce aux logiciels fournis par les constructeurs de machines de FA, il est possible d'étudier la contribution de chaque paramètre. En outre, d'autres paramètres spécifiques au laser comme la distance focale ou la forme du faisceau ont un impact sur l'élaboration des pièces [32], [33]. Ces paramètres spécifiques au laser ne rentrent pas dans le cadre de cette étude.

La combinaison des paramètres permet l'obtention de 3 formules d'énergie largement utilisées pour identifier l'impact des paramètres de fabrication sur l'élaboration des pièces [34]. L'énergie linéique (équation (I.1)) correspond simplement au ratio de la puissance et de la

vitesse du laser. Celle-ci caractérise l'énergie nécessaire pour la formation d'un cordon. L'énergie surfacique (équation (I.2)) caractérise l'énergie nécessaire pour former plusieurs cordons et prend en compte la distance entre chaque vecteur laser. Pour finir, l'énergie volumique (équation (I.3)) caractérise l'énergie nécessaire pour fondre un volume de matière et prend en compte l'épaisseur de la couche de poudre. L'utilisation de ces différentes formules est pratique afin de comprendre rapidement leur effet sur l'élaboration, mais elles ne reflètent en rien la physique du procédé de fusion sélective laser [35]. Certains auteurs tentent de normaliser ces formules en prenant en compte plusieurs paramètres comme le rayon du faisceau laser, l'absorption du laser par la poudre ou la capacité calorifique du matériau [36]. L'avantage de ces formules est qu'il est possible de comparer les énergies de fabrication entre différentes machines pour un même matériau. Néanmoins, la complexité des formules et des informations nécessaires pour mettre en place ces calculs dépasse la simplicité des équations proposées par les fabricants de machines.

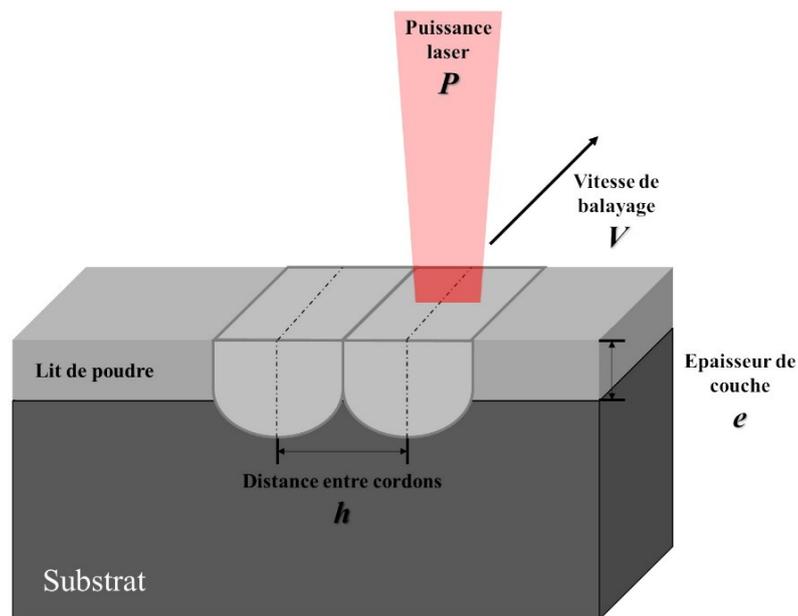


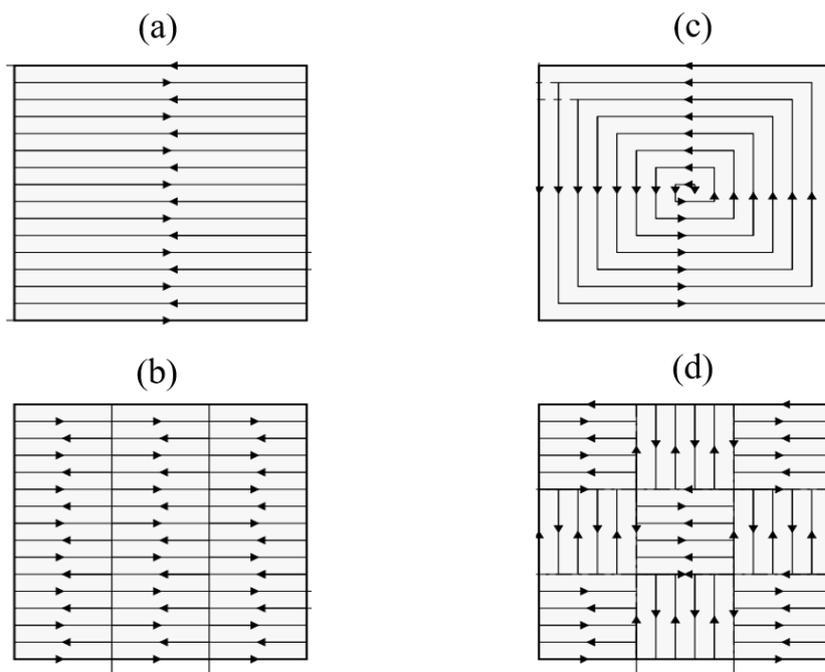
Figure 10 : Principaux paramètres de fabrication de la fusion sélective laser d'après [31].

$$E_l = \frac{P}{v} \quad (I.1)$$

$$E_s = \frac{P}{v \cdot h} \quad (I.2)$$

$$E_v = \frac{P}{v \cdot h \cdot e} \quad (I.3)$$

La stratégie de fabrication dicte la façon dont les vecteurs laser s'enchevêtrent pour former la pièce. La **Figure 11** présente les quatre principales stratégies de fabrication utilisées en fusion sélective laser [37]. La stratégie en méandre est illustrée en **Figure 11-a**. Cette stratégie se caractérise par une alternance périodique des directions des vecteurs laser sur toute la longueur de l'échantillon. La deuxième stratégie (**Figure 11-b**) est la stratégie en bande. Celle-ci se rapproche de la stratégie en méandre à la différence que la pièce est séparée en plusieurs bandes espacées régulièrement. À l'intérieure de ces bandes, le laser alterne sa direction de passage comme la stratégie en méandre. La stratégie en contour (**Figure 11-c**) se caractérise par un trajet de laser qui effectue des cercles concentriques en partant du bord de la pièce jusqu'à l'intérieur (ou inversement). La dernière stratégie (**Figure 11-d**) est la stratégie en îlot. La pièce est découpée en plusieurs domaines carrés de même dimension. À l'intérieur des domaines, le laser effectue des allers-retours comme pour la stratégie de méandre. Le périmètre des domaines est délimité par un unique vecteur laser.



**Figure 11** : Principales stratégies de fabrication rencontrée en fusion sélective laser. (a) Méandre. (b) Bande. (c) Contour. (d) Îlot. [37]

Les motifs de remplissage décrits en **Figure 11** sont utilisés pour élaborer les zones de volume. Pour la fabrication d'une pièce 3D en FA, des zones en bordure et de contour de remplissage sont utilisées pour obtenir un état de surface correct. Ces stratégies sont également utilisées pour garantir un faible écart dimensionnel et géométrique entre le fichier 3D et la pièce

élaborée. Les stratégies de « border » et de « fill contour » sont composées d'un seul vecteur laser. Comme son nom l'indique, la stratégie de border effectue un passage du laser sur la bordure extérieure de la pièce. La stratégie de fill contour sert à faire le lien entre le motif de remplissage du volume et le border.

Entre la couche  $n$  et  $n + 1$ , la direction des vecteurs laser peut être modifiée selon un certain angle. Cette rotation des vecteurs laser entre les couches a été mise en place en FA afin de limiter la formation de défauts sur la totalité de la pièce. Les valeurs d'angles de rotation les plus couramment rencontrés sont  $90^\circ$  et  $67^\circ$ .

Cette liste non exhaustive représente les stratégies de fabrication communément utilisées et recensées dans la majorité des études. Néanmoins, afin de répondre à la contrainte de certains matériaux, par exemple pour des matériaux difficilement soudables, des stratégies plus complexes ont été développées par des stratégies en fractal par exemple pour l'alliage base nickel CM247LC [38], [39].

- **Paramètres machine**

Plusieurs paramètres propres à la machine de FA influencent l'élaboration des pièces. Le taux d'oxygène de la chambre est contrôlé afin d'éviter une oxydation importante des pièces lors de l'élaboration. Par remplissage de la chambre à l'aide d'un gaz neutre (argon, azote ou hélium), le taux d'oxygène est maintenu en dessous de 300 ppm. Un flux de gaz parcourt la chambre à une vitesse comprise entre 1 m/s et 10 m/s. Ce flux a pour but d'éliminer les fumées et les projections se formant lors de l'irradiation de la poudre par le laser. Une préchauffe de la plateforme de fabrication est également effectuée. Cette préchauffe a pour objectif de limiter les gradients thermiques lors de la fabrication des pièces.

- **Caractéristiques de la poudre**

Les caractéristiques physiques et chimiques de la poudre jouent un rôle prépondérant pour une construction correcte des pièces en FA. La morphologie, la granulométrie ainsi que la composition chimique de la poudre influencent la fabrication ainsi que la formation de défauts.

L'alimentation en poudre dans les machines de FA est souvent effectuée par gravité. La poudre doit donc avoir une bonne coulabilité ainsi qu'une humidité contrôlée pour éviter la formation d'agrégats risquant de restreindre l'alimentation en poudre. Les principaux facteurs influençant la coulabilité de la poudre sont la morphologie ainsi que la granulométrie. Les poudres utilisées en FA sont majoritairement obtenues par atomisation par gaz, garantissant une

bonne sphéricité. Concernant la granulométrie, une distribution unimodale pour la taille des particules de poudre est requise pour obtenir une bonne coulabilité.

Concernant la chimie de la poudre, deux catégories sont identifiables. La première catégorie concerne la nature chimique de l'alliage et son comportement vis-à-vis du laser. Le type de laser principalement utilisé en FA possède une longueur d'onde de 1060 nm. L'absorption de ce laser est dépendante de la nature de l'alliage. Par exemple, le cuivre a une absorption laser inférieure à 2% pour les longueurs d'onde généralement utilisées en fusion sélective laser [40]. L'élaboration du cuivre en FA avec le type de laser communément utilisé est donc difficile. Les solutions préférentiellement utilisées sont l'utilisation d'un laser avec une longueur d'onde différente ou tout simplement changer de méthode et utiliser la technologie EBM.

## II) Généralités sur les alliages nickel-chrome

L'alliage Ni 20 wt. % Cr est un alliage binaire non magnétique couramment utilisé pour des applications à haute température. La présence de Cr offre une résistance à la corrosion et à l'oxydation à haute température [41], [42]. Le **Tableau 1** expose quelques propriétés physiques de l'alliage. L'alliage est couramment utilisé dans les systèmes chauffants (fours, chaudière, grille-pain) du fait de sa résistivité électrique élevée, et de sa résistance mécanique importante à haute température. Cet alliage est également utilisé dans le domaine de l'électronique notamment comme pont résistif servant de fusible pour le déclenchement des airbags.

**Tableau 1** : Caractéristiques physiques de l'alliage Ni 20 wt. % Cr [7], [43].

<b>Module d'Young (GPa)</b>	200-220
<b>Masse volumique (Kg/m<sup>3</sup>)</b>	8,4
<b>Point de fusion (°C)</b>	1400
<b>Résistivité électrique à 20°C (ohm.m)</b>	1,08.10 <sup>-6</sup>
<b>Chaleur Spécifique (J/kg.K)</b>	444
<b>Conductivité thermique (W/m.K)</b>	11,3

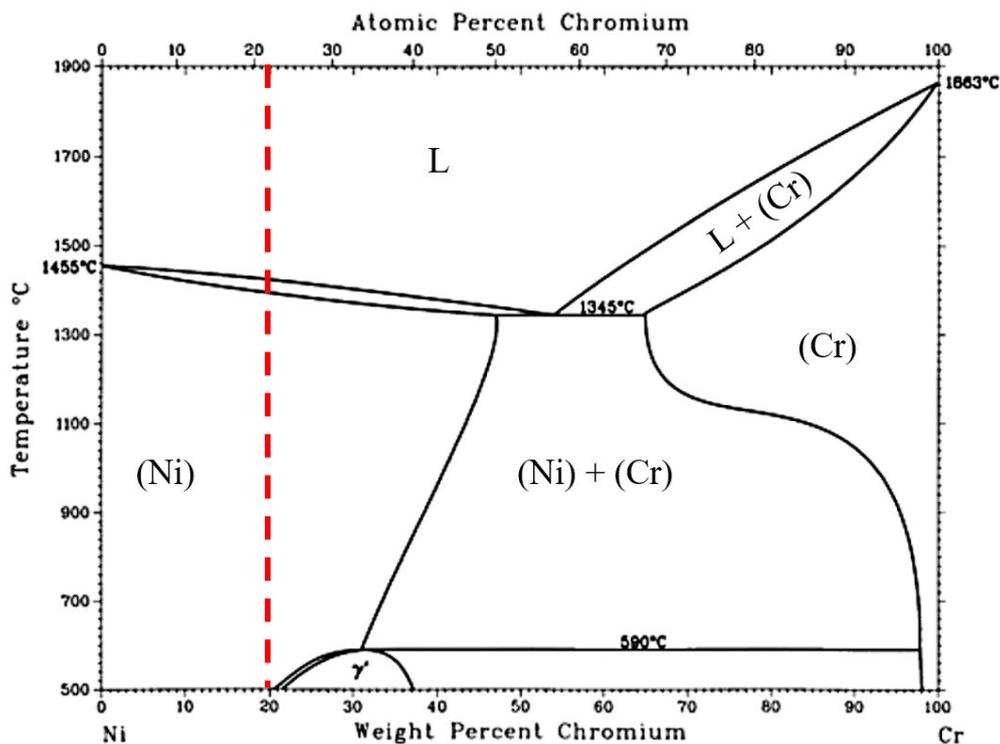
L'élaboration de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par voie conventionnelle se fait par coulage et de mise en forme par déformation plastique pour la formation des fils résistifs, mais également par

dépôt en couche mince pour les utilisations dans l'électronique. En outre des applications propres à l'alliage Ni 20 wt. % Cr, celui-ci est également une base métallurgique des superalliages base nickel comme l'Inconel 718 ou 625. Ces alliages multiphasés présentent une matrice composée de la solution solide cubique à faces centrées NiCr avec un pourcentage de chrome entre 17% et 23%.

## 1) Éléments de métallurgie

### 1.1 ) Diagramme de phase

En guise de présentation générale du système Ni-Cr, le diagramme de phase à l'équilibre tel qu'il est décrit dans la littérature est présenté en **Figure 12** d'après Nash [44]. Pour la composition particulière de Ni 20 wt. % Cr, la seule phase en présence est la solution solide (Ni). Cette phase est stable jusqu'au solidus aux alentours de 1400°C.

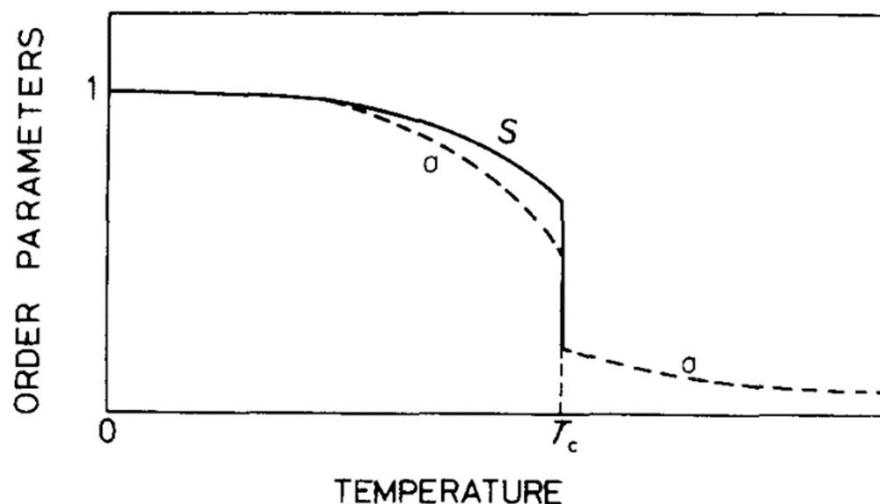


**Figure 12** : Diagramme de phase du système Ni-Cr [44].

## 1.2 ) Phase ordonnée (Ni<sub>2</sub>Cr)

La présence d'une phase ordonnée dans le système Ni-Cr a d'abord été mise en évidence par un changement des propriétés électriques, mécaniques et thermiques entre 500°C et 600°C [45]–[47]. Cet état appelé « k-state » est rencontré pour des alliages ayant des proportions de chrome allant de 20 % à 35 % d'après le diagramme de phase, mais a également été observé pour des proportions plus faibles [46]–[49]. Cette phase ordonnée est également rencontrée dans les superalliages base nickel comme le Nimonic 75 ou l'Inconel X-750 [48], [50], [51].

La formation d'ordre à courte ou longue distance est dépendante de la température et de la composition de l'alliage. Les mises en ordre sont généralement rencontrées dans les systèmes binaires présentant une solution solide. Néanmoins, le passage de l'état désordonné à l'état ordonné ne s'effectue que pour une stœchiométrie donnée (AB, A<sub>2</sub>B...). L'ordre à courte distance (SRO) se forme par germination et croissance à partir d'une certaine température. Un ordre à longue distance (LRO) peut s'établir pour des traitements longs (> 100h). Cependant, l'ordre à courte distance (ou à longue distance) n'est stable que jusqu'à une température critique (T<sub>c</sub>) conduisant à une décroissance du degré d'ordre (**Figure 13**) [52].

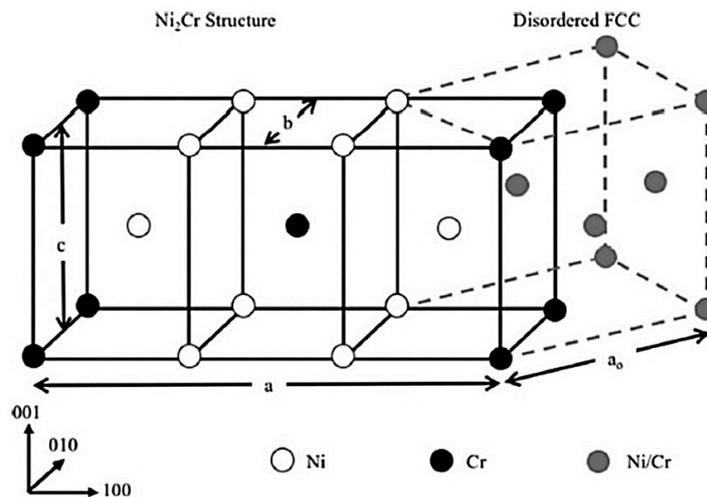


**Figure 13** : Évolution du degré d'ordre selon la température (S) : ordre à longue distance (σ) : ordre à courte distance d'après [46].

La formation de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr demeure à l'heure actuelle mal comprise. Les nombreuses études sur le sujet étudient la mise en ordre par mesures indirectes (résistivité électrique, microdureté...). Une des principales raisons est la difficulté d'observer directement la formation de Ni<sub>2</sub>Cr dont la taille des domaines de SRO ne dépasse pas 10 nm [53]. Pour des temps de recuit supérieurs à la centaine d'heures, l'ordre s'effectue à longue distance (LRO).

La taille des domaines ordonnés est dépendante de la température de recuit imposée. Pour des températures inférieures à 525°C, la taille critique des domaines de LRO est de 50 nm. Ces domaines peuvent atteindre la taille de 500 nm pour des recuits à plus haute température (525°C – 550°C) [46], [52].

La structure cristallographique de cette phase a été étudiée de nombreuses fois par diffraction des rayons X, diffraction des neutrons et diffraction électronique [53]–[56]. La **Figure 14** présente la maille de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr d'après Miller et al. [57]. Celle-ci est orthorhombique centrée avec  $a = \frac{3a_0}{\sqrt{2}}$ ,  $b = \frac{a_0}{\sqrt{2}}$  et  $c = a_0$ .



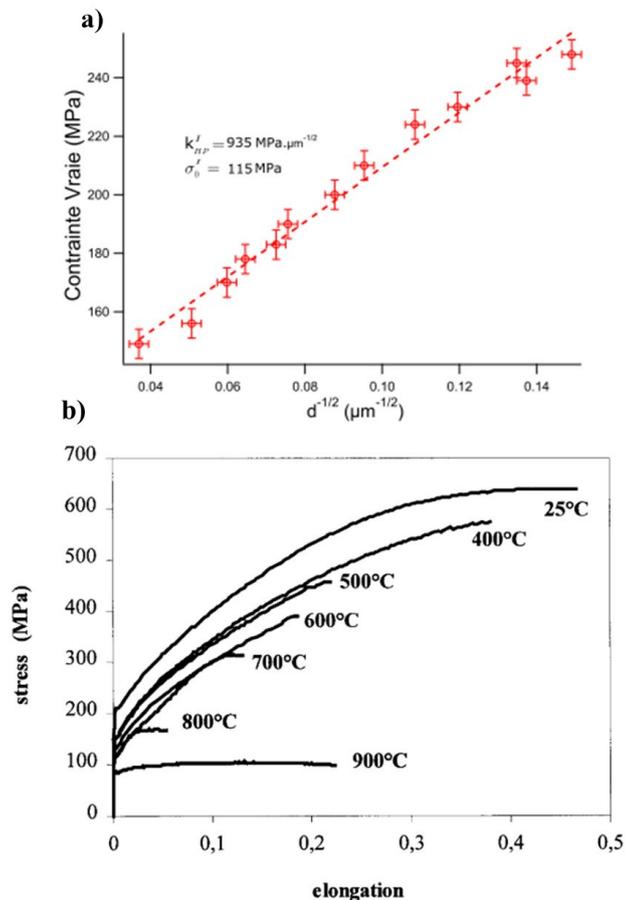
**Figure 14** : Maille de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr [57].

La formation d'ordre est dépendante de l'histoire thermomécanique du matériau. Le refroidissement lent à partir d'une mise en solution entraîne une dispersion de zones ordonnées dans une matrice désordonnée. Au contraire, un refroidissement rapide favorise un état désordonné. De plus, une trempe depuis l'état liquide conduit à une séparation de phase formant des clusters de Cr. Le laminage à froid détruit les zones d'ordre formées. Lors d'un recuit entre 500°C et 600°C de matériaux présentant des lacunes ou des dislocations, il y a précipitation d'ordre à courte distance aidée par la diffusion accélérée du chrome due aux différents défauts [49], [58], [59].

## 2) Propriétés mécaniques de l'alliage Ni 20 wt. % Cr

### 2.1 ) Propriétés mécaniques en traction

L'alliage Ni 20 wt. % Cr est un alliage cubique à faces centrées possédant une bonne ductilité et une forte résistance à la traction. La **Figure 15-a** présente l'évolution de la limite d'élasticité pour une taille de grain comprise entre 50  $\mu\text{m}$  et 730  $\mu\text{m}$  [7]. Cette variation suit la loi d'Hall et Petch avec des valeurs de 935  $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1/2}$  et 115 MPa pour  $K_{HP}$  et  $\sigma_0$ . L'évolution du comportement mécanique est présentée en **Figure 15-b** [60]. À température ambiante, le matériau présente une forte ductilité ainsi qu'un écrouissage important. Entre 400°C et 700°C, le matériau perd en ductilité et il y a un abaissement de la limite d'élasticité de 50 MPa. À partir de 800°C, l'écrouissage du matériau est très faible.



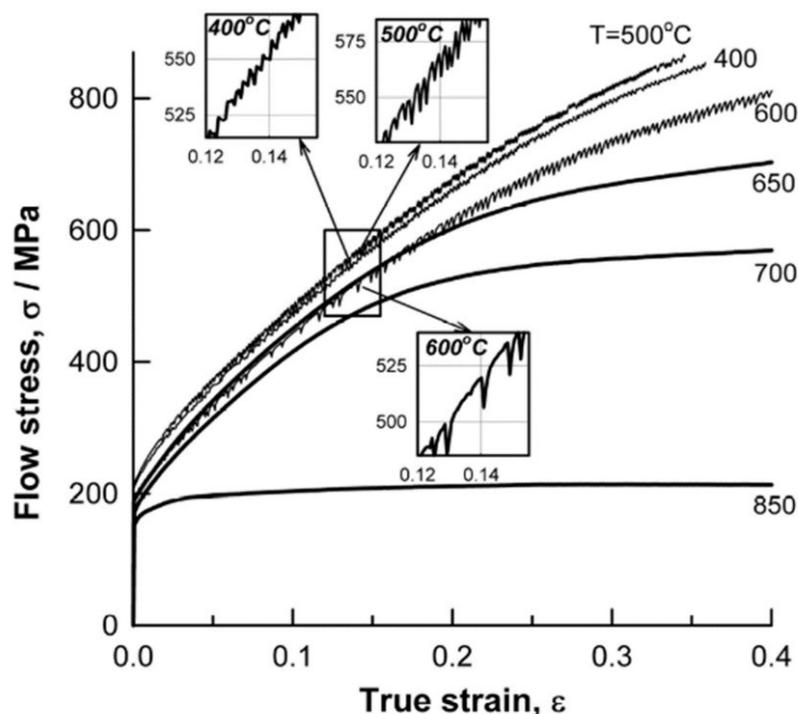
**Figure 15 :** (a) Évolution de la limite d'élasticité selon la taille de grain [7]. (b) Évolution du comportement en traction entre 25°C et 900°C [60].

L'alliage Ni 20 wt. % Cr possède également des propriétés mécaniques intéressantes en température. En effet, cet alliage possède une haute résistance au fluage à haute température

[500°C- 1100°C]. Néanmoins, une perte de ductilité entre 500°C et 800°C est souvent reportée pour les alliages de nickel [7], [60].

## 2.2 ) Rôle de la phase ordonnée

Les propriétés mécaniques en traction de l'alliage pour la gamme de température de 400°C à 850°C ont été étudiées par Dudova et al. [61], [62]. La **Figure 16** présente les courbes obtenues pour les différentes températures. La limite d'élasticité présente une faible diminution et une augmentation de ductilité est également mesurée dans cette gamme de température. Par ailleurs, l'érouissage du matériau est impacté par la température de l'essai indiquant un changement des mécanismes de déformation à partir de 600°C. La phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr impacte le comportement mécanique de Ni 20 wt. % Cr. Des serrations sont observables entre 400°C et 600°C et sont attribuées à l'interaction entre les dislocations et les zones ordonnées. Les auteurs de la publication ont observé un durcissement du matériau entre 300°C et 500°C également attribué à la formation de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr.



**Figure 16** : Courbes de traction en température montrant des serrations pour les essais effectués entre 400°C et 600°C [62].

### *III) Alliages base-nickel en fusion sélective laser*

#### 1) Principaux alliages élaborés

Les alliages bases nickel élaborés par le procédé de fusion sélective laser représentent une part importante des alliages élaborés par FA du fait de leurs applications industrielles nombreuses (**Tableau 2**). Les principaux alliages de nickel élaborés en FA sont les superalliages (Inconel 718, Hastelloy, Inconel 625) pour leurs utilisations dans les domaines de l'aéronautique, l'aérospatiale ou du nucléaire. Certains alliages binaires ou ternaires sont également rencontrés comme NiTi ou NiCrMo et sont principalement utilisés dans le milieu dentaire. Néanmoins, malgré un intérêt industriel important, une seule étude reporte l'élaboration de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par FA.

Les études portant sur l'élaboration des alliages bases nickel en FA se concentrent principalement sur l'impact des microstructures et défauts générés par le procédé sur les propriétés fonctionnelles. La maîtrise du procédé de fusion sélective laser est essentielle pour garantir des pièces avec les propriétés voulues ainsi qu'une durée de vie acceptable.

**Tableau 2** : Principaux alliages bases nickel élaborés en FA.

<b>Composé Pur</b>	Ni	[63]
<b>Alliage Binaire</b>	NiTi, NiMo, NiCr	[64]–[68]
<b>Alliage ternaire</b>	NiCrMo, NiCrCo	[69], [70]
<b>Superalliages</b>	Inconel 718, Inconel 625, Hastelloy, Nimonic 263	[32], [71]–[80]

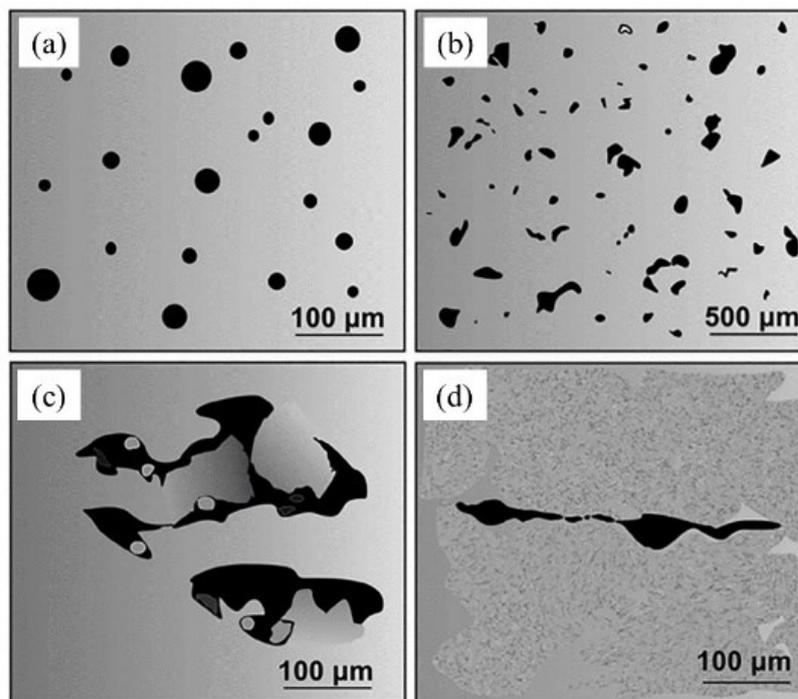
#### 2) Formation de défauts

##### 2.1 ) Types de défauts

La formation de défauts en fusion sélective laser est pilotée par les paramètres d'élaboration (paramètres laser, épaisseur de couche, stratégie de fabrication), les propriétés de la poudre (granulométrie, morphologie) et les conditions opératoires de la machine de FA (préchauffé du plateau, flux de gaz, atmosphère de la chambre) [81]–[85]. Les principaux défauts pouvant être rencontrés en FA sont schématisés au niveau de la **Figure 17** d'après Sola et Nouri [86].

Une morphologie sphérique de pore (**Figure 17-a**) est caractéristique d'un emprisonnement de gaz à l'intérieur du bain liquide. Ce gaz peut provenir de l'atmosphère de la chambre, mais

également de la vaporisation du métal lors de conditions spécifiques d'élaboration. Les porosités avec une forme irrégulière (**Figure 17-b, c**) sont dues à un manque de fusion. Pour ce type de défaut, deux catégories sont identifiables. La première catégorie (**Figure 17-b**) concerne des défauts dus à des manques de fusions locaux ou un mauvais recouvrement entre les cordons. La deuxième catégorie (**Figure 17-c**) concerne des défauts de plus grandes tailles dû à un manque important de fusion. En outre, ce type de défaut est également caractérisé par la présence de particules de poudre non fondues à l'intérieur des porosités. Enfin, un des défauts rencontrés pour certains alliages est la présence de fissures (**Figure 17-d**) dues aux conditions thermiques extrêmes que subit le matériau lors de l'élaboration par FA. Ce genre de défauts est principalement rencontré dans les alliages à faible conductivité thermique comme les alliages bases nickel et les aciers.

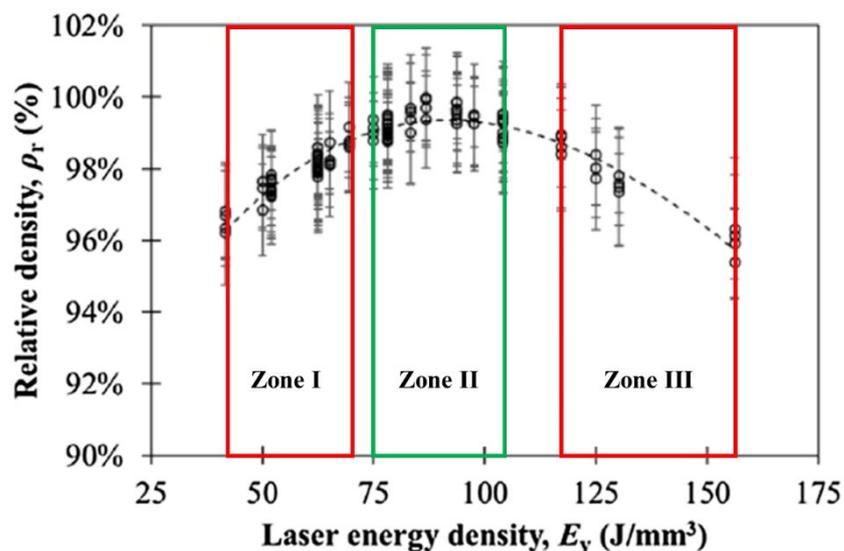


**Figure 17** : Schémas des différents défauts rencontrés en SLM. (a) Piégeage de gaz. (b) Fusion incomplète locale. (c) Fusion incomplète avec piégeage de poudre. (d) Fissuration entre les couches [86].

Les différents défauts formés en FA ont un effet néfaste sur les propriétés des alliages comme l'ont montré de nombreux auteurs [71], [87], [88]. La compréhension des liens entre le procédé et la formation des défauts est donc primordiale pour obtenir les pièces avec les propriétés désirées.

## 2.2 ) Évolution générale de la densité

La détermination des paramètres de fabrication permettant d'obtenir la densité la plus élevée a été étudiée à de nombreuses reprises pour les alliages base nickel. L'énergie volumique (Équation I.3) de fabrication est un outil utile pour étudier l'influence de la combinaison de plusieurs paramètres (par exemple de la vitesse et de la puissance du laser) sur la formation de porosités. La courbe d'évolution de la densité avec l'énergie de fabrication présente en général trois zones distinctes (**Figure 18**) [89]. La première zone est observée à basse énergie de fabrication (entre  $42 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$  et  $75 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ ). Dans cette dernière, la densité augmente avec l'énergie de fabrication. La deuxième zone présente un domaine stable de densité maximale sur une plage d'énergie. La troisième zone correspond à une décroissance de la densité avec l'énergie de fabrication. Ces évolutions de densité par rapport à l'énergie de fabrication ont déjà été mises en évidence pour un nombre considérable d'alliages (316L, NiTi, Inconel 718) [28], [29], [63], [87], [90].

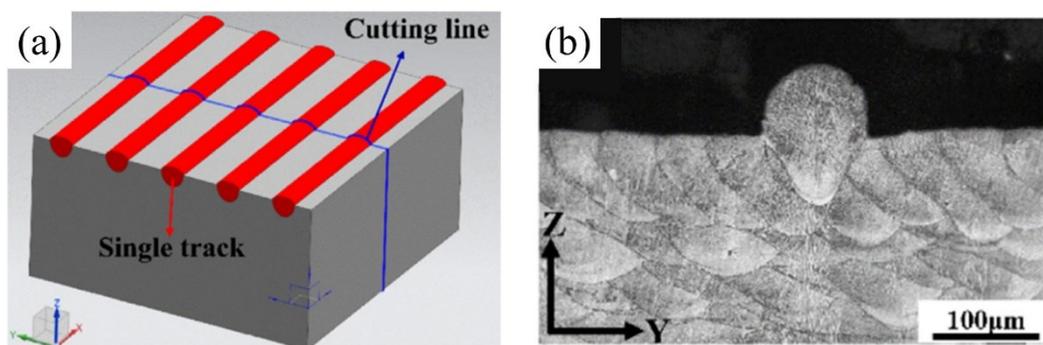


**Figure 18 :** Évolution de la densité selon l'énergie volumique pour l'Invar 36 d'après [89].

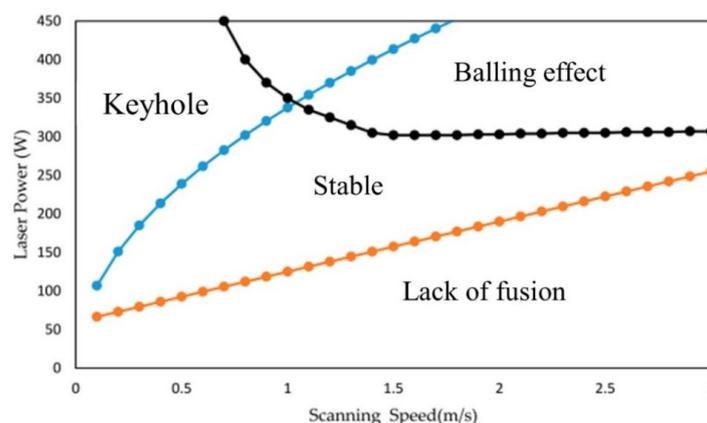
## 2.3 ) Stabilité des cordons

La formation et la stabilité des cordons sont des éléments clés pour permettre l'élaboration des pièces sans défauts. Celles-ci sont dépendantes des propriétés thermophysiques du matériau, des caractéristiques de la poudre, et des conditions d'élaboration (préchauffage, paramètres du laser, épaisseur de couche) [91], [92]. Plusieurs méthodes sont utilisées pour

identifier les paramètres permettant de former un cordon stable. La **Figure 19** présente un exemple d'une étude sur la formation en FA de cordons pour l'Inconel 718 [93]. Le dispositif expérimental mis en place (**Figure 19-a**) consiste en un substrat directement élaboré en FA où les cordons sont ensuite formés par un passage simple du laser sur la face supérieure. La **Figure 19-b** présente une observation au microscope optique de la microstructure d'une coupe transverse d'un cordon. Ce type d'observations permet d'obtenir les dimensions de la zone fondue (largeur et profondeur), mais également d'observer la présence de porosités à l'intérieur du bain de fusion. Des méthodes numériques sont également utilisées pour déterminer les conditions de stabilité des cordons en fonction des paramètres de fabrication. Yang et al. ont utilisé la simulation par éléments finis pour déterminer la gamme de puissance et de vitesse du laser idéal pour la formation des cordons de l'Inconel 718 [94]. La cartographie obtenue (**Figure 20**) permet d'observer les domaines de vitesses et puissance du laser pour lesquels la stabilité des cordons est assurée. Ces différents domaines sont détaillés par la suite.



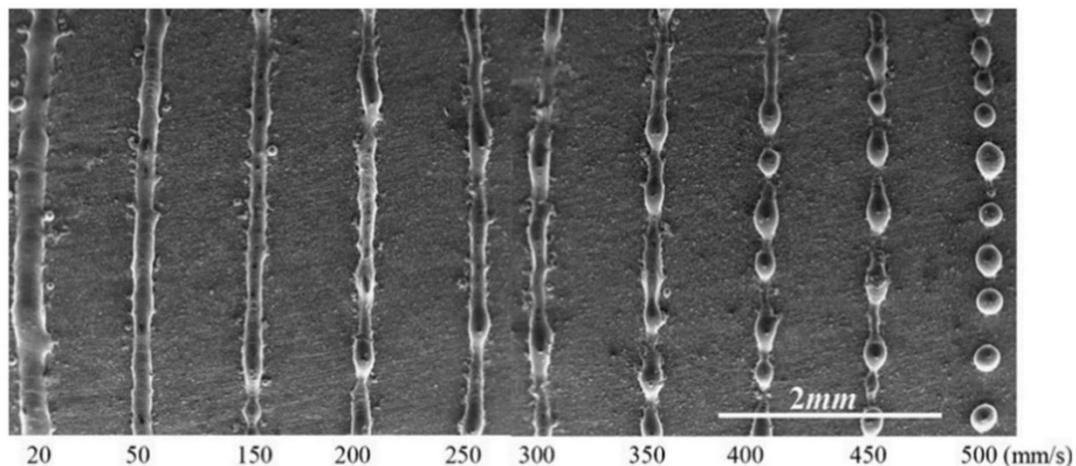
**Figure 19** : Exemple d'étude des cordons pour l'Inconel 718. (a) Schéma du dispositif expérimental et (b) microstructure observée en optique de la coupe transverse d'un cordon d'après [93].



**Figure 20** : Cartographie de puissance et de vitesse du laser montrant le domaine de stabilité des cordons pour l'Inconel 718 [94].

## (a) Discontinuité des cordons

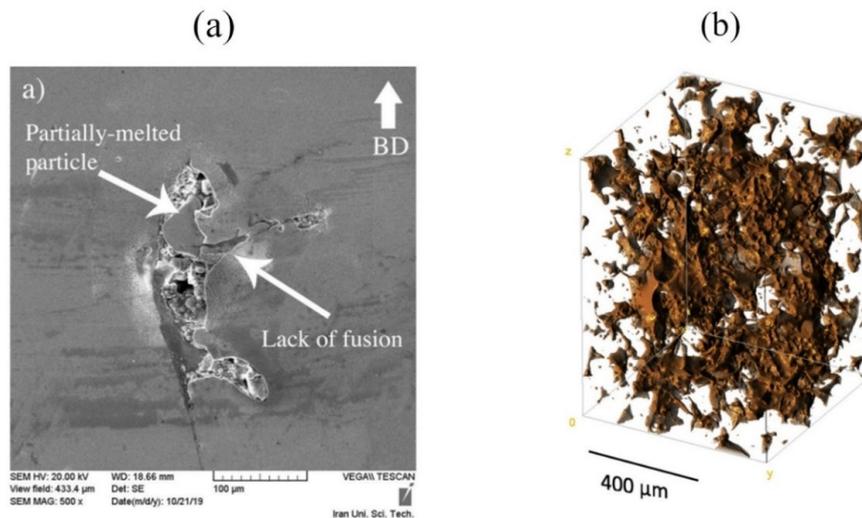
L'absence de continuité des cordons est principalement due à deux effets, le « balling » ou le manque de fusion. Le manque de fusion (« lack of fusion ») est rencontré à basse puissance du laser et à forte vitesse déplacement (**Figure 21**). La poudre n'est que partiellement fondue du fait de la faible énergie délivrée par le laser. Dans les cas extrêmes, il y a absence de fusion complète. L'autre effet formant des cordons discontinus est l'effet « balling ». Cet effet se caractérise par un rétrécissement du cordon afin de réduire l'énergie de surface [95]. La **Figure 21** illustre le phénomène de « balling » lors de la formation de cordons simples de nickel pur pour une puissance de 190 W et une vitesse de balayage évoluant entre 20 et 500 mm/s. Les cordons sont stables jusqu'à la vitesse de balayage de 350 mm/s. À 500 mm/s, le cordon est formé d'un chapelet de matière solidifiée.



**Figure 21** : Phénomène de balling observé à vitesse élevée de balayage lors de la formation de cordon simple de nickel à 190 W [95].

Lors de l'élaboration d'une pièce, l'assemblage de cordons discontinus va entraîner la formation de plusieurs types de défauts. Les cavités formées ainsi que l'absence de recouvrement des cordons peuvent provoquer l'enfermement de particules de poudre à l'intérieur de la pièce. Ceci est présenté en **Figure 22-a** dans le cas de l'élaboration de l'Inconel 625 d'après l'étude de Javindrada et Salemi [84]. La discontinuité des cordons entraîne également la formation d'un réseau de porosité à l'intérieur des pièces comme illustré en **Figure 22-b** pour l'Inconel 718. Cette image obtenue en tomographie aux rayons X montre une densité

importante de pores interconnectés à l'intérieur de la pièce [87]. Ces particules de poudre sont des zones de fragilisation du matériau et réduisent drastiquement la durée de vie des pièces.

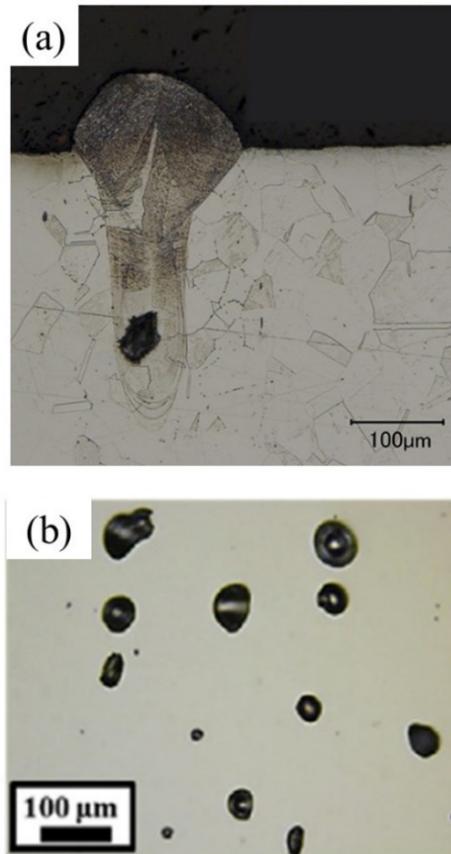


**Figure 22** : Type de défauts rencontrés lors de l'assemblage de cordons discontinus. (a) Porosité due à des manques de matière et piégeage de particules de poudre dans l'Inconel 625 [84]. (b) Réseau de porosités due à des manques de fusions observé par tomographie X pour l'Inconel 718 [87].

### (b) Effet keyhole

L'effet keyhole se caractérise par la formation d'une porosité sphérique à l'intérieur de la zone fondue comme le montre l'observation d'une coupe transverse d'un cordon présentée en **Figure 23-a** pour le 316 L[92]. Ce type de porosité est principalement rencontré à forte énergie de fabrication (combinaison d'une forte puissance et d'une faible vitesse de balayage laser). La forte énergie délivrée par le laser entraîne la formation d'une plume de vapeur lors de la fusion de la poudre. La faible vitesse de déplacement du laser permet également une accumulation de chaleur au niveau de la zone fondue. La plume de vapeur métallique formée permet des réflexions multiples du laser à l'intérieur du bain de fusion [96], [97]. Lors de la solidification, une bulle de gaz composée de vapeur métallique et du gaz protecteur se retrouve piégée à l'intérieur et forme une sphère afin de minimiser l'énergie de surface.

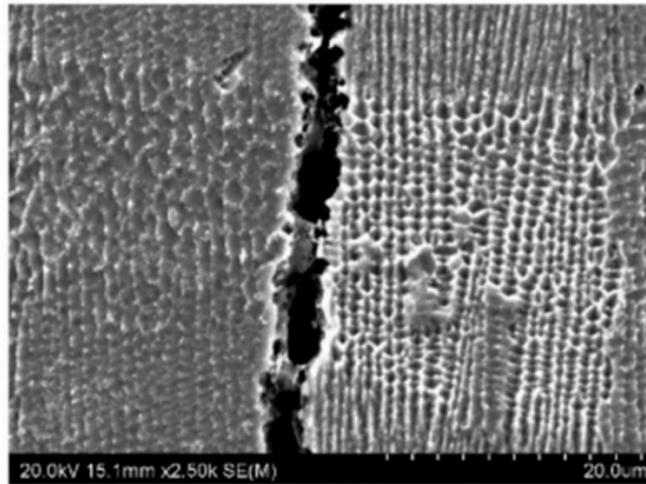
Les pièces formées en régime keyhole peuvent présenter dans leurs microstructures un nombre important de porosités sphériques comme le montre la **Figure 23-b** pour l'Hastelloy X [98].



**Figure 23** : Observations de porosité due au keyhole effect (a) coupe transverse d'un monocordon de 316 L [92]. (b) surface polie de l'alliage Hastelloy X d'après [98].

### (c) Fissurations et délaminations entre couches

La présence de fissures après élaboration est courante pour des matériaux possédant une faible conductivité thermique. Les cinétiques de refroidissement et de solidification étant très importantes, de fortes contraintes thermiques s'exercent entre les couches. La précipitation au niveau des joints de grains de phases fragiles pendant la solidification (par exemple des carbures de molybdène pour l'hastelloy X) est également un facteur amenant à la fissuration du matériau lors de la solidification [99]. La **Figure 24** présente un exemple d'une fissure formée entre deux grains observée au MEB pour l'alliage IN738LC [100].



**Figure 24** : Fissure au niveau d'un joint de grains pour l'IN738LC [100]

De nombreuses études ont montré la possibilité de réduire ces contraintes au sein des pièces et de limiter la formation de fissure lors de l'élaboration. L'abaissement du gradient thermique par augmentation de la température du plateau de fabrication est une des solutions. Néanmoins, les limitations techniques des machines ne permettent pas d'atteindre des températures élevées. L'autre alternative est d'utiliser des stratégies de fabrication adaptées à la géométrie des pièces afin d'éviter les gradients de chaleur [101]–[104].

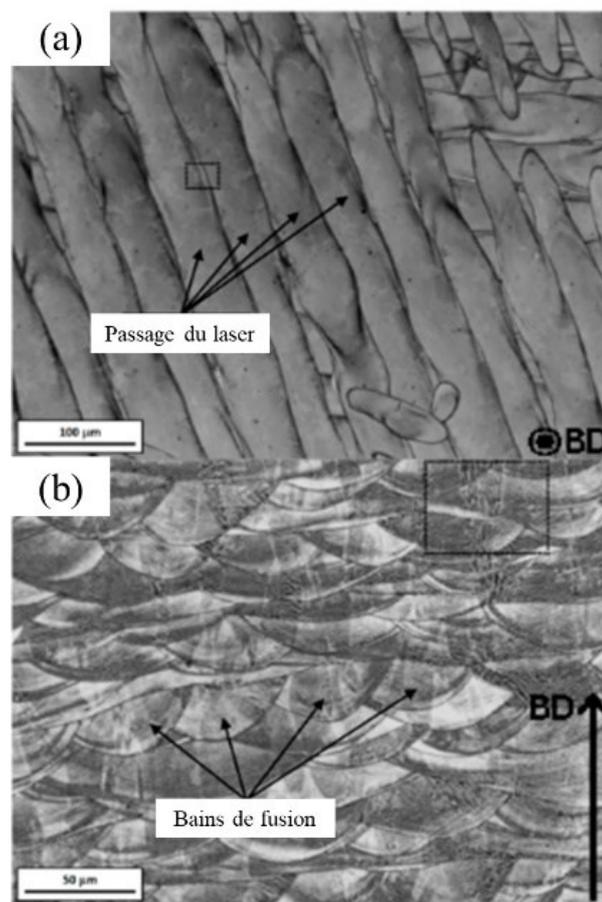
### 3) Microstructure en fusion sélective laser

#### 3.1 ) Présentation générale de la microstructure

La microstructure des matériaux élaborés en FA est complexe et multiéchelle. Les conditions de refroidissement mesurées sont comprises entre  $10^3$  K/s et  $10^8$  K/s et les vitesses de solidification entre 0,1 m/s et 1 m/s entraînant des conditions de cristallisation rapide pour la matière [105]–[107]. Par ailleurs, chaque couche est partiellement refondue ce qui permet leur continuité métallurgique et influençant également la croissance granulaire. L'ensemble entraîne la formation d'une microstructure spécifique qui sera détaillée par la suite et peut également entraîner la formation de phases hors équilibre du fait des conditions extrêmes de refroidissement.

(a) Bains de fusion (~ 100  $\mu\text{m}$ )

La **Figure 25** présente deux micrographies optiques des bains de fusion formés dans l'Inconel 718. Une anisotropie morphologique est observable entre le plan perpendiculaire (**Figure 25-a**) et le plan parallèle à la direction de construction (**Figure 25-b**). Les bains de fusion ont une morphologie allongée sur le plan perpendiculaire à la direction de construction. Par ailleurs, les cordons sont parallèles entre eux sur une même couche. Sur le plan perpendiculaire à la direction de construction, les bains de fusions ont une morphologie demi-elliptique représentant la coupe transverse d'un cordon.



**Figure 25** : Macrostructure observée dans l'Inconel 718, (a) perpendiculaire à la direction de construction (b) parallèle à la direction de construction d'après [108]. (BD : Direction de construction)

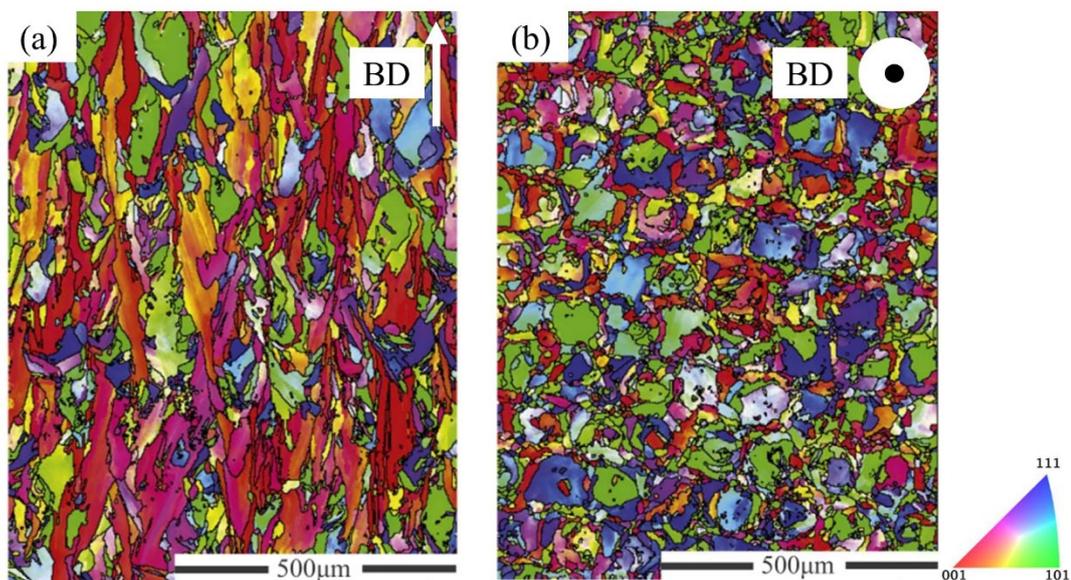
(b) Microstructure (~ 50  $\mu\text{m}$  – 100  $\mu\text{m}$ )

La microstructure en FA se caractérise à l'instar de la macrostructure par une anisotropie entre les plans perpendiculaire et parallèle par rapport à la direction de construction (BD). Cette anisotropie concerne la texture, la taille et la morphologie des grains. La **Figure 26** présente

deux cartographies EBSD pour les plans perpendiculaire et parallèle à BD pour l'Inconel 718 élaboré en FA d'après l'étude de Deng et al. [109].

Les grains selon le plan parallèle à BD (**Figure 26-a**) présentent une morphologie colonnaire, ont leurs directions de croissances parallèles à la direction de construction, et possèdent une taille comprise entre 50  $\mu\text{m}$  et 200  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de couche utilisée dans cette étude est de 40  $\mu\text{m}$ , la croissance des grains s'effectue donc sur plusieurs couches dues aux phénomènes d'épitaxie. La croissance épitaxiale entraîne également le développement d'une orientation préférentielle selon la direction (001) perpendiculairement à BD. De nombreuses études rapportent la même orientation préférentielle pour ce plan [32], [75], [110].

Selon le plan perpendiculaire à BD (**Figure 26-b**), les grains présentent une morphologie et une taille de grains différentes avec une texture (110) se développant par rapport à la direction de construction. Les cordons sont également visibles sur ce plan, des grains de tailles inférieures se forment au bord des zones fondues et des grains de tailles supérieures à l'intérieur des cordons.



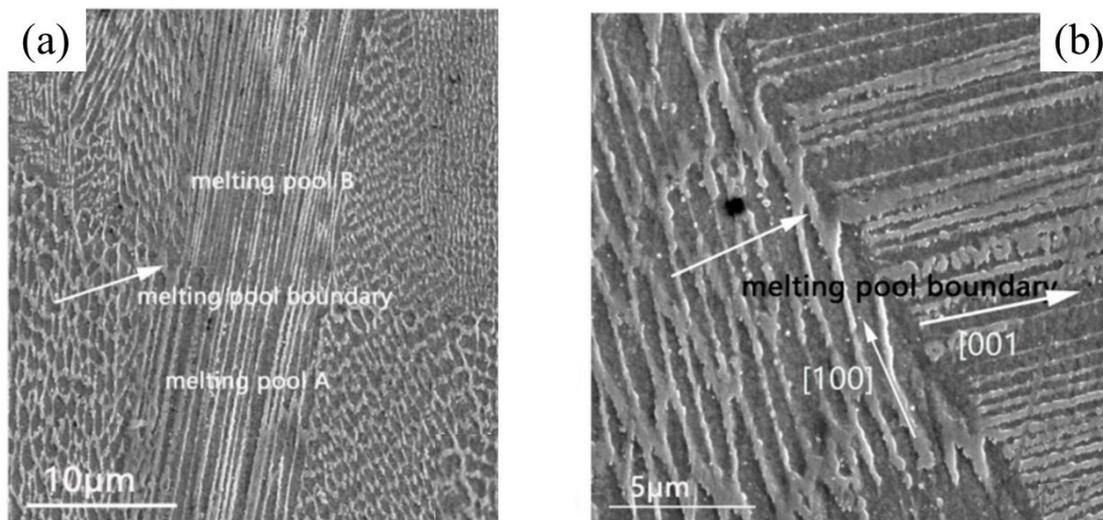
**Figure 26** : Cartographies EBSD de l'Inconel 718 élaboré en FA (a) Plan parallèle à la direction de construction (b) Plan perpendiculaire à la direction de construction d'après [109].

### (c) Structure dendritique cellulaire (~ 500 nm)

La structure dendritique cellulaire résulte de la solidification du métal et compose chaque grain. La formation de cette structure est due aux conditions de solidification spécifiques de la FA. La vitesse de solidification est comprise entre 0,1 m/s et 1 m/s et la vitesse de

refroidissement entre  $10^3$  K/s et  $10^8$  K/s [100], [105], [106]. Ces conditions ne permettent pas la formation de structure dendritique avec le développement de branche secondaire et tertiaire. La vitesse de refroidissement élevée entraîne également la nanostructuration de la structure de solidification. La croissance des cellules se fait perpendiculairement au bord des bains de fusion suivant la direction d'évacuation maximale de la chaleur et selon la direction cristallographique  $\langle 001 \rangle$  pour les métaux à symétrie cubique [108], [111].

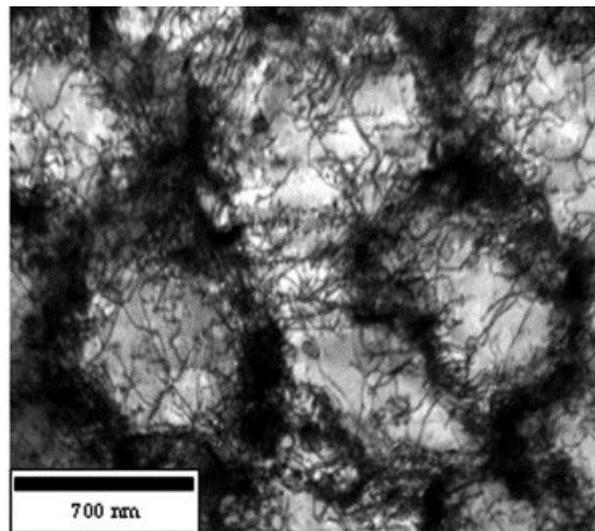
Lors du procédé de FA, il y a recouvrement partiel des bains de fusion ainsi que refonte successive des couches. Ceci entraîne une croissance épitaxiale des cellules qui peuvent se développer sur plusieurs couches. La **Figure 27-a** présente une croissance épitaxiale d'une colonie de cellules entre deux bains de fusion pour l'Inconel 718. La colonie de cellules du bain de fusion A est partiellement refondue lors de la formation du bain de fusion B. La croissance épitaxiale est alors possible du fait que l'orientation cristallographique des cellules de la colonie présente dans A est orientée convenablement par rapport à la direction d'évacuation de la chaleur. La **Figure 27-b** présente une croissance épitaxiale au bord d'un bain de fusion, mais avec une rotation de  $90^\circ$  de la direction de croissance. Ce changement de direction intervient afin de minimiser l'angle entre la direction d'évacuation de la chaleur et la direction de croissance.



**Figure 27** : Croissance épitaxiale pour l'Inconel 718. (a) Épitaxies avec la même direction de croissance au niveau d'un bain de fusion. b) Épitaxie avec rotation de  $90^\circ$  pour la direction de croissance [112].

(d) Espace intercellulaire (< 100 nm)

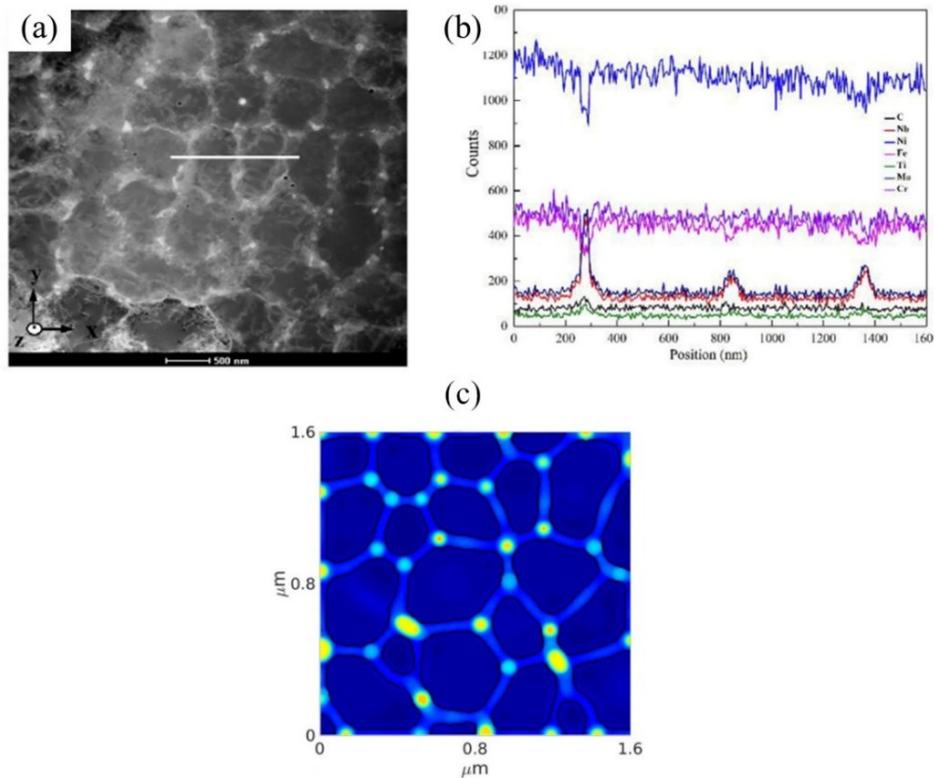
D'une épaisseur inférieure à 100 nm, l'espace intercellulaire va être caractérisé par une densité de dislocations importante ainsi que par la présence de ségrégation chimique. La **Figure 28** présente une image MET de la structure cellulaire de l'Inconel 718 d'après Tucho et al. [113]. Cette micrographie permet d'observer la forte densité de dislocations ainsi que les précipités présents dans l'espace intercellulaire. Des dislocations sont également présentes dans les cellules. Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la formation des dislocations dans l'espace intercellulaire. Tout d'abord, les cellules sont désorientées de quelques degrés les unes par rapport aux autres. Ceci a notamment été mis en évidence par Yoo et al [114]. Par cartographie EBSD de haute résolution pour l'Inconel 718. Les désorientations mesurées entre cellules sont approximativement de 0,02 °. Ces désorientations sont accommodées par des dislocations géométriquement nécessaires qui se forment lors de la solidification.



**Figure 28** : Image MET montrant une forte densité de dislocations dans l'espace intercellulaire pour l'Inconel 718 [113].

Les précipités formés dans l'espace intercellulaire se forment par ségrégation des éléments d'alliages lors de la solidification. La **Figure 29-a** présente une observation au MET de la structure cellulaire formée dans l'Inconel 718 ainsi que le profil de composition chimique effectué par EDS (**Figure 29-b**) [106]. La ségrégation en Nb et Mo mesurée dans l'espace intercellulaire est associée à l'enrichissement du liquide en soluté au cours de la solidification

comme l'a montré Karayagiz par simulation en champ de phase de la solidification de l'alliage Ni-Nb (**Figure 29-c**) [115], [116].



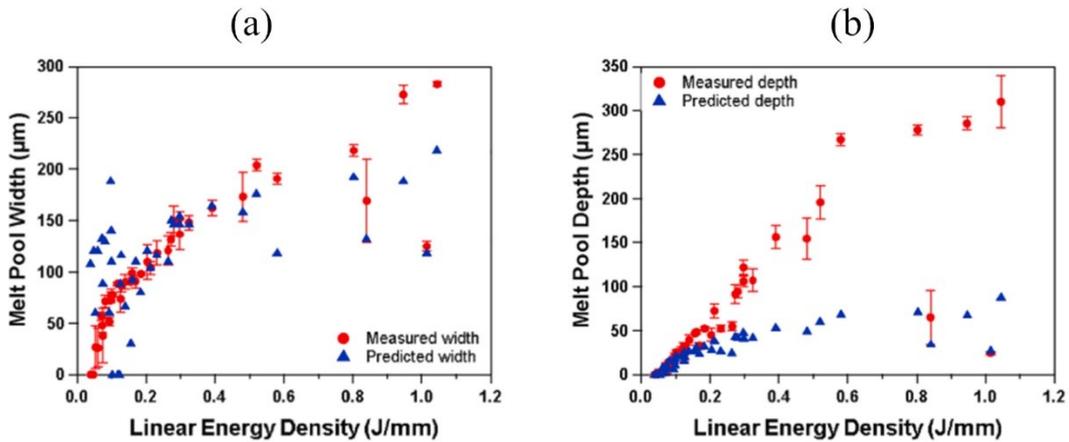
**Figure 29** : Microségrégation de Nb dans l'espace intercellulaire de l'Inconel 718. (a) Observations MET de la structure cellulaire (b) Analyse chimique au MET de l'espace intercellulaire. (c) Simulation numérique de la solidification de Ni-Nb, les particules jaunes correspondent à des zones enrichies en Nb d'après [106], [116].

### 3.2 ) Effet des paramètres de fabrication

La stratégie et les paramètres de fabrication influencent la formation de la microstructure. Néanmoins, dans les paragraphes qui suivent, seul l'effet des paramètres de vitesse et de puissance laser a été résumé.

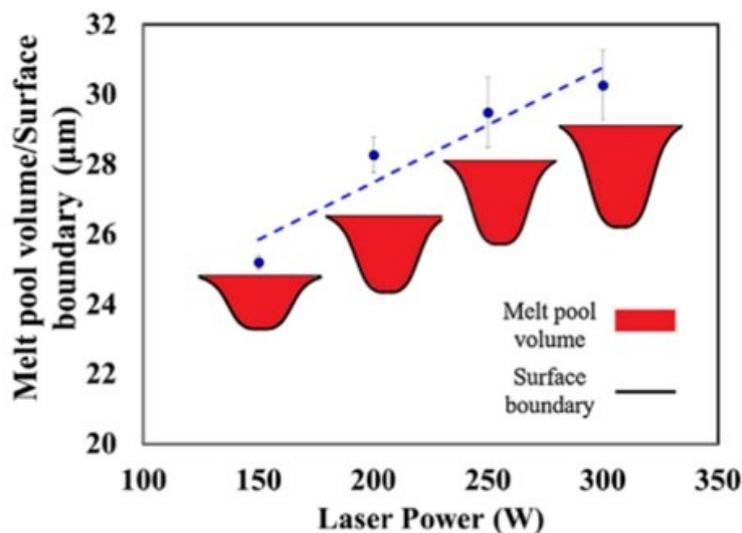
#### (a) Bains de fusion

La taille des zones fondues est directement liée à la puissance et vitesse de déplacement du laser. Cette dépendance est présentée en **Figure 30** pour l'alliage Ni 9wt. % Nb d'après Atli et al. [117]. Ces évolutions obtenues par simulation numérique et par mesures expérimentales montrent une augmentation linéaire de la largeur (**Figure 30-a**) et de la profondeur (**Figure 30-b**) des zones fondues par rapport à l'énergie linéique délivrée par le laser.



**Figure 30** : Évolution de la taille des zones fondues obtenues par simulation numérique et mesure expérimentale pour Ni 9wt. % Nb. (a) Largeur, (b) profondeur [117].

Le changement de taille des bains de fusion induit par la modification des paramètres de fabrication engendre également des évolutions de forme. D'après Keshavazkermani et al., le ratio entre le volume et la surface du bain de fusion détermine la vitesse de refroidissement que la matière subit pendant sa solidification [79]. La **Figure 31** présente les résultats obtenus sur l'évolution pour l'Hastelloy X du ratio volume/surface selon différentes puissances laser. L'augmentation de la puissance du laser permet d'obtenir un bain de fusion plus important en taille, mais également avec un ratio volume/surface plus important. La dissipation de la chaleur se fait plus facilement pour un ratio faible du fait d'un meilleur contact avec le substrat. Par ailleurs, l'augmentation de la puissance du laser entraîne également un accroissement plus important de la profondeur du bain de fusion par rapport à la largeur. Cela induit un changement de la distribution de la chaleur apportée par le laser.

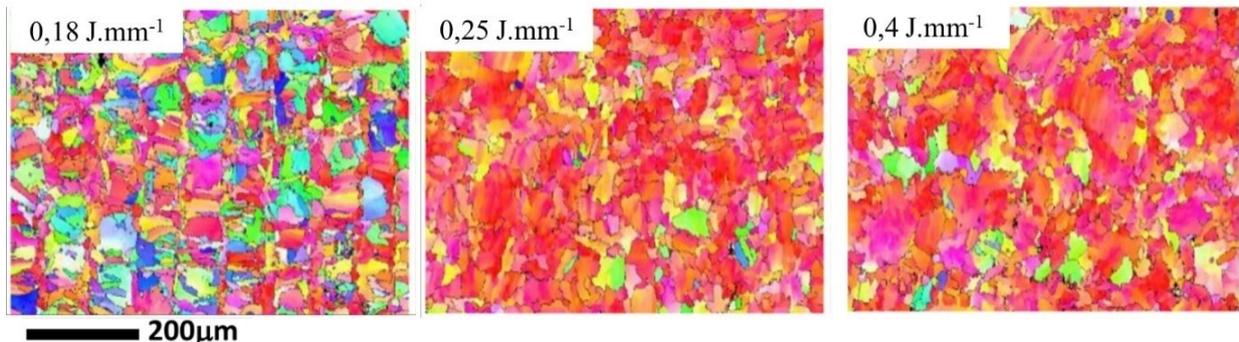


**Figure 31** : Évolution du ratio Volume/Surface à différente puissance laser pour l'Hastelloy X [79].

## (b) Microstructure et texture

L'augmentation en taille des bains de fusion entraîne un recouvrement entre cordons plus important. Cela va impacter la formation des grains en favorisant la croissance épitaxiale entre les couches. La **Figure 32** présente des cartographies EBSD obtenues sur le plan perpendiculaire à BD pour l'Inconel 718 élaboré avec les énergies linéaires de  $0,18 \text{ J.mm}^{-1}$ ,  $0,25 \text{ J.mm}^{-1}$  et  $0,4 \text{ J.mm}^{-1}$  d'après l'étude de Liu et al. [78].

La microstructure à basse énergie de fabrication ( $0,18 \text{ J.mm}^{-1}$ ) présente une microstructure classique de FA avec la formation de grains de tailles inférieures sur les bords des cordons et des grains plus grands à l'intérieur des cordons. La microstructure ne présente également aucune orientation préférentielle. Au contraire, pour les hautes énergies linéaires de fabrication ( $E_l = 0,25 \text{ J.mm}^{-1}$  et  $0,4 \text{ J.mm}^{-1}$ ), une orientation préférentielle selon le plan (001) est développée. La macrostructure n'est également plus visible pour ces énergies de fabrication indiquant un fort recouvrement entre les cordons. À faible énergie de fabrication, il est donc possible de limiter la croissance colonnaire des grains et donc de réduire la formation d'orientations préférentielles.



**Figure 32** : Cartographies EBSD du plan perpendiculaire à BD pour l'Inconel 718 pour des valeurs d'énergies linéaires de  $0,18 \text{ J.mm}^{-1}$ ,  $0,25 \text{ J.mm}^{-1}$  et  $0,4 \text{ J.mm}^{-1}$  d'après [78].

La croissance colonnaire et le développement d'orientations préférentielles peuvent donc être limités en ajustant les paramètres de fabrication. L'accroissement de l'énergie de fabrication par augmentation de la puissance et diminution de la vitesse du laser entraîne la formation de grains colonnaires fortement texturés. Il est donc possible comme l'a montré l'étude de Popovich et al. sur l'Inconel 718 d'élaborer une pièce avec différents paramètres de

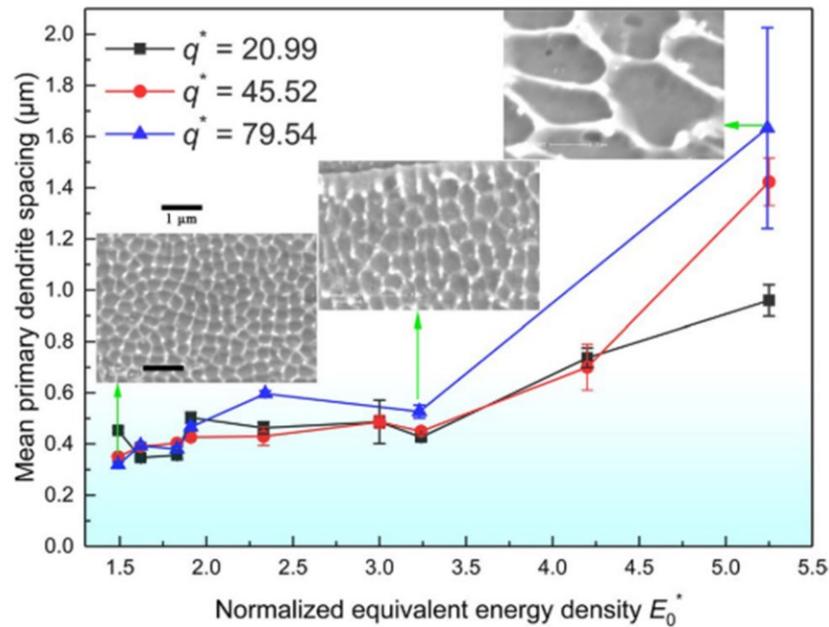
fabrication [110]. Par ajustement de la puissance, de la vitesse, de la hauteur de couche, la microstructure a pu être « contrôlée » avec formation de zones non texturées pour la puissance la plus faible et de zones fortement texturées pour la puissance la plus élevée.

### (c) Structure cellulaire et microségrégation

L'effet des paramètres de fabrication sur la structure de solidification n'a été que très peu étudié de manière expérimentale pour les alliages base-nickel élaborés en FA. Néanmoins, pour d'autres matériaux cubiques à faces centrées comme le 316L l'augmentation de l'énergie de fabrication entraîne une augmentation en taille de l'espace interdendritique primaire  $\lambda_1$ . La **Figure 33** présente l'évolution pour différentes puissances laser (notée  $q^*$ ) de l'espace intercellulaire en fonction de l'énergie de fabrication [28]. La densité d'énergie ainsi que la puissance ont été normalisées dans cette étude. Pour les trois puissances étudiées, l'augmentation de la densité d'énergie (ou diminution de la vitesse de balayage) entraîne un accroissement de l'espace interdendritique passant de 0,35  $\mu\text{m}$  pour les faibles énergies à 1,5  $\mu\text{m}$  pour les plus hautes énergies. Ce résultat a également été mis en évidence par simulation en champ de phase du système Ni-Nb par Karayagiz et al. de la formation d'un cordon simple [116].

L'espace intercellulaire est directement relié à la vitesse de refroidissement ( $\dot{T}$ ) selon l'équation I.4 avec A et n des facteurs dépendant des matériaux [111]. L'augmentation de la taille de l'espace intercellulaire indique une diminution de la vitesse refroidissement. Dans le cas de l'étude de Jiang et al. [28], la vitesse de refroidissement est  $1,6 \cdot 10^7$  K/s pour la plus basse énergie de fabrication et de  $2 \cdot 10^5$  K/s pour la plus haute énergie de refroidissement.

$$\lambda_1 = A \cdot \dot{T}^n \quad (\text{I. 4})$$



**Figure 33** : Évolution de la taille de l'espace interdendritique en fonction de de l'énergie de fabrication pour le 316L élaboré en FA pour différentes puissances  $q^*$  [28].

#### 4) Propriétés mécaniques en traction

##### 4.1 ) Comparatif des propriétés mécaniques

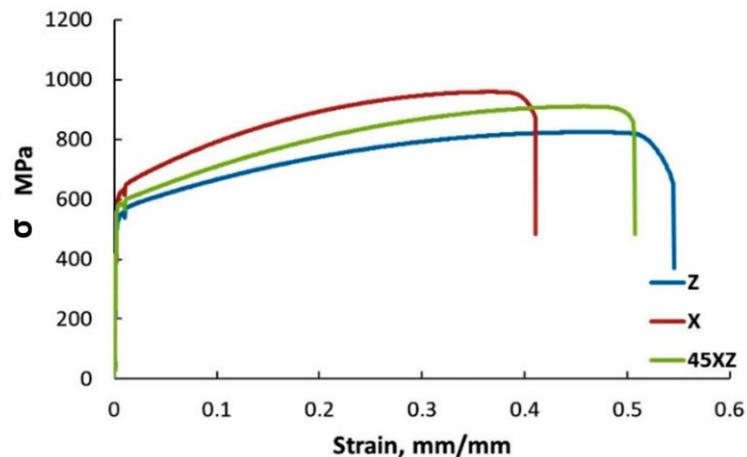
Les matériaux élaborés en FA présentent des comportements mécaniques différents par rapport à des matériaux élaborés conventionnellement. Le **Tableau 3** expose les propriétés mécaniques (limité d'élasticité, contrainte maximale de traction et déformation à rupture) obtenues en traction pour l'Inconel 718 élaboré par FA (état brut de FA, sans traitement thermique), par forgeage et par fonderie. La limite d'élasticité présente des valeurs plus élevées pour le matériau mis en forme par FA en comparaison avec le matériau élaboré en fonderie. Au contraire, le matériau forgé présente une valeur de limite d'élasticité plus importante. Concernant la contrainte maximale de traction et la déformation à rupture, la tendance est la même, les matériaux issus de FA présentent des propriétés comprises entre le brut de coulée et le forgé. En outre, il est intéressant d'observer que malgré une haute limite d'élasticité pour les matériaux issus de FA, la ductilité est conservée, voire améliorée avec des déformations à rupture pouvant aller jusqu'à 37 %.

**Tableau 3** : Comparaison des propriétés mécaniques de l'Inconel 718 élaboré par FA, fonderie et forgeage.

	$\sigma_e$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Références
SLM	620	1000	37	[109]
	668 / 531	1011 / 866	22 / 21	[118]
	600	970	21	[119]
	772	1062	25	[101]
	737	1010	21	[120]
	692 / 775 / 767	938 / 1055 / 1029	16 / 30 / 29	[121]
Fonderie	488	786	22	[122]
Forgé	1192	1380	19	[123]

La microstructure unique et architecturée des matériaux mis en forme par FA est la principale raison pour expliquer leurs comportements mécaniques spécifiques. Chaque élément de la microstructure a un impact sur les propriétés mécaniques du matériau.

L'anisotropie microstructurale en termes de texture, de taille et de morphologie des grains impacte fortement les propriétés mécaniques. De nombreux auteurs recensent une anisotropie de la limite d'élasticité ainsi que de la ductilité entre les plans perpendiculaires et parallèles à la direction de construction [109], [120], [124], [125]. La **Figure 34** présente trois courbes conventionnelles de traction obtenues pour l'Inconel 625 issues de l'étude de Condruz et al. [125]. Les éprouvettes ont été construites parallèlement à BD (Z), perpendiculairement à BD (X) et avec un angle à 45° par rapport à BD (45XZ). La différence de limite d'élasticité entre le plan X et Z est de 73 MPa. Concernant la déformation à rupture, la différence entre X et Z est de 10 %. Concernant l'échantillon élaboré avec un angle de 45° par rapport à BD, celui-ci présente un comportement mécanique compris entre les échantillons élaborés parallèlement et perpendiculairement à BD.



**Figure 34** : Courbes nominales de traction pour l'Inconel 625 parallèle à BD (Z), perpendiculaire à BD (X), avec un angle à 45° par rapport à BD (45XZ) [125].

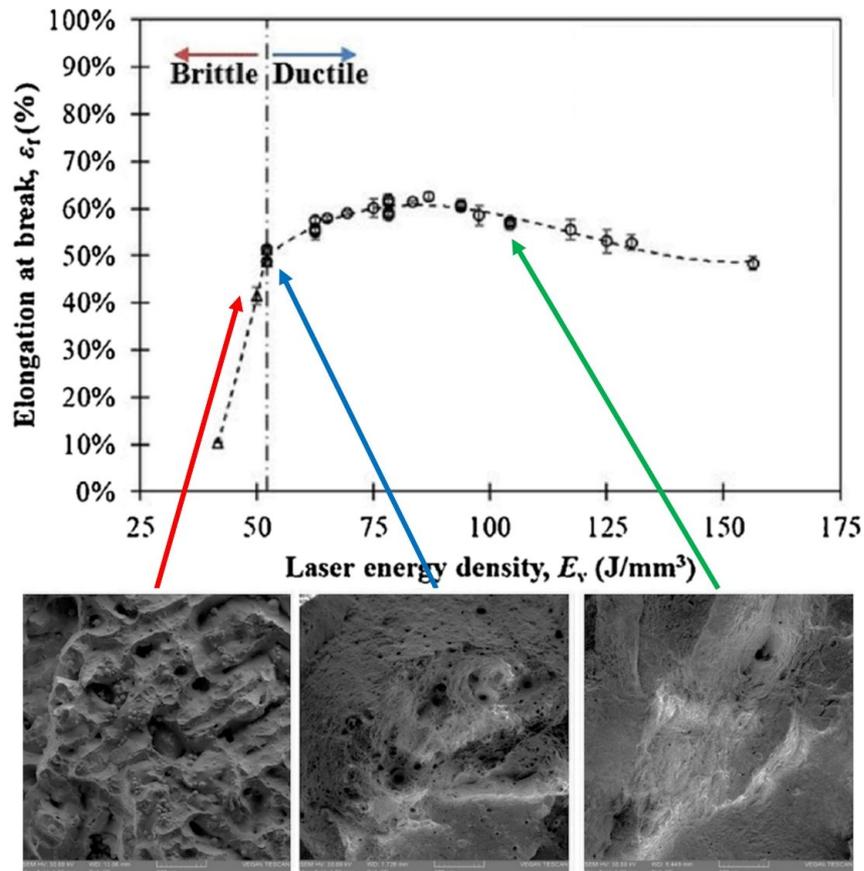
La structure cellulaire joue un rôle prépondérant sur le comportement mécanique des matériaux élaborés en FA. La présence d'une forte densité de dislocations ainsi que des précipités de tailles nanométriques participe au durcissement des matériaux élaborés en FA [126]–[130]. L'écroutissage des matériaux élaborés par FA est également impacté par la structure cellulaire. Les précipités et les dislocations présents au niveau des murs des cellules bloquent le passage des dislocations lors du chargement mécanique. La capacité du matériau à se durcir durant la déformation plastique est donc limitée. Par ailleurs, les études sur le 316L ont montré la stabilité des cellules lors de la déformation plastique [129].

#### 4.2 ) Effet des paramètres de fabrication.

Les défauts en FA ont un effet néfaste sur la tenue mécanique des alliages en traction. La présence de porosités ou de poudres piégées à l'intérieur de la pièce conduit à des concentrations de contraintes autour de ces défauts lors d'un chargement mécanique entraînant de faibles limites d'élasticité et ductilités [89], [131].

Yakout et al. ont étudié l'influence de l'énergie de fabrication sur la ductilité de l'Invar 36 [89]. La **Figure 35** présente l'évolution de l'allongement à rupture selon l'énergie de fabrication ainsi que les faciès de rupture pour les échantillons élaborés à  $42 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $52 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $156 \text{ J.mm}^{-3}$ . Les résultats montrent une augmentation de la ductilité avec l'énergie de fabrication. À faible énergie de fabrication, l'allongement à rupture est de 10 % et le faciès de rupture présente une rupture faiblement ductile s'effectuant entre les cordons. Au contraire à

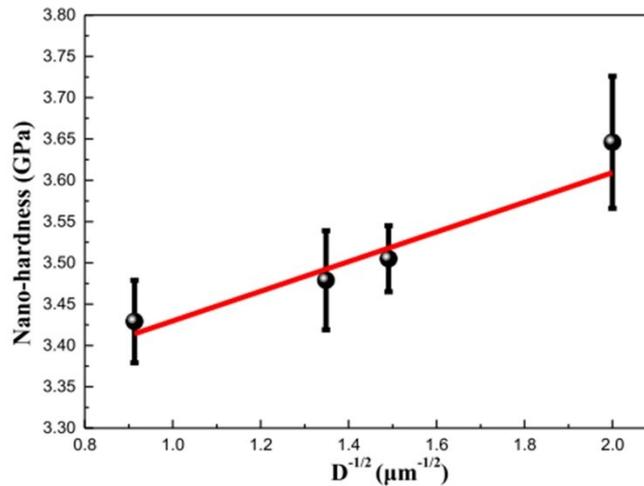
partir de  $52 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ , l'allongement à rupture est de 50 % et le faciès de rupture présente des cupules caractéristiques d'une rupture ductile. L'Invar a une transition entre un comportement faiblement ductile à basse énergie de fabrication et un comportement plus ductile pour des énergies de fabrication supérieures à  $52 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ . Le changement de comportement mécanique est associé à l'instabilité des cordons en dessous de l'énergie de  $52 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$  conduisant à l'absence de recouvrement entre les cordons et à la formation de défauts comme des manques de fusion.



**Figure 35** : Évolution de l'allongement à rupture et des faciès de rupture selon l'énergie de fabrication pour l'Invar 36 d'après [89].

Les évolutions microstructurales induites par les changements de paramètres entraînent également des variations dans le comportement mécanique. Pour une densité équivalente, l'augmentation de l'énergie de fabrication entraîne une diminution de la limite d'élasticité ainsi que de la contrainte maximale de traction comme l'a observé Liu et al. pour l'Inconel 718 et Yakout et al. pour l'Invar 36 [78], [89]. L'augmentation de la taille de grain pour les matériaux élaborés à haute énergie de fabrication est une des raisons expliquant l'adoucissement. La taille des cellules influence également le comportement mécanique. Des essais de nanodureté réalisés dans le 316L pour différentes tailles de cellules ont montré une augmentation de la valeur de

dureté avec la diminution de la taille de cellule (**Figure 36**). Néanmoins, le durcissement par diminution de la taille des cellules est moins important que par la diminution de la taille des grains [132].



**Figure 36** : Évolution de la nanodureté selon différentes tailles de cellules pour le 316L [132] .

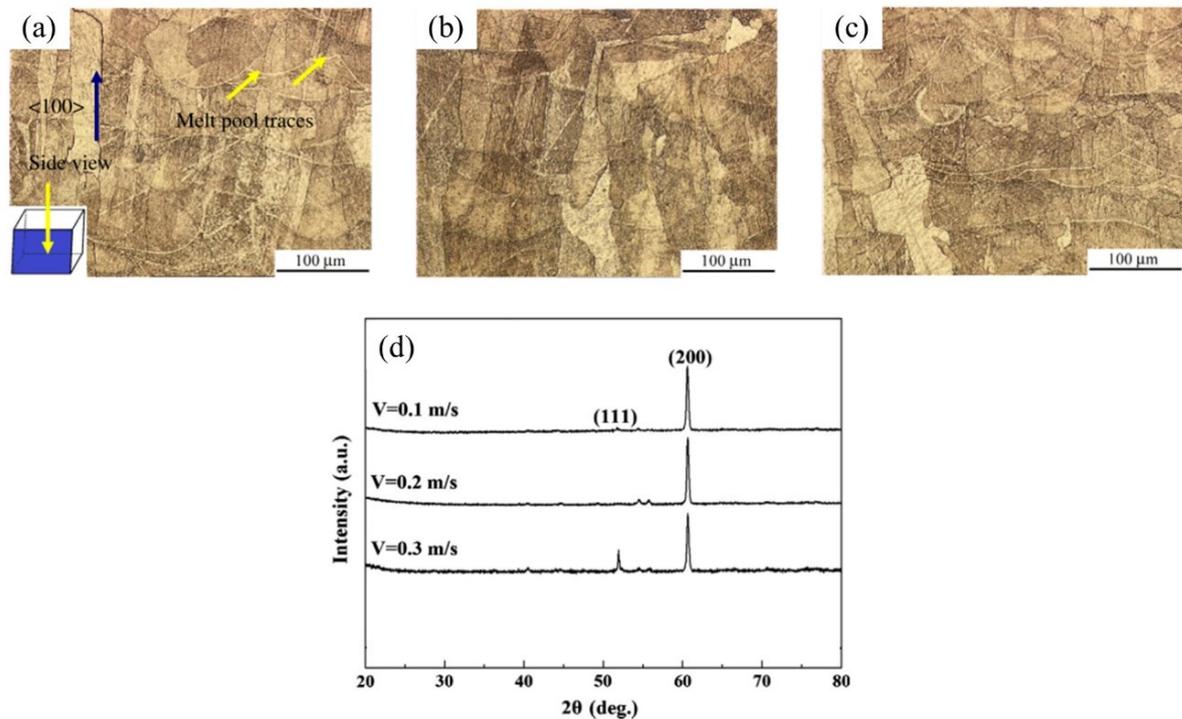
## 5) L'alliage Ni 20 wt. % Cr en FA

Malgré de nombreuses applications industrielles, une seule étude publiée (à notre connaissance) concerne l'élaboration du Ni 20 wt. % Cr en FA. Cette étude de Song et al. porte sur l'effet des paramètres de fabrication sur la microstructure et les propriétés mécaniques en traction [68]. L'anisotropie des propriétés mécaniques est également étudiée par dureté Vickers.

### 5.1 ) Effet des paramètres sur la microstructure

La **Figure 37** présente les microstructures obtenues pour les vitesses de balayage de 0,1 m/s, 0,2 m/s et 0,3 m/s et une puissance laser de 100 W dans un plan parallèle à la direction de construction. Par ailleurs, des analyses par diffraction des rayons X ont été effectuées afin d'étudier l'influence de la vitesse de balayage sur la formation de texture. Malgré une qualité d'images fortement dégradée, les microstructures présentées ici montrent (selon les auteurs de cette étude) une morphologie de grain colonnaire pour les échantillons effectués à 0,1 m/s et 0,2 m/s (**Figure 37-a, b**). Ce résultat est en accord avec d'autres études sur les superalliages

base nickel. Par ailleurs, les diffractogrammes RX<sup>1</sup> (**Figure 37-d**) montrent une prédominance des plans (002) pour les vitesses de 0,1 m/s et 0,2 m/s. La faible intensité du pic correspondant au plan (111) pour des vitesses de balayage inférieures à 0,3 m/s indique la formation d'une forte orientation préférentielle selon la direction  $\langle 001 \rangle$ .



**Figure 37** : Effet de la vitesse de balayage laser sur la microstructure de l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré en FA : (a) 0,1 m/s, (b) 0,2 m/s, (c) 0,3 m/s. (d) Diffractogrammes RX obtenu pour les vitesses de balayages 0,1 m/s, 0,2 m/s et 0,3 m/s (P = 100 W) [68].

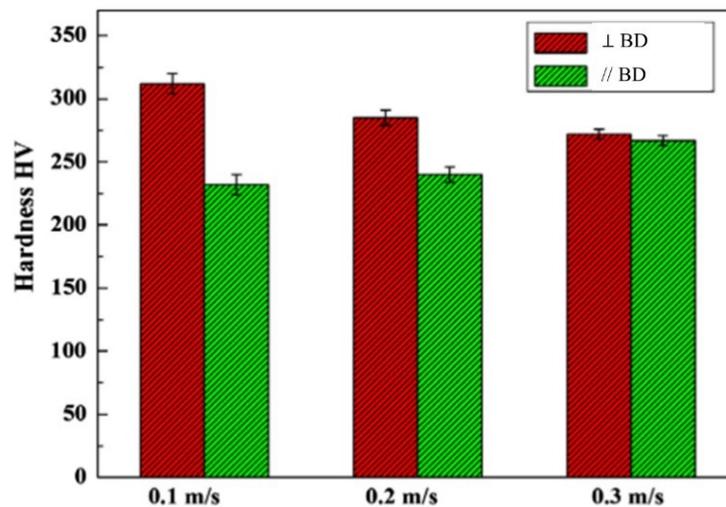
## 5.2 ) Évolution des propriétés mécaniques.

Les propriétés mécaniques ont été mesurées par dureté Vickers et par essai de traction monotone pour les échantillons présentés précédemment. Les essais de dureté Vickers ont été effectués sur les plans perpendiculaire et parallèle à BD afin de caractériser l'effet de l'anisotropie microstructurale à faible vitesse de balayage du laser. Concernant les essais de traction, les éprouvettes ont été réalisées perpendiculairement à BD.

La **Figure 38** présente les résultats obtenus pour les essais de dureté. À faible vitesse de balayage du laser (0,1 m/s), le plan perpendiculaire à BD possède une dureté plus élevée que le plan parallèle à BD, la différence de dureté est de 100 HV entre ces deux plans. Pour la vitesse

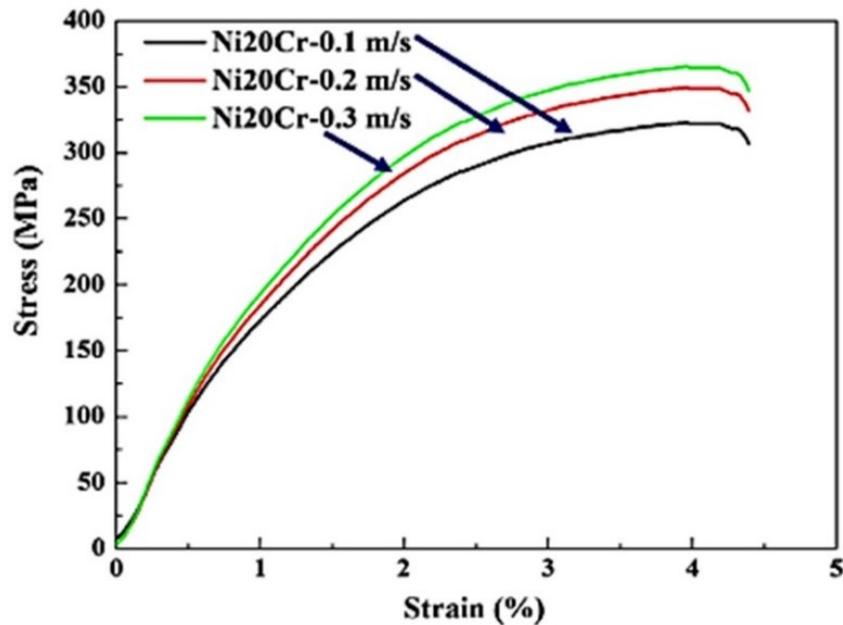
<sup>1</sup> Les auteurs n'ont pas précisé sur quel plan les diffractogrammes RX ont été obtenus

de balayage de 0,2 m/s, la différence de dureté entre les deux plans est moins prononcée (~ 50 HV). Enfin, il n'y a quasiment pas de différence de dureté entre les plans pour l'échantillon élaboré à 0,3 m/s. La dureté selon le plan perpendiculaire BD décroît avec l'augmentation de la vitesse de balayage du laser contrairement au plan parallèle à BD. Ces résultats montrent que la microstructure colonnaire et fortement texturée formée à basse vitesse de balayage du laser entraîne une anisotropie des propriétés mécaniques. Par ailleurs, la dureté supérieure pour le plan perpendiculaire à BD est attribuée à une quantité de joints de grains plus importants par rapport au plan parallèle à BD.



**Figure 38** : Microdureté Vickers pour Ni 20 wt. % Cr élaboré en FA et pour les vitesses de balayage de 0,1 m/s, 0,2 m/s et 0,3 m/s (P = 100 W) [68].

La **Figure 39** présente les courbes de traction obtenues pour les vitesses de balayage de 0,1 m/s, 0,2 m/s et 0,3 m/s. La vitesse de balayage du laser modifie légèrement la limite d'élasticité passant d'une valeur de 205 MPa pour l'échantillon élaboré à 0,1 m/s, à une valeur de 210 MPa pour l'échantillon élaboré à 0,3 m/s. Au contraire, la contrainte maximale de traction est influencée par la vitesse de balayage du laser avec une augmentation de 40 MPa entre l'échantillon élaboré à 0,1 m/s et celui élaboré à 0,3 m/s. Pour finir, la ductilité n'est pas impactée par la vitesse de balayage avec une valeur de 4,5 % pour l'ensemble des échantillons. En comparaison avec d'autres alliages Ni 20 wt. % Cr, la ductilité est faible et peut s'expliquer par la présence de porosités dans les échantillons due au procédé de FA car la puissance laser est faible.



**Figure 39** : Courbe de traction de l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré par FA avec les vitesses de balayage de 0,1 m/s, 0,2 m/s et 0,3 m/s ( $P = 100$  W) [68].

#### *IV) Synthèse du chapitre*

L'élaboration d'alliages par le procédé de fusion sélective laser sur lit de poudre offre la possibilité de créer des pièces aux géométries complexes. Ce procédé est aujourd'hui largement utilisé dans différents milieux industriels comme l'aéronautique ou le médical. L'intérêt croissant de cette technologie n'a pu se faire que par de solides connaissances métallurgiques autour de ce procédé.

La fabrication d'une pièce se fait par un arrangement méticuleux de plusieurs cordons. La taille de ces cordons est dictée par l'apport de chaleur délivré par le laser et contrôlée par les paramètres de vitesse de balayage et de puissance. Le choix de ces paramètres de fabrication doit se faire afin de garantir une stabilité et une continuité des cordons. À forte puissance du laser et faible vitesse de balayage, le régime « Keyhole » se met en place introduisant des porosités à l'intérieur du bain de fusion par vaporisation du métal. A contrario, à faible puissance et à vitesse de balayage élevée, la continuité des cordons n'est plus assurée et des défauts dus à des manques de fusion apparaissent. La stratégie de fabrication influence l'enchevêtrement des cordons et permet donc de passer du simple cordon à une pièce 3D composée de multiples cordons. La microstructure des alliages élaborés par FA est complexe et multi échelle. Les paramètres de fabrication influencent également la microstructure formée

jouant à la fois sur la texture, la taille des grains et la taille de la structure dendritique cellulaire. L'ensemble de ces caractéristiques impacte directement les propriétés mécaniques des pièces élaborées.

Concernant l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré par fusion sélective laser, un nombre limité d'étude est disponible dans la littérature. L'étude préliminaire menée par Song et al. permet néanmoins de mettre en évidence la faisabilité de cet alliage par fusion sélective laser et que la microstructure et ces propriétés mécaniques sont impactées par les paramètres de fabrication [68]. En prenant ces premiers résultats en compte, ces travaux de thèse ont pour but de montrer la possibilité de fabriquer l'alliage Ni 20 wt. % Cr avec une meilleure qualité. Pour ce faire, il nous faut tout d'abord déterminer la plage optimale de paramètres laser (vitesse et puissance) pour l'élaboration de l'alliage. Dans cette fenêtre de paramètres, nous devons déterminer comment la microstructure et les propriétés mécaniques évoluent avec les conditions de fabrication afin de déterminer les paramètres de fabrication offrant les meilleures caractéristiques mécaniques. La contribution de chaque élément de la microstructure sur les propriétés mécanique doit être également estimée de manière à comprendre le comportement mécanique du matériau élaboré par FA. La compréhension des différentes transformations des phases et notamment sur la présence d'ordre à courte distance est un point clef pour savoir si la FA favorise la formation d'ordre à courte distance, ce qui aurait un impact conséquent sur les propriétés mécaniques. Ces différentes problématiques seront abordées dans cette étude et permettront d'avoir une meilleure connaissance sur les liens entre paramètres de fabrication, microstructure et propriétés mécaniques pour l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré par fusion sélective laser.

---

## Chapitre II : Présentation du procédé de fabrication additive

---

*Ce second chapitre présente le procédé de fabrication additive utilisé pour l'élaboration des échantillons. Une brève caractérisation de la poudre est également présentée afin d'en connaître les spécificités chimiques et physiques.*

---

## I) Caractérisations de la poudre

### 1) Composition chimique et phase en présence

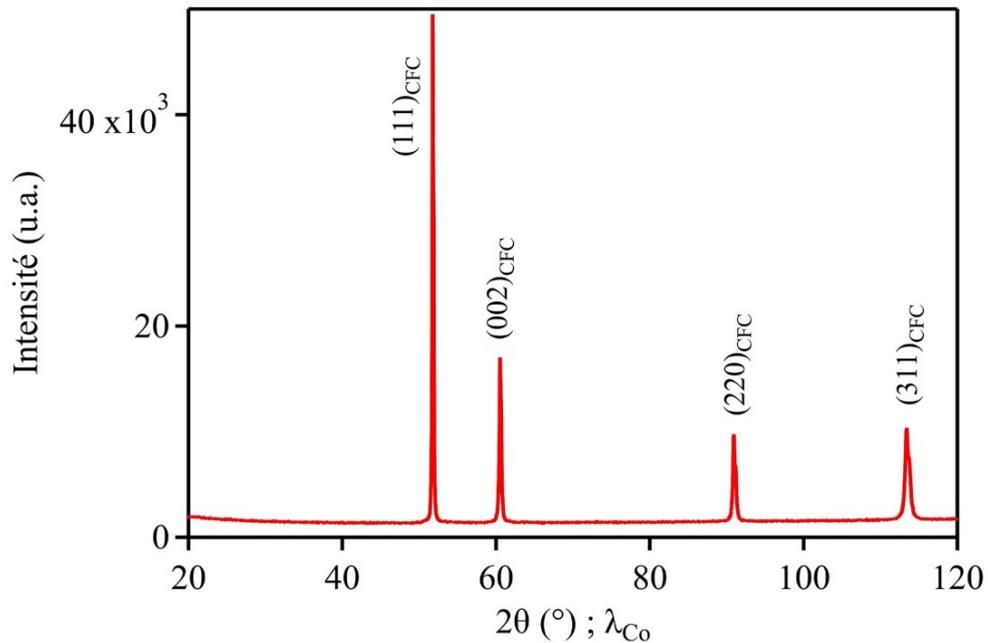
La poudre utilisée dans cette étude a été obtenue auprès du fournisseur Höganäs AB. Celle-ci a été élaborée par le procédé d'atomisation gazeuse. Les compositions chimiques données par le fournisseur et obtenues par spectroscopie à plasma à couplage inductif (ICP-OES)<sup>2</sup> sont présentées dans le **Tableau 4** en proportion massique. L'analyse par ICP-OES montre qu'il y a une faible quantité d'aluminium dans la poudre (0,047 %) aux contraires de la composition donnée par le fournisseur. De plus, la proportion de silicium mesurée par ICP-OES est inférieure à celle donnée par Höganäs.

**Tableau 4** : Compositions chimiques de la poudre donnée par Höganäs AB et obtenue par analyse ICP-OES.

Element	Ni	Cr	Fe	Si	Mn	Al	C
Höganäs	Bal.	18-21	0.1	1	0.05	/	0.05
ICP-OES	Bal.	19,9 (0,1)	0,0222 (0,0002)	0,035 (0,001)	< 0,0002	0,047 (0,001)	Non détecté

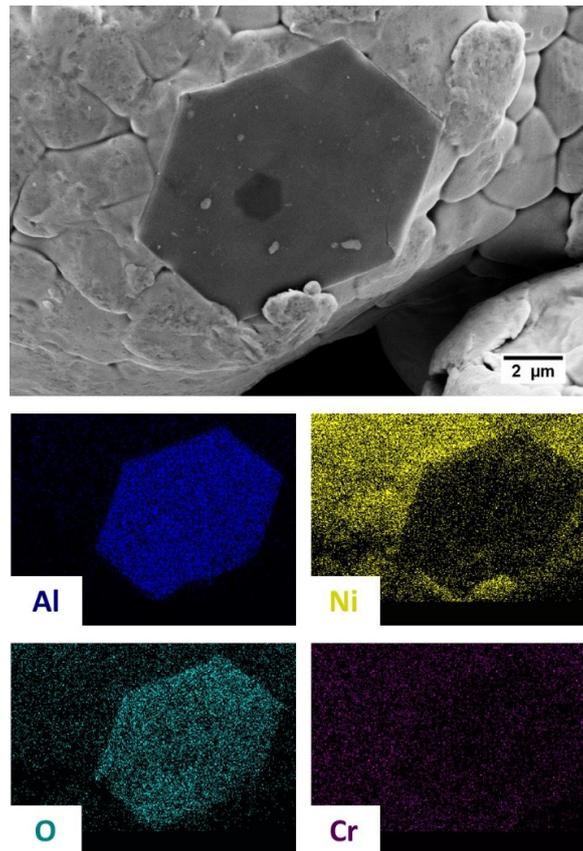
La présence de seconde phase ou d'impuretés indésirables est déterminée par diffraction des rayons X en utilisant le diffractomètre X'pert Pro MPD Panalytical équipé d'une anticathode au cobalt ( $\lambda_{Co} = 1,78901 \text{ \AA}$ ). La mesure est effectuée sur une plage angulaire variant entre  $20^\circ$  et  $120^\circ$  pour une durée d'analyse de 120 minutes. Le diffractogramme obtenu est présenté en **Figure 40**. Les seules raies discernables sont celles correspondantes à la phase de cubique faces centrées de la solution solide de chrome dans le nickel. Ce résultat montre également que la présence de silicium et d'aluminium dans la poudre n'amène pas la formation de seconde phase. Néanmoins, l'aluminium est présent en faible proportion, il est donc impossible de détecter la présence de phase secondaire riche en aluminium. Le paramètre de maille est calculé à l'aide de la loi de Bragg. La valeur obtenue est de  $3,55 \text{ \AA}$ . Cette valeur est en accord avec les valeurs issues de la littérature donnant un paramètre de maille compris entre  $3,54 \text{ \AA}$  et  $3,55 \text{ \AA}$  pour Ni-20wt. % Cr.

<sup>2</sup> Mesure effectuée par M. Marc Thomas de l'ONERA



**Figure 40** : Diffractogramme RX de la poudre de Ni-20 wt. % Cr.

La **Figure 41** présente l'observation au MEB d'une particule de forme hexagonale présente sur une particule de poudre. Les cartographies de répartition des éléments obtenues par EDS mettent en évidence que la particule est enrichie en aluminium et en oxygène. Ces particules correspondent à un oxyde d'aluminium et sont présentes en proportion réduite dans la poudre. L'origine de ces particules et leurs rôles ne sont à ce jour pas connus et comme cela sera montré par la suite, ces particules se retrouveront dans la microstructure après l'élaboration par FA.



**Figure 41** : Analyse EDS d'une particule hexagonale riche en aluminium présente sur une particule de poudre.

## 2) Morphologie et granulométrie

La **Figure 42** présente les images MEB de la poudre permettant d'observer de manière qualitative la morphologie des particules. La majorité des particules ont une morphologie sphérique résultant du processus d'atomisation par gaz. Il y a également présence en minorité, de particules avec des formes quelconques et également quelques satellites. Concernant la granulométrie celle-ci est obtenue par diffraction laser à l'aide du Malvern Mastersizer 2000 et avec de l'isopropanol comme dispersant. La répartition de la taille de particules est présentée en **Figure 43**. La taille de particules suit une distribution unimodale avec des valeurs de  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  et  $D_{90}$  de 24 μm, 35 μm et 48 μm. Les caractéristiques morphologiques et granulométriques de la poudre lui assurent une bonne coulabilité ce qui est requis pour le procédé de FA utilisé dans cette étude.

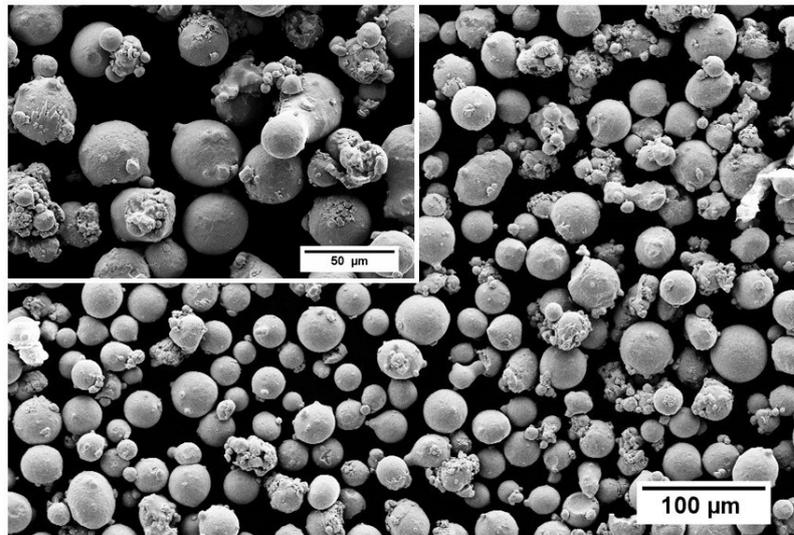


Figure 42 : Observations au MEB de la poudre Ni 20 wt. % Cr.

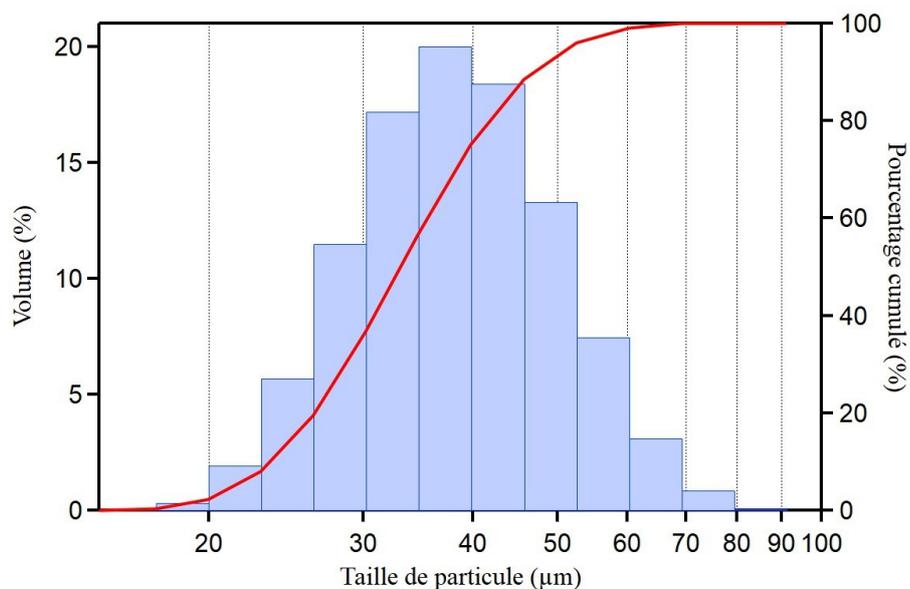


Figure 43 : Distribution de taille de particule et pourcentage cumulé de la poudre Ni 20 wt. % Cr obtenue par diffraction Laser.

### 3) Masse volumique

Le processus d'atomisation peut induire la présence de porosité à l'intérieur des particules de poudres par emprisonnement du gaz neutre. La masse volumique de la poudre est donc examinée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Accupyc 1340. La masse volumique moyenne obtenue sur 4 mesures est de  $8,483 \text{ g.cm}^{-3}$  avec un écart type de  $0,008 \text{ g.cm}^{-3}$ . La

masse volumique de l'alliage Ni 20 wt. % Cr est donnée selon les fabricants entre 8,4 et 8,5 g.cm<sup>-3</sup>. La poudre peut donc être considérée, en première approximation, comme dense.

## ***II) Procédé de fabrication additive***

### **1) Étapes de fabrication**

L'élaboration d'une pièce par le procédé de fusion sélective laser nécessite 5 étapes majeures comme montré schématiquement en **Figure 44**.

- **Étape 1 : Conception assistée par ordinateur (CAO)**

Les pièces sont dessinées en 3D par le logiciel de CAO Inspire. Cette étape permet de choisir la géométrie et les dimensions des pièces.

- **Étape 2 : Mise en place virtuelle des pièces**

Le logiciel Magics de chez Materialise est utilisé afin de positionner virtuellement les pièces sur le plateau de fabrication et également de générer les supports de fabrication. Ces supports servent à maintenir les pièces durant l'élaboration, mais également à dissiper la chaleur. La structure des supports est souvent composée d'un maillage fin permettant ainsi d'être usiné et enlevé facilement de la pièce après fabrication.

- **Étape 3 : Choix de la stratégie et des paramètres de fabrication**

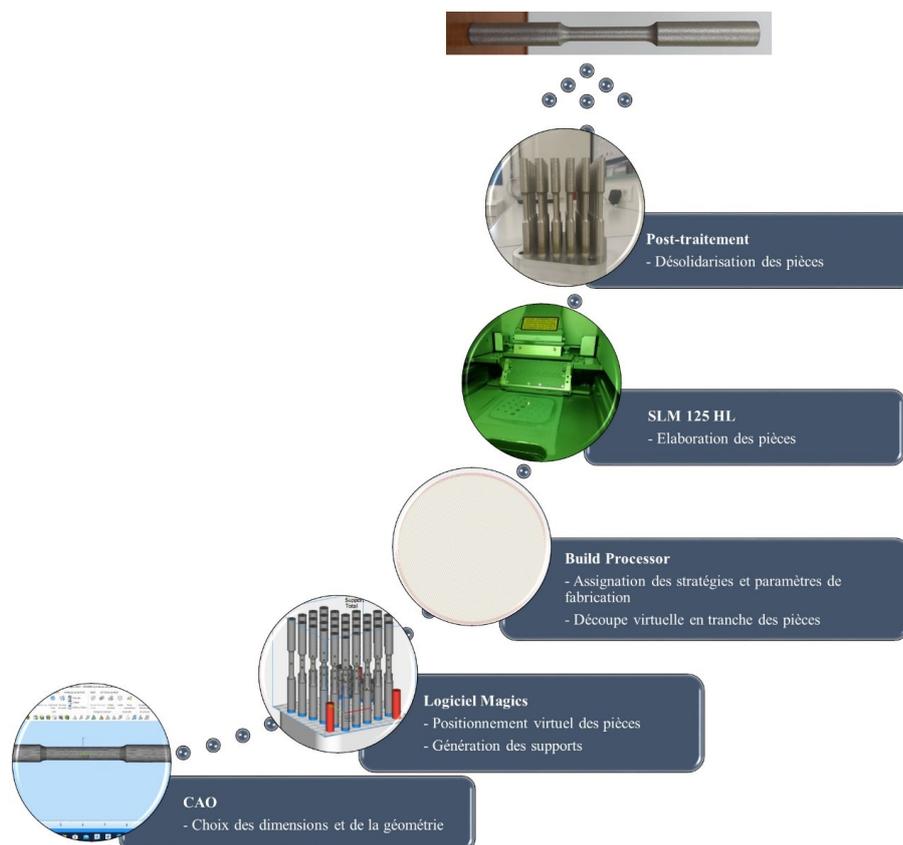
L'assignation de la stratégie laser et des paramètres de fabrication est effectuée à l'aide de la surcouche logicielle de Magics, le Build Processor. L'ensemble des paramètres reliés au laser et à son déplacement est paramétré directement dans ce logiciel (puissance, vitesse de balayage, distance entre vecteurs) et peut être assimilée indépendamment pour chaque pièce. La stratégie de balayage du laser est également modifiable avec notamment le choix du motif que le laser va exécuter ainsi que la rotation des vecteurs laser entre chaque couche. Ce logiciel permet aussi une fois les paramètres et la stratégie laser choisis de découper la pièce selon différentes couches et de calculer les trajectoires du laser pour chacune des couches. Le fichier au format propriétaire (.SLM) est ensuite généré et est importé directement dans la machine de FA pour l'élaboration.

- **Étape 4 : Élaboration des pièces**

L'étape d'élaboration est effectuée par la machine SLM 125 HL. Le fichier généré par le Build Processor est chargé par le logiciel SLM Machine Control Software (SLM MCS). Ce logiciel contrôle entièrement tous les aspects de la machine de FA et permet également de surveiller les différents capteurs de la machine.

- **Étape 5 : Post-traitements**

Une fois l'étape d'élaboration terminée, le plateau ainsi que les pièces sont récupérés. La désolidarisation des pièces du plateau de fabrication se fait par découpe des supports à l'aide d'une tronçonneuse. Le restant des supports est éliminé par polissage mécanique. D'autres étapes comprenant le sablage des pièces ou des traitements thermiques peuvent également être mises en place pour améliorer l'état de surface ou pour réduire le niveau de contrainte.



**Figure 44** : Étapes de fabrication d'une pièce en FA.

## 2) Caractéristiques techniques de la machine SLM 125 HL

La **Figure 45-a** présente une vue générale de l'extérieur de la machine de FA. Les caractéristiques techniques de la machine sont présentées dans le **Tableau 5**. Le laser utilisé est

un laser à fibre Ytterbium de forme gaussienne possédant une longueur d'onde de 1070 nm et une puissance nominale maximale de 400 W. La taille du faisceau a son point focal est de 60 µm. Le déplacement du laser est contrôlé par un jeu de miroir à l'intérieur du banc optique situé au-dessus de la chambre de construction. La **Figure 45-b** présente l'intérieur de la chambre de construction. Le substrat (ou plateau de fabrication) est en Inconel et celui-ci chauffé à 200°C durant la fabrication afin de réduire la formation de contraintes résiduelles dans les pièces lors de l'élaboration. L'atmosphère de la chambre est composée d'Argon afin de limiter l'oxydation des pièces. La pression d'oxygène à l'intérieur de la chaleur est maintenue en dessous de 0,1 %. Une surpression est également présente à l'intérieur de la chambre afin de ne pas déverser de la poudre dans la pièce où se situe la machine en cas d'incident ou d'ouverture brutale de la porte. Un flux d'Argon parcourt également la chambre avec une vitesse de 7 m/s. Celui-ci sert à évacuer les fumées et les projections lors de l'irradiation laser de la poudre. Concernant l'approvisionnement en poudre, celle-ci s'effectue par le haut de la machine grâce à la bouteille d'alimentation. La poudre s'écoule par gravité dans le système jusqu'à atteindre le barillet (non visible sur la **Figure 45**). Ce barillet sert à doser la quantité de poudre nécessaire pour former une couche dense. Enfin, la matière arrive à l'intérieur du convoyeur de poudre à l'aide de la goulotte d'alimentation et dépose celle-ci sur la plateforme de construction.

**Tableau 5** : Principales caractéristiques techniques de la SLM 125 HL.

<b>Volume maximal de construction (mm<sup>3</sup>)</b>	125.125.125
<b>Puissance laser maximale (W)</b>	400
<b>Gamme de vitesse de balayage (mm/s)</b>	100 – 10 000
<b>Couche de poudre (µm)</b>	20 - 75
<b>Diamètre du faisceau<sup>3</sup> (µm)</b>	60
<b>Atmosphère</b>	Argon
<b>Vitesse flux de gaz (m/s)</b>	7
<b>Pression d'O<sub>2</sub></b>	< 0,1 %
<b>Surpression (mbar)</b>	12

<sup>3</sup> Diamètre du faisceau au point focal

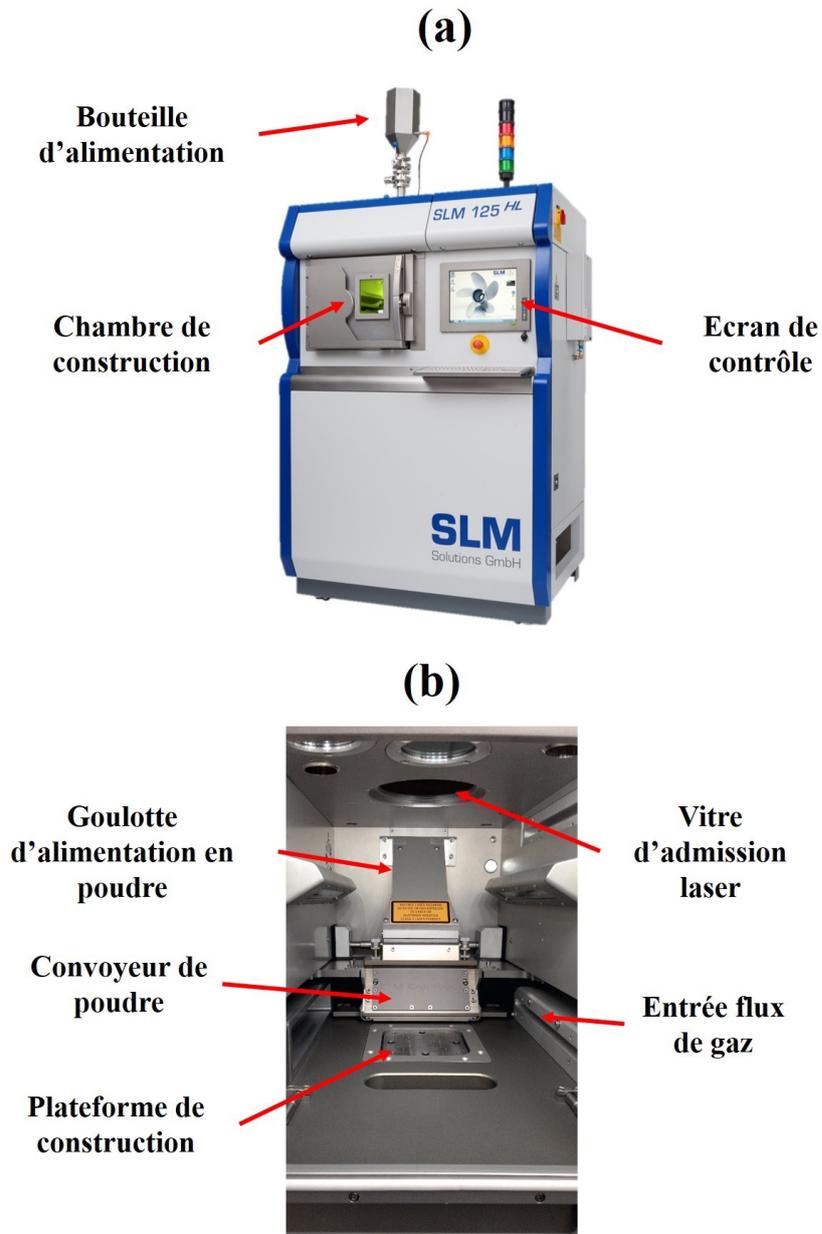


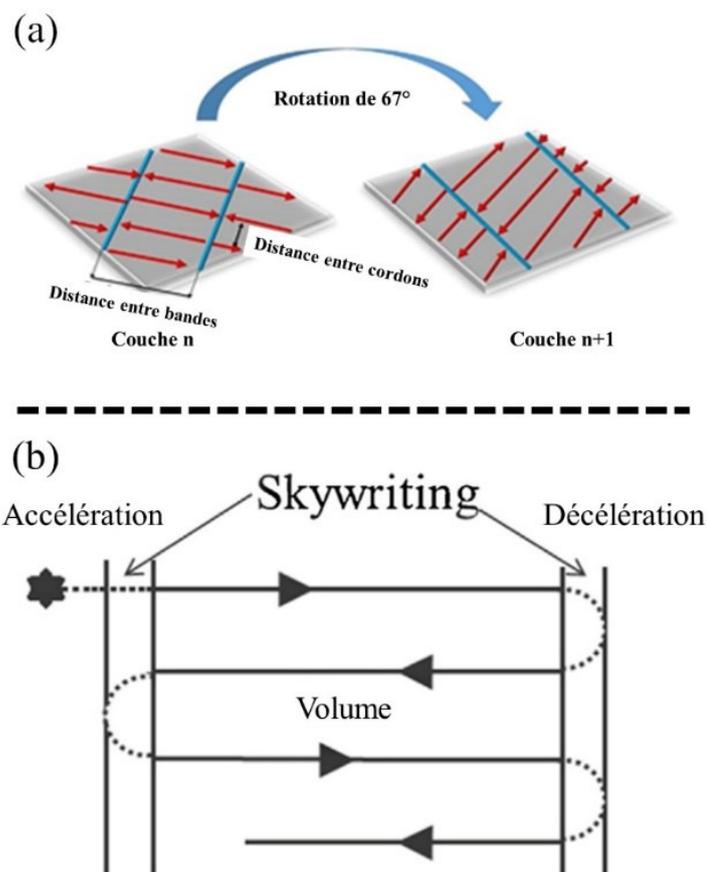
Figure 45 : (a) Vue extérieure, et (b) intérieure de la chambre de construction de la SLM 125HL.

### 3) Stratégie et paramètres de fabrication

Les paramètres de fabrication ainsi que la stratégie laser utilisée dans cette étude sont détaillés dans cette partie. Une stratégie pour l'Inconel 718 a été utilisée comme base préliminaire.

### 3.1 ) Stratégie de fabrication

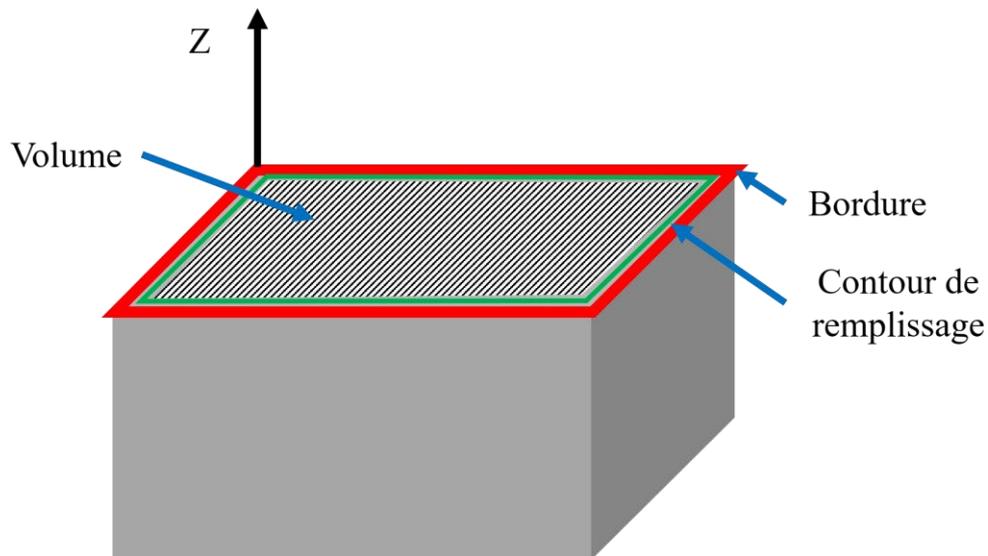
La stratégie laser utilisée est présentée schématiquement en **Figure 46-a**. Cette stratégie consiste à découper la surface de l'échantillon en plusieurs bandes espacées de 10 mm. À l'intérieur de ces bandes, le laser alterne sa direction afin de remplir l'espace. Les directions des vecteurs laser effectuent une rotation de  $67^\circ$  entre les couches. Cette rotation ayant pour but de limiter la croissance de défaut sur toute la hauteur de la pièce. L'accélération et la décélération du laser se font avec une certaine inertie entraînant une vitesse non constante sur le long d'un cordon. Pour pallier cela, la technologie Skywriting 3 est utilisée et est illustrée en **Figure 46-b**. Ce mode de balayage permet l'accélération et la décélération des miroirs avant l'activation du laser. La vitesse de balayage demeure donc a priori constante lorsque le laser est allumé formant ainsi un cordon continu.



**Figure 46** : (a) Stratégie laser utilisée avec rotation de  $67^\circ$  entre les couches. (b) Schéma de la stratégie Skywriting [80].

La stratégie décrite en amont est une stratégie pour fabriquer le volume d'une pièce. Selon les pièces et l'état de surface voulue, des stratégies de bords et de contours sont ajoutées.

La **Figure 47** présente schématiquement la section d'une pièce avec les stratégies de bords, de contour et de volume. Sur ce schéma, les zones rouges correspondent aux zones de bords, les zones jaunes à celles de contour et les zones bleues au volume. Contrairement au volume, ces stratégies balaient le pourtour de l'échantillon selon un seul vecteur laser.



**Figure 47** : Stratégie de fabrication avec bord, contour et volume.

### 3.2 ) Paramètres de fabrication

Dans cette étude, l'épaisseur de couche ainsi que les distances entre bandes et vecteurs laser sont gardées constantes et leurs valeurs sont données dans le **Tableau 6**.

**Tableau 6** : Paramètres gardés constants lors de cette étude.

<b>Distance entre vecteurs laser (mm)</b>	0,12
<b>Distance entre bandes (mm)</b>	10
<b>Épaisseur de couche (mm)</b>	0,03

Concernant les vitesses et puissances laser utilisées, le **Tableau 7** présente l'ensemble des combinaisons étudiées. La puissance évolue entre 75 W et 300 W et la vitesse de balayage entre 140 mm/s et 1340 mm/s. Afin de prendre en compte la combinaison de la puissance et de la vitesse, les échantillons sont identifiés par une valeur d'énergie volumique. Cette énergie est définie selon l'équation 1 avec P la puissance (W), v la vitesse de balayage (mm/s), h la distance entre vecteurs laser (mm) et e l'épaisseur de couche (mm). Par variation de P et v, l'énergie

volumique évolue entre  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $593 \text{ J.mm}^{-3}$ . Les paramètres industriels fournis par SLM Solution correspondent à une énergie volumique de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  avec une puissance de 200 W et une vitesse de balayage de 900 mm/s.

**Tableau 7** : Paramètres de vitesse et de puissance des échantillons.

<b>Puissance (W)</b>	<b>Vitesse (mm/s)</b>	<b>Énergie volumique (<math>\text{J.mm}^{-3}</math>)</b>
75	140	149
150	140	298
200	140	397
300	140	595
75	360	58
150	360	116
200	360	154
300	360	231
75	700	30
150	700	60
200	700	79
300	700	119
75	900	23
150	900	46
<b>200</b>	<b>900</b>	<b>62</b>
300	900	93
75	1340	16
150	1340	31
200	1340	41
300	1340	62

Concernant les stratégies de bord et de contour, ces dernières n'ont été utilisées que pour l'élaboration des éprouvettes de traction afin d'avoir un état de surface correct. La puissance de laser est de 100 W et la vitesse de balayage à 450 mm/s pour la stratégie de bord. Pour le contour, la puissance est de 125 W et la vitesse à 450 mm/s.

---

# Chapitre III : Optimisation du procédé et contrôle des microstructures

---

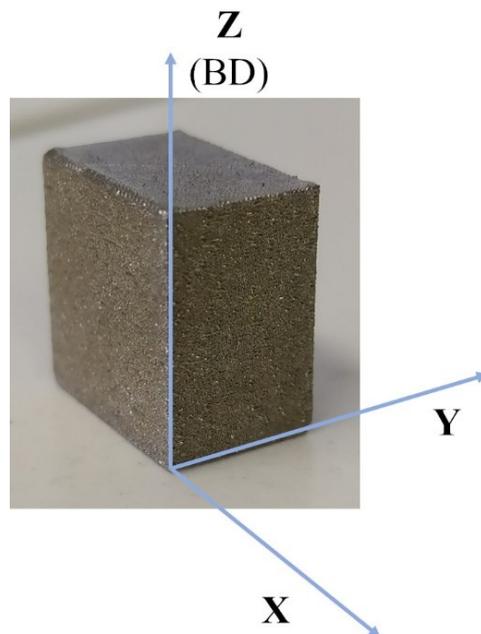
*Ce troisième chapitre se consacre à l'optimisation du procédé de FA de fusion sélective laser pour l'alliage Ni-20wt. % Cr. L'impact des paramètres de vitesse et de puissance laser sur la densité des échantillons est étudié. Ensuite, la microstructure des échantillons les plus denses est analysée par mesure de taille des zones fondues, analyse EBSD et mesure de l'espace inter dendritique. L'ensemble de ces résultats permet d'apporter des éléments de compréhension sur l'effet des paramètres de fabrication sur la croissance granulaire du Ni 20 wt. % Cr en fusion sélective laser.*

---

## ***I) Optimisation du procédé de fabrication***

### 1) Évolution de la densité selon l'énergie de fabrication

L'énergie de fabrication (ou énergie volumique) a été décrite dans le chapitre 2 et caractérise l'énergie apportée au lit de poudre par le laser. Dans cette étude, l'énergie de fabrication évolue entre  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $595 \text{ J.mm}^{-3}$ . La densité des échantillons est obtenue en faisant le rapport entre la masse volumique de l'échantillon obtenue à l'aide de la balance d'Archimède et la masse volumique de référence, à savoir celle de la poudre obtenue par un pycnomètre à hélium et a pour valeur  $8,48 \text{ g.cm}^{-3}$ . Une optimisation préliminaire des paramètres de fabrication a été également effectuée et concerne l'épaisseur de couche et la distance entre vecteurs laser. Les résultats de cette étude préliminaire sont présentés en **Annexe A**. Un exemple d'échantillon utilisé pour cette étude est présenté en **Figure 48**. Les dimensions de ces échantillons sont de  $(10 \times 15 \times 20) \text{ mm}$  (longueur x largeur x hauteur) avec l'axe Z correspondant à la direction de construction (BD).

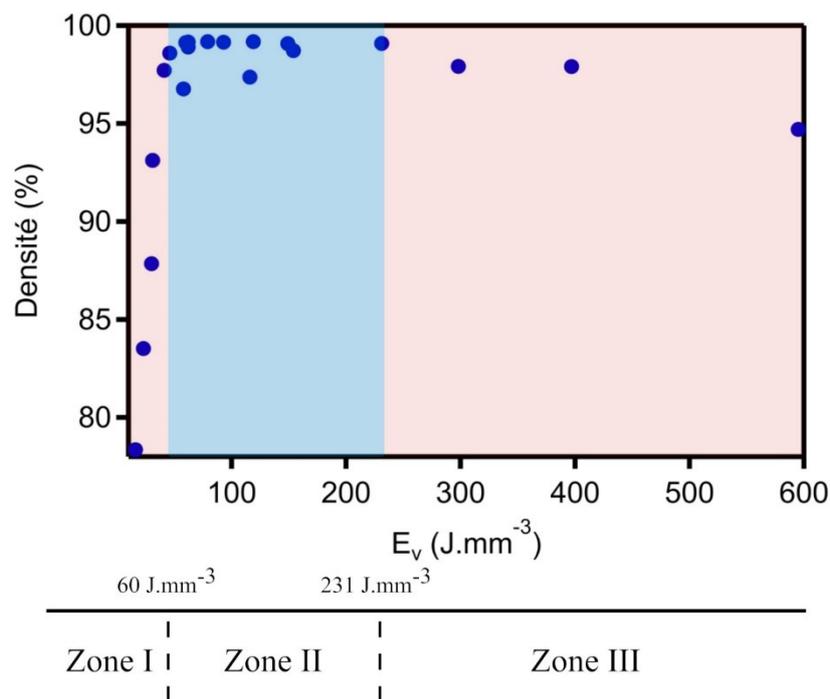


**Figure 48** : Exemple d'échantillon utilisé pour l'optimisation du procédé et les analyses microstructurales.

La **Figure 49** présente l'évolution de la densité en fonction de l'énergie volumique. La courbe obtenue est cohérente avec les résultats obtenus de la littérature [27], [30], [84], [133]. La plus basse densité est mesurée pour l'échantillon élaboré à  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  et a pour valeur 78,4 %.

La densité est supérieure à 99 % pour les échantillons avec une énergie comprise entre  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $231 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'évolution de la densité selon l'énergie de fabrication peut se schématiser en trois zones distinctes comme présentées ci-dessous :

- **Zone I** ( $E_v < 60 \text{ J.mm}^{-3}$ ) : Dépendance positive de la densité en fonction d'EV
- **Zone II** ( $E_v \in [60-231 \text{ J.mm}^{-3}]$ ) : Densité constante
- **Zone III** ( $E_v > 231 \text{ J.mm}^{-3}$ ) : Dépendance négative de la densité en fonction d'EV



**Figure 49** : Évolution de la densité en fonction de l'énergie volumique et identification des trois zones caractéristiques.

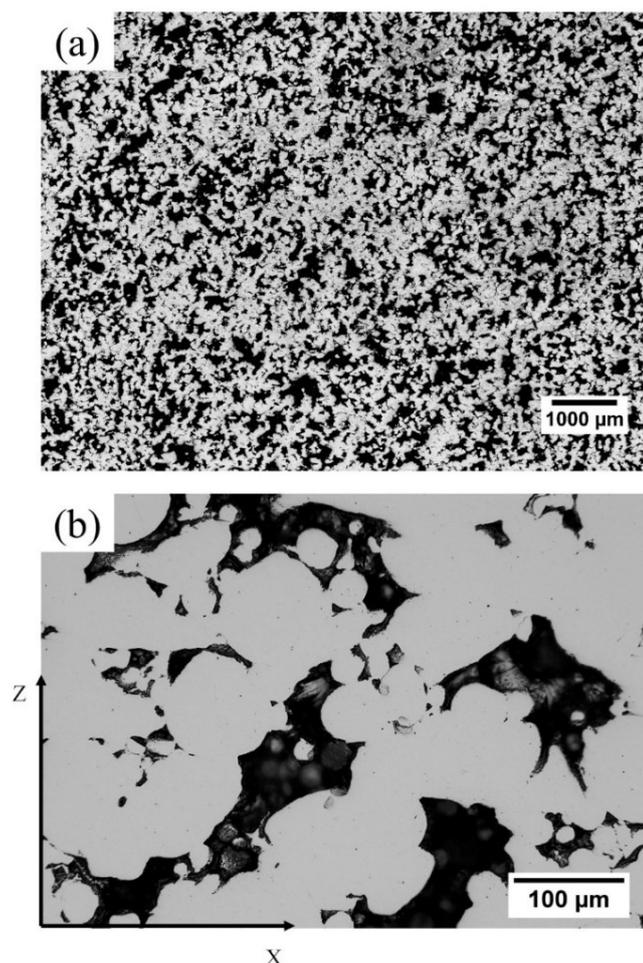
## 2) Identification des défauts

L'énergie de fabrication a un fort impact sur la densité des échantillons. La formation de défauts tels que des porosités ou des manques de matière est liée directement à l'énergie délivrée par le laser [81]. Selon les zones identifiées sur la **Figure 49**, les mécanismes de formations des défauts diffèrent. Des observations microstructurales ont été effectuées selon le plan XZ pour trois échantillons appartenant chacun à une zone spécifique de la courbe présentée en **Figure 49** :  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  (Zone I),  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  (Zone II) et  $593 \text{ J.mm}^{-3}$  (Zone III). Pour chacun de ces

échantillons, le nombre de pores, leurs tailles et leurs morphologies sont déterminées par analyse d'image. Le protocole de polissage utilisé pour la préparation des échantillons est présenté en Annexe B.

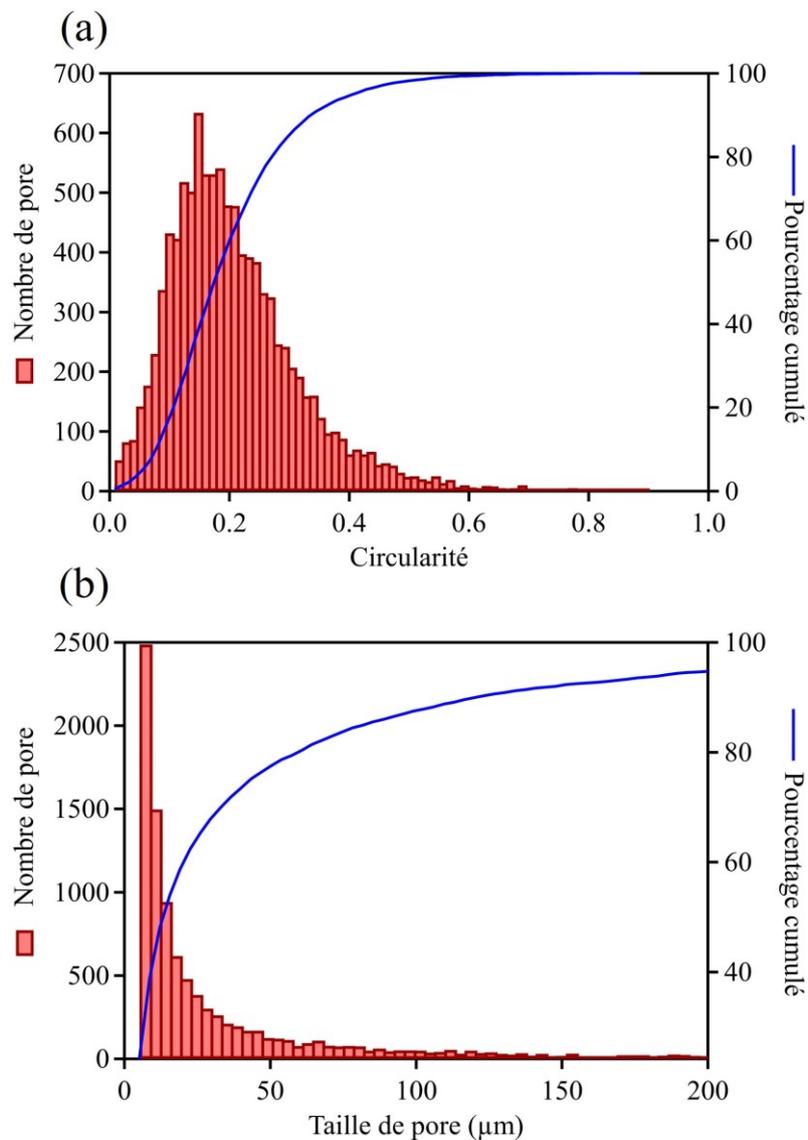
### 2.1 ) Zone I ( $E_v < 60 \text{ J.mm}^{-3}$ )

À faible énergie de fabrication, la surface polie de l'échantillon montre de multiples porosités (**Figure 50-a**). Ces porosités semblent également former un réseau de pores à l'intérieur de l'échantillon. L'agrandissement de la microstructure présentée en **Figure 50-b**, permet de mettre en évidence la présence de particules sphériques identifiées comme de la poudre non fondue ou partiellement fondue. Ce genre d'observations a déjà été mis constaté pour de nombreux alliages comme reporté au cours du premier chapitre [87], [134]–[136]. La faible énergie de fabrication ne permet pas de fondre complètement la poudre et forme donc des cordons discontinus.



**Figure 50** : Observations selon le plan XZ de l'échantillon élaboré à  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  : (a) vue générale de la surface polie, (b) agrandissement de la surface polie.

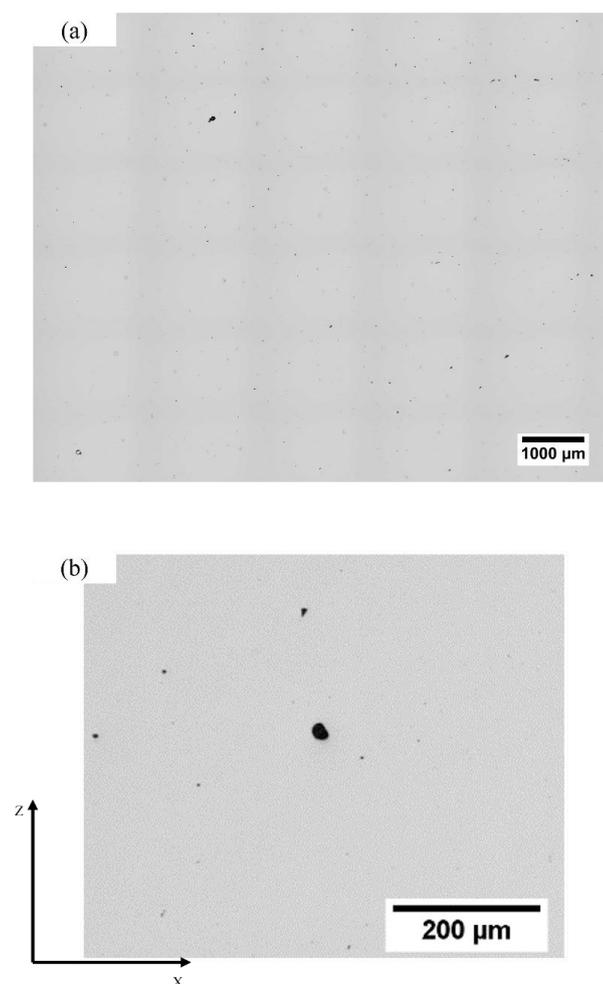
La **Figure 51** présente les distributions de la circularité des pores pour l'échantillon élaboré à  $16 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'aire totale des pores est estimée à 36,02 % de la surface totale de l'échantillon. Cette valeur est supérieure à celle obtenue par balance d'Archimède (21,64%) et s'explique par le fait que cet échantillon présente de nombreuses porosités ouvertes. La mesure par Archimède est donc faussée par le remplissage de ces porosités par l'éthanol nécessaire à la mesure. La circularité est calculée en faisant le rapport de l'aire de la particule par rapport à son périmètre au carré, ce facteur évolue entre 0 pour une particule allongée et 1 pour une particule circulaire. D'après l'histogramme présenté en **Figure 51-a**, la porosité a une forme majoritairement allongée avec une valeur moyenne du facteur de forme de 0,2. La taille moyenne des pores est de  $35 \mu\text{m}$  d'après la **Figure 51-b**.



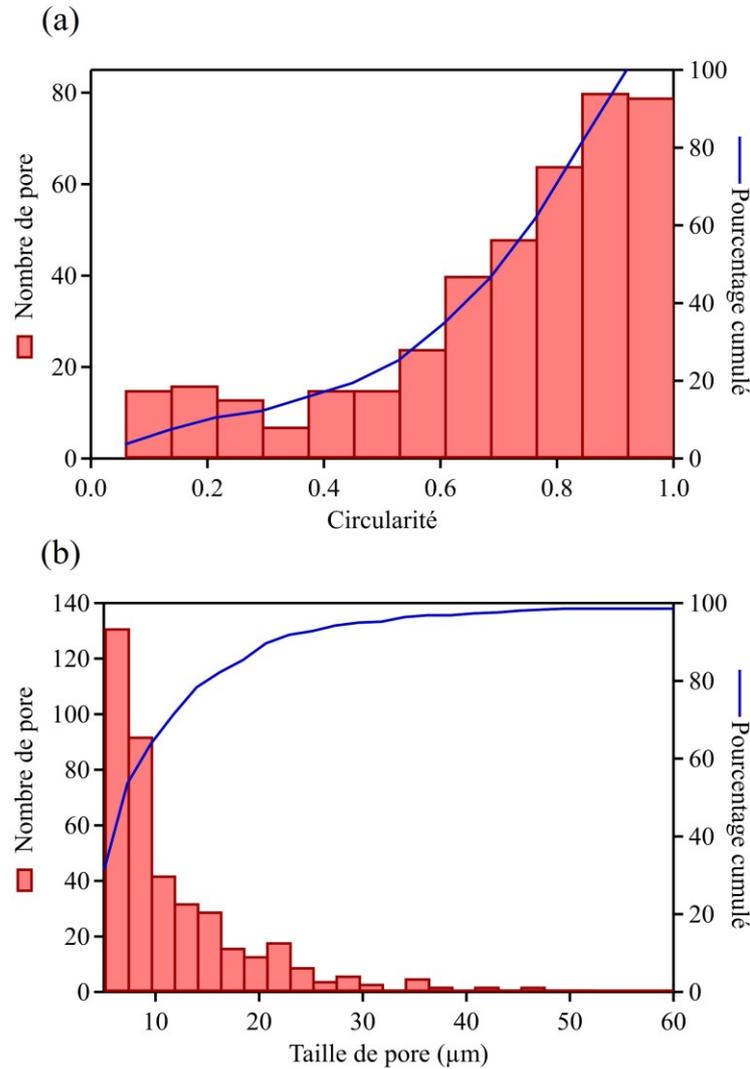
**Figure 51** : Résultats de l'analyse d'image pour l'échantillon élaboré à  $16 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Distribution de la circularité. (b) Distribution de la taille des pores.

## 2.2 ) Zone II ( $E_v \in [60 - 231 \text{ J.mm}^{-3}]$ )

La deuxième zone correspond à une valeur constante de la densité pour une énergie volumique variant entre  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . La **Figure 52** présente la surface polie ainsi de l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  selon le plan XZ. Ces micrographies montrent qu'il y a très peu de porosités visibles en microscopie optique. Les distributions de formes et de taille obtenues par analyse d'image sont présentées en **Figure 53**. Le pourcentage surfacique de porosité représente 0,083 % de la surface totale des échantillons. La morphologie de la porosité est circulaire avec une valeur moyenne de circularité de 0,7. La taille moyenne de porosité est de  $8 \mu\text{m}$ . Le faible nombre de porosités indique que les conditions d'élaborations sont idéales pour la formation de l'alliage. La forme circulaire des pores peut être liée au piégeage de bulles du gaz neutre à l'intérieur du bain liquide de la solidification. Ceci est inévitable en FA du fait du balayage constant du flux de gaz à l'intérieur de la chambre de fabrication [137].



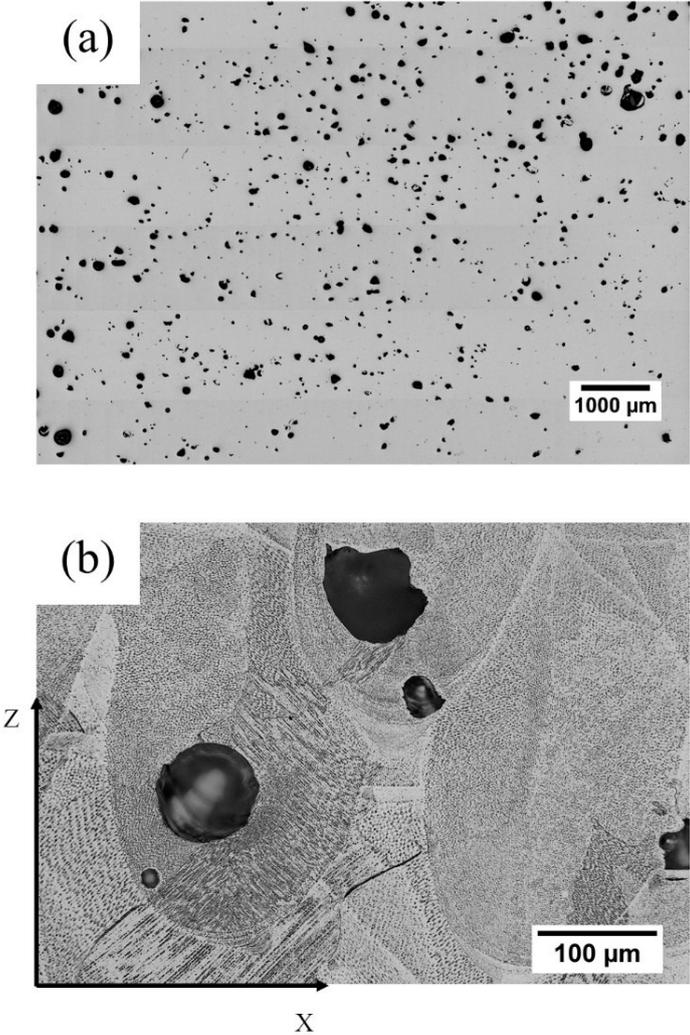
**Figure 52** : Observations de la surface selon le plan XZ pour l'échantillon à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Vue générale de la surface polie, (b) agrandissement de la surface polie.



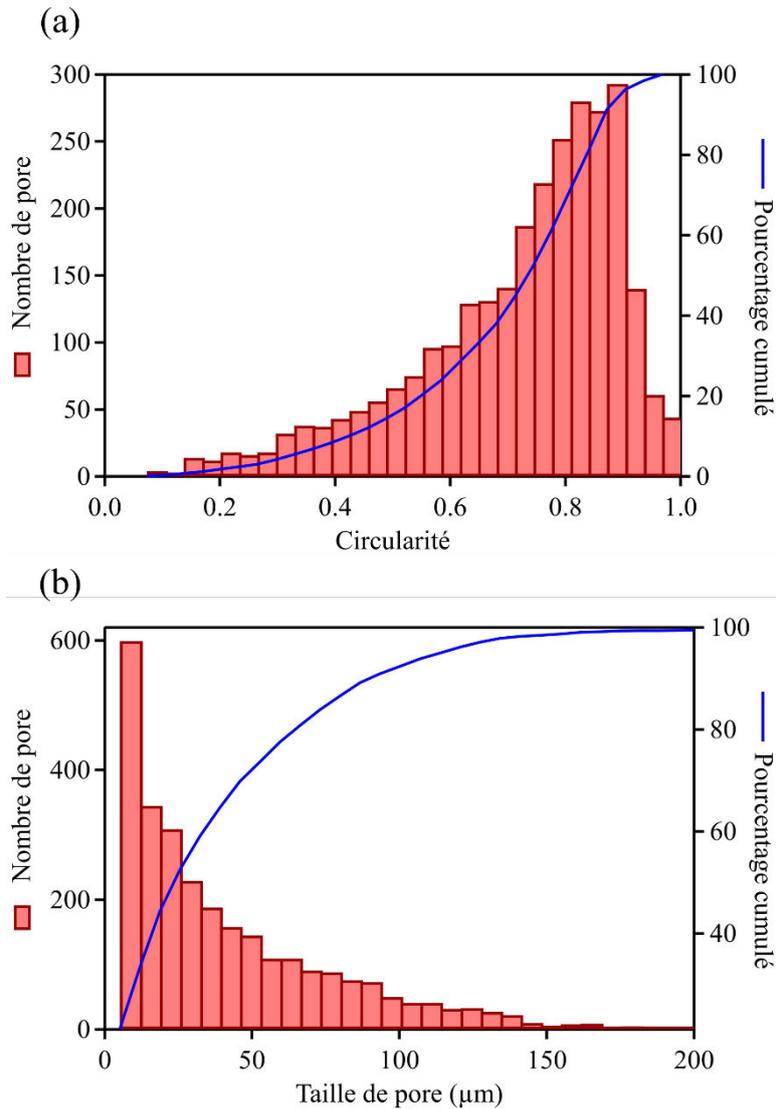
**Figure 53** : Résultats de l'analyse d'image pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Distribution de la circularité. (b) Distribution de la taille des pores.

### 2.3 ) Zone III ( $E_v > 230 \text{ J.mm}^{-3}$ )

Une vue générale de la surface polie XZ de l'échantillon effectuée avec une énergie de  $593 \text{ J.mm}^{-3}$  est montrée en **Figure 54-a**. La surface totale de porosité mesurée par analyse d'image est de 5,08 %. Cette valeur est en adéquation avec la valeur obtenue par balance d'Archimède qui est de 5,13%. La porosité rencontrée ici possède une forme majoritairement sphérique comme l'indique la valeur moyenne du facteur de forme moyen qui est de 0,8 (**Figure 55-a**). La porosité est localisée à l'intérieur de ces bains de fusions comme le montre la **Figure 54-b** ce qui est caractéristique d'une porosité dû à l'effet « Keyhole ».



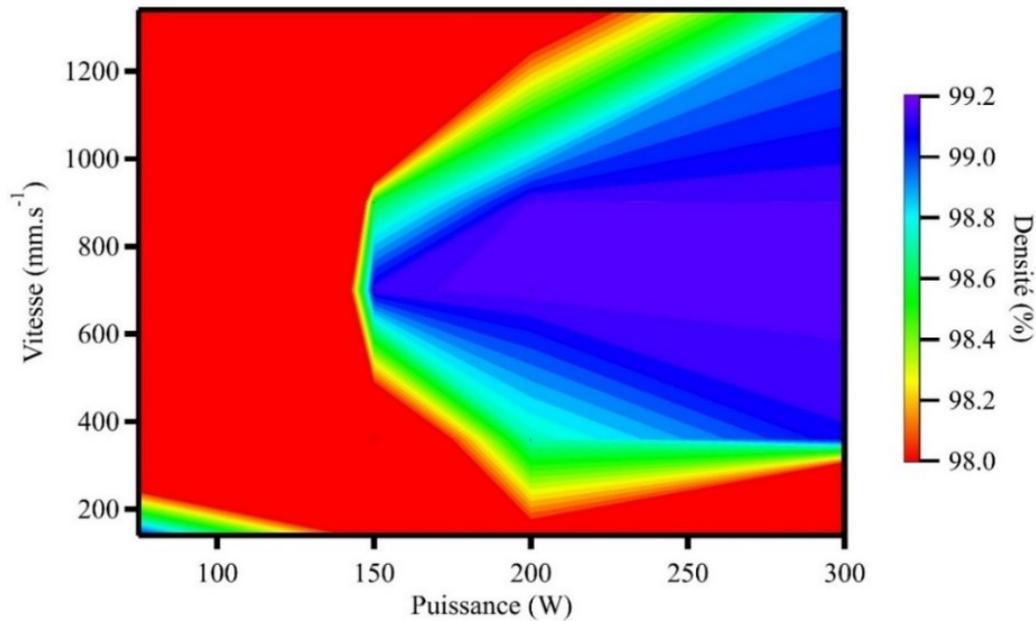
**Figure 54** : Observations du plan XZ de l'échantillon élaboré à  $593 \text{ J.mm}^{-3}$  (a) vue générale de la surface polie, (b) vue de la microstructure présentant de la porosité à l'intérieur des bains de fusions.



**Figure 55** : Résultats de l'analyse d'image pour l'échantillon élaboré à  $593 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Distribution du facteur de forme. (b) Distribution de la taille de pore.

### 3) Gamme optimale de vitesse et de puissance laser

La cartographie présentée en **Figure 56** représente l'évolution de la densité selon les différents couples de vitesse et de puissance étudiée. Les zones en rouge correspondent à une combinaison des paramètres donnant une densité inférieure à 98 % et les zones en bleues foncées sont celles où la densité est la plus élevée avec une valeur supérieure à 99 %. La densité maximale est obtenue pour une puissance comprise entre 150 W et 300 W et pour une vitesse comprise entre 360 mm/s et 900 mm/s.



**Figure 56** : Cartographie permettant d'identifier les gammes de vitesse et de puissance optimales pour l'élaboration.

#### *IV) Effet des paramètres sur la microstructure*

Les paramètres de fabrication ont un fort impact sur la croissance granulaire en fusion sélective laser. L'étude de Liu et al. sur l'Inconel 718 a montré la possibilité de changer la taille de grain ainsi que la texture en adaptant les paramètres de fabrication [78]. L'évolution de la microstructure est dépendante de l'histoire thermique que subit la pièce. Le changement des paramètres de fabrication ou de la stratégie du laser entraîne une modification de la température de la zone fondue ainsi que de la distribution de chaleur [138]. L'optimisation de la vitesse et de la puissance a permis d'établir une large gamme d'énergie volumique où la densité est  $> 99\%$ . Le **Tableau 8** présente les paramètres de fabrication des échantillons utilisés pour l'étude microstructurale.

**Tableau 8** : Paramètres d'élaboration et densité des échantillons

$E_v$ ( $J.mm^{-3}$ )	P (W)	V (mm/s)	Densité (%)
46	150	900	98,59
60	150	700	99,13
90	300	900	99,15
120	300	700	99,18
230	300	360	99,09

## 1) Description générale de la microstructure

La microstructure d'un matériau élaboré par fusion sélective laser présente plusieurs niveaux d'observations. La **Figure 57** présente de manière succincte les différentes strates microstructurales selon l'échelle d'observation.

### ➤ **Bains de fusion (~ 100 µm)**

La première échelle d'observation permet de visualiser les bains de fusion. Cette structure témoigne de la solidification de la matière après le passage du laser. Une différence de morphologie des bains de fusion est observée entre les plans parallèle (XZ) ou perpendiculaire (XY) à la direction de construction.

### ➤ **Microstructure dans le bain de fusion (~ 50 µm)**

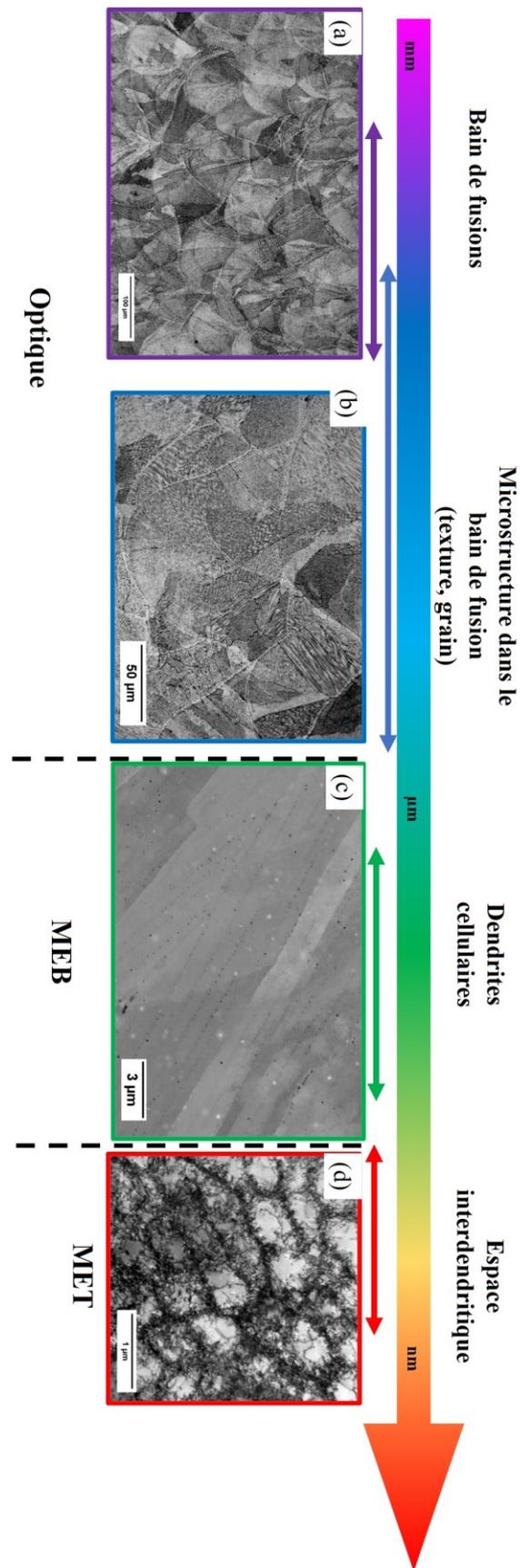
La **Figure 57-b** présente la micrographie MEB d'un bain de fusion. Plusieurs grains sont visibles à l'intérieur de celui-ci avec une taille comprise entre 60 µm et 100 µm.

### ➤ **Dendrites cellulaires (~ 500 nm)**

Chaque grain est composé d'une sous structure de solidification avec une direction de croissance identique comme le montre la **Figure 57-c**. Cette structure de solidification a une morphologie de croissance dendritique cellulaire avec une largeur de cellules d'environ 500 nm. L'espace entre les cellules est constitué de particules de diamètre 50 nm et espacées régulièrement de 200 nm.

### ➤ **Espace interdendritique (< 100 nm)**

L'espace interdendritique est observé par microscope électronique à transmission, est montré en **Figure 57-d**. Une forte densité de dislocation est visible entre les dendrites cellulaires due aux faibles désorientations cristallographiques entre chaque dendrite.



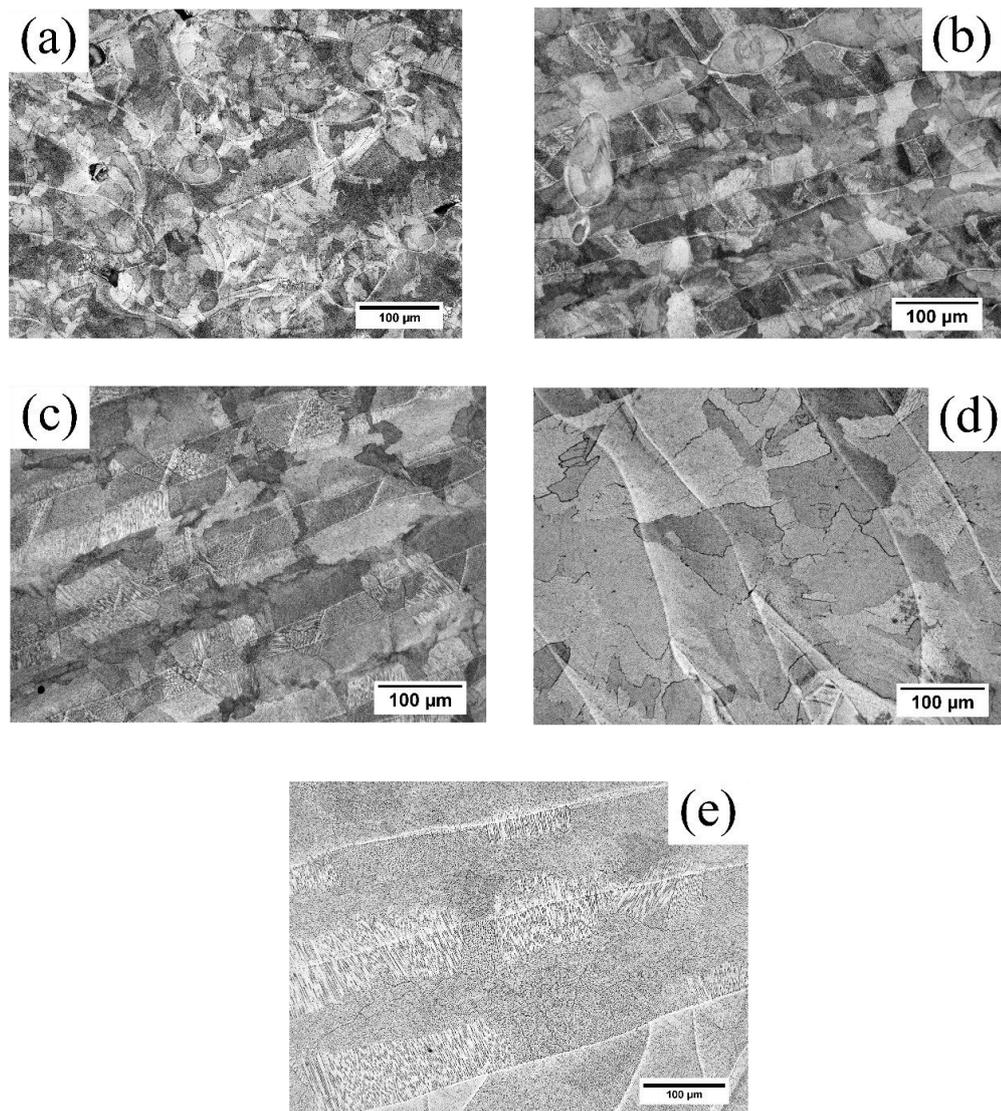
**Figure 57** : Microstructure générale du Ni 20wt. % Cr en FA selon le plan XZ. (a) Bains de fusions. (b) Microstructure dans le bain de fusion. (c) Dendrites cellulaire. (d) Espace intercellulaire.

## 2) Etude des bains de fusion

Les bains de fusion sont observés selon le plan XY et XZ en optique à l'aide du microscope Olympus BX53M, après attaque chimique suivant le protocole opératoire présenté en Annexe B.

### 2.1 ) Plan XY

La **Figure 58** présente les microstructures observées au microscope optique selon le plan XY. Les bains de fusion ont pour l'ensemble des énergies de fabrication la même morphologie. Celle-ci consiste en un amas de bandes parallèles entre elles pour une même couche et a déjà été renseignée de nombreuses fois dans la littérature pour cette stratégie de fabrication [125]. Des porosités sont observées pour l'échantillon élaboré à plus basse énergie ce qui est cohérent avec la densité mesurée inférieure à 99 % (**Figure 58-a**). La largeur des cordons est déterminée qualitativement et permet de mettre en évidence qu'il y a augmentation en taille des cordons avec l'énergie volumique. Pour les basses énergies de fabrications (**Figure 58-a, b**), la largeur des cordons est inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . À partir de 90  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$  (**Figure 58-c**), cette valeur devient supérieure à 100  $\mu\text{m}$  pour augmenter de manière encore plus significative pour les fortes énergies de fabrication (**Figure 58-d, e**).

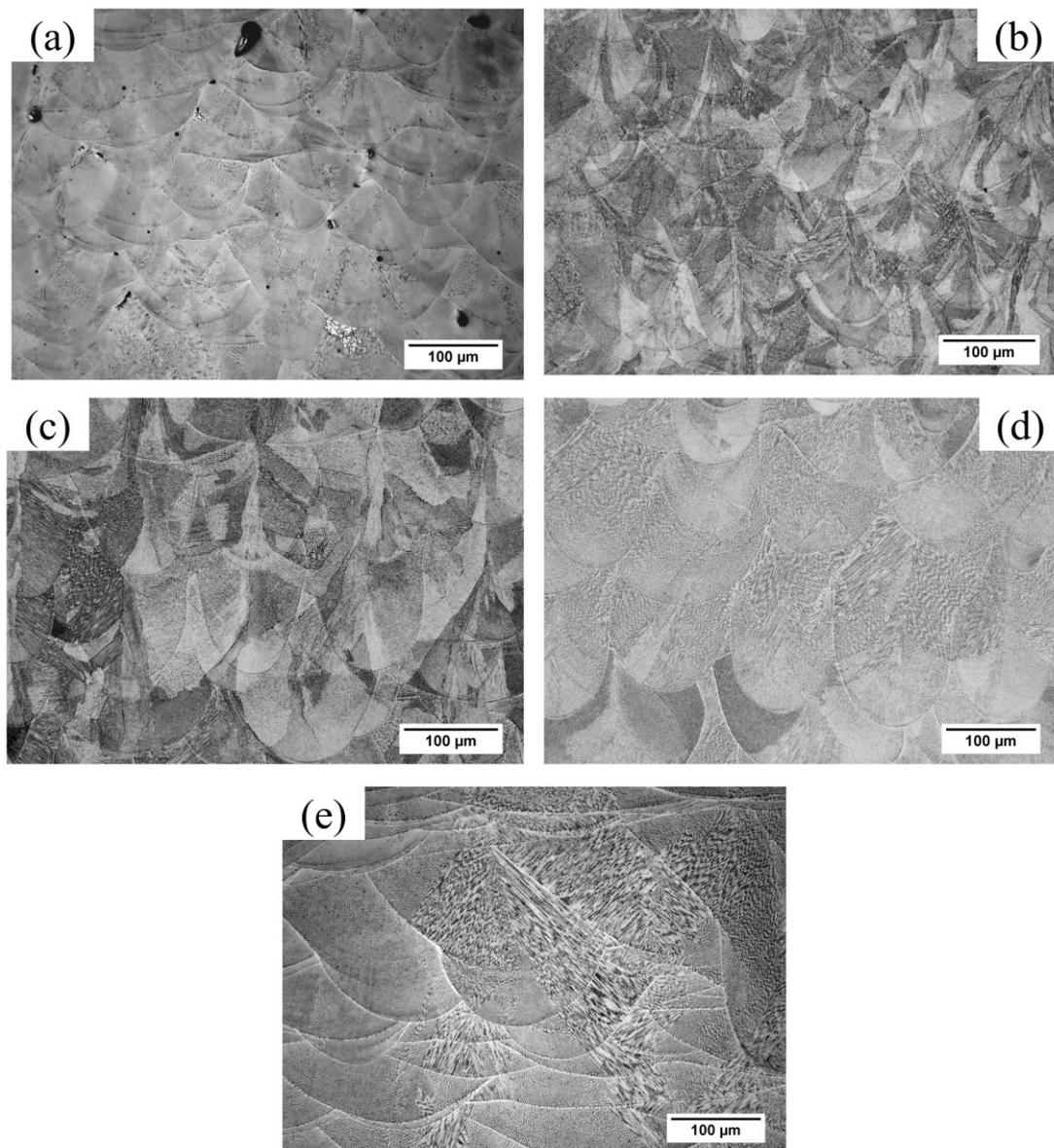


**Figure 58** : Microstructure observée au microscope optique selon le plan XY : (a)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , (b)  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , (c)  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , (d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  et (e)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ .

## 2.2 ) Plan XZ

La **Figure 59** présente les microstructures observées au microscope optique selon le plan XZ pour l'ensemble des énergies de fabrication. La direction de construction (axe Z) est orientée verticalement sur les micrographies. Les bords de fusion selon le plan XZ ont une géométrie de demi-ellipse aussi appelée « fisch-scale pattern » [139]. Cette structure résulte de la fusion par le laser d'une couche de poudre. Identiquement aux observations effectuées sur le plan XY, un accroissement de la taille des zones fondues est observé. L'échantillon élaboré à plus basse énergie (**Figure 59-a**) a un nombre considérable de porosité localisée dans les bords de fusions et à la jonction entre deux bords de fusions. Un changement de morphologie des

bains de fusion est également observé selon l'énergie de fabrication. A faible énergie de fabrication (**Figure 59-a,b**), la largeur des bains de fusion semble être supérieure à la profondeur. Pour les énergies de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  (**Figure 59-c,d**), la largeur et la profondeur des zones fondues semblent être de la même taille. Ce fait peut indiquer un changement de distribution de chaleur passant d'un mode de conduction à un régime « keyhole ». Pour l'énergie de fabrication la plus importante (**Figure 59-e**), le fort recouvrement entre bains de fusion ne permet pas d'avoir significative sur la forme des bains de fusion.

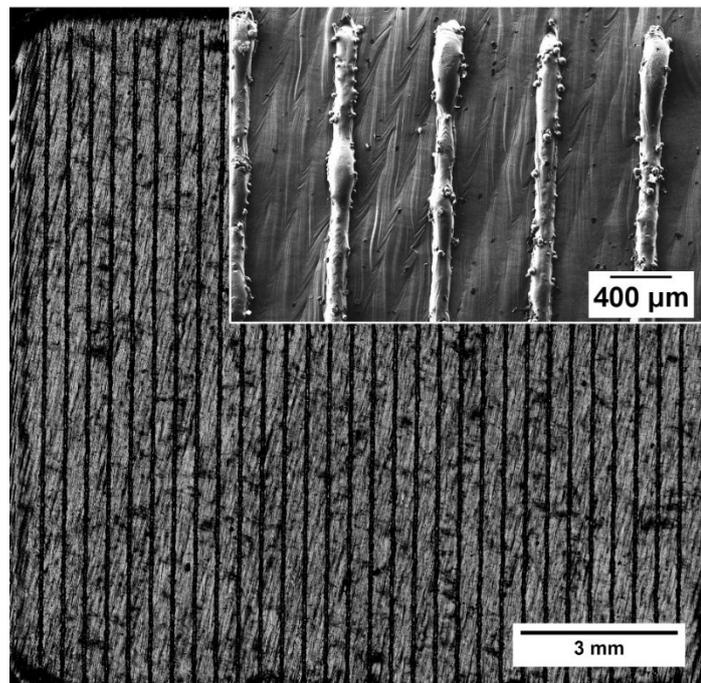


**Figure 59** : Microstructure selon le plan XZ pour les échantillons élaborés à : (a)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , (b)  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , (c)  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , (d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  et (e)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ .

## 2.3 ) Mesure des bains de fusion

### (a) Dispositif de mesure

La détermination des caractéristiques géométriques des zones fondues est rendue difficile sur un matériau composé de plusieurs cordons par le fait qu'il y a du recouvrement entre les cordons. Un dispositif est donc élaboré afin de pouvoir mesurer les caractéristiques géométriques d'un seul cordon (**Figure 60**). Celui-ci consiste en un substrat sur lequel 30 cordons sont disposés et séparés d'une distance de 500  $\mu\text{m}$ . Les valeurs de largeur et de profondeur sont ensuite déterminées par analyse d'image. Pour chaque échantillon, plus de 120 bains de fusion ont été analysés.



**Figure 60** : Exemple de pièce composée de multiples monocordons permettant les mesures de largeur et profondeur des bains de fusion.

### (b) Profondeur et largeur des bains de fusion

La **Figure 61** présente les observations au microscope optique des bains de fusion, un exemple pour les mesures de la largeur et de la profondeur est donné en **Figure 61-d**. L'énergie de fabrication impacte la taille et la forme des bains de fusion. Le **Tableau 9** résume les valeurs moyennes obtenues ainsi que les écarts types pour chaque énergie. Une augmentation significative de la largeur et de la profondeur avec l'énergie volumique est observée entre 46  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$  et 120  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ . La largeur passe de 98  $\mu\text{m}$  pour l'énergie de 46  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$  à 157  $\mu\text{m}$  pour

120 J.mm<sup>-3</sup> et la profondeur évolue de 34 µm à 130 µm. L'augmentation de la taille des bains de fusion avec l'énergie de fabrication a déjà été recensée à de nombreuses reprises dans la littérature [28], [79], [140]. L'augmentation de l'énergie entraîne une distribution de chaleur plus importante. Néanmoins, pour l'énergie de 230 J.mm<sup>-3</sup>, les résultats obtenus sont incohérents avec les tendances observées dans la littérature. La largeur est de 238 µm, mais la profondeur est seulement de 71 µm. Ce résultat est incohérent avec les observations microstructurales présentées en **Figure 59-e** et peut-être due à un problème lors de l'élaboration de l'échantillon.

La forme des bains de fusion indique de manière qualitative le régime de fusion de la matière (conduction ou « keyhole »). En régime de conduction, le laser irradie uniquement la surface de la poudre, la chaleur est ensuite transmise par diffusion dans le lit de poudre [92]. Pour ce régime, le bain de fusion est plus large que profond. Le ratio entre la profondeur et la largeur est très inférieur à 1. En régime keyhole, l'énergie du laser est importante, la température de la zone fondue dépasse la température d'ébullition du matériau et forme une plume de gaz permettant au laser de pénétrer profondément dans la matière. Le ratio entre la profondeur et la largeur est supérieur à 1.

Les ratios entre la profondeur et la largeur évoluent entre 0,3 pour l'énergie de 46 J.mm<sup>-3</sup> et 0,82 pour l'énergie de 120 J.mm<sup>-3</sup>. Ces résultats indiquent qu'il y a un changement de régime de fusion passant d'un mode de conduction à un mode keyhole.

**Tableau 9** : Valeurs de largeur et de profondeur mesurées sur monocordons.

<b>E<sub>v</sub></b> <b>(J.mm<sup>-3</sup>)</b>	<b>Largeur</b> <b>(µm)</b>	<b>Profondeur</b> <b>(µm)</b>
<b>46</b>	98 (12)	34 (7)
<b>60</b>	116 (10)	72 (8)
<b>90</b>	126 (38)	87 (40)
<b>120</b>	157 (13)	130 (22)
<b>230</b>	238 (15)	71 (13)

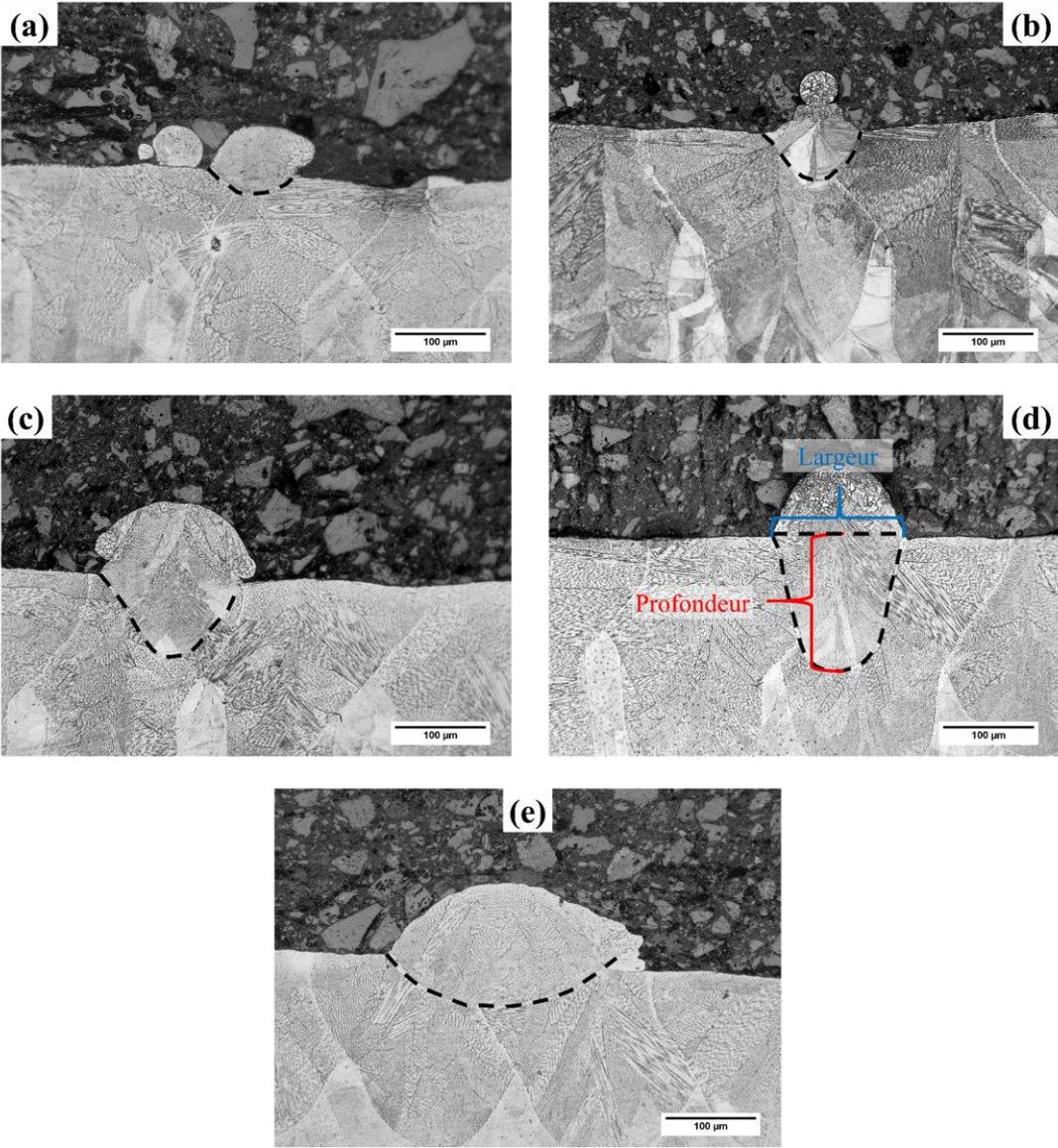


Figure 61 : Observations des bains de fusion à (a)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , (b)  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , (c)  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  (d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  et (e)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ .

### 3) Texture et taille de grains

La texture ainsi que la taille de grains sont déterminées par analyse EBSD au microscope électronique à balayage JEOL 7900F. Les cartographies sont effectuées pour l'ensemble des échantillons selon les plans XY et XZ.

#### 3.1 ) Plan de balayage du laser (XY)

La **Figure 62** présente les cartographies IPF (« Inverse Pole Figure ») des échantillons selon le plan de balayage du laser (plan XY) ainsi que la taille moyenne de grain  $d$ . Celles-ci sont classées par ordre croissant d'énergie de fabrication. Les lignes hachurées sur les cartographies représentent les limites des bains de fusions. Les figures de pôles pour les plans (001), (110) et (111) sont présentées en **Figure 63**. Pour ce plan d'observation, les axes X et Y n'ont pas été orientés par rapport aux directions de la caméra EBSD. La direction de construction (BD) est perpendiculaire au plan d'observation.

Un accroissement de la taille de grains avec l'énergie volumique est observé passant d'une valeur moyenne de  $26 \mu\text{m}$  pour  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  (**Figure 62-a**) à  $90 \mu\text{m}$  pour  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . Pour la morphologie des grains, trois types principaux de morphologies sont recensés selon l'énergie de fabrication. La première morphologie est observée pour les échantillons élaborés à faible énergie (**Figure 62-a, b**). Pour ces échantillons, la microstructure est constituée de grains de petite taille au niveau du bord des bains de fusions ( $\sim 10\mu\text{m}$ ) et des grains de plus grande taille à l'intérieur des bains de fusion. Ces grains ne semblent pas avoir de directions particulières de croissances par rapport aux bains de fusions. A contrario, les échantillons élaborés à haute énergie (**Figure 62-d, e**) ont des grains avec une morphologie différente. La direction de croissance des grains par rapport aux bains de fusions se fait majoritairement avec un angle à  $90^\circ$ . Enfin, pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  (**Figure 62-b**), la morphologie des grains est un mixte entre la morphologie à basse énergie de fabrication et celle à haute énergie de fabrication. Ce changement de morphologie des grains associé aux paramètres de fabrication a déjà été observé par Watring et al. pour l'Inconel 718 [87].

Outre la morphologie et la taille de grain, l'énergie de fabrication influence également la formation de la texture. En effet, la densité de pôle évolue entre une valeur de 3 mrd (densité maximale de pôle) pour l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  à une valeur de 7 mrd pour l'échantillon à  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . La texture formée pour les échantillons à haute énergie de fabrication ( $120 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ ) est une texture de type Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$ .

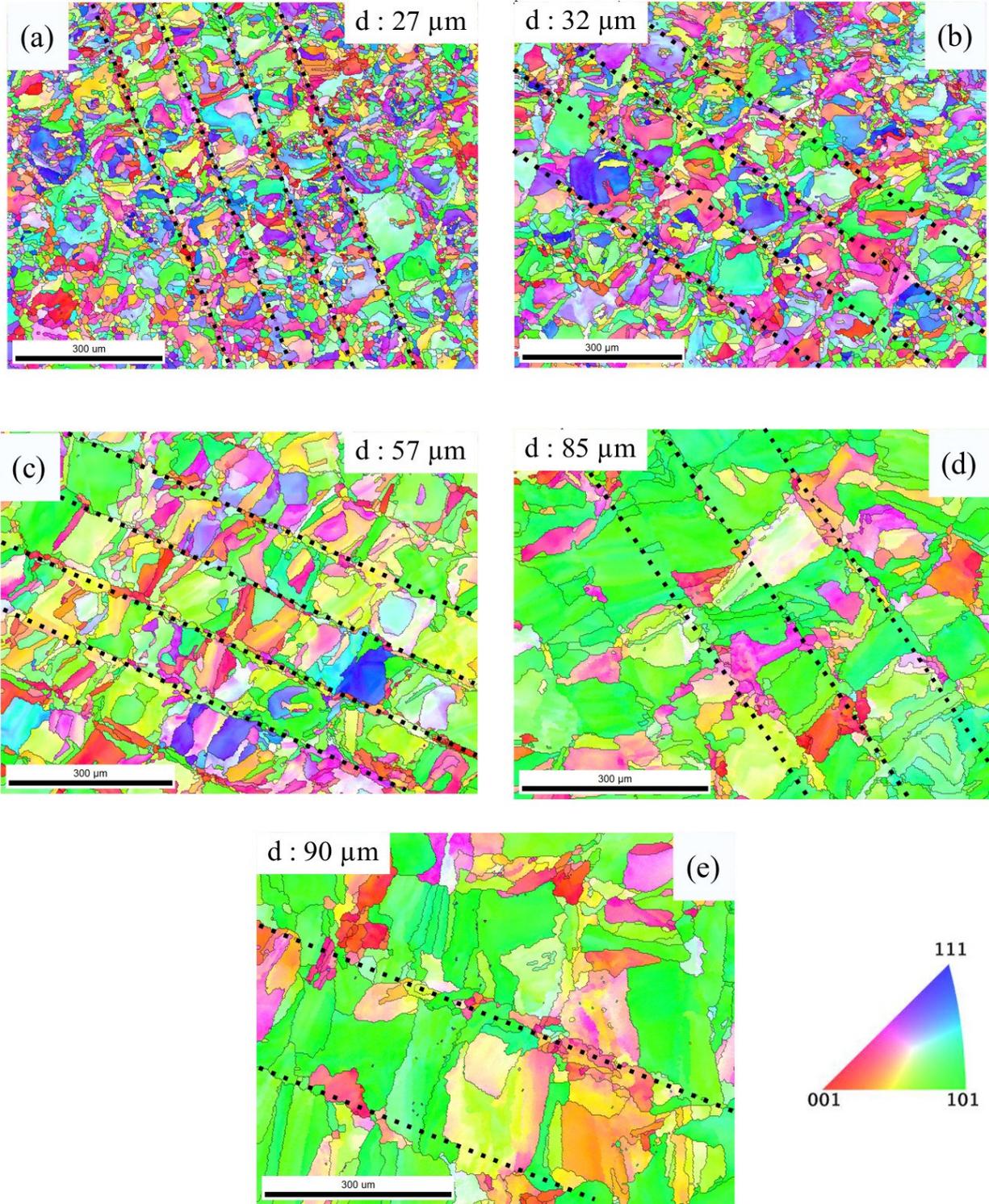


Figure 62 : Cartographie IPF selon le plan XY pour les échantillons élaborés à (a) 46 J.mm<sup>-3</sup>, (b) 60 J.mm<sup>-3</sup>, (c) 90 J.mm<sup>-3</sup>, (d) 120 J.mm<sup>-3</sup> et (e) 230 J.mm<sup>-3</sup>.

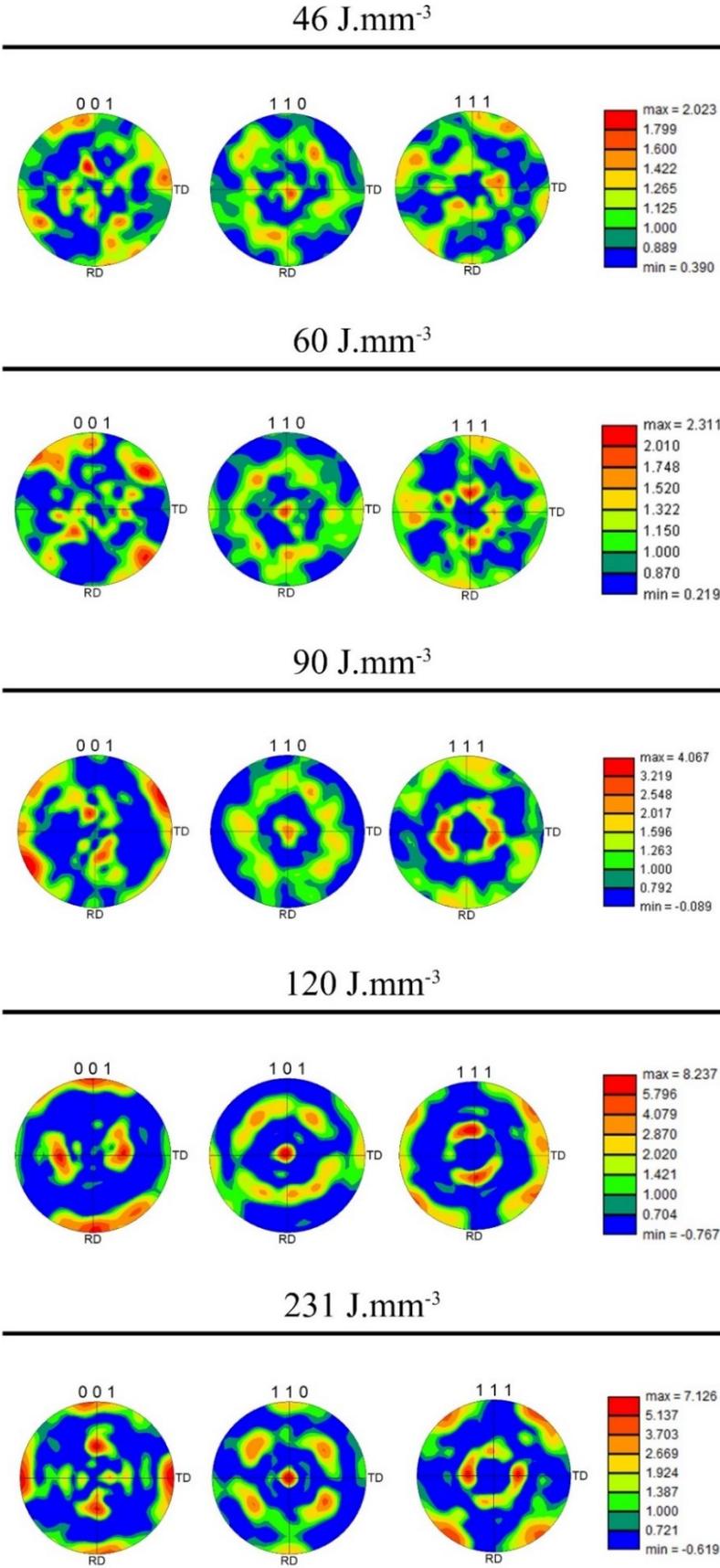


Figure 63 : Figures de pôle (001), (110) et (111) obtenues par EBSD selon le plan XY.

### 3.2 ) Plan de construction (XZ)

La **Figure 64** présente les cartographies IPF obtenues sur l'ensemble des échantillons selon le plan de construction (plan XZ). Comme pour le plan XY, les cartographies sont rangées par ordre croissant d'énergie volumique. Les axes X et Z des échantillons ont été orientés spécifiquement pour ces analyses.

La taille de grains suit la même dépendance vis-à-vis de l'énergie volumique pour le plan XY. Un accroissement de l'énergie volumique entraîne une augmentation de la taille des grains pour des valeurs moyennes évoluant entre 33  $\mu\text{m}$  et 200  $\mu\text{m}$  pour respectivement 46  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$  et 230  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ . Par ailleurs, la morphologie apparaît de plus en plus colonnaire à mesure que l'énergie de fabrication augmente. En effet, à basse énergie de fabrication, les grains n'ont pas de morphologies particulières et semblent croître de manière aléatoire. À partir de 90  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ , les grains ont une croissance colonnaire avec une croissance orientée parallèlement à la direction de construction (axe Z).

Concernant la texture, la **Figure 65** montre l'évolution des pôles (001), (110) et (111) ainsi que de la densité maximale de pôle. À basse énergie (46  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ , 60  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ ), aucune orientation préférentielle ne se développe. Les densités maximales de pôles ont pour valeur 2,5 et 3,14. À partir de 90  $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ , une forte texture type Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  se développe avec une densité maximale de pôle de 9,440. La présence d'orientations préférentielles coïncide avec l'augmentation de la taille de grains et le développement de la morphologie colonnaire.

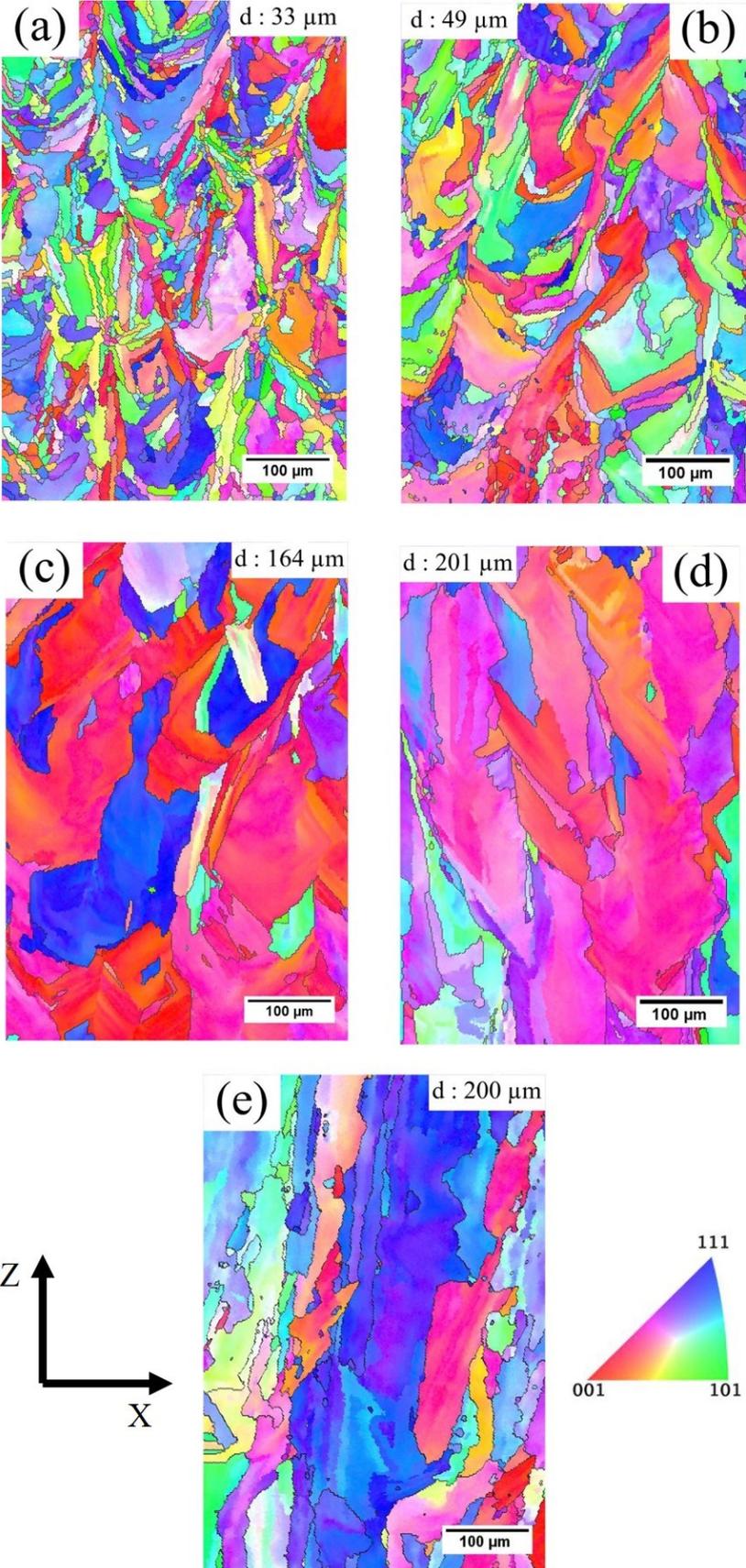


Figure 64 : Cartographie IPF selon le plan XZ pour les échantillons élaborés à (a) 46 J.mm<sup>-3</sup>, (b) 60 J.mm<sup>-3</sup>, (c) 90 J.mm<sup>-3</sup>, (d) 120 J.mm<sup>-3</sup> et (e) 230 J.mm<sup>-3</sup>.

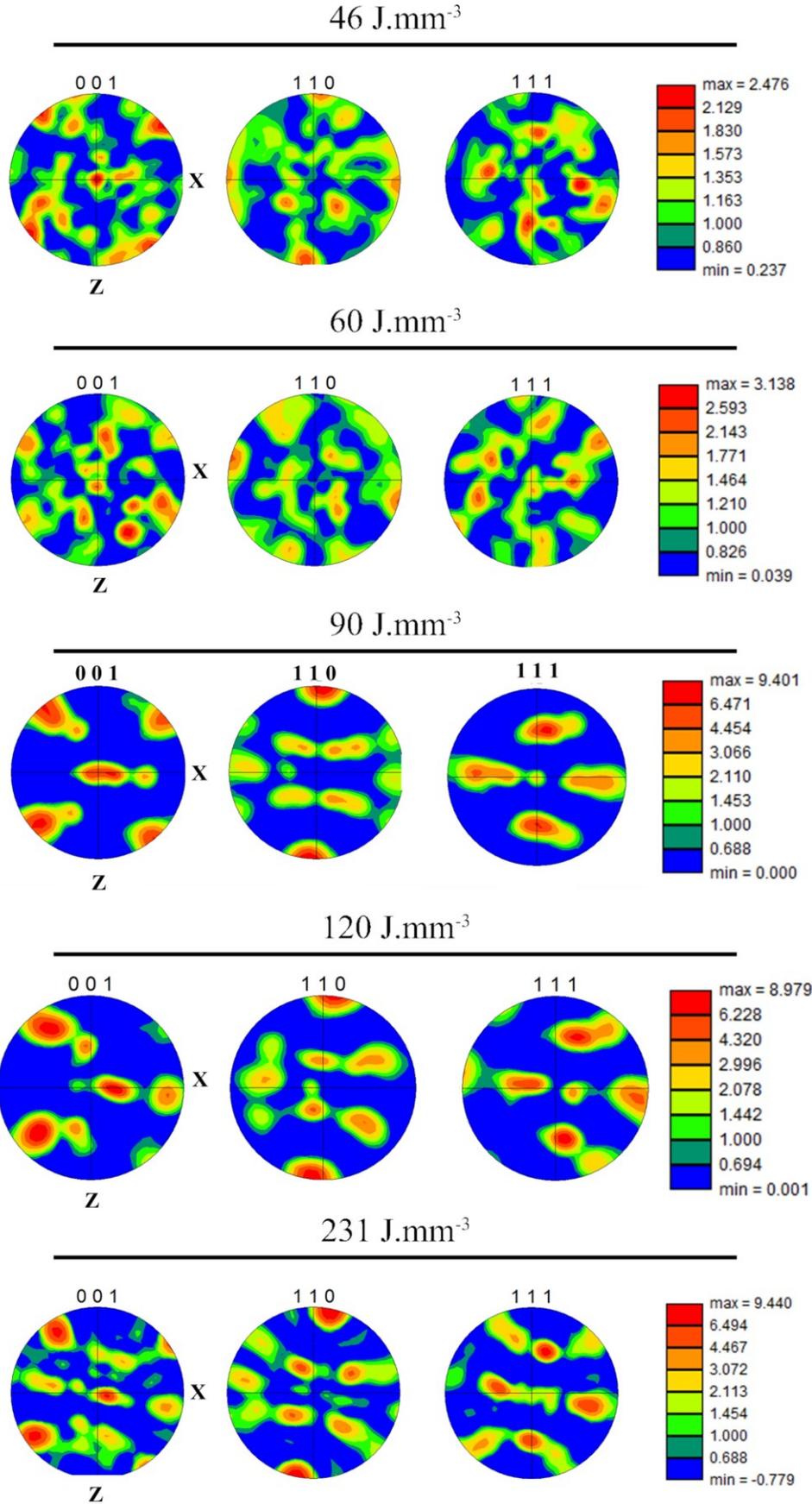
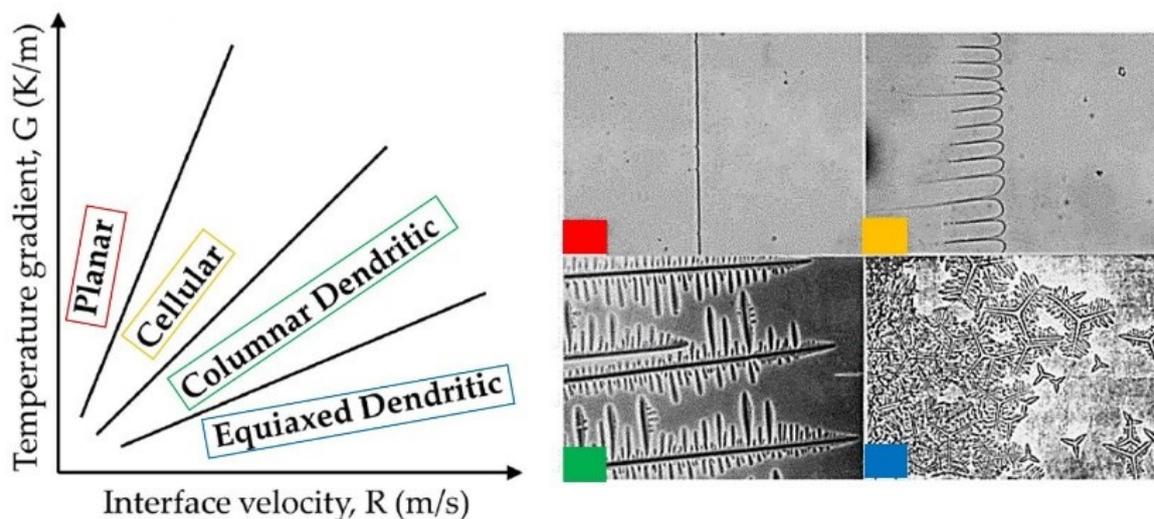


Figure 65 : Figures de pôles (001), (110) et (111) obtenues par EBSD selon le plan XZ.

## 4) Structure dendritique cellulaire

### 4.1 ) Éléments généraux sur la solidification en FA

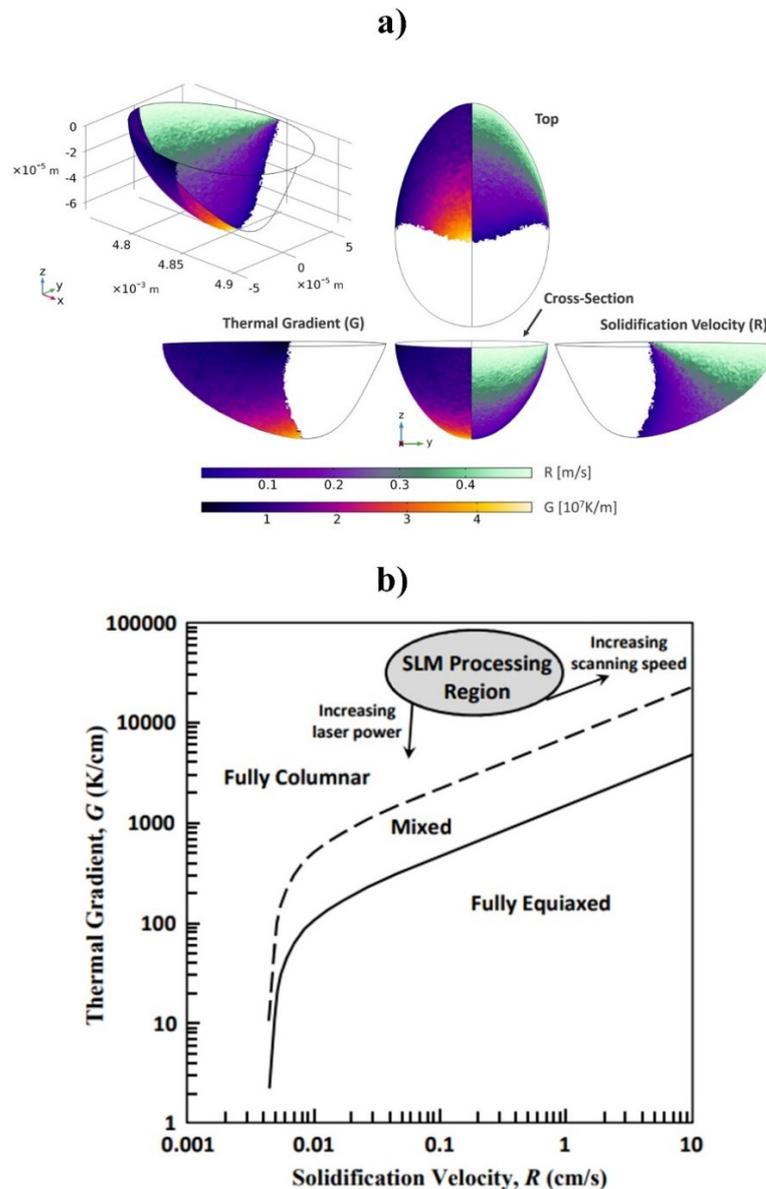
La morphologie de croissance dans un métal durant sa solidification est dépendante du gradient thermique ( $G$ ) s'exerçant au niveau de l'interface liquide/solide et de la vitesse de déplacement de cette interface ( $R$ ). La **Figure 66** présente schématiquement les différentes morphologies de croissance selon les valeurs de  $G$  et  $R$  [111]. La croissance planaire se définit par l'absence de perturbation au niveau du front de solidification. Cette morphologie se rencontre principalement à basse vitesse de solidification et/ou à haut gradient thermique. La particularité de ce mode de croissance est qu'il y a absence de ségrégation des éléments d'alliage. À plus haute vitesse, le front se déstabilise périodiquement et la croissance passe alors en mode cellulaire. Les éléments d'alliages ont alors tendance à ségréguer entre les différentes cellules du fait d'un enrichissement en soluté au cours de la solidification.



**Figure 66** : Morphologie de croissance selon les valeurs de  $G$  et  $R$  [111].

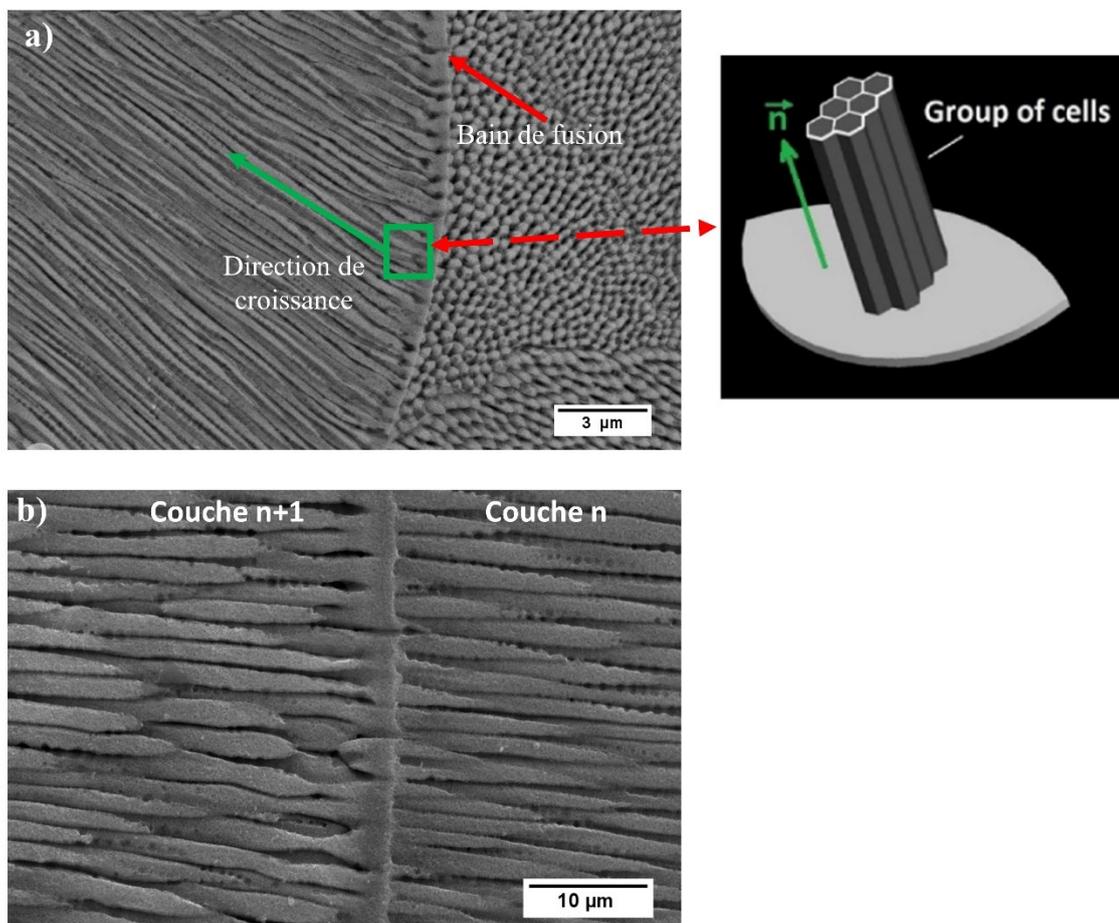
Les valeurs de  $G$  et  $R$  évoluent au sein du bain de fusion comme montré par simulation numérique pour le système Ni-Nb en **Figure 67-a** [141]. Le gradient thermique est maximal dans la partie inférieure du bain de fusion du fait du contact de cette partie avec le substrat. Au cours de la solidification, le gradient thermique diminue dans la zone fondue atteignant une valeur minimale dans la partie supérieure du bain de fusion. La vitesse de solidification suit une évolution inverse au gradient thermique. La vitesse maximale est atteinte dans la partie supérieure du bain de fusion égale à la vitesse de déplacement du laser. L'évolution des

conditions de solidification dans le bain est semblable à celle observée plus classiquement dans le cas de la soudure [142], [143]. La détermination des valeurs  $G$  et  $R$  est utile pour désigner les microstructures, le **Figure 67-b** présente un exemple d'une cartographie de solidification pour l'alliage TA6V, les trois principales régions selon les valeurs de  $G$  et  $R$  sont la croissance colonnaire, équiaxe ou mixte [144]. La croissance colonnaire nécessite un gradient thermique important ce qui est généralement inhérent au procédé de fusion sélective laser.



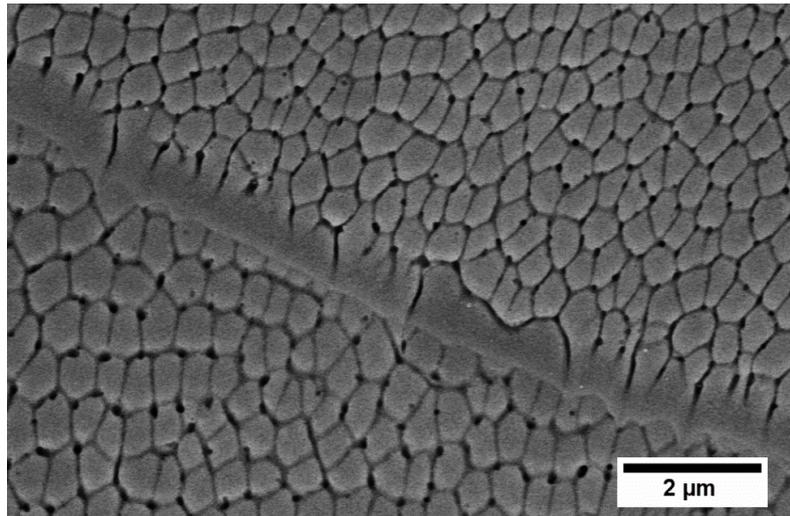
**Figure 67 :** (a) Simulation numérique montrant les évolutions de  $G$  et  $R$  au sein d'un bain de fusion pour Ni-Nb [141].  
 (b) Cartographie de solidification pour l'alliage TA6V montrant la gamme de  $G$  et  $R$  généralement mesurée pour la fusion sélective laser [145].

La croissance des dendrites cellulaires se fait dans un premier temps au bord du bain de fusion comme montré en **Figure 68-a**. L'angle formé entre la direction de croissance et le bord du bain de fusion est dépendante de la du gradient thermique. La **Figure 68-b** montre un exemple de croissance épitaxiale entre deux couches. Lors de la solidification, la composition chimique identique entre le substrat et le métal liquide fait abaisser la barrière d'énergie [146]. La refonte partielle de la couche précédente permet d'orienter la croissance des grains selon la même direction.



**Figure 68** : Observations au MEB à l'aide d'électrons secondaires des dendrites cellulaires. (a) Croissance en bord d'un bain de fusion et schéma 3D représentant dendrites cellulaires en bord d'un bain de fusion [107]. (b) Croissance épitaxiale entre deux couches.

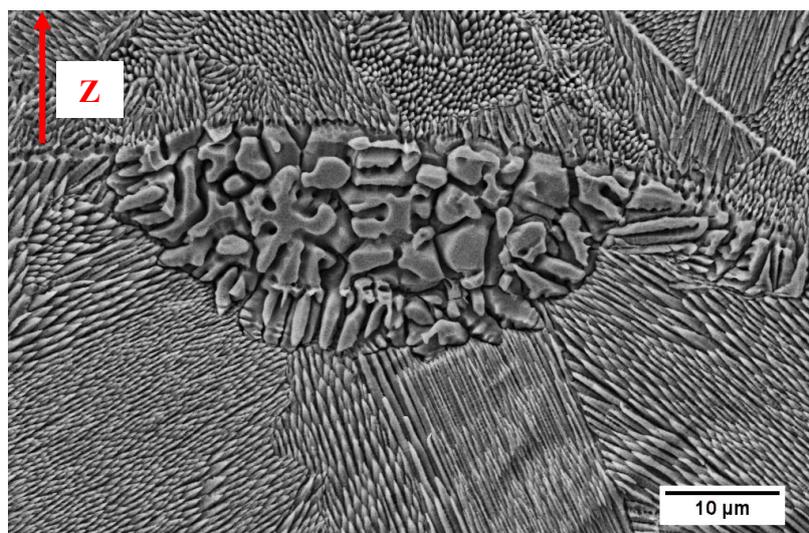
Le bord des bains de fusions est caractérisé par une zone limitée de croissance planaire comme montré en **Figure 69** pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . Ce type de croissance est dû à la combinaison d'une faible vitesse de solidification et d'un gradient thermique important. [147]. Néanmoins, cette zone est limitée ( $\sim 700 \text{ nm} - 800 \text{ nm}$ ) du fait de la déstabilisation rapide du front de solidification lors de son avancement à l'intérieur du bain de fusion.



**Figure 69** : Exemple de croissance planaire en bord d'un bain de fusion pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ .

#### 4.2 ) Défauts dans la microstructure

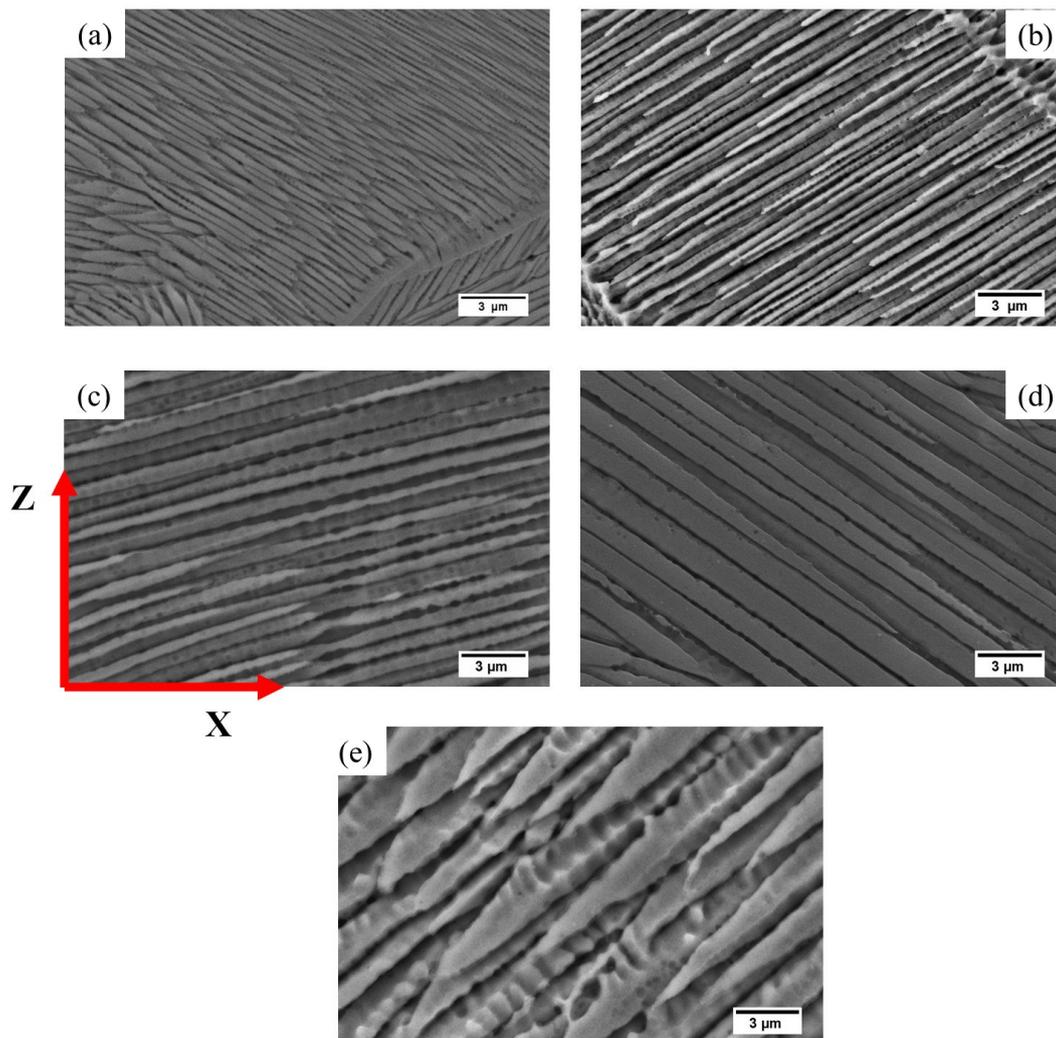
À plus basse énergie de fabrication ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ), plusieurs défauts sont présents dans la microstructure. La **Figure 70** présente une micrographie MEB de l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  selon le plan XZ où une particule de poudre non fondue est visible. Le piégeage de poudre à l'intérieur de la microstructure a déjà été reporté de nombreuses fois dans la littérature et notamment par Javindrad et Salemi pour l'Inconel 625 [84]. La discontinuité des cordons entraîne le piégeage de particules de poudre à l'intérieur de la microstructure [91].



**Figure 70** : Micrographie MEB montrant la présence de particules de poudre non fondue dans la microstructure pour l'énergie de fabrication de  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ .

### 4.3 ) Évolution de la taille de l'espace interdendritique primaire

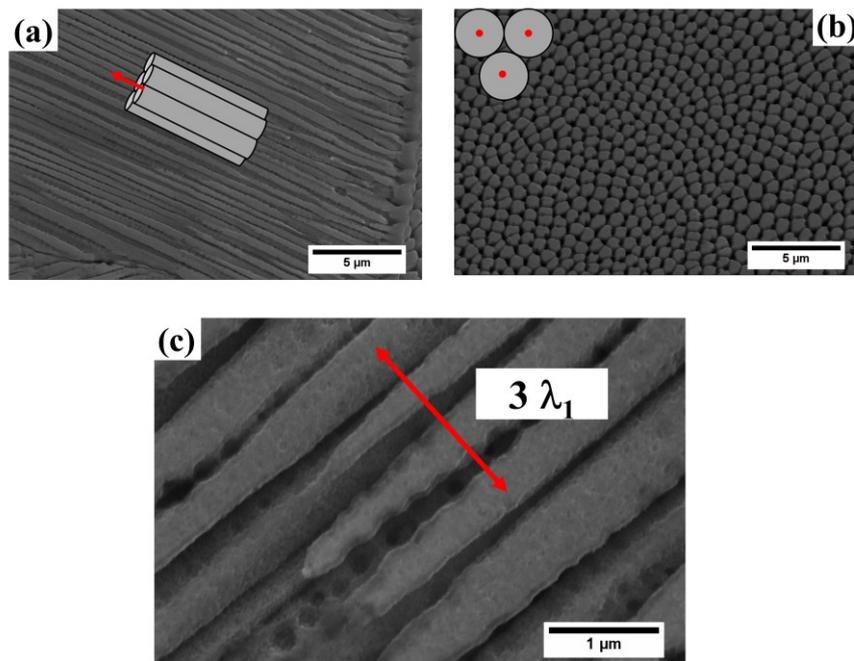
Les dendrites cellulaires sont observées à l'intérieur de chaque grain. La **Figure 71** présente une vue générale des structures de solidification pour l'ensemble des échantillons. Ces micrographies ont été obtenues par observations MEB selon le plan XZ suivant le protocole de préparation présenté en Annexe B. L'ensemble des échantillons présente globalement le même mode de croissance.



**Figure 71** : Structure de solidification selon le plan XZ. (a)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , (b)  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , (c)  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , (d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ , (e)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Afin, de caractériser la taille de l'espace interdendritique plusieurs micrographies MEB ont été effectuées et une méthode d'analyse d'image a été utilisée. Pour chaque échantillon, 5 micrographies ont été prises à différentes localisations de l'échantillon et 300 dendrites ont été analysées. La morphologie des dendrites cellulaires évolue selon la direction du gradient

thermique, il faut donc s'assurer lors de l'observation que les cellules sont soit perpendiculaires à la direction d'observation (**Figure 72-a**) soit parallèles à cette direction (**Figure 72-b**). L'espace interdendritique est ensuite mesuré en traçant une ligne perpendiculaire à la direction de croissance comme montré en **Figure 72-c**.



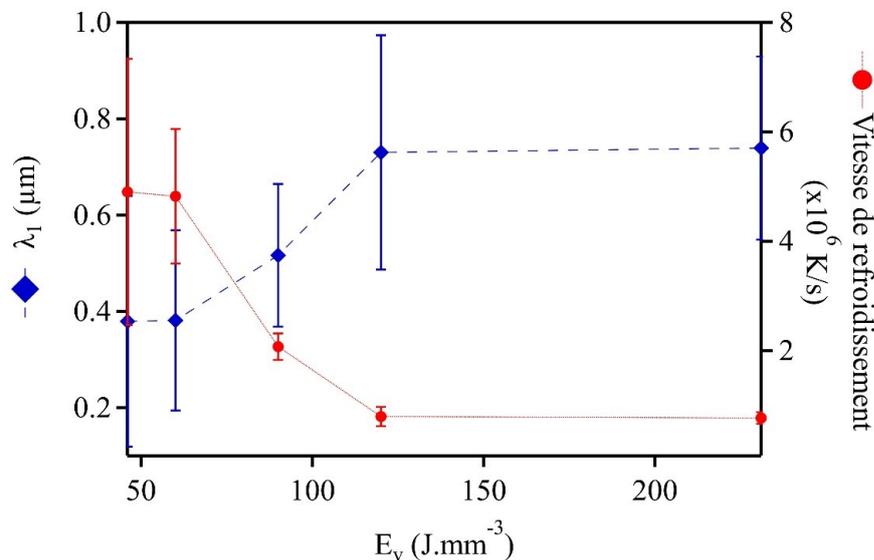
**Figure 72** : Observations MEB des dendrites cellulaires. (a) Direction de croissance perpendiculaire à la direction d'observation. (b) Direction de croissance parallèle à la direction d'observation. (c) Exemple de détermination de  $\lambda_1$ .

La courbe bleue de la **Figure 73** présente l'évolution de l'espace interdendritique en fonction de l'énergie volumique. Les résultats montrent qu'il y a un accroissement de l'espace interdendritique avec l'énergie de fabrication. La valeur moyenne de  $\lambda_1$  évolue entre 379 nm et 739 nm pour des énergies volumiques évoluant de 46 J.mm<sup>-3</sup> à 231 J.mm<sup>-3</sup>. Cette dépendance de  $\lambda_1$  par rapport à l'énergie volumique est cohérente avec les résultats de Jiang et al. ainsi que de Bang et al. pour l'acier inoxydable 316 L [28], [29]. La vitesse de refroidissement peut être estimée à l'aide de l'équation (III.1) avec K et n des coefficients dépendants du matériau. Pour les alliages bases nickel, les valeurs de ces coefficients ont été estimées respectivement à 97 et 0,36 [148].

Les résultats sont présentés sur la courbe rouge de la **Figure 73**. La vitesse de refroidissement diminue avec l'augmentation d'EV. Celle-ci évolue entre une valeur maximale de 4,90.10<sup>6</sup> K.s<sup>-1</sup> et une valeur minimale de 7,65.10<sup>5</sup> K.s<sup>-1</sup>. Les valeurs obtenues sont du même

ordre de grandeur que celle obtenue pour l'Inconel 718 ou l'Hastelloy X [99], [106], [141], [149].

$$\lambda_1 = K \cdot \dot{T}^n \quad (\text{III. 1})$$

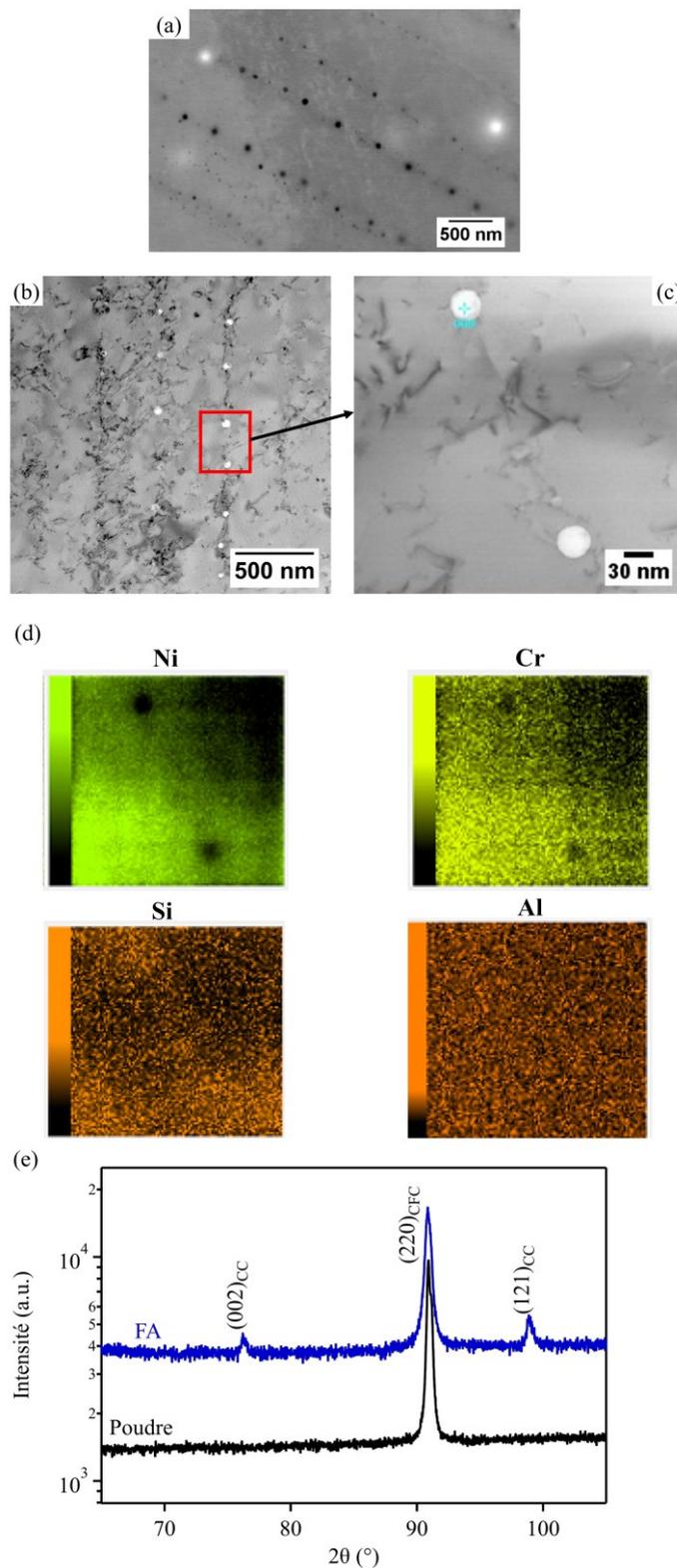


**Figure 73** : Évolution de l'espace interdendritique primaire et de la vitesse de refroidissement selon l'énergie de fabrication.

#### 4.4 ) Microségrégation

La ségrégation d'éléments d'alliages dans l'espace interdendritique est couramment rencontrée dans de nombreux alliages élaborés par fusion sélective laser [106], [108], [150].

La **Figure 74** présente les observations au MEB et au MET de l'espace interdendritique pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'observation au MEB permet de mettre en évidence la présence de particules sphériques espacées régulièrement entre chaque cellule (**Figure 74-a**). L'observation en champ clair au MET permet également d'observer ces précipités et d'en analyser la composition (**Figure 74-b**). L'analyse chimique par EDS (**Figure 74-c**) met en évidence que ces particules sont enrichies en silicium et en chrome. Cependant, la nature exacte de la phase n'a pas été déterminée. Par diffraction des rayons X (**Figure 74-e**), les pics de faible intensité permettent d'identifier une phase riche en chrome avec un paramètre de maille de  $2,89 \text{ \AA}$ . Cette phase de symétrie cubique centrée est identifiée comme étant du  $\alpha\text{-Cr}$  [44].

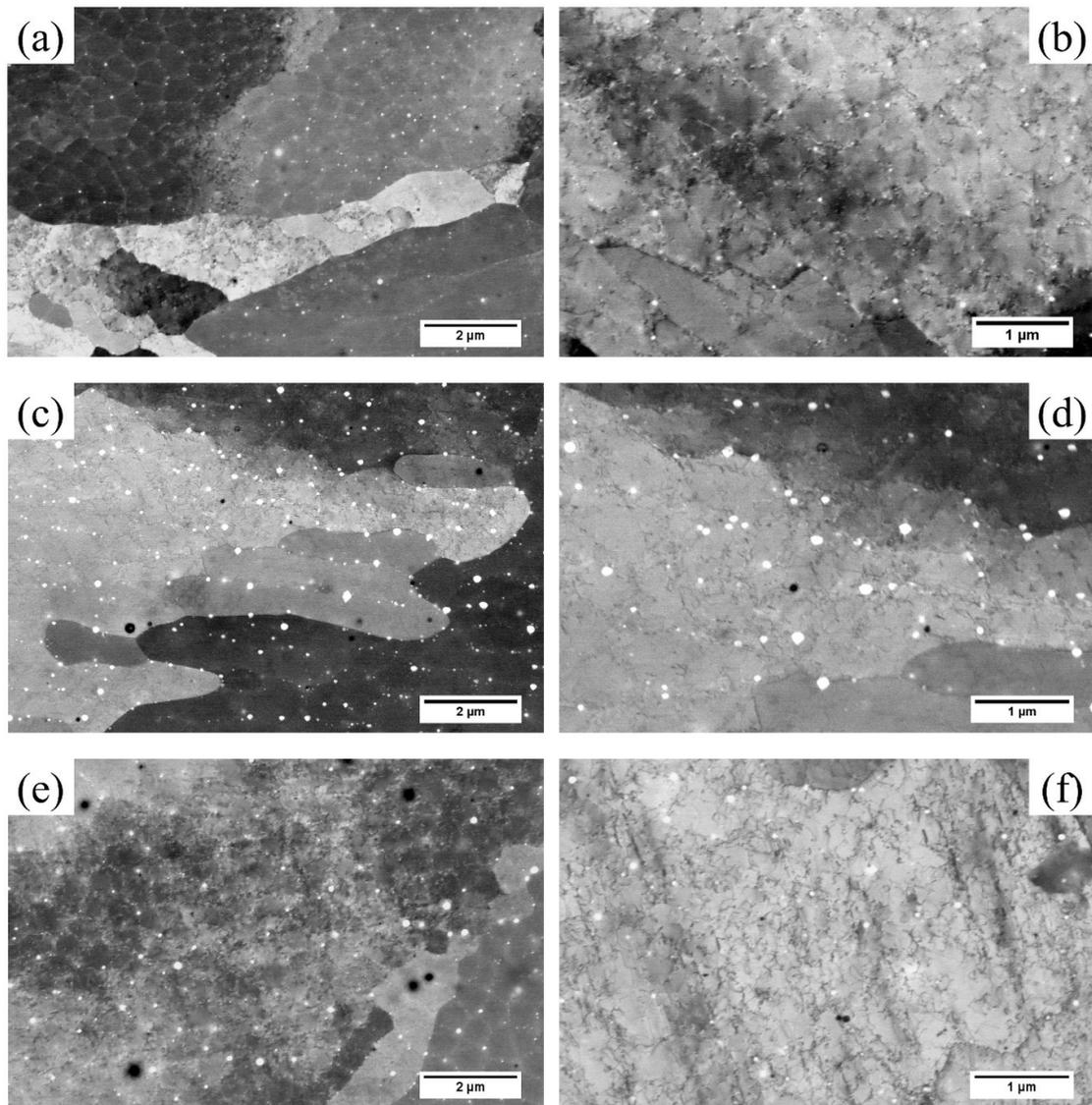


**Figure 74** : Microségrégation dans l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-3}$ . (a) Image rétrodiffusée au MEB. (b) Image MET en champ clair montrant l'alignement des particules dans l'espace interdendritique. (c) Détail de deux particules. (d) Analyse chimique des particules. (e) Agrandissement du diffractogramme RX autour du pic (220) de la phase CFC pour la poudre et l'échantillon élaboré en FA montrant la présence d'une phase CC après fabrication.

Pour cette énergie de fabrication, les particules sont régulièrement espacées d'une distance moyenne de 200 nm. Cette régularité dans l'arrangement des précipités a été déjà mise en évidence par simulation numérique (méthode CALPHAD et champ de phase) du système Ni-Nb [151]. La réjection régulière du soluté lors de la croissance entraîne la formation de particules sphériques espacées régulièrement. Néanmoins, il a été vu précédemment que l'énergie de fabrication entraîne une augmentation en taille de l'espace interdendritique et cela va impacter la microségrégation. La **Figure 75** présente les images obtenues, à l'aide des électrons rétrodiffusés, des structures de solidification pour les énergies de fabrication de 46 J.mm<sup>-3</sup> (**Figure 75-a,b**), 120 J.mm<sup>-3</sup> (**Figure 75-c,d**) et 230 J.mm<sup>-3</sup> (**Figure 75-e,f**). Les différences de contrastes sur les micrographies permettent de mettre en évidence les changements d'orientations cristallographiques au sein d'une même colonie de cellules dendritiques. Les **Figure 75-a,c,e** montrent que les faibles désorientations cristallographiques sont présentes pour toutes les énergies de fabrication. Les particules sont également présentes pour l'ensemble des énergies de fabrication. Néanmoins, une augmentation en taille des particules est visible pour la plus haute énergie de fabrication.

Afin de caractériser l'évolution de la taille de la distance entre précipités, les micrographies sont analysées à l'aide du logiciel ImageJ. Néanmoins, les analyses ne prennent pas en compte les particules avec les tailles inférieures à 10 nm du fait de la faible résolution des micrographies. Pour chaque énergie, trois micrographies ont été analysées représentant un total d'environ 250 particules analysées par échantillon. En plus, la distance moyenne minimale entre particule est déterminée à l'aide du plugin ND-master en prenant uniquement le premier voisin.

Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 10**. La taille moyenne de particule (D) est stable autour d'une valeur moyenne de 42 nm pour l'ensemble des énergies de fabrication. La distance minimale moyenne entre les particules est de 250 nm entre 46 J.mm<sup>-3</sup> et 120 J.mm<sup>-3</sup>. Pour l'énergie de 230 J.mm<sup>-3</sup>, une augmentation significative de cette distance est observée avec une valeur moyenne de 432 nm.



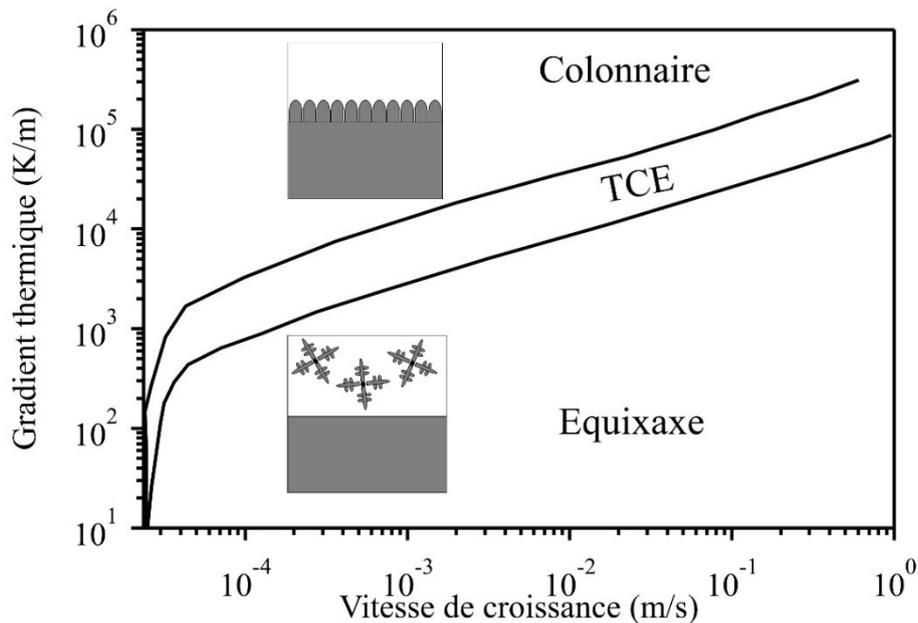
**Figure 75** : Observations MEB en rétrodiffusé de la structure de solidification pour les énergies de fabrications de (a)-(b)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  ; (c)-(d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  ; (e)-(f)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . (le contraste des images est inversé afin que les particules soient plus visibles)

**Tableau 10** : Évolution de la distance moyenne ( $\lambda$ ) et de la taille moyenne (D) des particules selon l'énergie de fabrication.

$E_v$ ( $\text{J.mm}^{-3}$ )	$\lambda$ (nm)	D (nm)
46	227	21
60	270	53
90	214	25
120	289	60
230	432	53

## 5) Cartographie de solidification

Les paramètres de solidification  $G$  et  $R$  influencent la microstructure finale. En solidification dirigée ou en fonderie, il est courant d'utiliser une cartographie de solidification pour comprendre l'effet des paramètres relatifs aux procédés sur la morphologie des grains. La **Figure 76** présente une cartographie de solidification pour l'Inconel 718 d'après l'étude de Nastac [152]. À faible valeur de gradient thermique, la croissance se fait de manière équiaxe. À fort gradient thermique, la croissance est colonnaire et entre ces deux domaines, une transition entre la morphologie de croissance équiaxe et colonnaire est présente avec la transition colonnaire/équiaxe (TCE). La cartographie de solidification n'étant pas renseignée dans la littérature pour Ni 20 wt. % Cr, la cartographie de Nastac est utilisée comme référence dans cette étude.



**Figure 76** : Cartographie de solidification montrant les domaines de croissances équiaxe et colonnaire ainsi que la transition colonnaire/équiaxe (TCE) pour l'Inconel 718 [152].

Le gradient thermique et la vitesse de solidification sont obtenus à l'aide de l'équation III.2 où  $\dot{T}$  est la vitesse de refroidissement estimée par la mesure de l'espace interdendritique. Les valeurs de  $G$  et  $R$  évoluent de manière inverse dans le bain de fusion. Le gradient thermique est estimé pour une vitesse de solidification maximale correspondant au déplacement du laser ( $R_{\max} = V_{\text{laser}}$ ). Le **Tableau 11** résume les valeurs obtenues pour la vitesse de refroidissement, le gradient thermique et la vitesse de solidification pour l'ensemble des échantillons. L'ordre

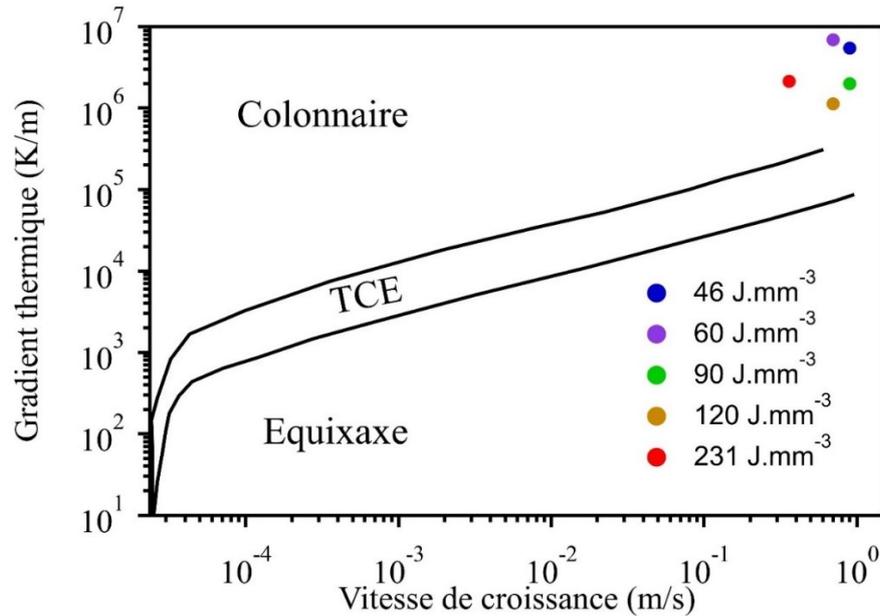
de grandeur des valeurs estimées ici concernant le gradient thermique est cohérent avec les valeurs obtenues par simulation numérique ou expérimentalement [141], [153]. Le gradient thermique décroît fortement entre  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ .

$$\dot{T} = G \cdot R \quad (\text{III. 2})$$

**Tableau 11** : Valeurs des vitesses de refroidissement, du gradient thermique et de la vitesse de solidification estimés pour Ni 20 wt. % Cr en FA.

$E_v$ ( $\text{J.mm}^{-3}$ )	$\dot{T}$ ( $\text{K/s}$ )	$G$ ( $\text{K/m}$ )	$R$ ( $\text{m/s}$ )
46	$2,43.10^6$	$5,45.10^6$	0,9
60	$1,23.10^6$	$6,89.10^6$	0,7
90	$2,44.10^5$	$2.10^6$	0,9
120	$1,78.10^5$	$1,13.10^6$	0,7
230	$1,04.10^5$	$2,13.10^6$	0,36

La **Figure 77** présente l'évolution du gradient thermique en fonction de la vitesse de croissance selon l'énergie de fabrication. L'ensemble des échantillons se situe dans le domaine colonnaire à l'instar de la cartographie présentée en **Figure 67-b** pour le TA6V. Les différences entre la croissance pseudo-équiaxe observée à faible énergie de fabrication ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ ) et la croissance colonnaire observée à forte énergie de fabrication de fabrication ( $90 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ ) ne peuvent s'expliquer par un changement de mode de croissance. Les changements morphologiques des grains et de la texture sont reliés à un recouvrement plus important des bains de fusion.



**Figure 77** : Positionnement des valeurs estimées de G et R pour Ni 20 wt. % Cr sur la cartographie de solidification de l’Inconel 718.

## V) Synthèse du chapitre

En conclusion, ce chapitre a permis d’étudier l’effet des paramètres de fabrication sur la génération de défauts ainsi que sur la microstructure du Ni 20 wt. % Cr en fusion sélective laser. Par différentes combinaisons de vitesse et de puissance laser, l’énergie de fabrication évolue entre  $16 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $595 \text{ J.mm}^{-3}$ .

- La présence de porosités est directement liée à l’énergie de fabrication. Une gamme de faisabilité idéale est trouvée pour une énergie de fabrication comprise entre  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . Pour les plus faibles énergies de fabrication ( $E_v < 60 \text{ J.mm}^{-3}$ ), le manque de fusion de la matière et l’absence de recouvrement des cordons entraînent un taux de porosité important. Au contraire, pour de fortes énergies de fabrication ( $E_v > 230 \text{ J.mm}^{-3}$ ) la porosité de morphologie circulaire est localisée à l’intérieur des bains de fusions. L’effet « keyhole » est le moteur principal de formation de la porosité à haute énergie de fabrication.
- La microstructure du Ni 20 wt. % Cr en fusion sélective laser est de manière générale hiérarchisée, multiéchelle et dépendante de l’énergie de fabrication. La taille des zones fondues, des grains et de la structure de solidification augmente avec l’énergie. Le changement du régime de conduction au régime keyhole à partir de

120 J.mm<sup>-3</sup> et le recouvrement plus important des bains de fusions entraînent une augmentation de l'épitaixie lors de la fabrication et donc la croissance de grains colonnaires fortement texturés parallèles à la direction de construction. La structure de solidification indique une diminution de la vitesse de refroidissement lors de l'augmentation de l'énergie de fabrication due à une accumulation de chaleur plus importante. Néanmoins, la croissance est identique pour la gamme d'énergie étudiée indiquant que les changements thermiques induits par les paramètres de fabrication ne sont pas suffisants pour entraîner une modification de la solidification.

- La caractérisation de l'espace intercellulaire a mis en évidence la présence de ségrégation de silicium et de chrome sous forme de particules de 42 nm régulièrement espacées de 200 nm. Une forte densité de dislocations est également présente autour de chaque cellule. Ces différentes caractéristiques sont indépendantes des paramètres de fabrication entre 60 J.mm<sup>-3</sup> et 120 J.mm<sup>-3</sup>.

---

# Chapitre IV : Comportement mécanique en traction

---

*Le chapitre précédent a mis en évidence le rôle des paramètres de fabrication sur la formation de défauts pour l'élaboration en FA de Ni 20 wt. % Cr. Il a été également observé pour les échantillons les plus denses que la microstructure évolue sensiblement avec les paramètres de fabrication. Ce chapitre étudie donc l'effet de ces changements microstructuraux sur le comportement mécanique en traction.*

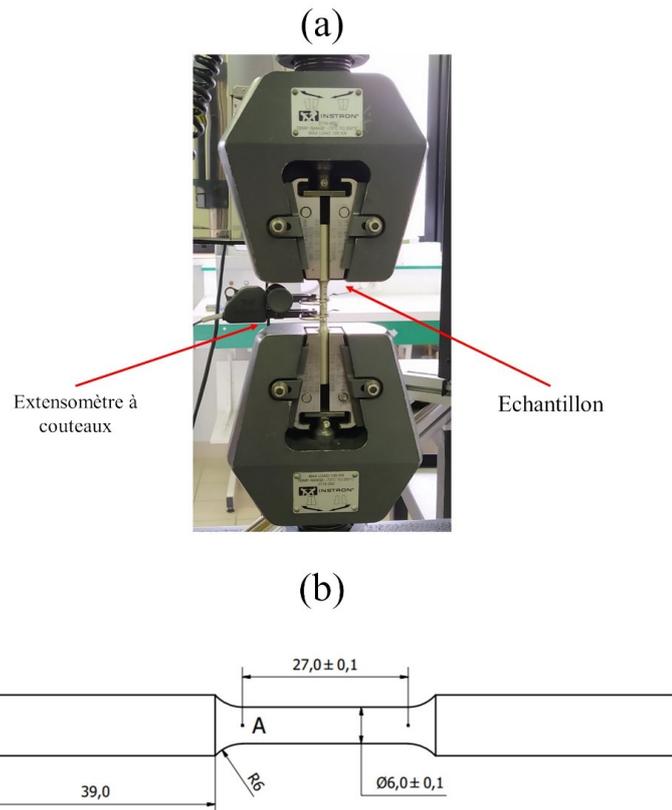
---

## *1) Méthodologie expérimentale*

### 1) Présentation de la machine

Les essais de traction monotone sont effectués à l'aide d'une machine Instron 5569. Le montage expérimental est présenté **Figure 78-a**. La cellule de force possède une capacité maximale de 30 kN. La mesure de déformation est effectuée à l'aide d'un extensomètre à couteaux. Celui-ci est disposé directement sur la zone utile de l'éprouvette. Néanmoins, la limite physique de l'extensomètre pour la déformation est de 10 %. La procédure mise en place impose donc un arrêt de l'essai à une déformation de 8 % afin de retirer l'extensomètre. Au-delà de cette valeur, la déformation est mesurée par le déplacement de la traverse, mais l'application d'un facteur correctif est nécessaire. L'Annexe C présente l'algorithme d'Instron permettant d'obtenir le facteur correctif. L'ensemble des essais effectués dans cette étude a été réalisé avec un contrôle de la vitesse se faisant par le déplacement de la traverse. La vitesse de la traverse est imposée à  $1,62 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  équivalant à une vitesse de déformation moyenne de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Une précharge de 700 N (25 MPa) est appliquée en début d'essai afin que chaque expérimentation débute au même niveau de contrainte. Un tarage de cette précharge est ensuite effectuée.

Le schéma des éprouvettes cylindriques utilisées dans cette étude est illustré **Figure 78-b**. Les dimensions des éprouvettes suivent la norme ASTM E8 D6 avec une longueur utile de 27 mm, une section d'un diamètre de 6 mm et une longueur de tête de 39 mm. Les éprouvettes sont construites directement par le procédé de FA et parallèlement avec la direction de construction.



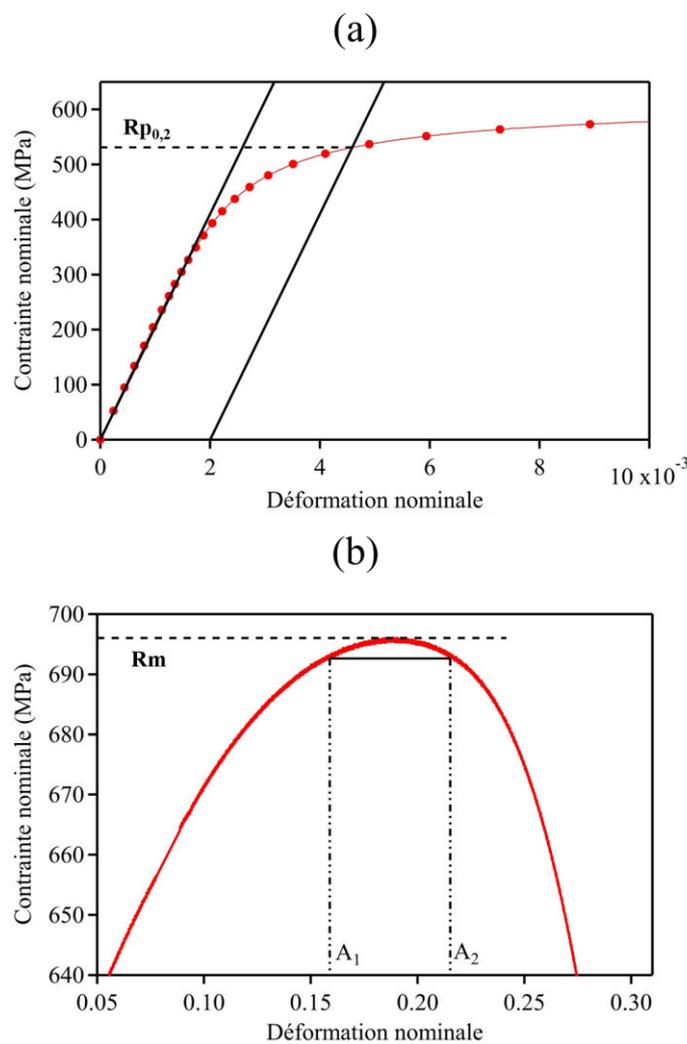
**Figure 78** : (a) Dispositif expérimental des essais de traction. (b) Schéma des éprouvettes utilisées.

## 2) Analyse des courbes de traction nominales

Les courbes nominales de traction sont tracées directement avec les données obtenues par la machine. La limite conventionnelle d'élasticité, la contrainte maximale de traction, la déformation maximale et la déformation à rupture sont déterminées par analyse de ces courbes nominales de traction.

La limite conventionnelle d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) est déterminée pour une déformation plastique de 0,2 %. La **Figure 79-a** présente un exemple de détermination de  $R_{p0,2}$ . La partie élastique est d'abord approximée comme une droite afin de déterminer le module d'Young grâce à la loi de Hooke. Une droite parallèle est ensuite tracée à partir de 0,2 % de déformation. L'intersection de cette droite avec la courbe de traction permet la détermination de la limite conventionnelle d'élasticité. La contrainte maximale de traction correspond au point maximal sur la courbe de traction. Ce point caractérise le passage d'une déformation plastique homogène à la zone de striction où la déformation plastique se localise au centre de l'éprouvette. La **Figure 79-b** présente un exemple de détermination de la contrainte maximale de traction ( $R_m$ )

et de la déformation totale à la contrainte maximale ( $A_g$ ). La contrainte maximale est simplement déterminée en trouvant le point où la contrainte est maximale sur la courbe de traction. Concernant l'allongement total à la contrainte maximale, celui-ci est déterminé à l'aide de la méthode issue de la norme ASTM D638. Une droite est tracée pour une valeur de contrainte équivalente à 0,5 % de la contrainte maximale avec  $A_1$  et  $A_2$  les points d'intersection de cette droite avec la courbe de traction. La distance moyenne entre ces deux points permet d'obtenir la valeur de la déformation totale à la contrainte maximale. Cette grandeur permet d'étudier l'évolution de la valeur de déformation de début de striction.



**Figure 79** : (a) Détermination de la limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique. (b) Détermination de  $R_m$  et  $A_g$  sur la courbe nominale de traction.

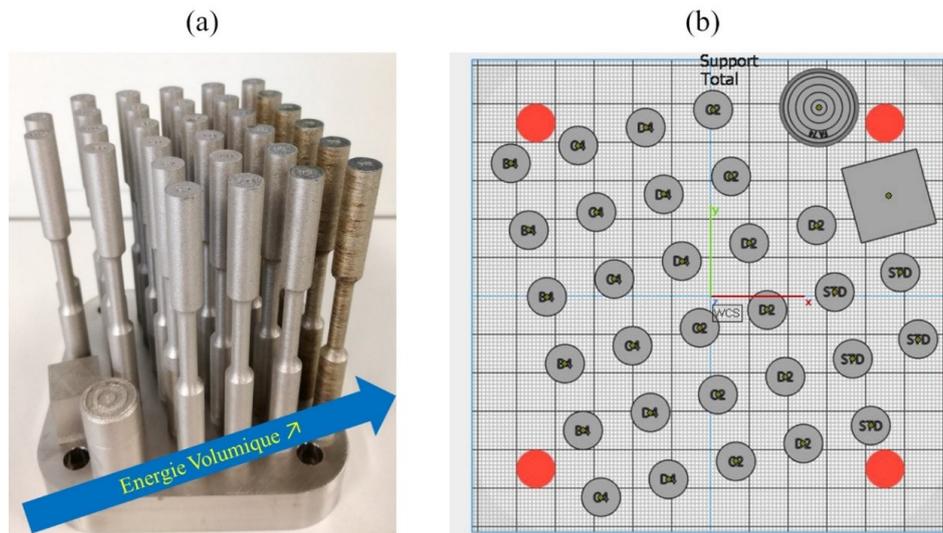
### 3) Paramètres de fabrication

Les essais de traction ont été effectués pour les échantillons possédant la densité la plus élevée. Le **Tableau 12** présente les paramètres de fabrication ainsi que les densités obtenues par balance d'Archimède des échantillons utilisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques. La densité est supérieure à 99 % pour les échantillons élaborés entre 60 J.mm<sup>-3</sup> et 230 J.mm<sup>-3</sup>. Pour l'échantillon élaboré à plus basse énergie (46 J.mm<sup>-3</sup>), la densité est inférieure à 99 % avec une valeur de 98,59 %. L'énergie de fabrication ( $E_v$ ) est utilisée par la suite pour désigner les échantillons.

**Tableau 12** : Paramètres de fabrication et densités des échantillons utilisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques.

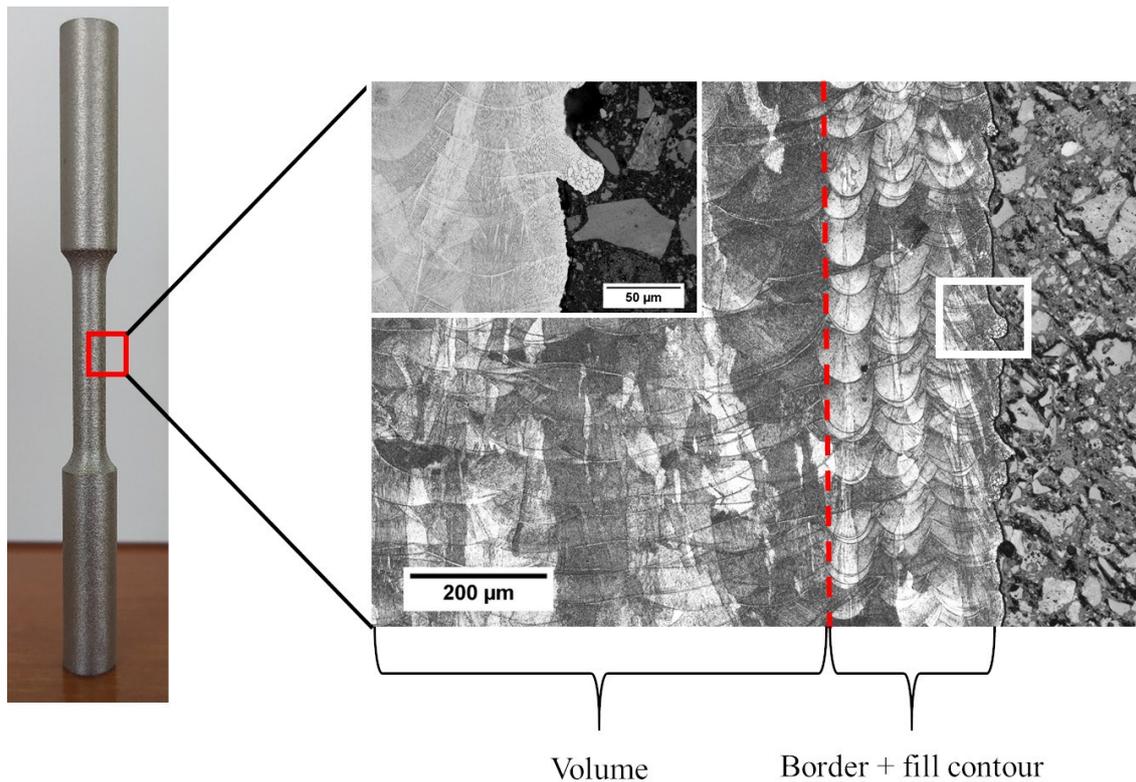
$E_v$ (J.mm <sup>-3</sup> )	P (W)	V (mm/s)	Densité (%)
46	150	900	98,59
60	150	700	99,13
90	300	900	99,15
120	300	700	99,18
230	300	360	99,09

Les éprouvettes de traction sont construites sur un même plateau de fabrication comme le montre la **Figure 80-a**. Les éprouvettes sont espacées d'une distance de 1 cm afin de limiter la dépose d'éjectas liée à l'irradiation laser. Une vue schématique du dessus du plateau de fabrication est présentée en **Figure 80-b**. Les pièces avec les énergies de fabrication les plus importantes (230 J.mm<sup>-3</sup>, 120 J.mm<sup>-3</sup>) sont disposées à gauche sur le plateau afin que les éjectas formés lors de l'irradiation laser soient évacués par le flux de gaz. Une coloration des pièces est également visible pour les fortes énergies de fabrication due à l'oxydation des pièces pendant la fabrication (lié à l'élévation de température). Cette oxydation est d'autant plus visible que l'énergie de fabrication est importante.



**Figure 80** : Plateau de fabrication des éprouvettes de traction. (a) Photo des éprouvettes sur le plateau de fabrication. (b) Vue du plateau tirée du logiciel de préparation permettant d'observer la disposition des pièces sur le plateau de fabrication.

Dans cette étude, il a été choisi d'élaborer les éprouvettes directement par FA. Des stratégies de bord et de contours de remplissage ont été ajoutés afin de garantir un état de surface correct pour les éprouvettes. Néanmoins, ces différentes stratégies entraînent des différences de microstructure significatives entre le bord et le volume des éprouvettes. La **Figure 81** présente la différence de microstructure entre le bord et le volume d'une éprouvette de traction. La microstructure en bord d'éprouvette présente un empilement de cordons du fait de l'utilisation d'un unique vecteur laser. Par ailleurs, des particules de poudre partiellement fondues sont fusionnées à la surface comme le montre l'agrandissement de la microstructure en **Figure 81**. La taille de la zone de bord est mesurée à 220  $\mu\text{m}$ . La contribution de cette zone à la section utile est de 14 %. Les propriétés mécaniques déterminées à partir de ces éprouvettes seront donc très majoritairement liées à la microstructure de type « volume ».



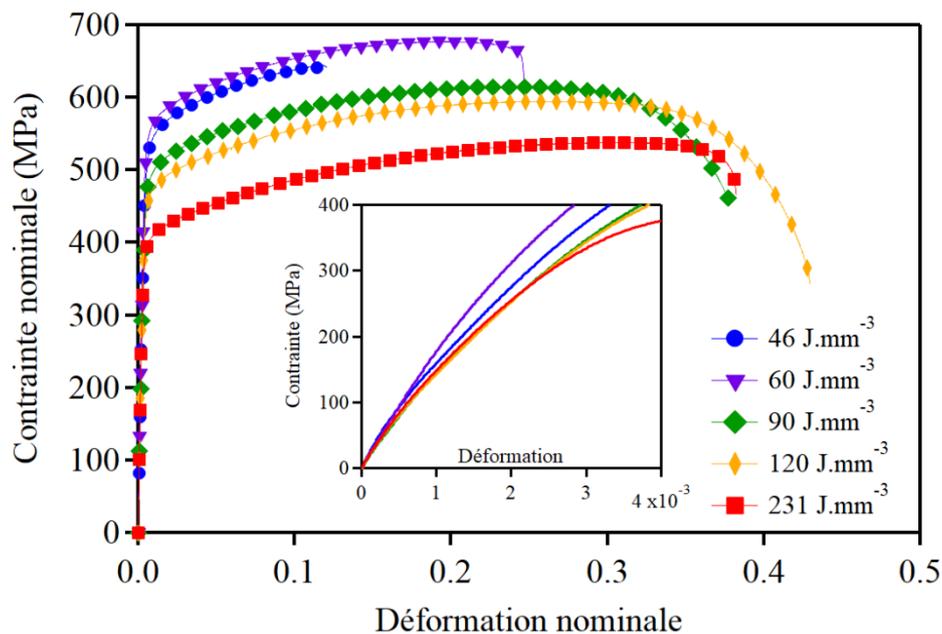
**Figure 81** : Différences de microstructure entre le bord et le volume des éprouvettes de traction.

## *II) Évolution globale du comportement mécanique*

### 1) Courbes nominales de traction

Les courbes de traction nominales obtenues pour les cinq énergies de fabrication sont présentées en **Figure 82**. Pour chaque énergie, trois essais ont été, a minima, effectués afin d'estimer la dispersion statistique des valeurs obtenues.

La partie élastique est non linéaire pour l'ensemble des énergies de fabrication. Les paramètres de fabrication ont une forte influence sur la limite d'élasticité, la contrainte maximale de traction ainsi que sur la déformation à contrainte maximale. De manière globale, l'augmentation de l'énergie entraîne une augmentation de la ductilité ainsi qu'une diminution de la limite d'élasticité. Cette tendance a déjà été observée pour différents alliages comme l'Inconel 718, l'Invar 36 et le 316L [78], [89], [110], [121].



**Figure 82** : Courbes nominales de traction obtenues et agrandissement de la partie élastique pour les différentes énergies de fabrications.

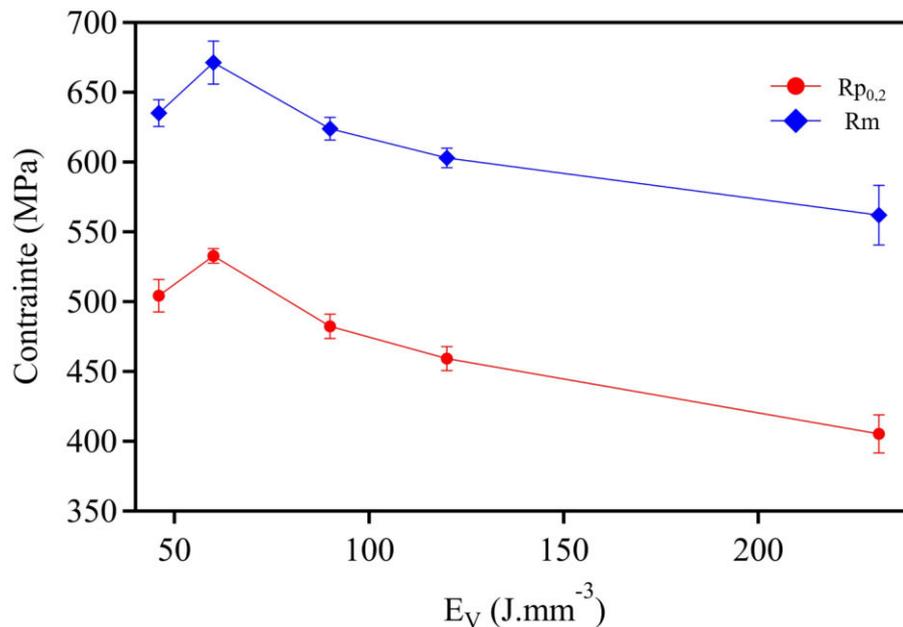
### 1.1 ) Limite d'élasticité et contrainte maximale de traction

L'évolution de la limite conventionnelle d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) et de la contrainte maximale ( $R_m$ ) de traction en fonction de l'énergie volumique est présentée en **Figure 83**. Pour chaque énergie, la dispersion des mesures obtenue par l'écart type des différents essais est très faible avec des valeurs comprises entre 10 MPa et 20 MPa.

Plusieurs évolutions sont observables selon les valeurs d'énergie de fabrication. Pour les faibles énergies de fabrications ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ ), la limite d'élasticité a une valeur supérieure à 500 MPa. Néanmoins, pour l'énergie de  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , la valeur de  $R_{p0,2}$  est inférieure à celle de l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . Cette différence peut s'expliquer par une porosité plus importante pour l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'abaissement de la limite d'élasticité avec l'augmentation de la porosité a déjà été mis en évidence par Yakout et al. pour le 316L ainsi que l'Invar 36 et par Watring et al. pour l'Inconel 718 [87], [89]. Concernant la contrainte maximale de traction, une différence de 35 MPa est observée entre l'énergie de  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , ceci également attribué à la porosité plus importante pour l'énergie de  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Pour les énergies de fabrication plus élevées, le niveau de porosité mesuré est équivalent. Les évolutions des propriétés mécaniques peuvent donc être associées aux

évolutions microstructurales induites par les changements des paramètres de fabrication. Pour cette gamme de paramètres, une décroissance de la limite d'élasticité est observée avec une valeur de 482 MPa pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et 405 MPa pour l'échantillon élaboré à  $231 \text{ J.mm}^{-3}$ . La contrainte maximale de traction suit également une décroissance avec l'augmentation de l'énergie de fabrication passant d'une valeur de 624 MPa à 562 MPa.



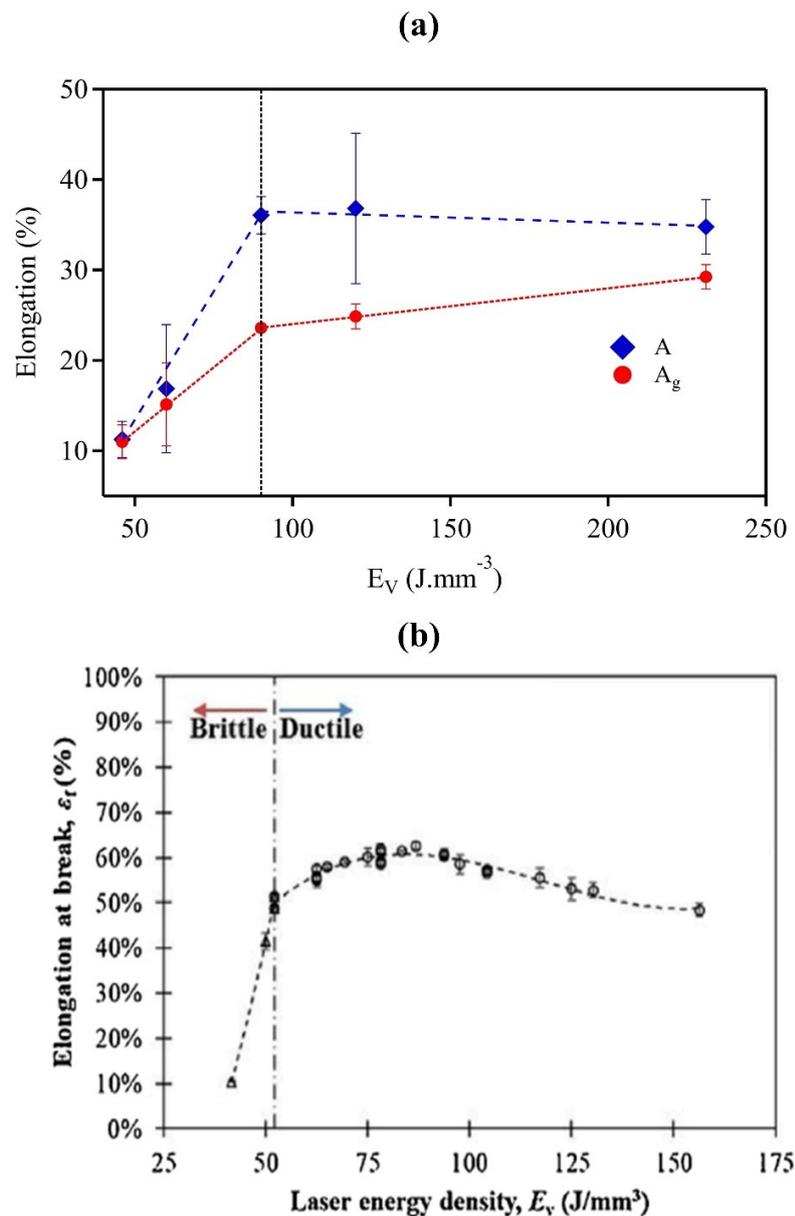
**Figure 83** : Évolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale de traction en fonction de l'énergie de fabrication.

## 1.2) Déformations maximale et à rupture

La **Figure 84-a** présente les évolutions des déformations maximale ( $A_g$ ) et à rupture ( $A$ ) pour l'ensemble des énergies de fabrication. L'élongation maximale marque le début de la zone de striction. Une croissance de cette valeur est observée avec l'augmentation de l'énergie de fabrication. Pour la plus faible énergie de fabrication ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ), la valeur est de 11 % alors que pour la plus haute énergie ( $230 \text{ J.mm}^{-3}$ ) la valeur est de 30 %. Concernant l'élongation à rupture, une croissance est observée entre  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  passant d'une valeur de 11 % à une valeur de 36 %. À partir de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et jusqu'à  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ , l'élongation à rupture n'évolue que très peu. Cette évolution a déjà été observée par Yakout et al. pour l'Invar 36 et le 316L comme le montre la **Figure 84-b** [89]. Par ailleurs, une dispersion plus importante des

mesures est observée du fait de la présence de défauts, ce qui conduit à une rupture prématurée de certaines éprouvettes.

À faible énergie de fabrication, la différence entre  $A$  et  $A_g$  est très faible. La rupture se fait avant d'arriver en zone de striction. La différence entre  $A$  et  $A_g$  devient significative à partir de  $90 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ . Pour l'énergie de  $230 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ , la déformation par striction se réduit en comparaison avec les énergies de  $90 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ .



**Figure 84** : (a) Impact de l'énergie de fabrication sur l'élongation à rupture et l'élongation maximale. (b) Évolution de l'élongation à rupture pour l'Invar 36 [89].

### 1.3 ) Comparatif des propriétés mécaniques de Ni 20 wt. % Cr

Le **Tableau 13** compare les valeurs mesurées de limite d'élasticité, de contrainte maximale, et des déformations maximale et à rupture obtenues dans cette étude avec des données issues de la littérature. Le comparatif est également effectué avec la seule étude portant sur l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré en FA de Song et al. [68]. Pour l'ensemble des énergies de fabrication étudiées ici, les propriétés mécaniques mesurées sont supérieures. La limite d'élasticité ainsi que la contrainte maximale sont deux fois supérieures. La ductilité est également supérieure, indépendamment de l'énergie de fabrication.

Concernant l'alliage élaboré de manière conventionnelle, plusieurs jeux de données, issus de la littérature ou de nouvelles caractérisations expérimentales peuvent être utilisés pour effectuer la comparaison. Un alliage de référence fourni par la société Goodfellow est ainsi considéré dans un premier temps. Les détails de sa microstructure ainsi que de son comportement en traction sont fournis en Annexe D. En comparaison avec l'alliage élaboré par FA, la limite d'élasticité est inférieure pour les basses énergies (46 J.mm<sup>-3</sup>, 60 J.mm<sup>-3</sup>) et les énergies intermédiaires (90 J.mm<sup>-3</sup>, 120 J.mm<sup>-3</sup>) de fabrication. Cependant, la contrainte maximale de traction ainsi que la ductilité sont supérieures pour l'alliage de référence. Les données obtenues dans la thèse de Calvarin-Amiri sur un feuillard de Ni 20 wt.% Cr d'une épaisseur et d'une taille moyenne de grains de 40 µm sont également présentées [154]. La limite d'élasticité obtenue par Calvarin-Amiri est nettement inférieure à celle obtenue dans cette étude. Néanmoins, la contrainte maximale de traction de l'alliage élaboré de manière conventionnelle est équivalente à celle obtenue par FA et l'allongement à rupture est supérieur pour l'alliage élaboré traditionnellement. Le dernier point de comparaison est effectué avec l'étude de Gluck [155]. En comparaison avec le matériau élaboré en FA, les mêmes conclusions qu'avec les données de Calvarin-Amiri peuvent être tirées. La limite d'élasticité est plus faible, mais la ductilité est plus élevée pour le matériau élaboré par voie conventionnelle. Néanmoins, la contrainte maximale de traction est plus importante dans l'étude de Gluck.

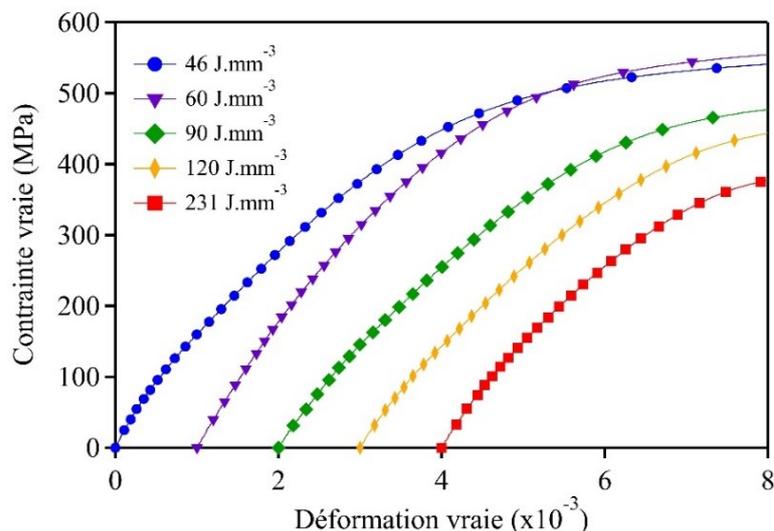
Ces différents comparatifs montrent que les propriétés de l'alliage Ni 20wt. % Cr en traction sont très dépendantes de sa méthode de mise en forme. Les échantillons élaborés en FA présentent une ductilité amoindrie et une contrainte maximale de traction inférieure par rapport au matériau élaboré par voie conventionnelle. Malgré cela, la limite d'élasticité est supérieure pour les échantillons élaborés en FA.

**Tableau 13** : Comparatif des propriétés mécaniques en traction de Ni20Cr obtenues en FA et par des procédés traditionnels.

$E_v$ (J.mm <sup>-3</sup> )	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A_g$ (%)	$A$ (%)
46 J.mm <sup>-3</sup>	504 (12)	635 (10)	11 (2)	11 (2)
60 J.mm <sup>-3</sup>	533 (5)	671 (15)	15 (5)	17 (7)
90 J.mm <sup>-3</sup>	482 (9)	624 (8)	23,6 (0,2)	36,1 (2,1)
120 J.mm <sup>-3</sup>	459 (9)	603 (7)	24,9 (1,4)	36,8 (8,3)
231 J.mm <sup>-3</sup>	405 (14)	562 (21)	29,2 (1,3)	34,8 (3,0)
NiCr- Référence	442 (10)	771 (12)	32,5 (0,3)	43,6 (1,1)
NiCr-FA [68]	205	318	/	4,5
NiCr [154]	205	635	/	46,3
NiCr [155]	231	968	/	45

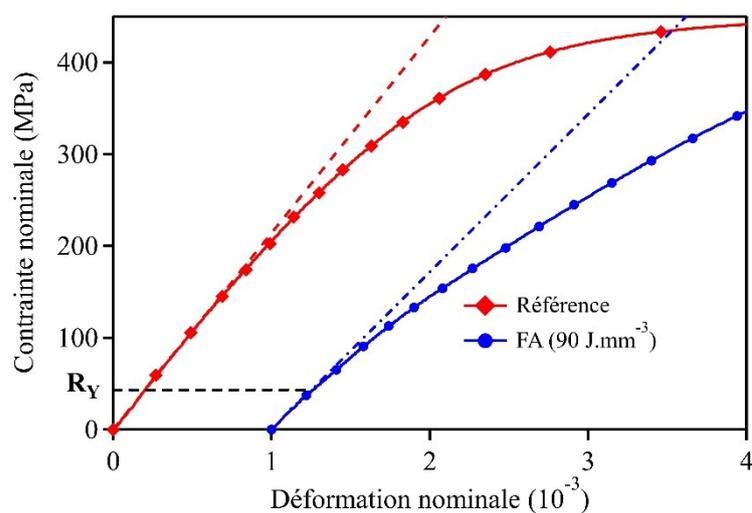
## 2) Comportement dans le domaine élastique

La section précédente a présenté de manière globale le comportement en traction de l'alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré en FA selon différentes énergies volumiques. Cette partie se consacre à étudier le comportement dans le domaine élastique et notamment la variation du module d'Young selon l'énergie de fabrication. La **Figure 85** présente un agrandissement du domaine d'élasticité des courbes nominales de traction pour toutes les énergies de fabrication. La partie élastique des échantillons élaborés en FA présente un caractère non linéaire. Néanmoins, le pied de courbe rectiligne permet de calculer un module d'élasticité, mais également une contrainte initiale d'élasticité ( $R_Y$ ) à partir de laquelle la partie élastique n'est plus linéaire.



**Figure 85** : Agrandissement du domaine d'élasticité pour les énergies de fabrication comprises entre 46 et 230 J.mm<sup>-3</sup>.

La **Figure 86** présente la comparaison du domaine d'élasticité d'un alliage Ni 20 wt. % Cr élaboré par voie conventionnelle et d'un alliage élaboré par FA à 90 J.mm<sup>-3</sup>. Le matériau élaboré conventionnellement est fourni par la société Goodfellow (caractéristiques mentionnées dans la section précédente voir Annexe D pour plus de détails).



**Figure 86** : Agrandissement du domaine d'élasticité pour un échantillon de FA (courbe bleue) et pour une référence élaborée par voie conventionnelle (courbe rouge), les droites en traits pleins correspondent à l'approximation linéaire du début de la courbe.

Les résultats obtenus pour l'ensemble des énergies de fabrication sont présentés dans le **Tableau 14**. Le module d'Young de l'alliage Ni 20 wt. % Cr est donné entre 180 GPa et 220 GPa dans la littérature. Pour tous les échantillons, le module d'Young mesuré est compris entre ces deux valeurs. Cependant, pour les énergies de 90 J.mm<sup>-3</sup> et 120 J.mm<sup>-3</sup>, le module d'Young est inférieur en comparaison avec les autres énergies. Cette baisse de module d'Young peut s'expliquer par une texturation plus importante pour ces énergies de fabrication comme observée par Popovich et al. pour l'Inconel 718 [118]. La limite apparente d'élasticité évolue également selon l'énergie de fabrication. La valeur la plus élevée est mesurée pour l'échantillon élaboré à 46 J.mm<sup>-3</sup> avec une valeur égale à 71 MPa. Pour les autres énergies de fabrication, la valeur de R<sub>Y</sub> évolue entre 57 MPa et 45 MPa. Les valeurs de R<sub>Y</sub> sont faibles par rapport à la limite d'élasticité mesurée, témoignant du caractère fortement non linéaire du domaine d'élasticité.

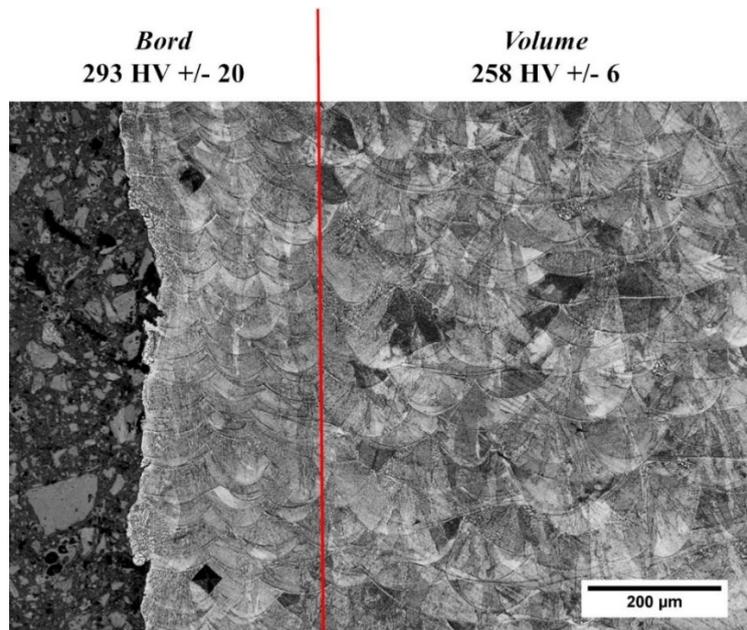
**Tableau 14** : Module d'Young et contrainte initiale d'élasticité pour l'ensemble des énergies de fabrication.

<b>E<sub>v</sub></b> <b>(J.mm<sup>-3</sup>)</b>	<b>E</b> <b>(GPa)</b>	<b>R<sub>Y</sub></b> <b>(MPa)</b>
46 J.mm <sup>-3</sup>	190 (10)	71 (5)
60 J.mm <sup>-3</sup>	195 (1)	57 (13)
90 J.mm <sup>-3</sup>	179 (7)	46 (8)
120 J.mm <sup>-3</sup>	177 (2)	46 (4)
230 J.mm <sup>-3</sup>	193 (8)	45 (13)

Une des hypothèses pouvant expliquer le comportement dans le domaine élastique décrit précédemment repose sur la différence de microstructure entre le bord et le volume de l'éprouvette entraînant la formation de deux zones avec des comportements mécaniques différents. En d'autres termes, si l'écart de dureté entre ces deux zones est important, la zone la plus faible en dureté va entrer en plasticité avant l'autre zone.

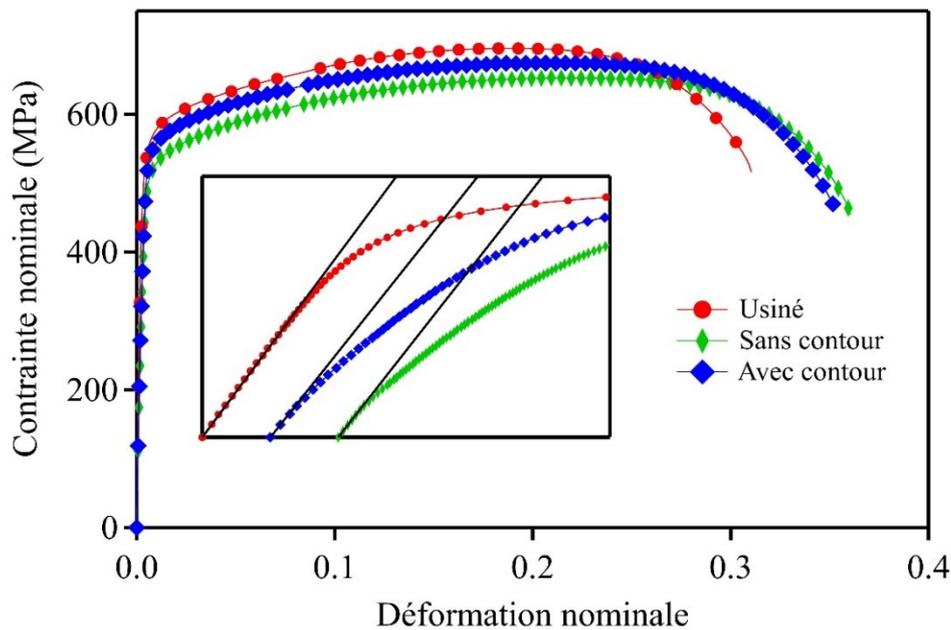
La **Figure 87** présente une micrographie optique de l'échantillon élaboré à 62 J.mm<sup>-3</sup> montrant la différence de microstructure entre le bord et le volume. La différence de dureté Vickers entre le bord et le volume de 34 HV avec une dureté plus importante pour le bord de

l'échantillon. La dispersion des mesures de dureté pour la zone de bord est importante du fait de la difficulté d'effectuer les empreintes précisément dans cette zone.



**Figure 87** : Différence de microstructure et de dureté entre le bord et le volume de l'échantillon élaboré à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Afin de comprendre plus en détail l'influence de l'état de surface et des paramètres de bords sur le comportement en traction, des éprouvettes sans stratégie de bord et de contour ont été élaborées. Des éprouvettes ont également été usinées à partir de cylindres de diamètre 12 mm. Pour l'ensemble des éprouvettes, l'énergie de fabrication est de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ . La **Figure 88** présente les courbes de traction obtenues pour les éprouvettes usinées et celles construites avec et sans contours. Un agrandissement du domaine d'élasticité pour ces trois états est également présenté. Pour l'éprouvette usinée, la partie élastique est parfaitement linéaire avec un module d'Young mesuré à 200 GPa. Au contraire, l'éprouvette construite sans contours présente un comportement en élasticité identique à celui observé pour les éprouvettes construites avec contours. Par ailleurs, les éprouvettes usinées ont une contrainte maximale supérieure de 25 MPa par rapport aux éprouvettes construites directement en FA. Il apparaît donc que l'usinage des éprouvettes influence le comportement en élasticité de Ni 20 wt. % Cr. Par ailleurs, le comportement mécanique est également influencé par l'état de surface avec des valeurs plus importantes de limite d'élasticité et de contrainte maximale pour l'échantillon usiné, mais sans influencer l'écrouissage.



**Figure 88** : Courbes de traction nominales pour les éprouvettes usinées, sans et avec contours élaborés à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ .

### III) Écrouissage de l'alliage Ni 20 wt. % Cr en FA

#### 1) Contraintes et déformations vraies

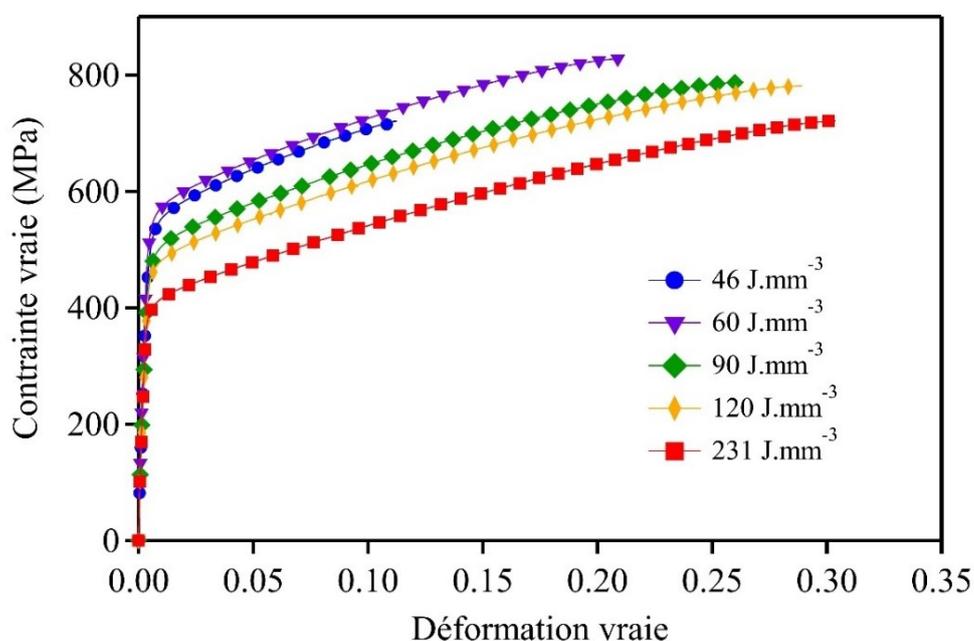
L'étude de l'écrouissage du matériau passe par la transformation des courbes nominales de traction présentées dans la partie II en contrainte et déformation vraie. Les équations (IV.1) et (IV.2) permettent de calculer les contraintes et déformations vraies à partir des valeurs nominales de traction.

$$\sigma_v = \frac{F}{S} = \sigma \cdot (1 + \varepsilon) \quad (\text{IV.1})$$

$$\varepsilon_v = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon) \quad (\text{IV.2})$$

La **Figure 89** présente les courbes de contraintes et déformation vraies pour l'ensemble des énergies de fabrication. Pour chaque énergie de fabrication, une valeur de contrainte maximale ( $\sigma_{\max}$ ) et de déformation totale à contrainte maximale ( $\varepsilon_{\max}$ ) sont obtenues en prenant le maximum des courbes de traction vraies. Le **Tableau 15** présente les résultats obtenus en

fonction de l'énergie de fabrication ainsi que pour l'alliage de référence. La contrainte maximale augmente significativement entre  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  passant de 705 MPa à 798 MPa. La contrainte maximale pour l'alliage de référence a une valeur supérieure de 1045 MPa. Concernant la déformation à contrainte maximale, une augmentation de celle-ci est observée en fonction de l'énergie de fabrication passant de 10,5 % à 28,7 %.



**Figure 89** : Courbes de contraintes et déformations vraies pour l'ensemble des énergies de fabrication.

**Tableau 15** : Contrainte maximale et déformation totale à contrainte maximale pour les échantillons élaborés en FA et l'alliage de référence.

$E_v$ ( $\text{J.mm}^{-3}$ )	$\sigma_{\max}$ (MPa)	$\epsilon_{\max}$ (%)
46	705 (14)	10,5 (1,8)
60	779 (52)	15,1 (5,5)
90	798 (8)	26,4 (0,5)
120	778 (12)	26,8 (2,7)
230	743 (23)	28,7 (1,6)
Référence (Goodfellow)	1045 (12)	30,7 (0,1)

## 2) Modélisation de la courbe de traction

Une des possibilités pour étudier l'érouissage est de modéliser la courbe de traction. Il a été choisi dans cette étude d'utiliser la loi d'Hollomon qui est une équation puissance empirique permettant de mettre en équation aisément la courbe de traction. Le comparatif est également effectué avec l'alliage de référence afin de voir les spécificités des matériaux de FA en termes d'érouissage.

### 2.1 ) Loi d'Hollomon

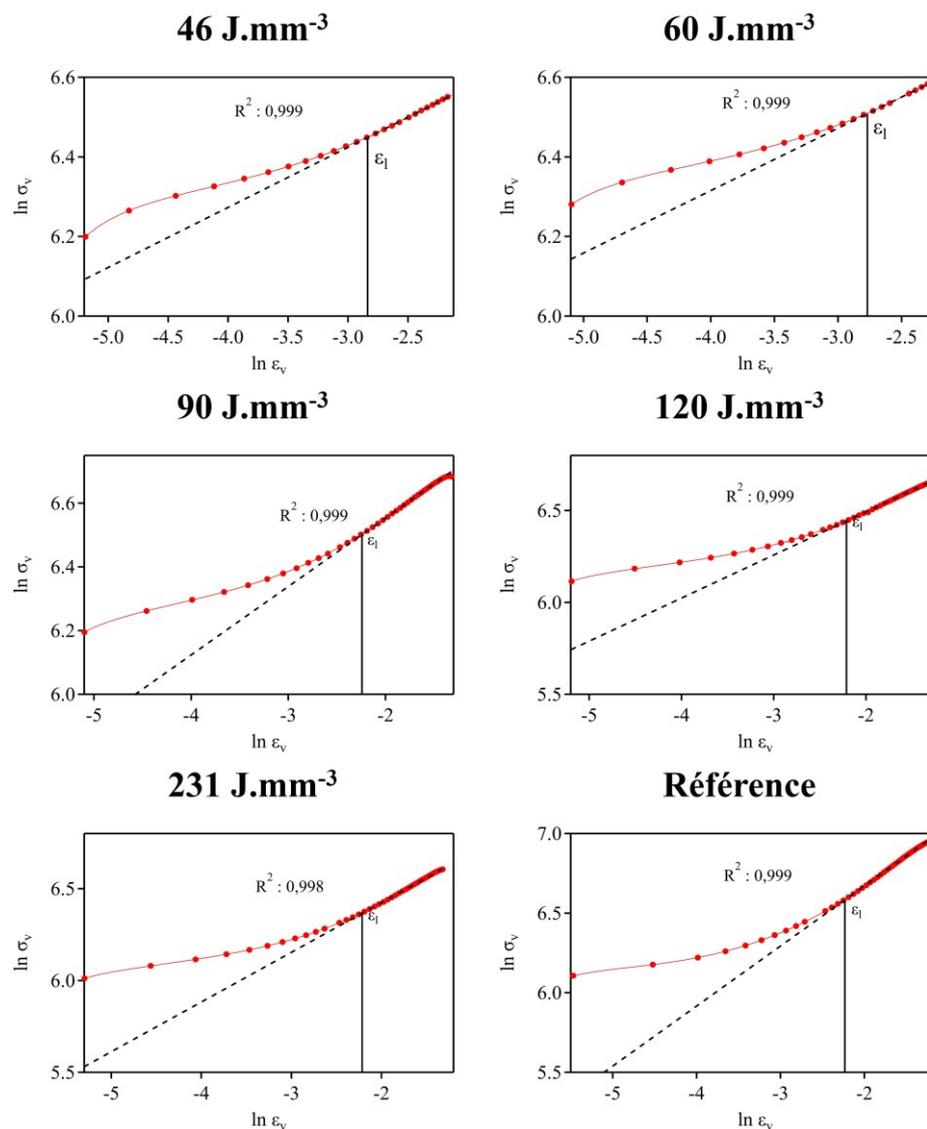
La loi d'Hollomon est une loi puissance définie selon l'équation (IV.3) avec  $K_H$  le coefficient de résistance et  $n_H$  le coefficient d'érouissage [156]. Le coefficient d'érouissage  $n$  caractérise la forme de la courbe de la courbe de traction et évolue entre 0,1 et 0,5. Une valeur de  $n$  élevée induit que le matériau s'érouit fortement.

$$\sigma_v = K_H \varepsilon^{n_H} \quad (\text{IV. 3})$$

La détermination des coefficients  $n$  et  $K$  s'effectue en traçant  $\ln(\sigma_v)$  en fonction de  $\ln(\varepsilon_v)$  pour le domaine de plasticité. La modélisation par une fonction affine permet de déterminer les valeurs de  $K_H$  et  $n_H$  (Équation IV.4).

$$\ln \sigma_v = \ln K_H + n_H \cdot \ln \varepsilon_v \quad (\text{IV. 4})$$

La **Figure 90** présente les courbes  $\ln(\sigma_v) = \ln(\varepsilon_v)$  pour les cinq énergies de fabrication ainsi que pour l'alliage de référence. Pour l'ensemble des énergies de fabrication ainsi que pour l'alliage de référence, la courbe est linéaire à partir d'une valeur de déformation  $\varepsilon_l$ . Une divergence par rapport à la loi d'Hollomon est donc observée pour les faibles niveaux de déformations. Par ailleurs, le fait d'observer ce comportement pour l'alliage de référence indique que ce comportement est intrinsèquement lié à la métallurgie de l'alliage Ni 20 wt. % Cr et non pas à la manière dont il est élaboré. Pour chaque état, les coefficients  $n_h$  et  $K_h$  de la loi d'Hollomon sont déterminés ainsi que la déformation critique  $\varepsilon_l$  en dessous de laquelle cette équation ne s'applique pas.



**Figure 90** : Courbes  $\ln \sigma_v - \ln \epsilon_v$  pour les échantillons élaborés en FA et l'échantillon de référence.

Le **Tableau 16** présente l'évolution de  $n_H$ ,  $K_H$  et  $\epsilon_l$  pour les échantillons élaborés en FA ainsi que pour l'alliage de référence. Une évolution de  $n_H$  et  $K_H$  selon l'énergie de fabrication est observée, avec  $n_H$  passant d'une valeur de 0,15 pour l'énergie de 46 J.mm<sup>-3</sup> à 0,27 pour l'énergie de 230 J.mm<sup>-3</sup>. L'évolution de  $K_H$  est inverse, une diminution de sa valeur est observée avec une augmentation de l'énergie de fabrication. En comparaison avec l'alliage de référence, le coefficient d'érouissage est nettement supérieur à ceux des échantillons élaborés en FA. La faible valeur du coefficient d'érouissage des matériaux élaborés par FA a déjà été reportée pour différents alliages comme le 316L [128], [129], [157]. La valeur de  $\epsilon_l$  est également dépendante de l'énergie de fabrication. Pour les faibles énergies de fabrication (46

J.mm<sup>-3</sup>, 60 J.mm<sup>-3</sup>), la déviation se fait pour une déformation totale comprise entre 5 % et 7 %. À partir de 90 J.mm<sup>-3</sup>, la déviation se fait à 10 % de déformation totale. Une augmentation de la valeur de déformation est à noter pour les plus hautes énergies de fabrication. Néanmoins, cette augmentation est limitée de 10 % à 12 % pour la plus haute énergie de fabrication. Concernant l'alliage de référence,  $\epsilon_1$  est égale à 10 %. Par ailleurs, certains auteurs comme Li et al. et Voisin et al. ont également observé un changement du coefficient d'érouissage  $n_H$  à partir de 10 % et 13 % de déformation pour le 316L [127], [157]. Les auteurs associent le changement de comportement mécanique à partir de 10 % à un changement de mécanisme de déformation.

**Tableau 16** : Coefficients  $n_H$  et  $K_H$  de la loi d'Hollomon et déformation  $\epsilon_1$  pour les échantillons élaborés en FA et l'alliage de référence.

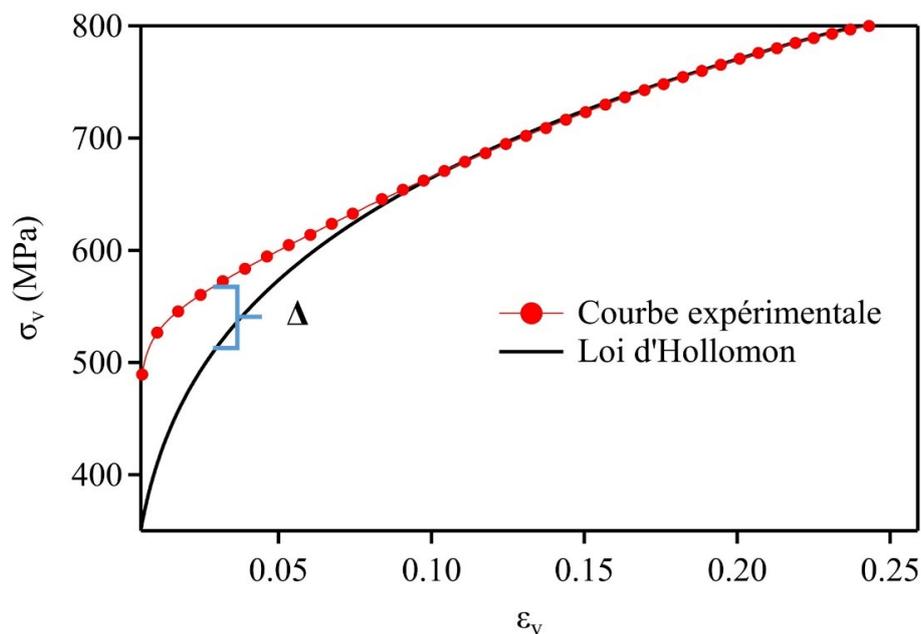
	$n_H$	$K_H$ (MPa)	$\epsilon_1$ (%)
46 J.mm <sup>-3</sup>	0,15 (0,01)	995 (17)	5,4 (0,6)
60 J.mm <sup>-3</sup>	0,17 (0,01)	1080 (40)	6,6 (0,4)
90 J.mm <sup>-3</sup>	0,214 (0,001)	1072 (15)	10,1 (0,9)
120 J.mm <sup>-3</sup>	0,22 (0,01)	1055 (13)	10,4 (0,7)
231 J.mm <sup>-3</sup>	0,275 (0,007)	1053 (47)	11,9 (1,3)
Référence	0,34 (0,06)	1045 (12)	10,5 (0,3)

## 2.2 ) Loi de Ludwigson

La loi de Ludwigson a été introduite afin de trouver une expression pour les métaux et alliages présentant une déviation par rapport à la loi d'Hollomon pour les faibles déformations [158]. D'après Ludwigson, la déviation par rapport à la loi d'Hollomon est principalement rencontrée pour les métaux et alliages à faible énergie de faute d'empilement. Pour l'alliage Ni 20 wt. % Cr, l'énergie de faute d'empilement est de 42 mJ.m<sup>-2</sup> d'après Akhtar et Teghtsoonian [159]. Cette valeur est du même ordre de grandeur que l'énergie de faute d'empilement pour le 316L qui est de 30 mJ.m<sup>-2</sup> [160]. Selon Ludwigson, le changement de comportement observé à partir de  $\epsilon_1$  est associé à un changement de mécanisme passant d'un glissement planaire pour les faibles déformations plastiques à un glissement dévié à partir de  $\epsilon_1$ .

L'expression de la loi de Ludwigson est donnée en équation (IV.5). La première partie de l'équation correspond à la loi d'Hollomon classique tandis que la deuxième partie est le facteur correctif avec  $K_L$  et  $n_L$  des constantes dépendantes du matériau, de la température d'essai et de la taille grains. La détermination des coefficients de la loi de Ludwigson s'effectue en mesurant dans un premier temps la différence de contrainte ( $\Delta$ ) pour une valeur de déformation entre les courbes de traction expérimentales et celle obtenue par la loi d'Hollomon. La **Figure 91** illustre pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  la différence qu'il y a entre la courbe expérimentale et la loi d'Hollomon avant 10 % de déformation. Pour chaque état, la différence de contrainte  $\Delta$  est mesurée, pour chaque échantillon en cinq valeurs de déformations.

$$\sigma_v = K_H \varepsilon_v^{n_H} + \exp(K_L + n_L \varepsilon_v) \quad (\text{IV.5})$$

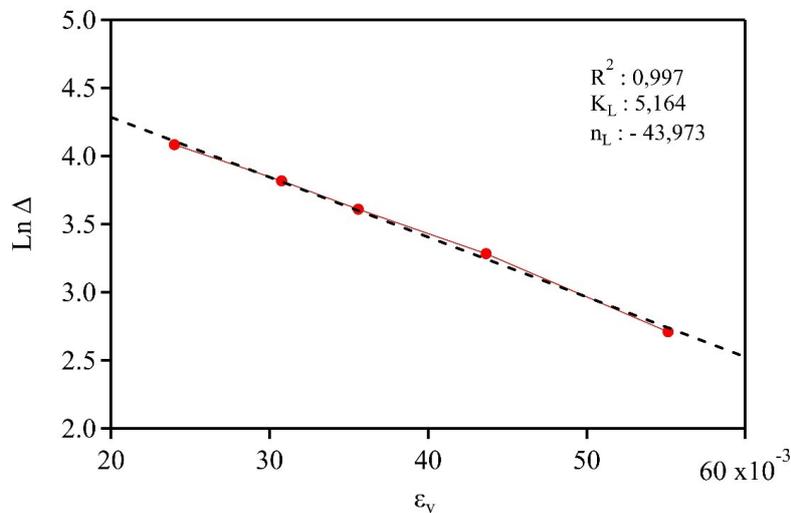


**Figure 91** : Exemple de déviation par rapport à la loi d'Hollomon et de mesure de  $\Delta$  pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ .

La différence entre la courbe expérimentale et la loi d'Hollomon pour les faibles déformations prend la forme d'une exponentielle (équation IV.6).

$$\Delta = \exp(K_L + n_L \cdot \varepsilon_v) \quad (\text{IV.6})$$

$K_L$  et  $n_L$  sont déterminées en traçant  $\ln \Delta$  en fonction de la valeur de déformation correspondant. La **Figure 92** présente  $\ln \Delta = f(\varepsilon_v)$  pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . Les points forment une droite de coefficient directeur  $n_L$  et d'ordonnée à l'origine  $K_L$ .



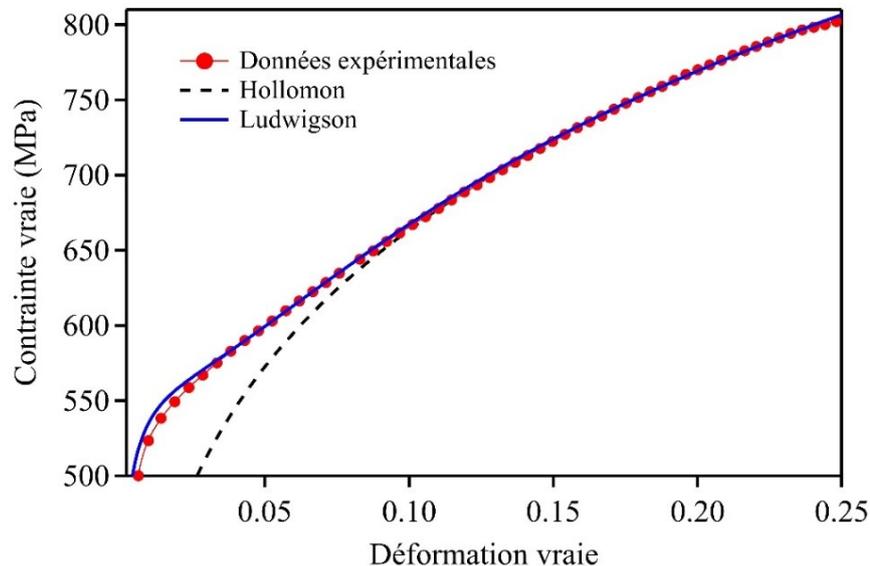
**Figure 92** : Détermination des coefficients  $n_L$  et  $K_L$  pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Le **Tableau 17** présente les évolutions de  $n_L$  et  $K_L$  en fonction de l'énergie volumique ainsi que pour l'alliage de référence. La valeur de  $n_L$  diminue progressivement à mesure que l'énergie volumique augmente au contraire de  $K_L$ . Les valeurs obtenues pour  $n_L$  et  $K_L$  sont cohérentes avec les résultats obtenus par Ludwigson pour l'acier 304. Une augmentation des valeurs  $n_L$  et  $K_L$  est observée avec l'énergie de fabrication. L'écart avec la loi d'Hollomon est donc plus marqué pour les échantillons élaborés à haute énergie de fabrication.

**Tableau 17** : Évolution de  $n_L$  et  $K_L$  pour les échantillons élaborés en FA et l'alliage de référence.

	$n_L$	$K_L$
$46 \text{ J.mm}^{-3}$	-72,60 (7,08)	4,76 (0,04)
$60 \text{ J.mm}^{-3}$	-56,16 (8,69)	5,01 (0,12)
$90 \text{ J.mm}^{-3}$	-40,76 (1,30)	5,17 (0,26)
$120 \text{ J.mm}^{-3}$	-39,77 (3,39)	5,23 (0,06)
$231 \text{ J.mm}^{-3}$	-33,54 (1,30)	5,30 (0,05)
Référence	-32,95 (4,33)	5,48 (0,09)

La **Figure 93** présente le tracé des courbes d'Hollomon et Ludwison pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . La loi de Ludwison a une meilleure adéquation avec les données expérimentales que la loi d'Hollomon.



**Figure 93** : Comparatif entre les données expérimentales et les lois d'Hollomon et de Ludwison obtenues pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ .

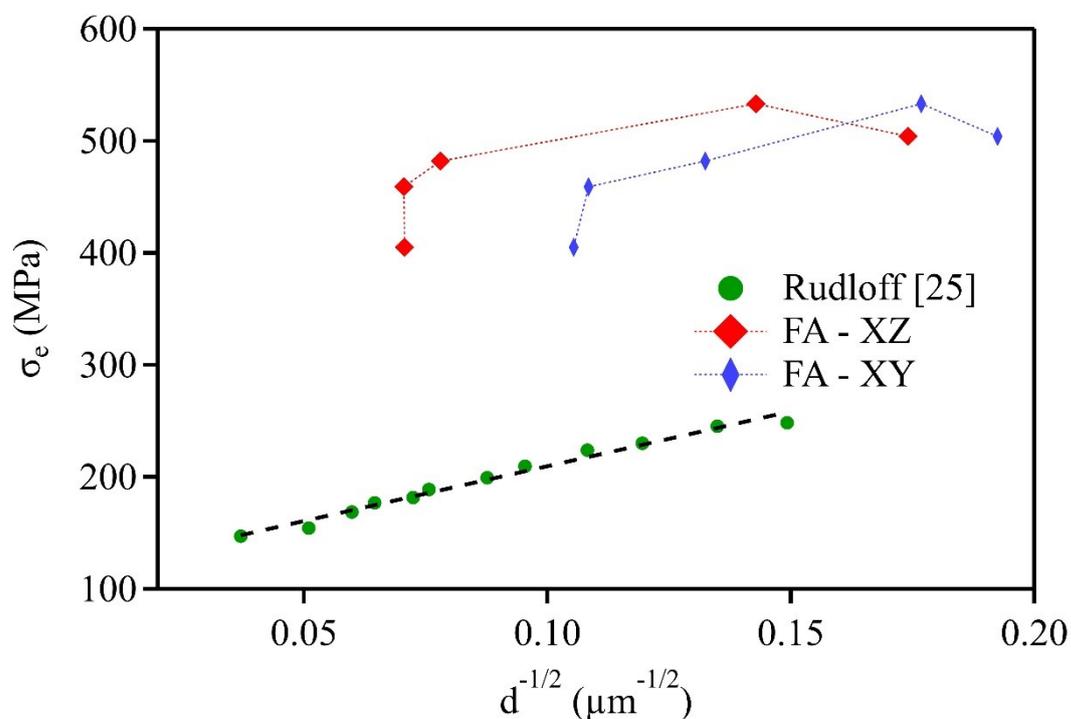
### 3) Impact de la microstructure sur le comportement mécanique

Les matériaux élaborés en FA présentent la particularité d'avoir un sous-réseau architecturé à l'intérieur de chaque grain. Ce sous réseau est composé de dendrites cellulaires résultant de la solidification rapide. D'après Liu et al. le réseau formé autour de chaque dendrite cellulaire par les éléments en ségrégation et les dislocations participent au durcissement et à la ductilité du matériau [129]. Par ailleurs, la présence de joints de faibles désorientations entre chaque colonie de cellules entraîne un faible écrouissage du matériau. Le rôle des dendrites cellulaires sur la déformation plastique et l'écrouissage n'est pas encore bien compris et nécessite une compréhension plus aboutie. Néanmoins les travaux de Voisin et al. sur le 316L ont permis d'apporter une meilleure compréhension sur le rôle des dendrites cellulaires sur la déformation plastique en traction [127].

### 3.1 ) Effet de la taille de grains

La taille de grains d'un matériau polycristallin influence les propriétés mécaniques suivant la loi de Hall et Petch (Équation IV.7) avec  $\sigma_0$  et  $K_{HP}$  des constantes dépendantes du matériau d'étude et du taux de déformation. Des précédents travaux effectués par M. Rudloff sur l'alliage Ni 20 wt. % Cr ont déterminé la dépendance de la limite d'élasticité pour une taille de grains évoluant entre 55  $\mu\text{m}$  et 730  $\mu\text{m}$  [7]. La **Figure 94** présente l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains pour les plans XZ et XY ainsi que les résultats obtenus par Rudloff. Les résultats de Rudloff montrent une dépendance linéaire de la limite d'élasticité vis-à-vis de la taille de grains. Les constantes de la loi de Hall et Petch  $\sigma_0$  et  $K_{HP}$  sont respectivement égales à 115 MPa et 935  $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1/2}$ . Pour les échantillons élaborés par FA, une tendance linéaire entre la limite d'élasticité et la taille de grain est également observée malgré une dispersion importante. Par ailleurs, pour une taille de grains équivalente, les échantillons élaborés par FA présentent une limite d'élasticité deux fois supérieure à celle obtenue par Rudloff.

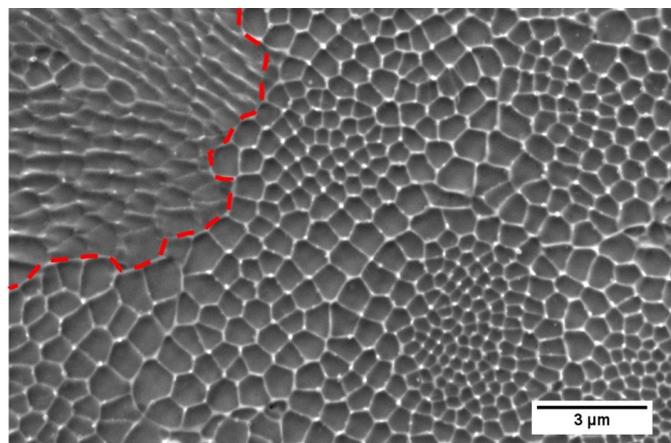
$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{K_{HP}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \quad (\text{IV.7})$$



**Figure 94** : Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grain selon le XZ et XY pour les échantillons de FA et d'après les données de Rudloff [7].

### 3.2 ) Espace interdendritique

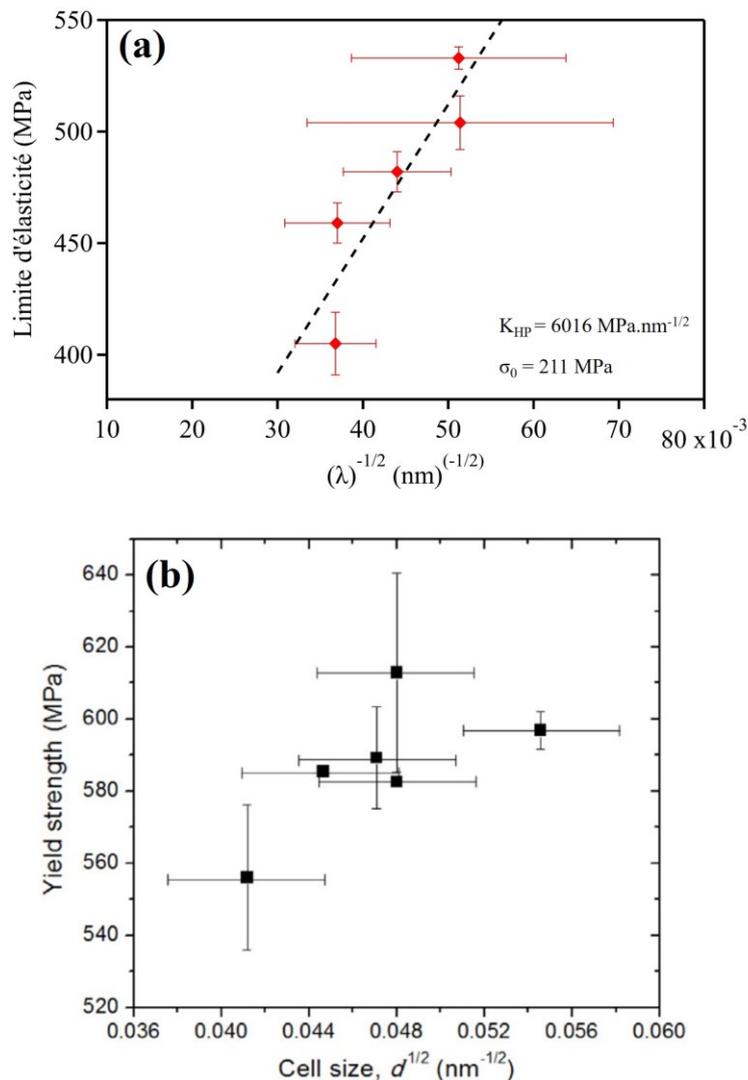
Une des hypothèses avancées dans certaines études est que la taille des cellules dendritiques influence les propriétés mécaniques et que l'espace interdendritique peut avoir le même effet durcissant qu'un joint de grains de forte désorientation [28], [132], [161]. Néanmoins, il est compliqué de déterminer de manière précise une relation entre la taille des cellules dendritiques et la limite d'élasticité. La taille des cellules dendritiques est dépendante des conditions locales de solidification. La **Figure 95** présente une observation MEB d'une colonie des cellules dendritiques pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . Des changements significatifs de tailles de cellules dendritiques sont observables au sein d'une même colonie.



**Figure 95** : Observations au MEB d'une colonie de cellules dendritiques pour l'échantillon élaboré à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  montrant des évolutions significatives de tailles de cellules dendritiques.

La **Figure 96-a** montre l'évolution de la limite d'élasticité selon la taille moyenne de l'espace interdendritique ( $\lambda_1$ ). La forte dispersion de la taille de l'espace interdendritique ne permet pas de donner une tendance claire pour l'évolution de la limite d'élasticité. Néanmoins, en prenant en compte uniquement les valeurs moyennes, une augmentation de la limite d'élasticité apparaît avec la diminution de l'espace interdendritique. Ce type d'évolution a déjà été mis en évidence par Li et al. [161] pour le 316L par essai de compression sur micropilliers au sein de différentes colonies de dendrites cellulaires (**Figure 96-b**). D'autres auteurs comme Kong et al. ont également observé une dépendance des propriétés mécaniques par nano-indentation vis-à-vis de la taille des cellules dendritiques [132]. Pour ces auteurs, l'espace interdendritique participe à l'augmentation de la limite d'élasticité des matériaux élaborés par FA, mais contrairement aux joints de grains, cette interface permet de laisser passer plus facilement les dislocations. La valeur de  $K_{HP}$  obtenue est de  $190 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$  ( $6016 \text{ MPa} \cdot \text{nm}^{-1/2}$ ).

$^{1/2}$ ), cette valeur est inférieure à celle obtenue par Rudloff qui est de  $978 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1/2}$ . La structure cellulaire dendritique a donc un effet durcissant amoindri par rapport aux joints de grains.



**Figure 96** : Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de  $\lambda_1$  pour : (a) Ni 20 wt.% Cr, (b) l'acier 316 L [161].

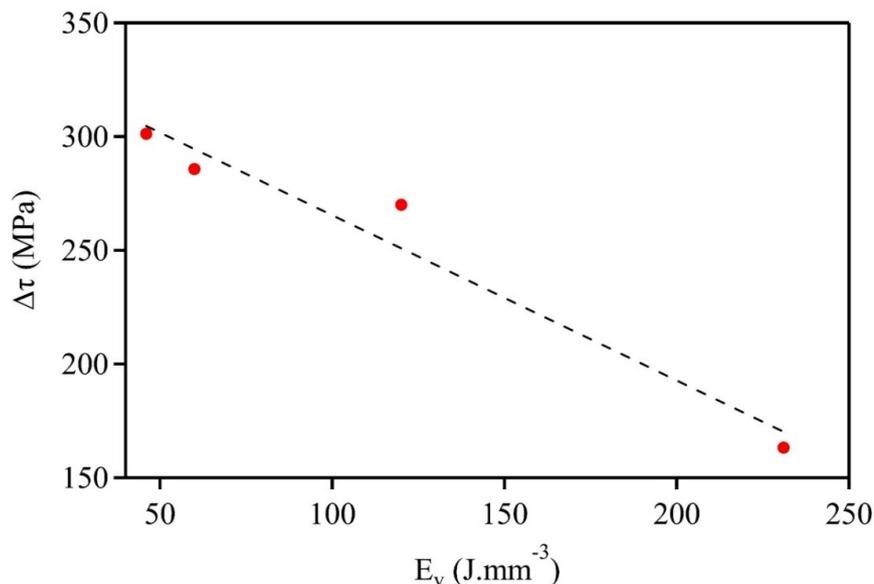
L'espace interdendritique est composé, comme montré en chapitre III, d'une forte densité de dislocations, mais également de précipités espacés régulièrement. Il a été également mis en évidence, que l'augmentation de l'énergie de fabrication entraîne des accroissements en taille et en distance moyenne des particules.

L'influence des précipités sur le durcissement de Ni 20 wt. % Cr est étudié en calculant l'augmentation de la contrainte de cisaillement induit par les précipités. L'équation (IV.8)

permet le calcul de cette contrainte avec comme hypothèse principale l'existence d'un mécanisme de contournement des précipités de type Orowan. Cette hypothèse a déjà été utilisée par Voisin et al. pour le calcul de la contribution des précipités formés dans le 316L élaboré en FA [127]. À partir des mesures de taille moyenne ( $D$ ) et de distance moyenne ( $\lambda$ ) entre particules, il est possible de calculer une contribution des précipités au durcissement du matériau élaboré par FA. L'équation (IV.10) permet le calcul de la contrainte de cisaillement local induit par les précipités avec  $\mu$  le module de cisaillement (81 300 MPa) et  $b$  la norme du vecteur de Burgers (0,249 nm) [162].

$$\Delta\tau = \frac{\mu \cdot b}{\lambda - D} \quad (\text{IV. 10})$$

La **Figure 97** présente l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de l'énergie de fabrication. Une diminution de la contrainte de cisaillement est observée avec l'augmentation de l'énergie de fabrication passant d'une valeur de 300 MPa à 170 MPa pour la plus faible et la plus forte énergie de fabrication, respectivement. La croissance des particules ainsi que l'augmentation de leurs espacements sont les raisons principales expliquant cette diminution. Ce résultat peut, par ailleurs, expliquer l'adoucissement du matériau observé avec l'augmentation de l'énergie de fabrication ainsi que l'augmentation du coefficient d'érouissage. Néanmoins, les résultats sont à confirmer en prenant en compte les particules de plus petit diamètre.

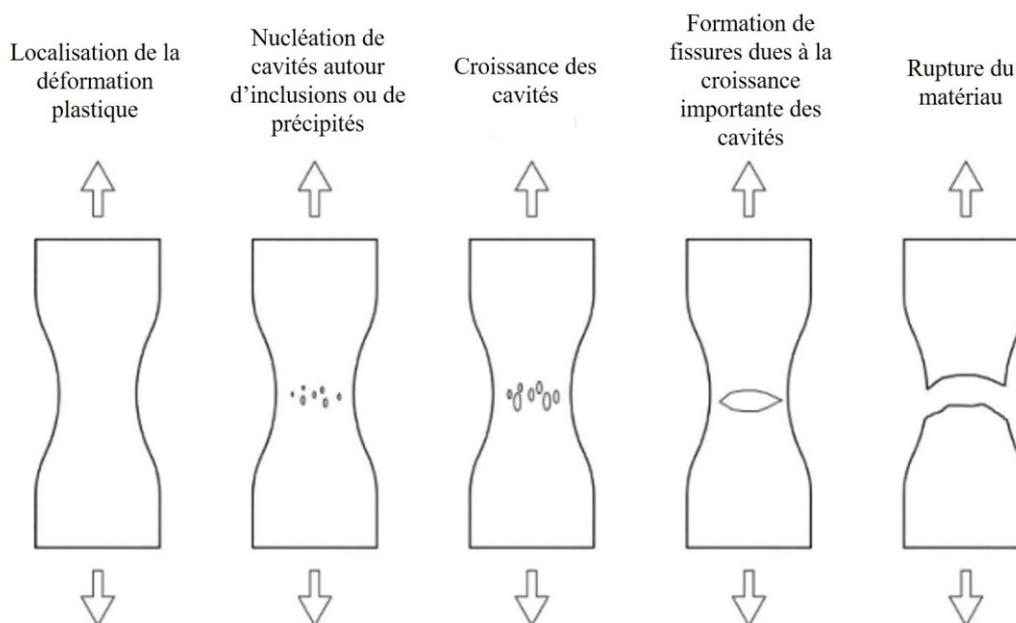


**Figure 97** : Évolution de la contrainte de cisaillement induit par les précipités en fonction de l'énergie de fabrication.

## *IV) Impact des paramètres sur la rupture en traction*

Cette dernière partie se consacre à étudier l'influence des paramètres de fabrication sur la rupture de Ni 20 wt. % Cr en traction. Cette étude est effectuée par observations des faciès de rupture à faible grossissement à l'aide du microscope numérique Keyence VHX-500F et à fort grossissement au MEB.

La forme générale du faciès et sa surface permettent de déterminer le mode de rupture du matériau. La **Figure 98** schématise la formation de la rupture en traction d'un matériau ductile. Pour une forte plasticité, la déformation se localise dans une zone de l'éprouvette. Il y a nucléation de cavités au niveau des inclusions, des précipités ou des défauts présents dans la microstructure. Ces cavités vont croître durant la déformation plastique et entraînent des instabilités plastiques ainsi que la décohésion des inclusions. La surface de l'éprouvette diminue dans la zone de striction, la rupture du matériau se fait par déchirement. Le faciès de rupture présente alors des cupules avec la présence des inclusions en fond des cavités et une zone de rupture par cisaillement sur les bords de l'éprouvette. Ce type de rupture est sensible à la géométrie et à l'épaisseur de l'éprouvette.



**Figure 98** : Schématisation de la formation de la rupture type « cup and cone » pour un matériau ductile en traction [163].

Dans le cas des matériaux élaborés par FA, la présence de défauts comme des porosités ou de la poudre partiellement fondue peut entraîner un changement des mécanismes de rupture du matériau comme l'a montré Yakout et al. [89] pour le 316L et l'Invar 36 passant d'une rupture, que les auteurs ont qualifiée de fragile, à une rupture ductile à mesure que la proportion de défauts diminue.

### 1) Forme générale du faciès

L'observation à faible grossissement des faciès de rupture permet d'étudier l'influence des paramètres de fabrication sur la forme générale du faciès. Ces observations sont effectuées à la loupe binoculaire. La mesure de la surface finale ( $S_f$ ) permet de calculer la striction ( $Z\%$ ) à l'aide de l'équation (IV.11) avec  $S_0$  la surface initiale de l'échantillon.

$$Z\% = \left( \frac{S_0 - S_f}{S_0} \right) \cdot 100 \quad (\text{IV. 11})$$

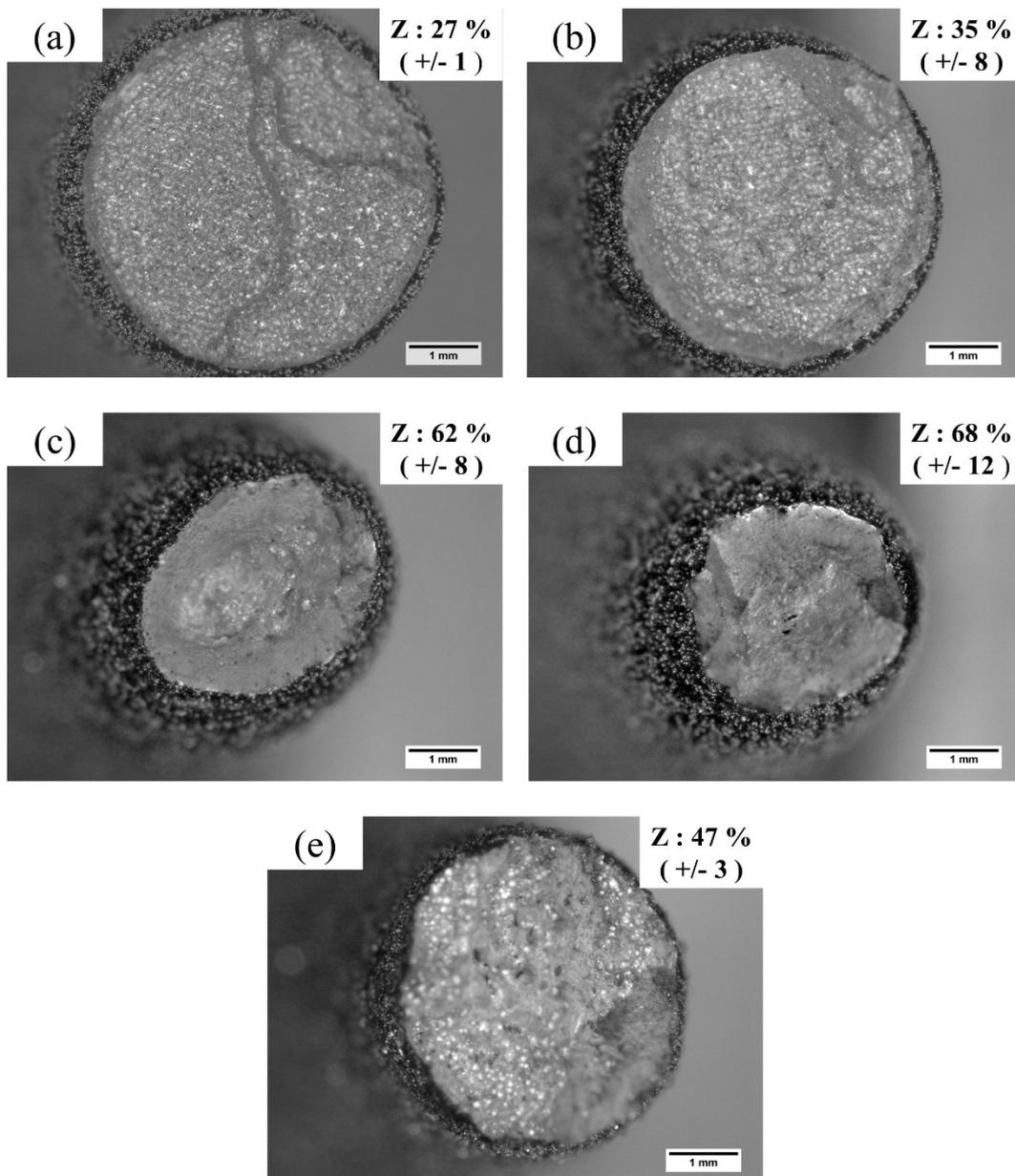
La **Figure 99** présente les observations macroscopiques des faciès de rupture pour l'ensemble des énergies de fabrication. De ce point de vue macroscopique, trois types de ruptures peuvent être mis en évidence selon l'énergie de fabrication.

Pour les plus basses énergies de fabrication (**Figure 99 a, b**), une faible striction est mesurée avec une valeur moyenne de 27 % pour l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  et 35 % pour l'énergie de fabrication de  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ . Par ailleurs, l'observation des faciès montre la présence de la macrostructure. La rupture semble s'effectuer le long des cordons. Ces résultats sont cohérents avec la faible ductilité mesurée en traction. La rupture de ces échantillons s'effectue en début de striction ou juste avant de rentrer en striction (cas de l'échantillon à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ).

Pour les énergies intermédiaires de fabrication (**Figure 99 c, d**), une striction plus importante est mesurée avec des valeurs de 62 % pour l'échantillon à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et de 68 % pour l'échantillon à  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . Néanmoins, pour l'énergie d'élaboration de  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ , une dispersion non négligeable est mesurée. Cela est dû à la rupture de certaines éprouvettes en début de striction.

Pour l'énergie de fabrication la plus importante (**Figure 99-d**), la striction est seulement de 47 % indiquant une rupture en début de striction. Le faciès présente un nombre considérable

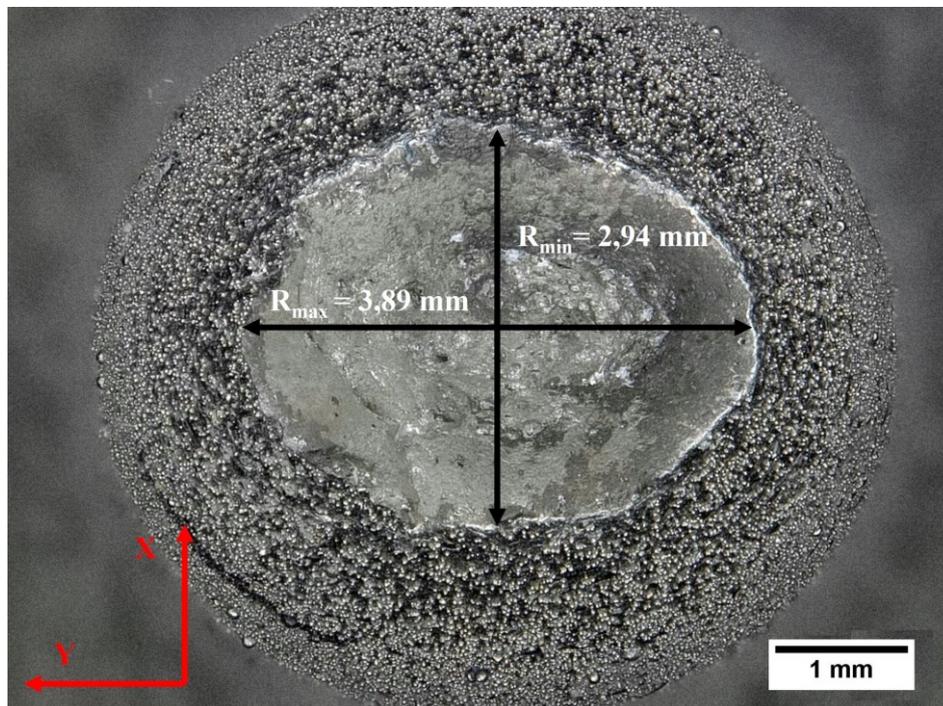
de zones claires pouvant être identifiées comme des porosités ou des éjectas présents initialement dans la microstructure.



**Figure 99** : Vue macroscopique à la loupe binoculaire des faciès de rupture pour les énergies de (a)  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ , (b)  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ , (c)  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , (d)  $120 \text{ J.mm}^{-3}$  et (e)  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Pour les éprouvettes élaborées à énergie intermédiaire ( $90 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ ), une ovalisation des faciès de rupture est observée. La **Figure 100** présente une observation effectuée du faciès de rupture de l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . Les diamètres minimal et maximal sont obtenus par analyse d'image à l'aide du logiciel Image J. Les résultats montrent une différence de 1 mm entre les deux diamètres. Par ailleurs, le diamètre est parallèle avec la

direction Y. Ces observations ont déjà été mises en évidence par Keller et al. [164] pour l'Hastelloy X pour des échantillons élaborés avec deux passages de laser. Les auteurs associent ce changement de géométrie à une anisotropie de déformation plastique due à la différence d'orientations cristallographiques le long des directions X et Y (dans le plan de construction). Les microstructures des échantillons élaborés à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ , contrairement aux autres énergies de fabrication, présentent une texture type Goss avec la normale au plan  $\{110\}$  parallèle Z et la direction  $\langle 001 \rangle$  parallèle à Y. La forme elliptique du faciès peut donc être associée à une anisotropie de la déformation plastique due à la présence d'une texture de Goss marquée (densité maximale de pôles supérieure à 8).



**Figure 100** : Forme elliptique du faciès de rupture pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ .

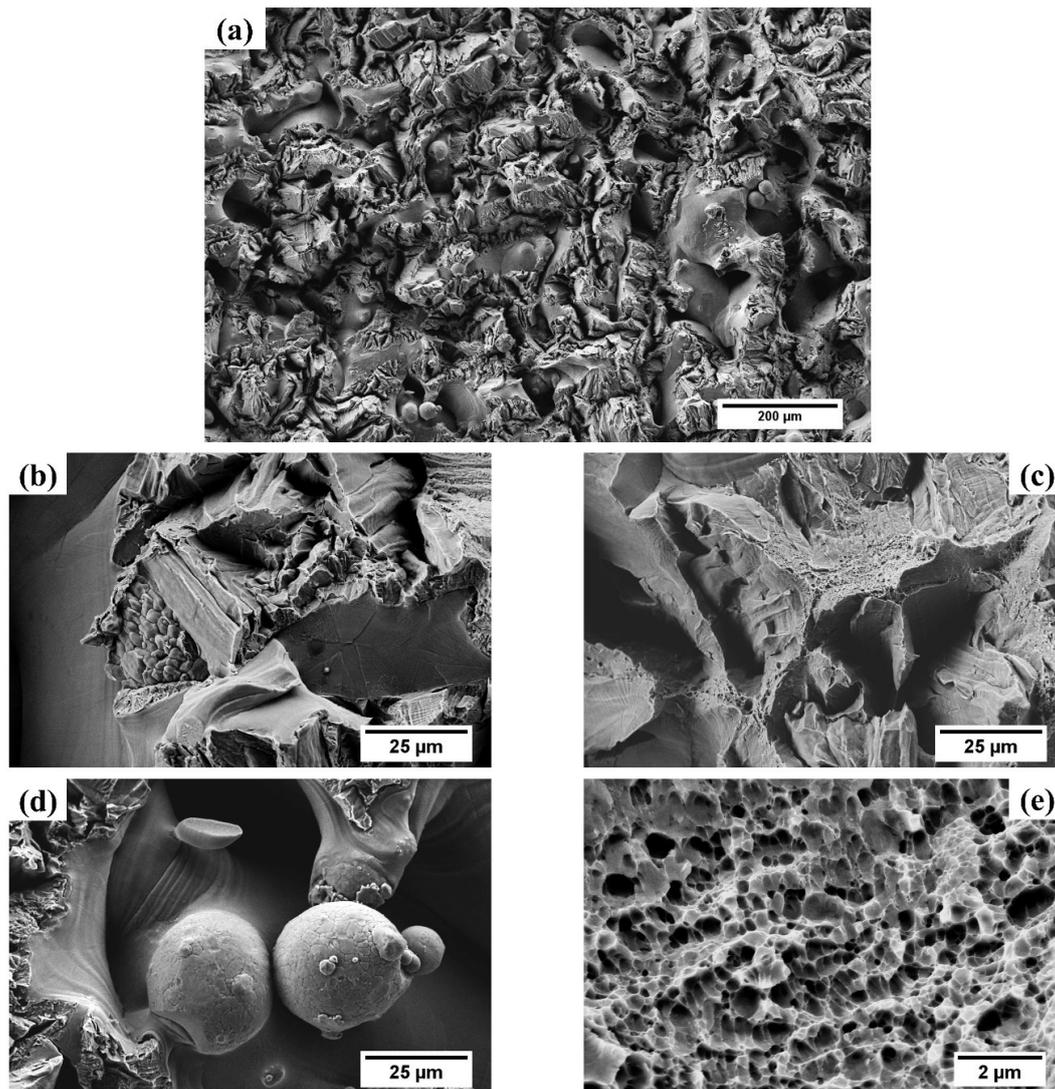
## 2) Étude des mécanismes de la rupture

Les observations des faciès de rupture sont effectuées au MEB. Ces observations ont pour but de déterminer le type de rupture selon l'énergie de fabrication, mais également d'identifier les causes de la rupture (porosités, poudres non fondues, particules). Comme pour les observations macroscopiques, trois types de ruptures sont observées à basse énergie ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ ), à énergie intermédiaire ( $90 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ ) et à haute énergie de fabrication ( $230 \text{ J.mm}^{-3}$ ).

### 2.1 ) Basse énergie de fabrication

La **Figure 101** présente les observations au MEB du faciès de rupture pour l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'observation à faible grossissement (**Figure 101-a**) permet d'observer une rupture faiblement ductile. La **Figure 101-b** montre une rupture intragranulaire avec ce qui semble être une particule de poudre piégée à l'intérieur de la microstructure. La **Figure 101-d** vient confirmer la présence de particules de poudre partiellement fondues sur le faciès. La poudre partiellement fondue entraîne une rupture prématurée du matériau, en accord avec la littérature [165], [166]. Les défauts de manque de fusion ou de poudre partiellement fondue sont principalement rencontrés à faible énergie de fabrication comme précédemment vue dans le chapitre III. Par ailleurs, un agrandissement de la microstructure montre la présence de poudre piégée à l'intérieur de la microstructure. L'ensemble de ces défauts sont des zones de concentration de contraintes et participe à la rupture prématurée du matériau. La **Figure 101-c** montre la présence de zones de rupture peu ductiles, mais également la présence de zones comportant des cupules. La **Figure 101-e** montre un agrandissement de la zone de rupture ductile permettant l'observation des cupules.

Pour les faibles énergies de fabrication, le comportement est ductile, mais la présence de défauts comme des porosités ou de la poudre non fondue entraîne une rupture prématurée du matériau.



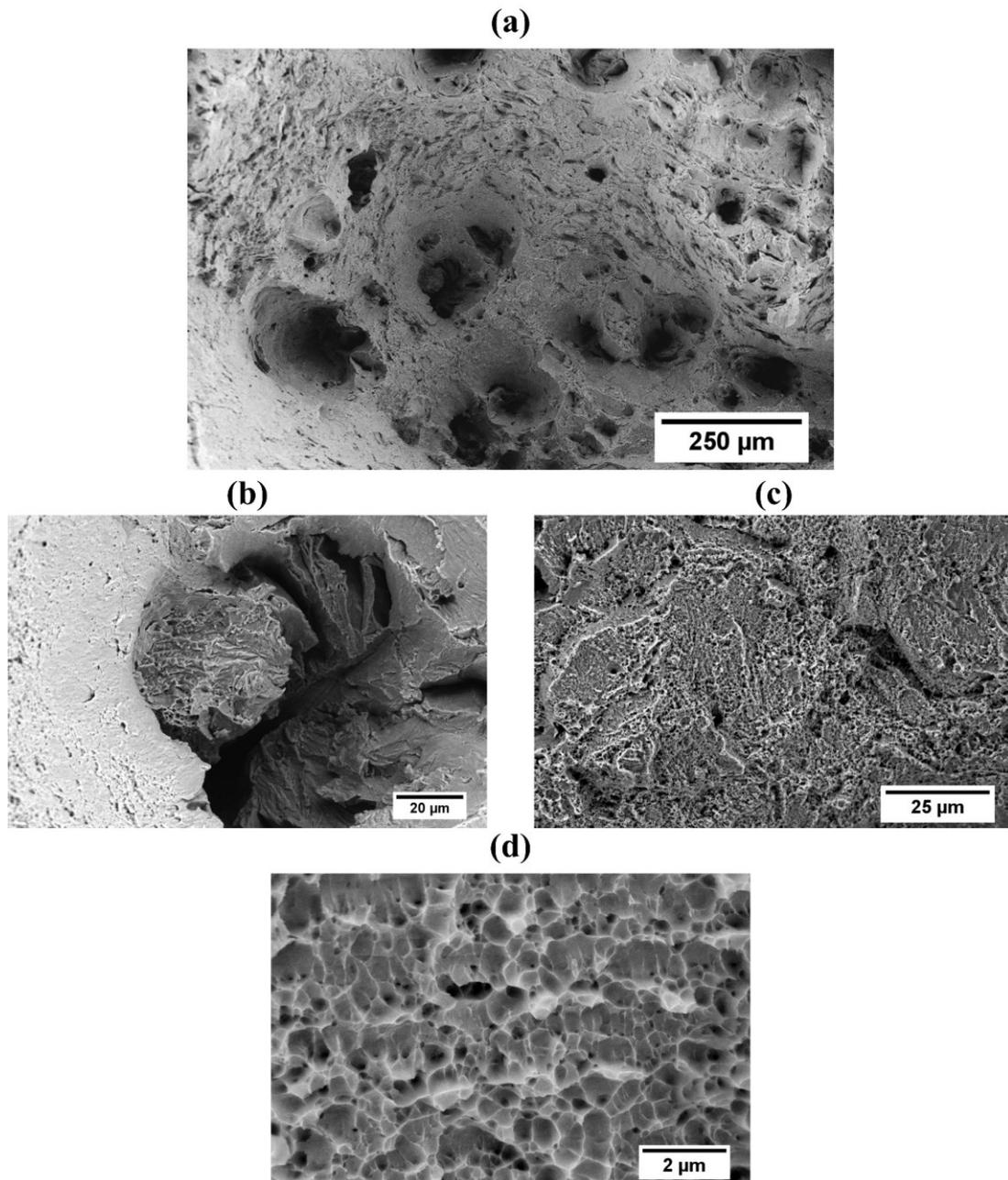
**Figure 101** : Observations MEB du faciès de rupture de l'échantillon élaboré à  $46 \text{ J.mm}^{-3}$  (a) Vue générale du faciès. (b) Rupture intragranulaire. (c) Rupture ductile-fragile (d) Poudres piégées dans la microstructure. (e) Agrandissement de la zone de rupture ductile montrant le réseau de cupule formé.

## 2.2 ) Énergies intermédiaires

Pour les énergies de fabrication de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ , une ductilité en traction plus importante par rapport aux basses énergies de fabrication est mesurée. Par ailleurs, les observations macroscopiques des faciès de rupture ont mis en évidence une striction plus importante pour ces énergies de fabrication.

La **Figure 102** présente les observations au MEB du faciès de rupture pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . D'un point de vue général (**Figure 102-a**), le faciès présente un nombre considérable de cavités avec une taille de plusieurs centaines de micromètres. L'observation

du fond d'une cavité est présentée en **Figure 102-b** et ne permet pas d'apporter de réponses sur la formation de ces cavités. Néanmoins, la présence de porosités ou d'éjectas non fondus pourrait expliquer la formation de ces cavités comme observée par Casati et al. pour le 316L [165]. Autour des cavités (**Figure 102-c**), le faciès présente de nombreuses cupules. Un agrandissement des cupules est présenté en **Figure 102-d** et permet d'observer un réseau de cupules de l'ordre d'une centaine de nanomètres.



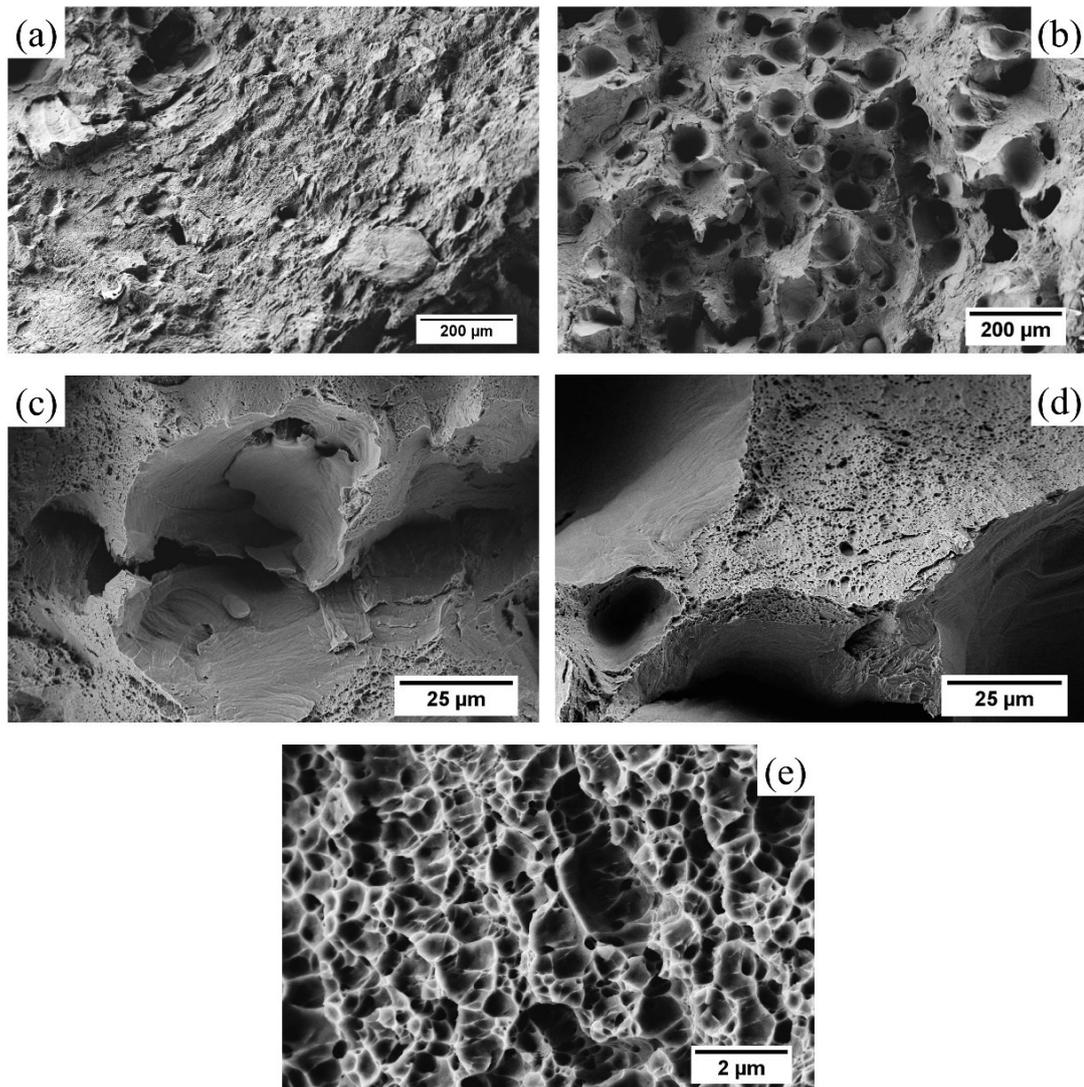
**Figure 102** : Observations MEB du faciès de rupture de l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Vue Générale du faciès. (b) Observation du fond d'une cavité. (c) Réseau de cupules formé entre les cavités. (d) Agrandissement du réseau de cupules.

### 2.3 ) Énergie importante de fabrication

Pour l'énergie de fabrication la plus élevée ( $230 \text{ J.mm}^{-3}$ ), la ductilité est identique à celle obtenue pour les énergies intermédiaires, mais la striction est moins importante indiquant une rupture en début de striction pour cette énergie.

Les observations au MEB du faciès de rupture sont présentées en **Figure 103**. Le faciès de rupture présente deux types de morphologies selon la position. Au centre de l'éprouvette (**Figure 103-a**), la rupture est une rupture ductile classique. Sur un des bords de l'éprouvette, le faciès présente comme le montre la **Figure 103-b** un nombre considérable de cavités. Ces cavités sont circulaires avec une taille comprise entre  $50 \mu\text{m}$  et  $150 \mu\text{m}$ . À l'instar du faciès observé pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  (**Figure 102-a**), ces cavités peuvent trouver leurs origines dans la présence de porosité ou de poudre non fondue. Les **Figure 103-c,d** présentent des agrandissements au niveau des cavités. L'intérieur des cavités présentant des fissures entre les cavités (**Figure 103-c**). Sur les bords, des cavités (**Figure 103-d**), des cupules sont observables montrant la différence de comportement mécanique qu'il y a entre l'intérieur et le bord des cavités. La **Figure 103-e** présente un agrandissement de la zone de rupture ductile présentant les cupules de taille sub-nanométriques.

Il apparaît donc que pour cette énergie de fabrication, une rupture ductile intragranulaire est le mécanisme de rupture principal. Néanmoins, certaines parties du faciès de rupture montrent qu'il y a présence de défauts ou de précipités difficilement déformables entraînant la formation de fissure.



**Figure 103** : Observations MEB du faciès de rupture pour l'échantillon élaboré à  $230 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Vue générale du centre du faciès. (b) Vue générale du bord du faciès montrant la formation de cavités. (c) Fissure formée entre deux cavités. (d) Réseau de cupules formé sur le bord des cavités. (e) Agrandissement permettant d'observer le réseau de cupules.

## V) Synthèse du chapitre

Dans ce chapitre, l'évolution des propriétés mécaniques en traction selon l'énergie de fabrication a été mise en évidence pour l'alliage Ni 20 wt. % Cr. Le comparatif avec un alliage Ni 20 wt. % Cr par voie conventionnelle a également été effectué afin d'étudier le rôle de la microstructure de FA sur le comportement mécanique en traction.

- De manière générale, le comportement en traction est fortement influencé par l'énergie de fabrication, une augmentation d'EV entraîne une chute de la limite d'élasticité ainsi qu'une augmentation de la ductilité.
- La présence de défauts comme des porosités ou de la poudre partiellement fondue à basse énergie de fabrication ( $46 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ ) entraîne une rupture faiblement ductile en début d'entrée dans le domaine de striction, les défauts étant des zones de fragilisation du matériau. À plus haute énergie, une rupture ductile est observée avec notamment une forme elliptique des faciès pour les énergies de fabrication présentant une texturation importante ( $90 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ ).
- Le comportement en élasticité est non linéaire pour l'ensemble des énergies de fabrication. Ce comportement est associé à une différence de microstructure entre le bord et le volume de l'échantillon.
- Une déviation par rapport à la loi d'Hollomon est visible pour les faibles déformations plastiques ainsi que pour l'alliage de référence. Cette déviation est due à un changement des mécanismes de déformation couramment rencontrée dans les matériaux à basse énergie de faute d'empilement. L'équation de Ludwigson permet de modéliser correctement le comportement du matériau en plasticité.
- En comparaison avec l'alliage élaboré de manière conventionnelle, le coefficient d'érouissage pour le matériau élaboré par FA est faible. Ce faible érouissage est associé à la structure cellulaire dendritique et à la présence d'une forte densité de dislocations autour de chaque cellule dendritique. Par ailleurs, la présence de précipités dans l'espace interdendritique permet également d'apporter une contribution au blocage des dislocations. Néanmoins, un érouissage plus important est observé pour les hautes énergies de fabrications induites par une augmentation en taille des cellules dendritiques et des précipités présents dans l'espace interdendritique.



---

# Chapitre V : Stabilité thermique de la microstructure et des propriétés mécaniques

---

*Dans le chapitre précédent, il a été vu que les propriétés mécaniques en traction sont dépendantes des paramètres de fabrication. Néanmoins, une gamme d'énergie de fabrication où l'alliage présente une limite d'élasticité ainsi qu'une ductilité importante a pu être déterminée entre  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'alliage Ni 20 wt. % Cr est principalement utilisé industriellement pour de hautes températures de service, il est donc primordial de garantir une stabilité thermique des propriétés mécaniques à haute température. Dans ce but, l'évolution des propriétés mécaniques en traction est étudiée pour une énergie de fabrication de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et des températures de traitement entre  $500^\circ\text{C}$  et  $1100^\circ\text{C}$ . En corrélation, des analyses microstructurales sont également effectuées avec pour but d'identifier les transformations microstructurales.*

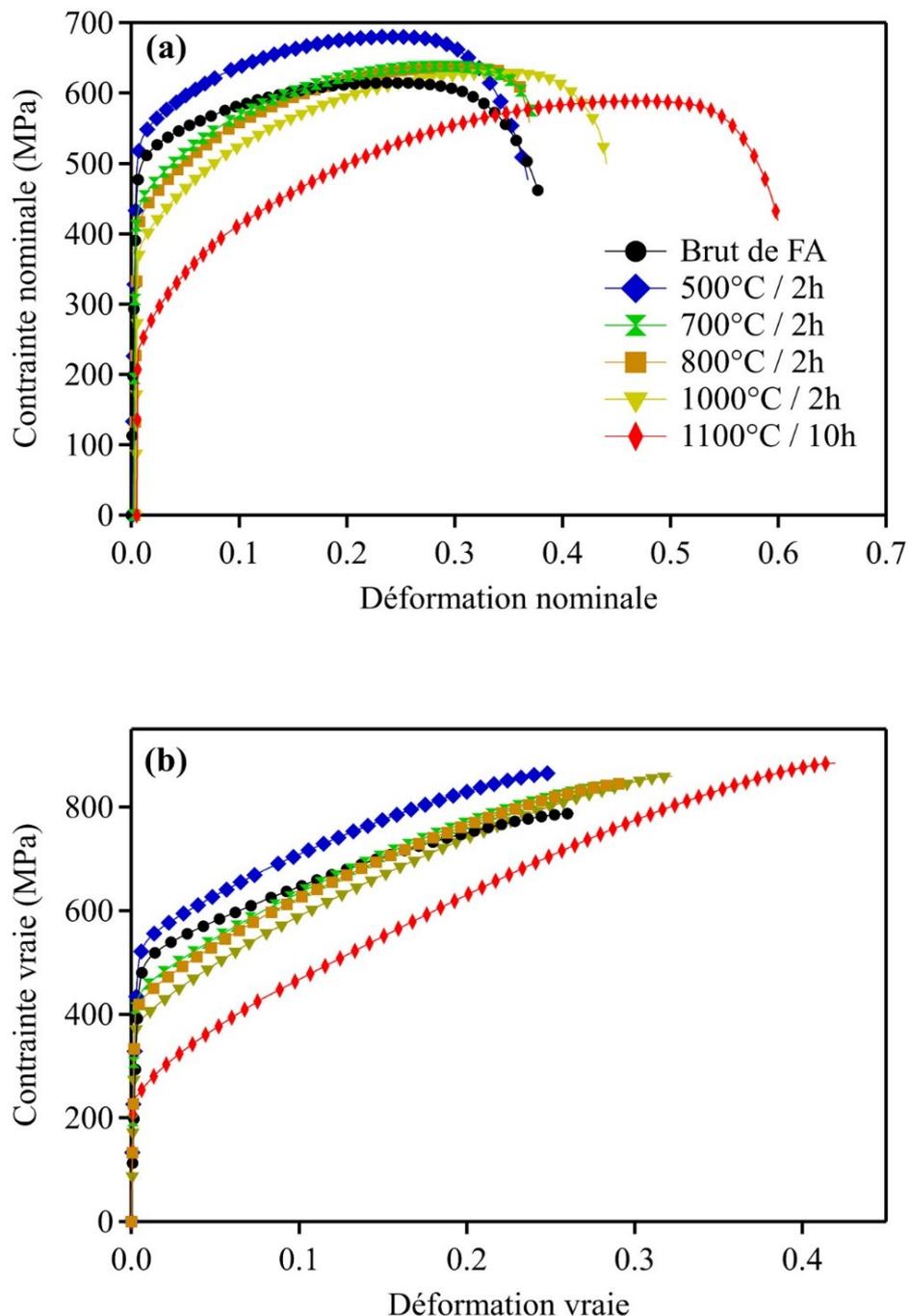
---

## *1) Évolution des propriétés mécaniques*

### 1) Courbes de tractions

L'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de Ni 20 wt. % Cr élaboré en FA est étudié pour l'énergie de fabrication de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  ( $P = 300 \text{ W}$ ,  $V = 900 \text{ mm/s}$ ). Cette énergie est utilisée, car les propriétés mécaniques mesurées sont le compromis idéal entre ductilité et durcissement. Pour cette étude, cinq traitements thermiques ont été appliqués aux éprouvettes, les traitements thermiques entre  $500^\circ\text{C}$  et  $1000^\circ\text{C}$  ont été effectués sous vide secondaire avec un palier isotherme de deux heures. La cinétique de refroidissement est effectuée en four coupé, garantissant un refroidissement lent. Pour le traitement à  $1100^\circ\text{C}$ , un four traditionnel sans atmosphère protectrice a été utilisé et la durée du palier est de 10 heures. Cette durée de palier isotherme a été choisie en accord avec les travaux de Tucho et al. sur l'Inconel 718 [167]. Ce traitement thermique induit une recristallisation complète de la microstructure pour l'Inconel 718 élaboré en FA.

La **Figure 104** présente les courbes de traction nominales (a) et vraies (b) pour l'état brut de fabrication et après traitement thermique. Les courbes de traction des échantillons traités thermiquement montrent un changement des propriétés mécaniques dès la température de traitement de  $500^\circ\text{C}$ . Une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale est observée à  $500^\circ\text{C}$  et la ductilité ne semble pas diminuer. Entre  $700^\circ\text{C}$  et  $1000^\circ\text{C}$ , il y a une chute importante de la limite d'élasticité ainsi qu'une augmentation significative de la déformation à rupture, mais en conservant une contrainte maximale de traction identique sur cette gamme de température. Pour le traitement à  $1100^\circ\text{C}$  pendant 10 heures, la limite d'élasticité est fortement diminuée par rapport à l'état brut et la ductilité augmente considérablement. Les traitements thermiques influencent la forme des courbes de traction indiquant des changements d'écrouissage. L'ensemble de ces observations seront détaillées par la suite dans ce chapitre.

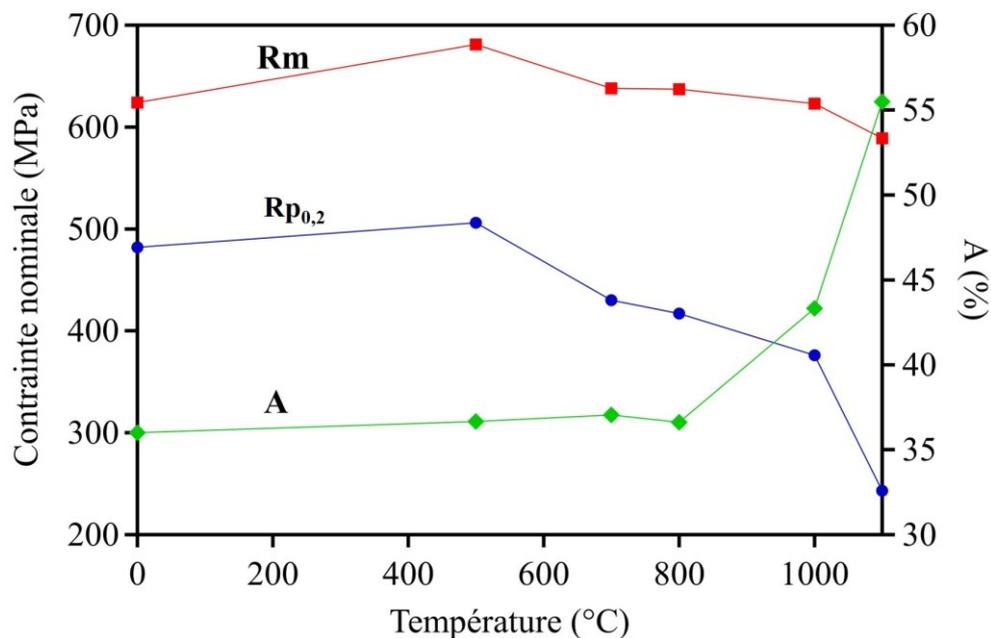


**Figure 104** : Courbes de traction (a) nominales (b) vraies pour l'échantillon brut et les échantillons traités thermiquement. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )

La **Figure 105** présente l'évolution de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale de traction et de l'allongement à rupture selon la température de traitement thermique.

Un durcissement du matériau est observé pour la température de traitement de 500°C avec la limite d'élasticité passant de 480 MPa à 506 MPa et la contrainte maximale de traction de 620 MPa à 685 MPa. À partir de 700°C, un adoucissement important du matériau est observé

avec une chute de la limite d'élasticité de 50 % pour l'échantillon recuit à 1100°C pendant 10 heures. Cet adoucissement est accompagné d'une augmentation de la ductilité à partir de 800°C avec une valeur atteignant 56 % pour la température de 1100°C. L'évolution des propriétés mécaniques selon les traitements thermiques entre 700°C et 1100°C est similaire à celle observée par Voisin et al. et par Salman et al. pour le 316L [127], [168]. Concernant le durcissement observé à 500°C, la littérature ne reporte pas ce comportement pour d'autres alliages base nickel élaborée en FA.



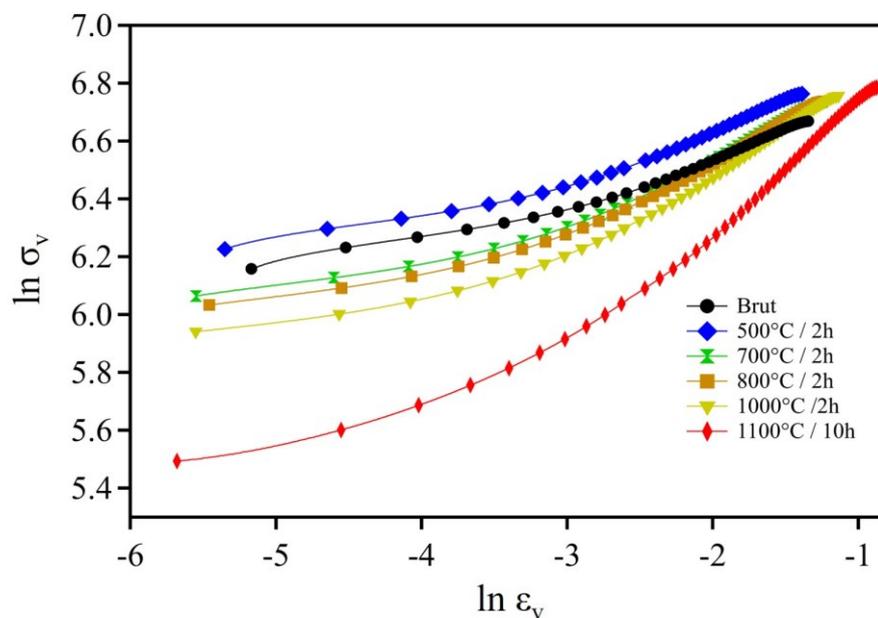
**Figure 105** : Évolution de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale et de l'allongement à rupture selon la température de traitement thermique.

## 2) Évolution des coefficients de la loi d'Hollomon

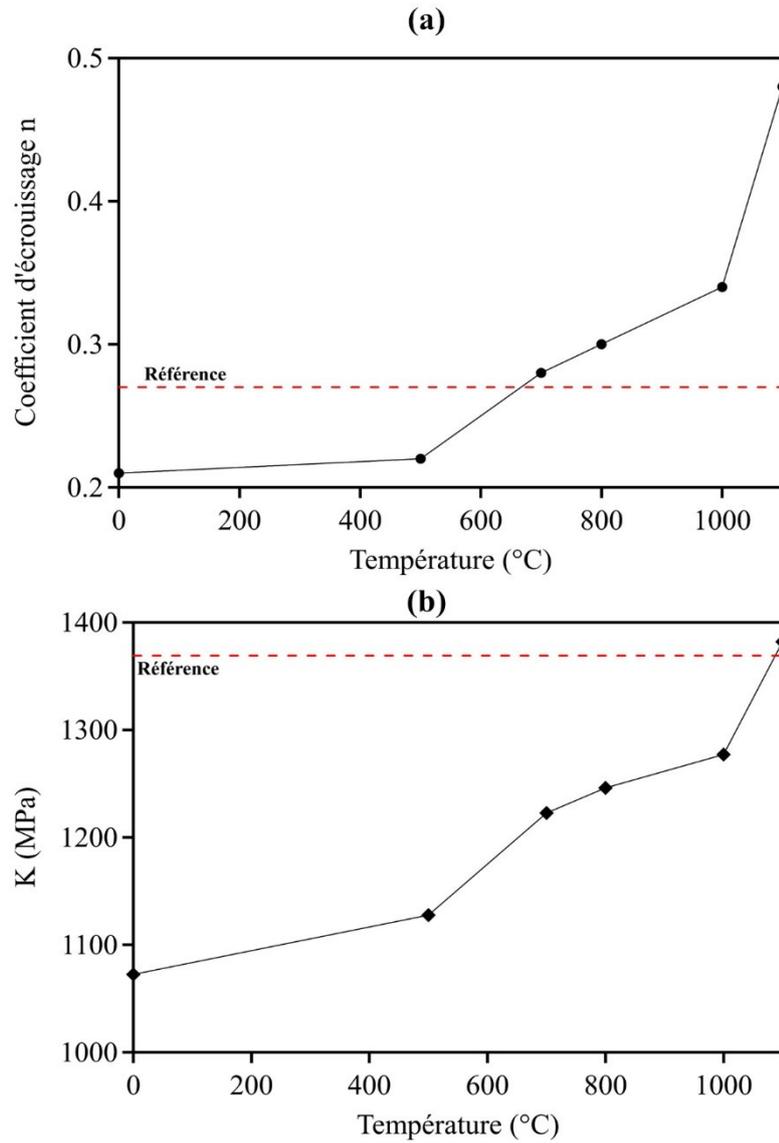
Le formalisme développé en chapitre IV pour la détermination des coefficients  $n_H$  et  $K_H$  de la loi d'Hollomon est utilisé ici. La **Figure 106** présente les courbes  $\ln \sigma - \ln \varepsilon$  pour l'ensemble des états. L'ensemble des échantillons présente la même déviation par rapport à la loi d'Hollomon en dessous de 10 % de déformation, les traitements thermiques n'ont pas d'influence sur ce comportement. Néanmoins, les coefficients de la loi d'Hollomon mesurés après 10 % de déformation sont influencés par les recuits. L'évolution des coefficients  $n$  et  $K$  selon la température de traitement thermique est présentée en **Figure 107**. Ces deux coefficients sont fortement impactés par la température de traitement thermique. Le coefficient

n augmente sensiblement suivant la température de traitement thermique comme le montre la **Figure 107-a**. Les valeurs mesurées évoluent de 0,2 pour le brut de fabrication à 0,48 pour l'échantillon traité à 1100°C pendant 10 heures. Cet accroissement est mesuré dès la température de 700°C avec une valeur de 0,28 pour atteindre progressivement 0,34 pour la température de 1000°C. En outre, les valeurs obtenues pour les échantillons recuits avec une température supérieure à 700°C sont supérieures à la valeur obtenue pour la référence. Concernant le coefficient  $K_H$  (**Figure 107-b**), l'évolution suivant la température de traitement est identique à celle du coefficient  $n_H$ , avec, cependant une augmentation observable dès 500°C. En comparaison avec l'alliage de référence, seule la valeur obtenue pour l'échantillon traité à 1100°C a une valeur supérieure.

Les évolutions des coefficients  $K_H$  et  $n_H$  en lien avec le traitement thermique reflètent une modification du comportement mécanique durant la déformation plastique. Des évolutions microstructurales sont donc attendues après traitement thermique permettant d'expliquer les évolutions des propriétés mécaniques macroscopiques. Ces dernières seront discutées dans les prochaines sections.



**Figure 106 :** Courbes  $\ln \sigma$ -  $\ln \epsilon$  pour l'échantillon brut et les échantillons recuits.



**Figure 107 :** Évolution des coefficients (a) d'écroutissage  $n$  et de (b) résistance à la traction  $K$  selon la température de traitement.

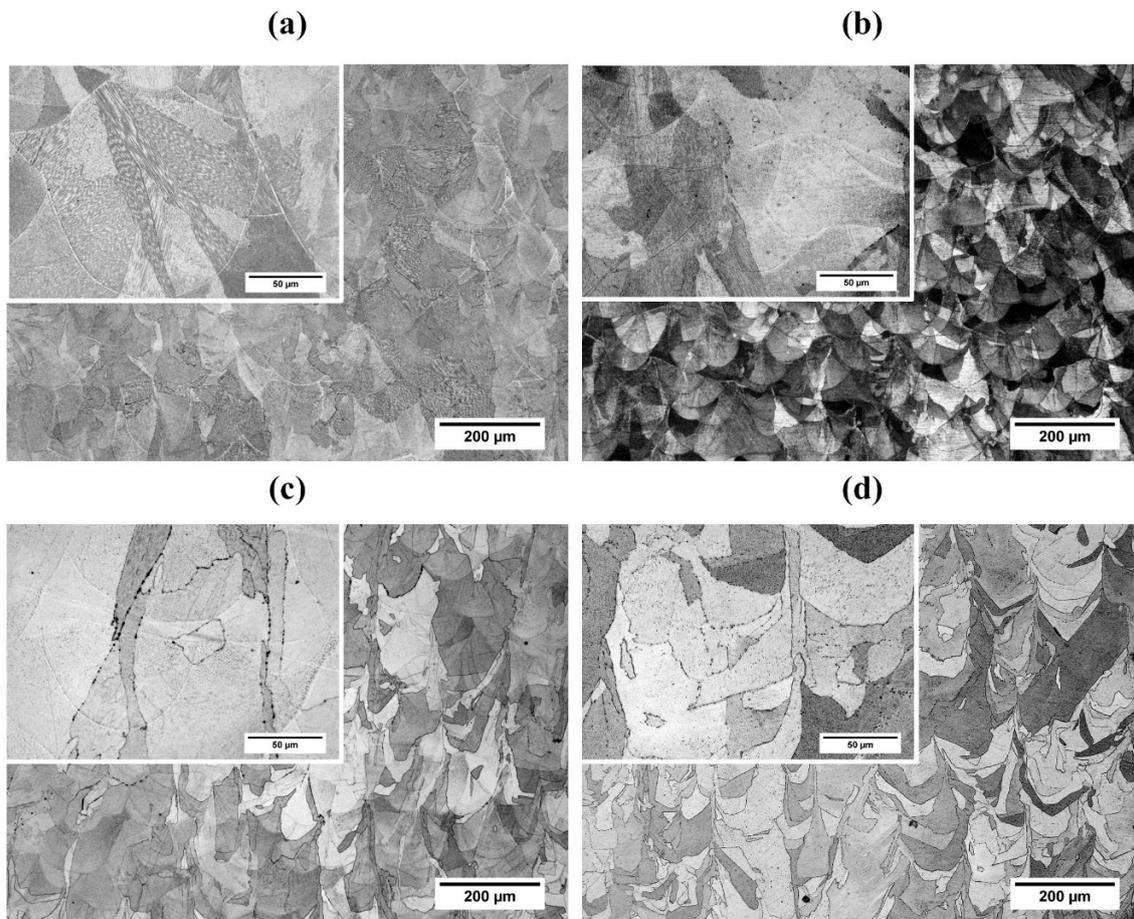
## *II) Influence des traitements thermique sur la microstructure*

Afin de comprendre l'évolution du comportement mécanique avec les traitements thermiques, des analyses microstructurales sont effectuées. Ces analyses ont pour but d'identifier les changements de tailles de grains, de texture et la précipitation de nouvelle phase qui pourrait influencer le comportement mécanique après les traitements thermiques.

### 1) Effacement progressif des bains de fusions

La **Figure 108** présente les observations au microscope optique des bains de fusion selon le plan XZ après attaque chimique pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . À l'instar des observations de Bazaleeva sur le 316 L, les bains de fusions ont une stabilité thermique réduite [169]. Pour l'état brut et le recuit à  $500^\circ\text{C}$  (**Figure 108-a, b**), les micrographies montrent la présence des bains de fusions sans changement de tailles et de morphologies des cordons. À partir de  $700^\circ\text{C}$ , la micrographie présentée en **Figure 108-c** montre que la macrostructure est partiellement effacée. L'agrandissement de la microstructure présenté dans cette même figure permet également d'observer que les joints de grains sont attaqués préférentiellement, cela pouvant être attribué à la précipitation d'une seconde phase au niveau des joints de grains. Pour la température de traitement de  $1000^\circ\text{C}$ , la micrographie de la **Figure 108-d** montre que les bains de fusion ne sont plus visibles après attaque chimique. La disparition des bains de fusion amorcée à  $700^\circ\text{C}$  est donc complète pour un traitement à  $1000^\circ\text{C}$ . Par ailleurs, l'agrandissement de la **Figure 108-d** permet d'observer la présence de précipités de tailles inférieures à  $1\mu\text{m}$  au niveau des joints de grains.

Les bains de fusion sont donc stables thermiquement jusqu'à la température de  $700^\circ\text{C}$ . L'effacement progressif de cette structure en fonction de la température de traitement thermique est cohérent avec les observations effectuées par de nombreux auteurs pour le 316L ou des superalliages base nickel [113], [169], [170].

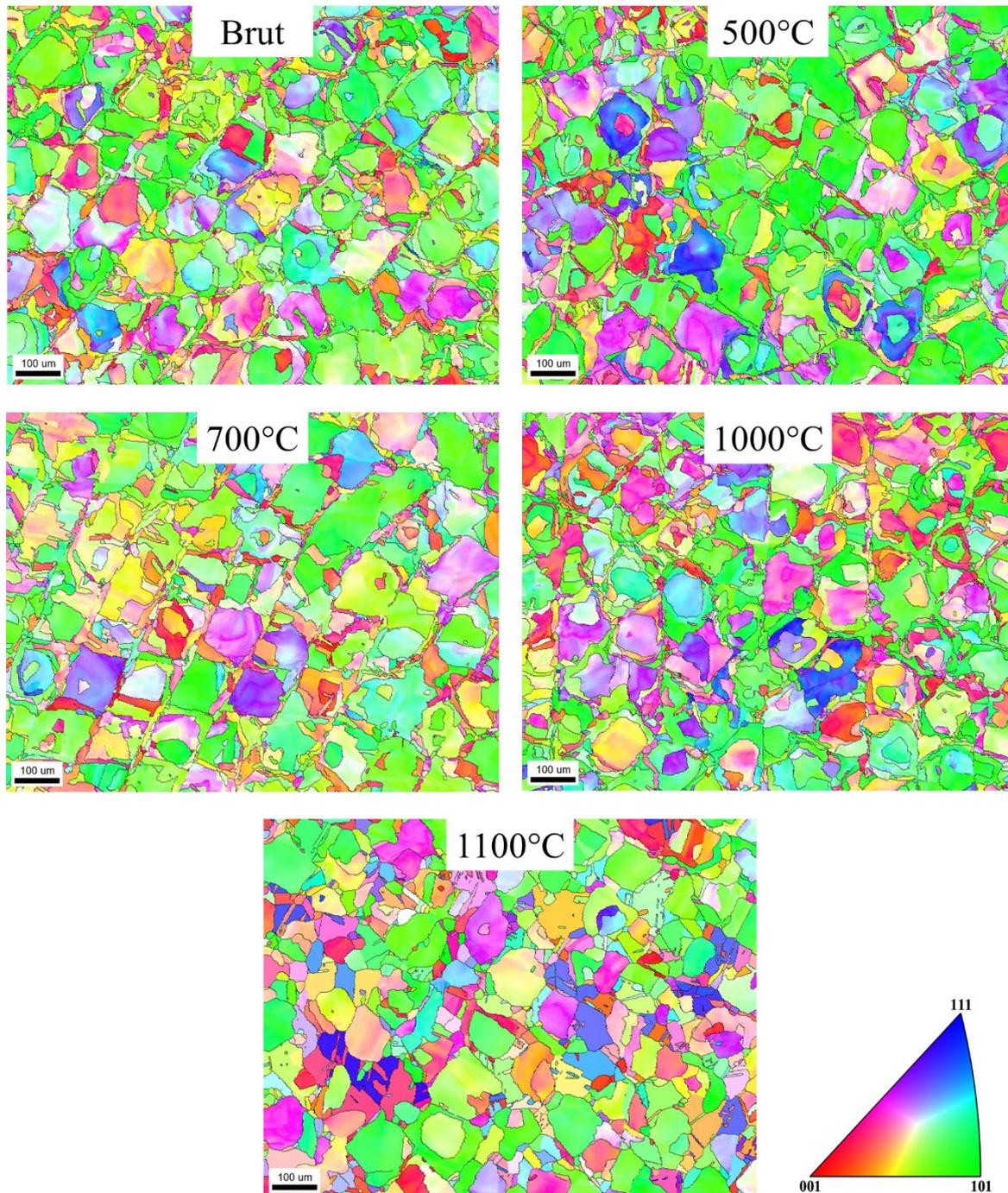


**Figure 108** : Observations au microscope optique de la microstructure selon XZ (a) Brut (b) 500°C-2h (c) 700°C-2h (d) 1000°C-2h. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )

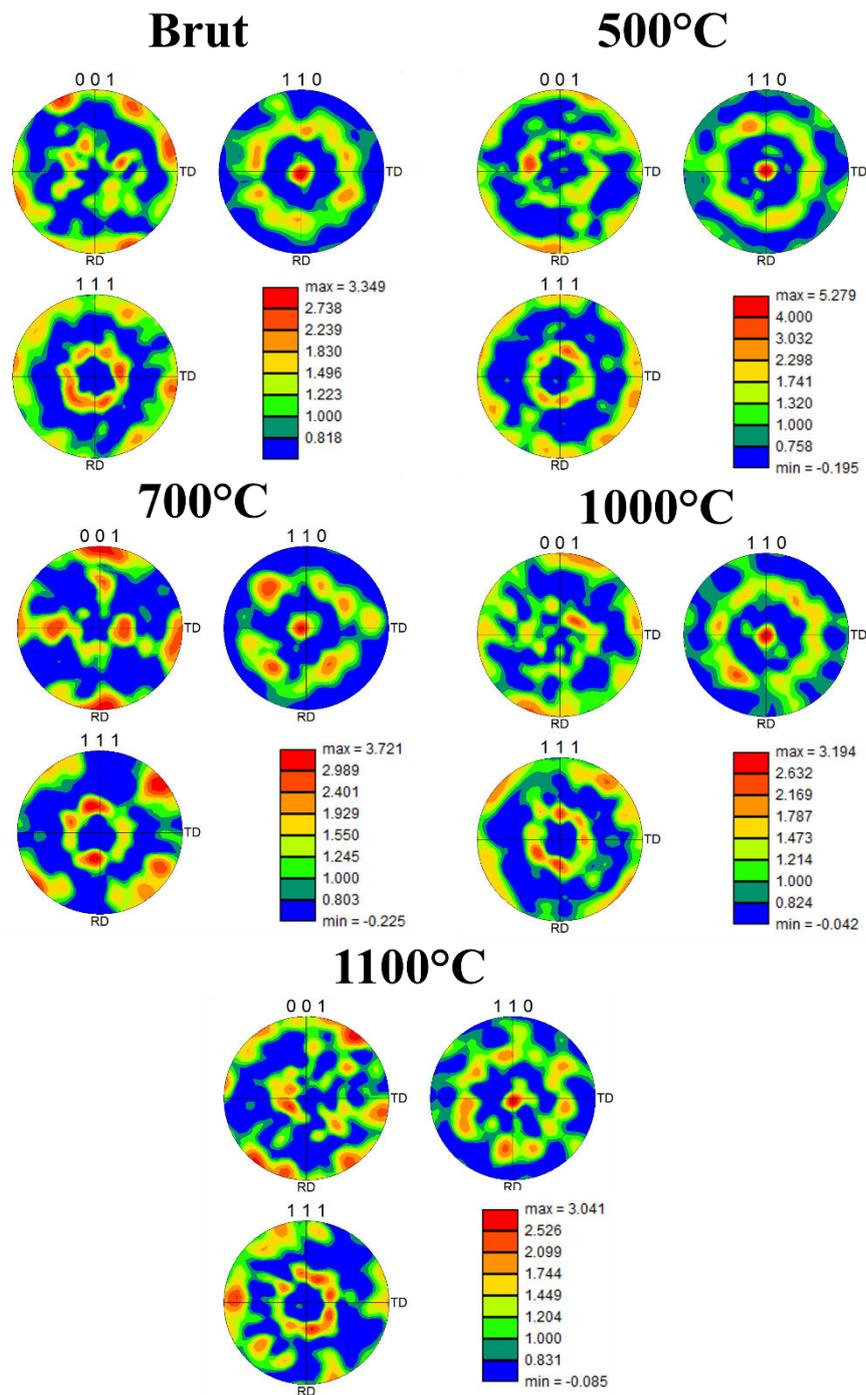
## 2) Évolution de la texture et de la taille de grains

Les cartographies EBSD obtenues selon le plan XY pour les échantillons bruts et traités à 500°C, 700°C, 1000°C et 1100°C sont présentées en **Figure 109**. La taille de grains est identique pour l'ensemble des échantillons avec une taille moyenne de 60  $\mu\text{m}$ . Concernant la texture, les figures de pôles (**Figure 110**) montrent que la texture de Goss décrite dans le chapitre III pour l'état brut est observée pour tous les échantillons et la densité maximale de pôle est comprise entre 3 mrd et 5 mrd. Pour l'échantillon traité à 1100°C pendant 10 heures, un nombre considérable de macles est également visible indiquant que cet échantillon est probablement recristallisé. Ces résultats ont déjà été observés par Voisin et Salman pour le 316L, les traitements thermiques n'induisent aucun changement de texture ou de taille de grains jusqu'à atteindre la température de recristallisation [127], [168]. Ces résultats montrent que

pour les températures de traitement comprises entre 500°C et 1000°C, le changement des propriétés mécaniques ne peut s'expliquer par un effet de la taille de grain ou de la texture.



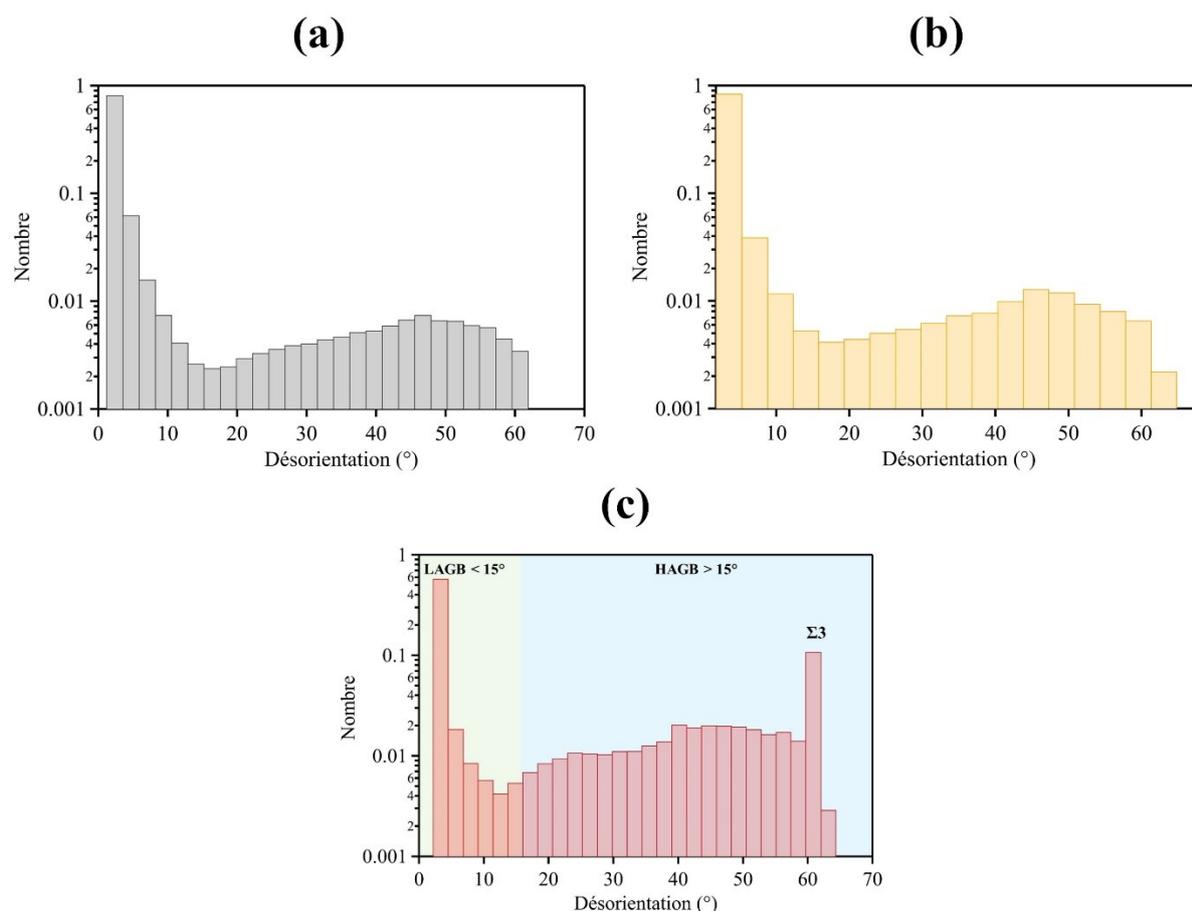
**Figure 109** : Cartographies EBSD selon le plan XY de l'état brut et des recuits 500°C/700°C/1000°C-2h et 1100°C-10h. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )



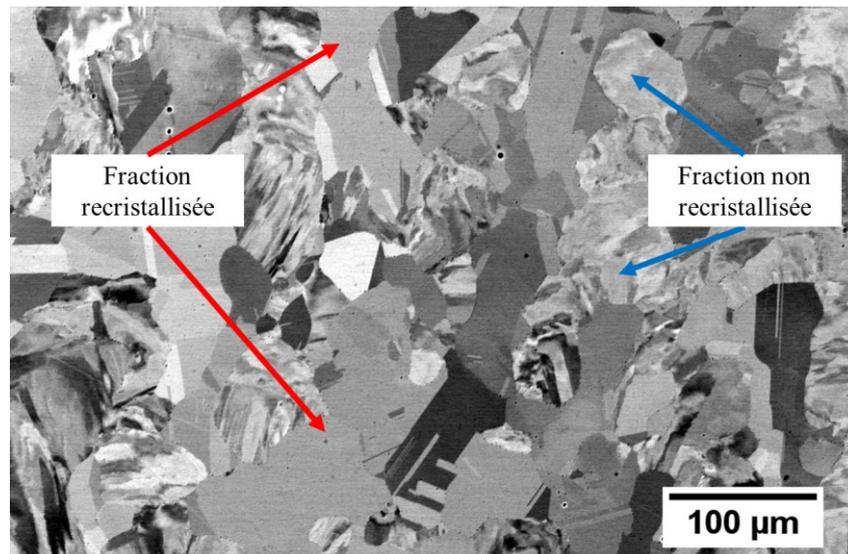
**Figure 110** : Figure de pôles des plans (001), (110), (111) obtenues par EBSD selon le plan XY de l'état brut et des recuits 500°C/700°C/1000°C-2h et 1100°C-10h. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )

Les traitements thermiques induisent donc des changements microstructuraux notables par EBSD uniquement pour l'échantillon recuit à 1100°C pendant 10 heures. Dans le but d'identifier les changements en termes de types de joint, les distributions des désorientations cristallines sont présentées en **Figure 111** pour les échantillons brut et traités thermiquement à

1000°C et 1100°C. Pour l'état brut et le recuit à 1000°C, la distribution est identique avec notamment la présence majoritaire de joints de faible désorientation LAGB ( $< 15^\circ$ ). La proportion de LAGB est d'environ 80 % pour ces deux échantillons. Concernant le traitement thermique à 1100°C, une décroissance de la proportion de LAGB de 20 % par rapport à l'état brut est mesurée. La proportion de joint  $\Sigma 3$  (désorientation de  $60^\circ$ ) est importante pour cet échantillon (environ 10 % contre moins de 1 % dans le cas du brut de fabrication). La présence de ces joints spécifiques est due à une recristallisation partielle de la microstructure. En effet, comme le montre l'observation microstructurale en microscopie électronique à balayage à l'aide d'électrons rétrodiffusés (**Figure 112**), la microstructure présente un nombre considérable de macles, mais la recristallisation n'est que partielle, des zones fortement désorientées sont encore présentes.



**Figure 111** : Évolution de la distribution d'orientation selon le traitement thermique (a) Brut de FA, (b) 1000°C-2h, (c) 1100°C-10h.



**Figure 112** : Observation MEB en rétrodiffusée de la microstructure de l'échantillon traité à 1100°C - 10h. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )

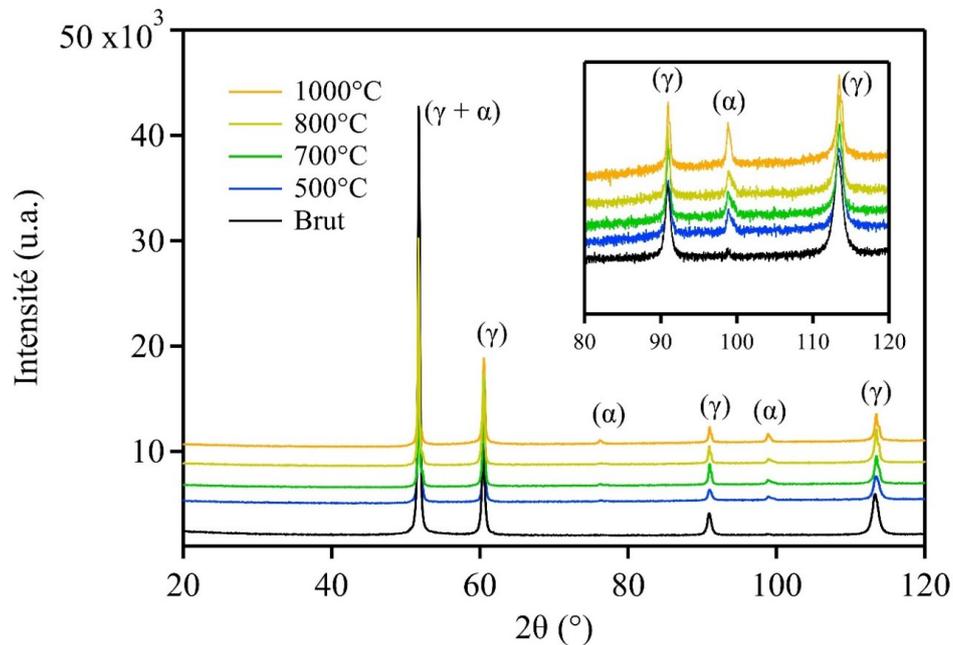
### 3) Précipitation de phase riche en chrome

L'évolution de la phase riche en chrome dans l'espace interdendritique pour le matériau brut est suivie par DRX selon la température de recuit. Des analyses microstructurales et des analyses chimiques sont effectuées au MEB afin de caractériser les particules qui se forment après les traitements thermiques.

#### 3.1 ) Diffraction des rayons X

La **Figure 113** présente les diffractogrammes RX obtenus pour l'échantillon brut et les échantillons recuits à 500°C, 700°C, 800°C et 1000°C. Ces diffractogrammes montrent que les échantillons sont principalement composés d'une phase cubique à faces centrées correspondant à la solution solide  $\gamma$ . À partir de 500°C, le pic de la phase  $\alpha$ -Cr a une intensité plus importante que pour l'échantillon brut. L'agrandissement entre 80° et 120° permet également de mettre en évidence un accroissement en intensité des plans de la famille (211) de la phase  $\alpha$ -Cr entre 500°C et 1000°C. Cela suggère que les dimensions des particules de la phase  $\alpha$ -Cr initialement présents dans l'espace interdendritique augmentent avec une élévation de la température de traitement. Pour affirmer cette hypothèse, des observations microstructurales ont été effectuées

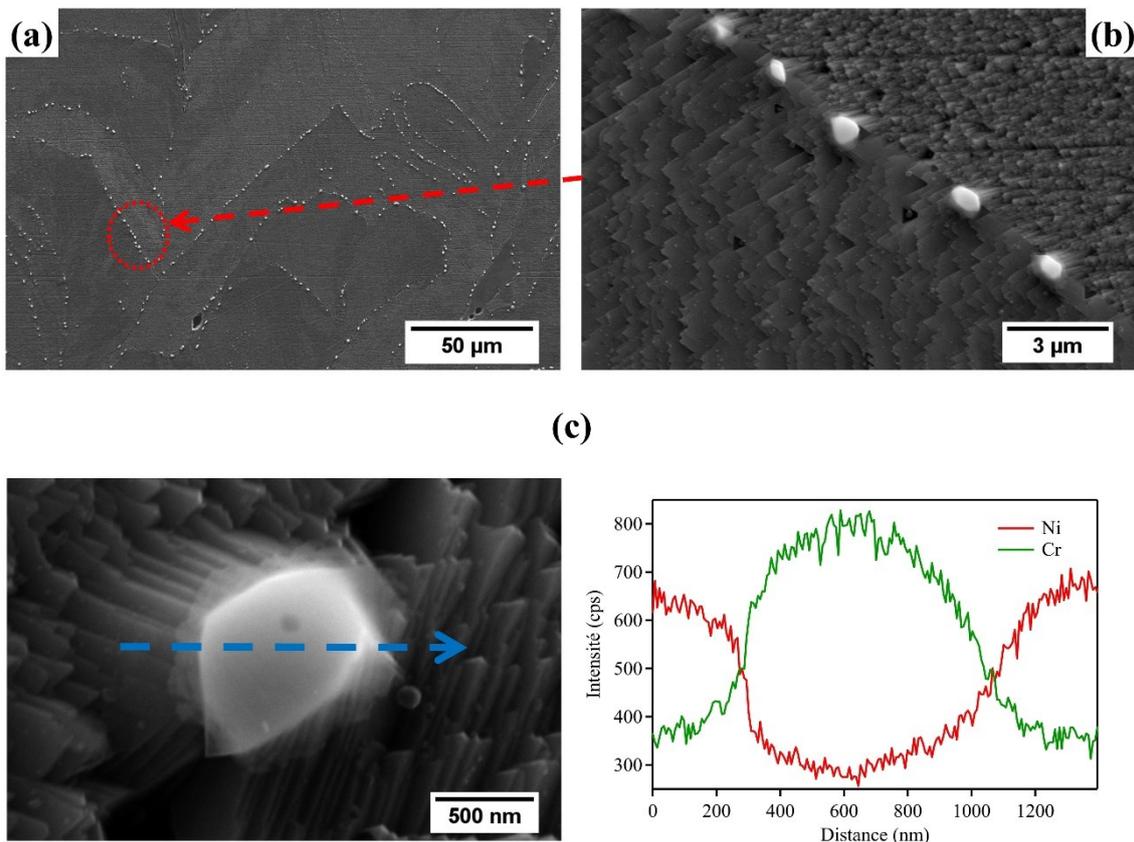
afin de localiser et d'analyser les précipités de  $\alpha$ -Cr dans la microstructure. Elles sont présentées dans la section suivante.



**Figure 113** : Diffractogramme RX de l'état brut et des états recuits. L'agrandissement permet d'observer l'augmentation en intensité du pic (211) de la phase riche en chrome.

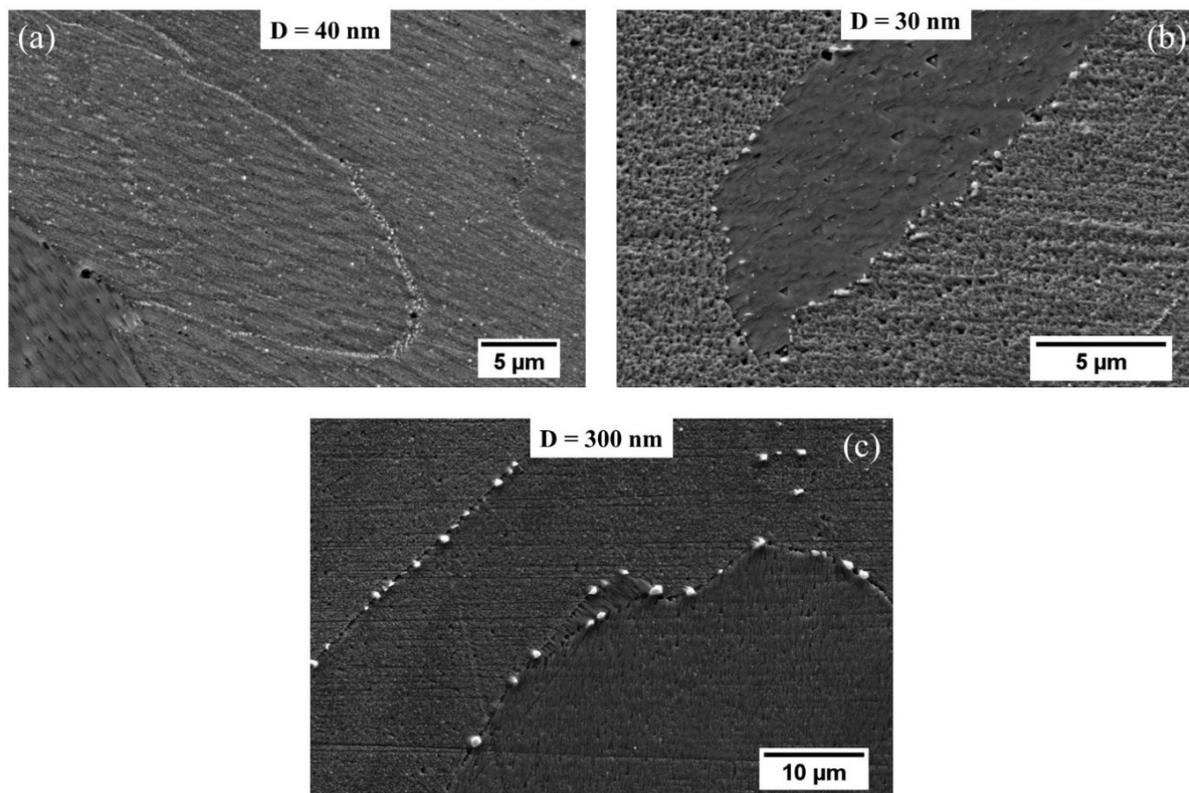
### 3.2) Observations microstructurales et analyse chimique

La microstructure est observée par microscopie électronique à balayage après attaque chimique. La **Figure 114-a** permet d'avoir une vue d'ensemble de la microstructure observée au MEB pour l'échantillon recuit à 1000°C. Un nombre important de particules est visible au niveau des joints de grains comme le montre l'agrandissement de la **Figure 114-b**. La taille moyenne des particules est estimée, par analyse d'image, à environ 300 nm. Les analyses chimiques effectuées par EDS sont présentées en **Figure 114-c**. Ces analyses mettent en évidence la présence d'un enrichissement en chrome. Ce résultat vient confirmer les diffractogrammes RX présentés en **Figure 113**. Les particules correspondent donc à la phase riche en chrome de symétrie cubique centrée  $\alpha$ -Cr. Cependant, la présence de cette phase riche en chrome soulève plusieurs questions tant sur sa stabilité thermique que sur sa formation durant le traitement thermique.



**Figure 114** : Observations MEB de la microstructure de l'échantillon recuit à 1000°C. (a) Vue d'ensemble de la microstructure. (b) Agrandissement au niveau d'un joint de grain montrant la présence de particules. (c) Analyse chimique par EDS d'une particule.

La taille des particules et leur nombre évoluent selon la température de traitement. Les observations au MEB des états traités à 700°C, 800°C et 1000°C mettent en évidence (**Figure 115**) une augmentation significative de la taille des particules de chrome avec la température. La taille moyenne des particules est obtenue par analyse d'image des micrographies MEB. Les valeurs obtenues montrent que pour l'état recuit à 700°C et à 800°C, la taille de particule est du même ordre de grandeur (**Figure 115-a, b**) avec des valeurs de 40 nm et 30 nm, respectivement. Pour l'état traité à 1000°C, la taille moyenne de particule est de 300 nm. Une analyse de l'influence des précipités sur les propriétés mécaniques suivant le formalisme utilisé dans le chapitre IV permettraient de comprendre l'influence de la coalescence des précipités. Les analyses d'image pour les températures de traitement de 700°C et 800°C n'ont pas réussi à déterminer une distance moyenne entre les particules. Néanmoins, de manière qualitative, l'augmentation en taille des précipités entre 800°C et 1000°C peut entraîner une contribution moins importante des précipités au durcissement.

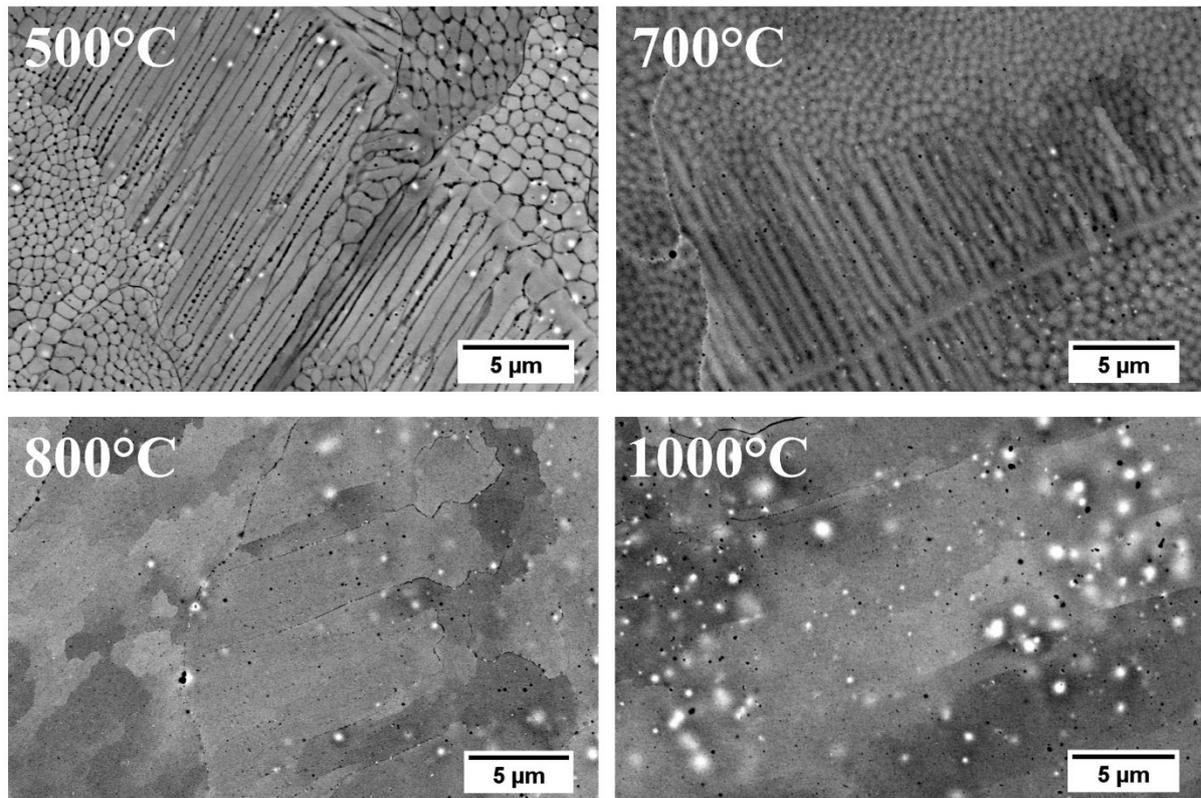


**Figure 115** : Observations MEB montrant l'évolution de la taille de particule pour les températures de traitement de (a) 700°C, (b) 800°C et (c) 1000°C.

#### 4) Réorganisation de la structure dendritique cellulaire

La précipitation du chrome aux joints de grains à partir de 700°C s'ajoute donc à la faible modification de la texture cristallographique caractérisée dans les paragraphes précédents. Concernant l'évolution de la structure dendritique cellulaire, son évolution avec l'augmentation de la température de recuit entre 500°C et 1000°C est présentée en **Figure 116**. Ces micrographies ont été obtenues par attaque électrochimique du plan XY. L'échantillon recuit à 500°C ne présente aucune différence avec l'état brut de fabrication, la structure dendritique cellulaire est parfaitement visible. À partir de 700°C, un effacement progressif de la structure cellulaire est observé, indiquant un réarrangement de la structure de solidification. À partir de la température de traitement de 800°C, un effacement complet de la structure de solidification est mis en évidence. L'évolution de la structure de solidification selon la température est en accord avec les observations effectuées par Voisin et al. ainsi que par Bazaleeva et al. pour l'acier 316L [127], [169]. La structure cellulaire n'est stable que sur une

plage réduite de température, pour le 316L entre 600°C et 700°C. Le réarrangement complet de cette structure est observé à une température de 900°C par Bazaleeva et à 1000°C par Voisin.

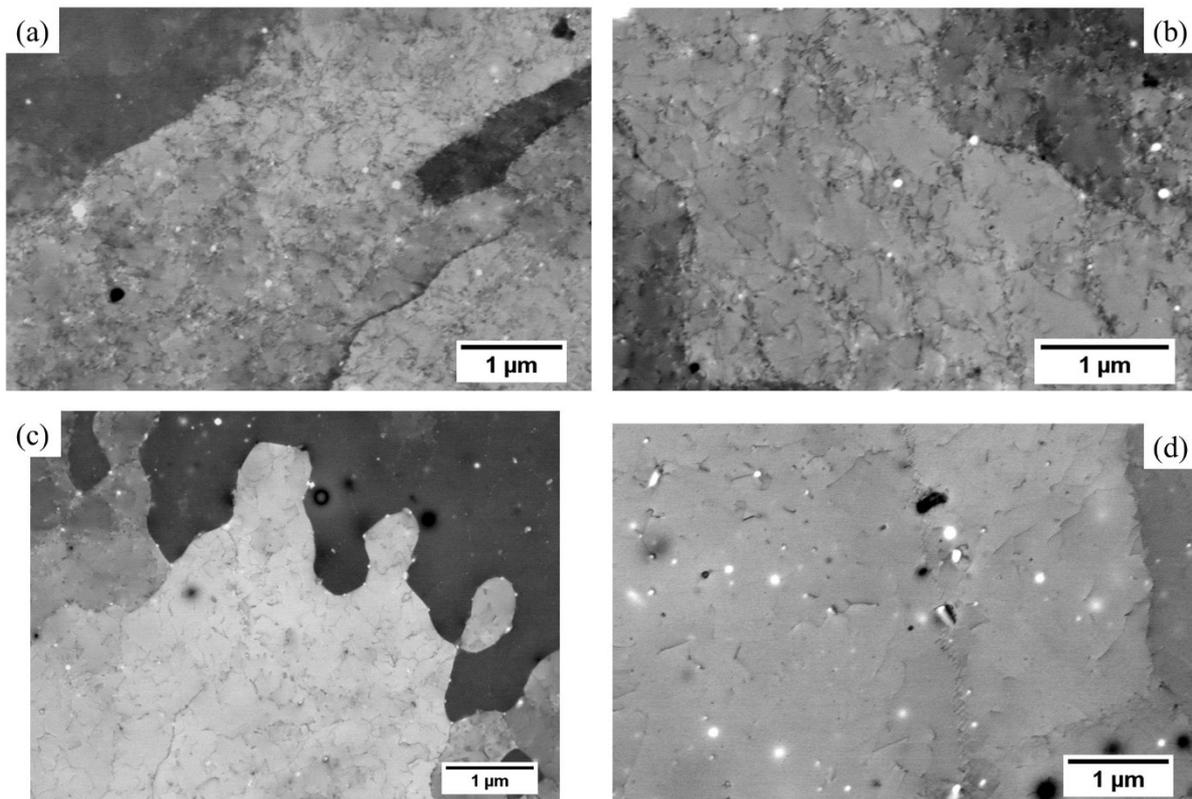


**Figure 116 :** Observations MEB après attaque électrochimique montrant l'effacement progressif de la structure dendritique cellulaire. ( $E_v = 90 \text{ J.mm}^{-3}$ )

D'après Voisin et al., le réarrangement progressif de la structure cellulaire est due à l'homogénéisation chimique lors du traitement thermique [127]. La diffusion des éléments en ségrégation dans l'espace intercellulaire est un facteur déterminant pour la stabilité thermique des cellules dendritiques. Des calculs de diffusion par la méthode CALPHAD ont permis de mettre en évidence pour le 316L que la diffusion du chrome et du molybdène permet une homogénéisation complète à partir de 850°C pour un palier isotherme de 2 heures. En appui de cette étude, l'effacement de la structure de solidification observée dans Ni 20 wt. % Cr peut donc être attribué à la diffusion du chrome et du silicium dès la température de 700°C.

L'effacement progressif de la structure cellulaire entraîne de nombreux changements microstructuraux au niveau de l'espace interdendritique. Les observations de l'espace intercellulaire au MEB par le détecteur d'électrons rétrodiffusés permettent d'observer une

décroissance significative de la densité de dislocations entre l'état brut (**Figure 117-a**) et l'échantillon recuit à 1000°C (**Figure 117-d**). Cette décroissance débute dès la température de traitement de 500°C comme le montre la **Figure 117-b** et se poursuit progressivement à la température de 700°C (**Figure 117-c**). Pour la température de traitement de 1000°C, la densité de dislocations est très faible, l'espace interdendritique n'est alors plus discernable.



**Figure 117** : Observations en MEB couplé à un détecteur d'électrons rétrodiffusés de l'espace intercellulaire (a) Brut de FA, (b) 500°C/2h, (c) 700°C/2h, (d) 1000°C/2h.

### *III) Mise en ordre à courte distance*

L'évolution des propriétés mécaniques selon les traitements thermiques induits des changements microstructuraux conséquents comme vue dans la partie précédente. Pour le traitement à 500°C, les analyses microstructurales ont montré qu'il n'y a aucun changement de microstructures par rapport à l'état brut. Le durcissement observé pour cette température de traitement est dû à des changements microstructuraux que les moyens d'analyses utilisés n'ont pu mettre en évidence. Parmi les transformations microstructurales connues pour les alliages

binaires Ni-Cr, la formation d'ordre à courte distance a été reportée à de nombreuses reprises impactant, en retour, les propriétés mécaniques, électriques et thermiques [46], [62], [171], [172]. L'analyse par calorimétrie différentielle et la résistivité en température ont montré la possibilité d'étudier la mise en ordre dans les alliages base nickel [62], [173].

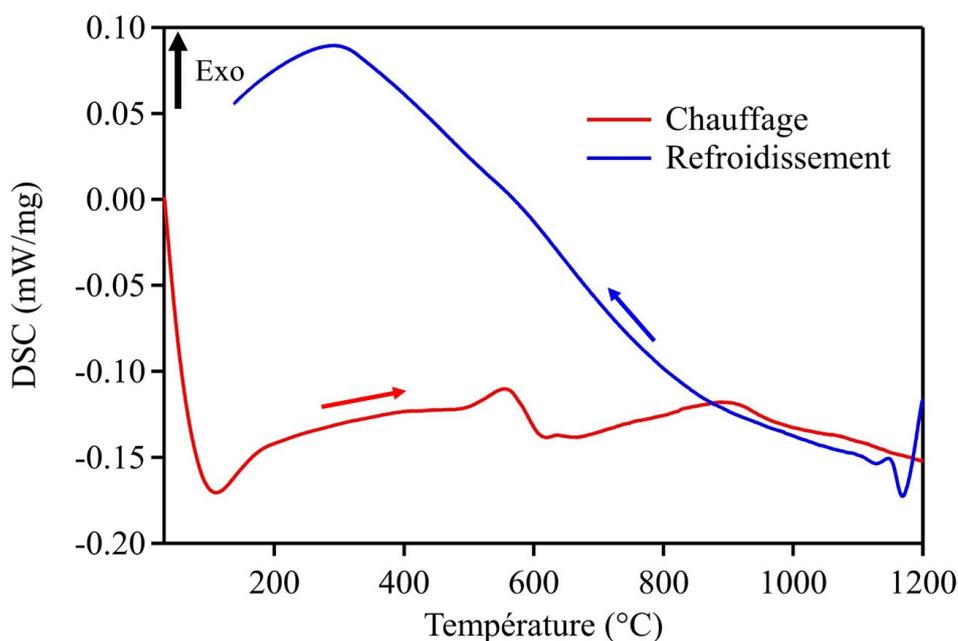
## 1) Généralités sur l'analyse thermique

Les analyses thermiques sont effectuées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Elles ont pour but d'identifier les températures des différentes réactions chimiques se produisant dans l'alliage. Le principe est de mesurer une différence d'échange de chaleur entre l'échantillon et une référence. La référence utilisée ici est un creuset en alumine supposé inerte sur la plage de température étudiée. Concernant la mesure, celle-ci se fait en balayage de température avec une vitesse de chauffe et de refroidissement de 10°C/min ainsi qu'une température maximale de 1200°C.

Un exemple de courbe DSC est présenté en **Figure 118** avec la courbe rouge correspondant aux données enregistrées lors du chauffage de l'échantillon et la courbe bleue au refroidissement. Lors du chauffage, la première absorption de chaleur observée à 150°C est due à la stabilisation de la vitesse de chauffe en début de cycle. À 550°C, une réaction exothermique est présente sur la courbe DSC suivie d'une réaction endothermique. Pour le reste de la courbe, aucune autre réaction n'est visible. Durant le refroidissement, seule une absorption de chaleur en début de cycle est observée, également associée à la stabilisation de la vitesse de chauffe.

L'identification des différentes réactions peut être compliquée par analyse des données DSC. Pour cela, la dérivée des résultats DSC selon la température va permettre d'identifier plus aisément les différentes réactions. La **Figure 119** présente la courbe obtenue pour l'échantillon élaboré à 90 J.mm<sup>-3</sup>. Elle est comparée avec les résultats de Dudova et al. [47]. La courbe DSC dérivée de l'échantillon élaboré à 90 J.mm<sup>-3</sup> présente 4 réactions identifiables entre 200°C et 1200°C. Le **Tableau 18** résume les températures ainsi que le type (exothermique ou endothermique) des différentes réactions observées. La première réaction observée à 530°C est exothermique et a également été observée par Dudova et al. mais à une température de 546°C. Celle-ci est associée à la formation de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr. La température de formation de l'ordre à courte distance est dépendante de la composition chimique (proportion de Cr,

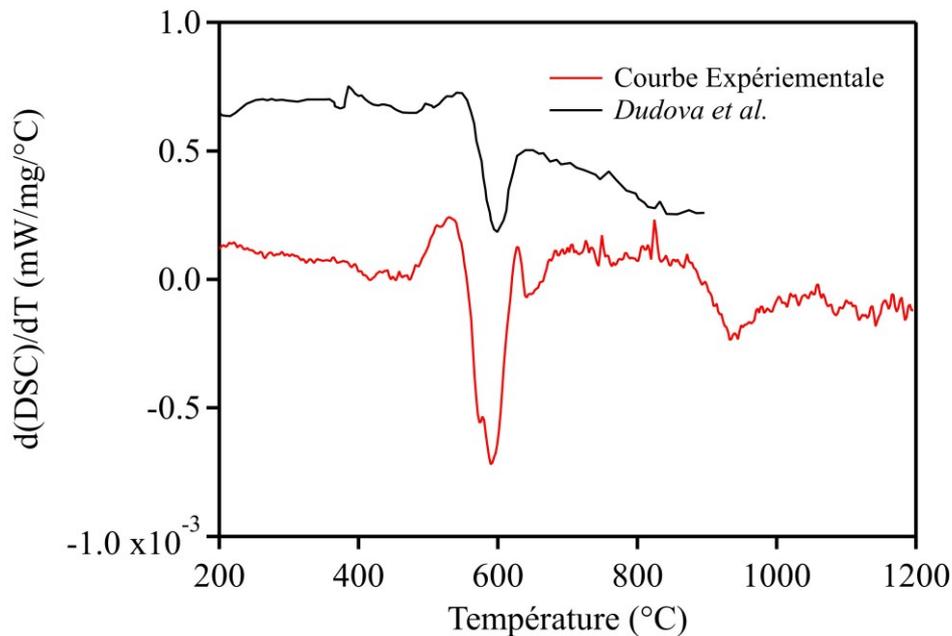
présence de Fe ou d'Al) et de l'état métallurgique de l'alliage [49], [59], [174]. La deuxième réaction observée à 590°C est une réaction endothermique. Cette réaction est également observée sur la courbe de Dudova et correspond à l'absorption de chaleur nécessaire pour transiter d'une phase ordonnée à désordonnée. Pour finir, les deux réactions endothermiques observées à 640°C et 940°C ne sont pas répertoriées dans la littérature. Malgré la présence d'une atmosphère protectrice durant l'analyse DSC, tous les échantillons sont oxydés avec une prise de masse de maximum 0,05 %. Ainsi, une des réactions peut correspondre à une réaction d'oxydation.



**Figure 118** : Courbe DSC en chauffage et en refroidissement de l'échantillon élaboré à 90 J.mm<sup>-3</sup>.

**Tableau 18** : Température des réactions observées en DSC lors du chauffage.

	Température (°C)	Exo / Endo	Identification
#1	530	Exo	Mise en ordre
#2	590	Endo	Transition ordre-désordre
#3	640	Endo	Non identifié
#4	940	Endo	Non identifié



**Figure 119** : Comparaison entre le dérivé de la courbe DSC pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et celle obtenue dans l'étude de Dudova et al. [47].

## 2) Étude de la formation d'ordre à courte distance

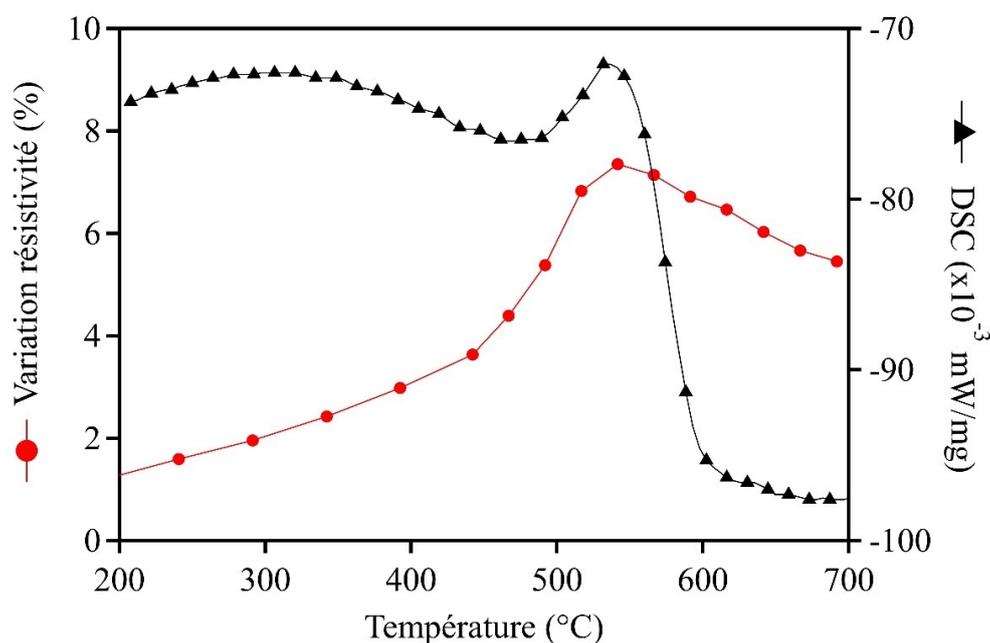
La formation d'une phase ordonnée dans les alliages métalliques suit un mécanisme de nucléation et de croissance [46]. La nucléation est dépendante de la température de traitement, mais également du traitement thermomécanique préalablement subi par l'alliage [49]. La croissance de la phase ordonnée dépend de la stœchiométrie de l'alliage et du temps de traitement. Une phase ordonnée à longue distance (LRO) peut exister si l'alliage est à la stœchiométrie de la phase ordonnée (Ni 33 at.% Cr pour  $\text{Ni}_2\text{Cr}$ ), mais nécessite des durées de traitement supérieures à 100 heures, car la cinétique de croissance est lente. Pour des alliages non stœchiométriques, la cinétique de croissance de LRO est encore plus lente. La phase ordonnée n'est stable que jusqu'à une température critique ( $T_c$ ). Au-delà de cette température, l'agitation thermique fait croître l'entropie du système et donc fait diminuer les zones d'ordres.

La formation d'ordre dans les alliages Ni-Cr est complexe à observer au niveau microstructural, car les domaines d'ordre à courte distance possèdent des dimensions caractéristiques de quelques nanomètres. Par exemple, Wang et al. ont récemment mis en évidence par observations microstructurales en haute résolution en MET la présence d'ordre à courte distance dans l'alliage Ni-20Cr-3,2Al-2,5Fe après un traitement à  $500^\circ\text{C}$  pendant 50 heures avec une taille inférieure à 5 nm [53].

## 2.1 ) Analyse DSC et résistivité

La **Figure 120** présente l'évolution du signal calorimétrique ainsi que de la résistivité entre 200°C et 700°C pour l'échantillon élaboré à 90 J.mm<sup>-3</sup>. La résistivité est obtenue par mesure en température<sup>4</sup>. Les valeurs sont normalisées par la valeur initiale à température ambiante ( $\rho_0$ ). Dans un premier temps, les courbes ne présentent que les données obtenues lors du chauffage des échantillons.

Une discontinuité des mesures de calorimétrie et de résistivité est observée entre 500°C et 600°C. La résistivité augmente subitement à partir de 450°C pour atteindre une augmentation maximale de plus de 7 % pour la température de 540°C. Pour la courbe de DSC, le même comportement est observé avec la présence d'un pic exothermique à 530°C avec une augmentation du flux de chaleur jusqu'à la valeur de -0,07 mW/mg. La discontinuité dans les valeurs de résistivité et de calorimétrie a déjà été observée pour différents alliages Ni-Cr avec une proportion massique en Cr évoluant entre 1 % et 30 %. Cette augmentation de résistivité est associée à la formation de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr à courte distance.



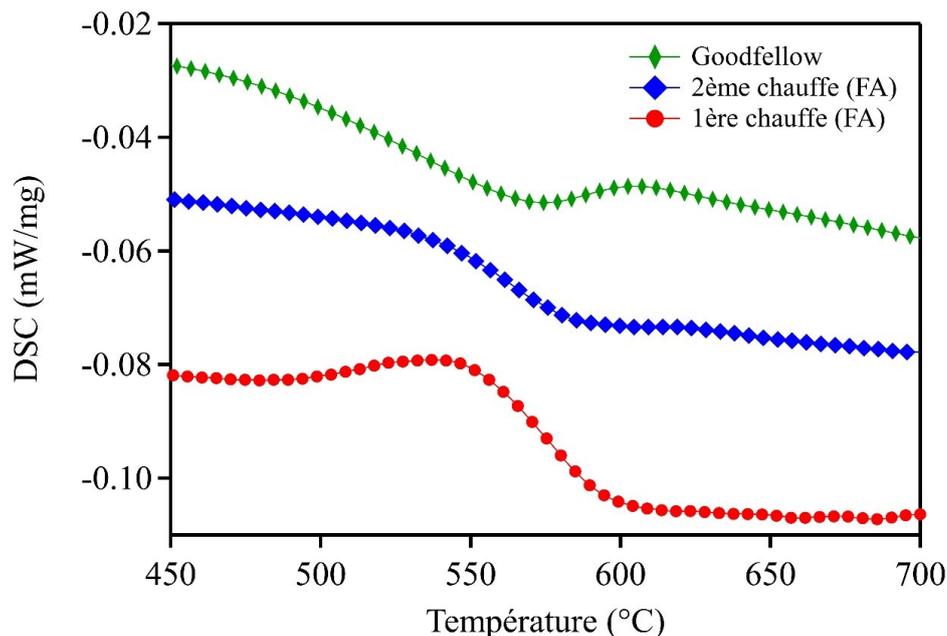
**Figure 120** : Courbes DSC et résistivité obtenues pour l'échantillon élaboré à 90 J.mm<sup>-3</sup>.

<sup>4</sup> Mesures effectuées par M. Ribet Alexis dans le cadre du projet CLIP

## 2.2 ) Influence des conditions de fabrication

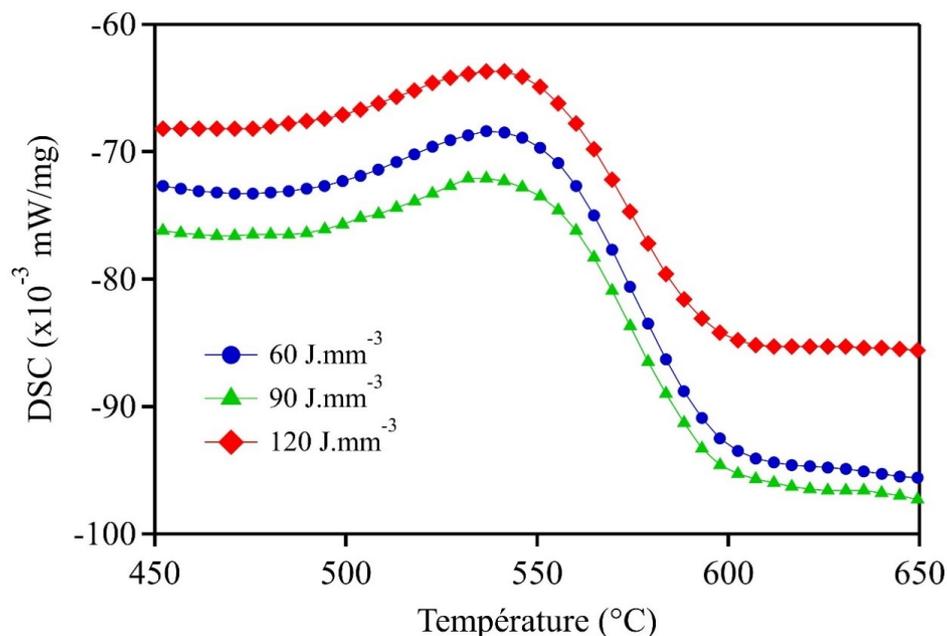
La formation d'ordre à courte distance est influencée par les traitements thermomécaniques préalablement mis en œuvre pour l'élaboration du matériau. En FA, le matériau subit des cinétiques de chauffe et refroidissement très importantes et localisées. Ces conditions thermiques favorisent la présence de défauts cristallins dans la microstructure. Afin d'apporter des éléments de réponse sur le rôle des traitements thermiques et du refroidissement lent sur la formation de  $\text{Ni}_2\text{Cr}$ , des cycles de chauffe et de refroidissement sont effectués en DSC. La **Figure 121** présente les courbes DSC obtenues lors de la première chauffe et de la deuxième chauffe. D'autre part, l'alliage de Goodfellow est utilisé comme référence, cet alliage étant supposé thermodynamiquement stable.

Durant la première chauffe, la courbe présente une réaction exothermique correspondant à la nucléation de la phase ordonnée puis une réaction endothermique correspondant à l'annihilation des zones ordonnées. La courbe correspondant à la deuxième chauffe présente uniquement la réaction endothermique comme pour l'alliage de référence. Ces résultats sont cohérents avec les observations effectuées par Kim et al. pour l'alliage 600 mis en forme selon différents traitements thermomécaniques (trempé à l'eau, refroidissement four coupé, déformé à froid) [173]. La présence du pic exothermique pour l'état brut de FA suggère que la microstructure initiale présente un degré d'ordre très bas se rapprochant de l'état trempé observé par Kim pour l'alliage 600. La cinétique de refroidissement importante en FA empêche la formation d'ordre à courte distance durant l'élaboration. Néanmoins, lors du chauffage de cet état, il y a nucléation de la phase  $\text{Ni}_2\text{Cr}$  à  $530^\circ\text{C}$  aidée par la présence des lacunes et des dislocations. Le refroidissement lent ( $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ) après la première montée en température va permettre d'atteindre un degré avancé de précipitation de zone ordonnée à courte distance. La deuxième montée en température ne présente donc pas de pic exothermique correspondant à la nucléation étant donné que le degré d'ordre est déjà important. De plus, la courbe DSC de la deuxième montée en température est similaire à celle de l'alliage de référence indiquant la présence d'un degré d'ordre important dans l'alliage de référence.



**Figure 121** : Influence du traitement thermique sur la mise en ordre.

Comme reporté dans le chapitre III, les paramètres de fabrication conditionnent l'historique thermique du matériau au cours de l'élaboration. L'estimation de la vitesse de refroidissement à l'aide de l'espace interdendritique primaire a ainsi montré que l'augmentation de l'énergie de fabrication diminue la vitesse de refroidissement. Afin d'étudier l'impact des paramètres de fabrication sur la formation d'ordre à courte distance, des analyses DSC sont effectuées pour les énergies de fabrication de  $60 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . Les courbes obtenues (**Figure 122**) montrent que la nucléation de la phase ordonnée est indépendante de l'énergie de fabrication sur cette gamme d'énergie de fabrication. L'ensemble des courbes présente un pic exothermique situé à  $540^\circ\text{C}$ , les paramètres de fabrication n'influencent donc pas la température de mise en ordre. Il est donc attendu sur cette gamme d'énergie de fabrication que les traitements thermiques entraînent les mêmes changements microstructuraux. Cette hypothèse est confirmée par des essais complémentaires effectués pour l'énergie de fabrication de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'Annexe E présente l'évolution des propriétés mécaniques selon les traitements thermiques pour cette énergie. L'évolution du comportement mécanique et les changements microstructuraux selon la température de traitement thermique sont identiques à ceux observés pour l'énergie de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ .



**Figure 122** : Courbe DSC des échantillons élaborés à  $60 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ .

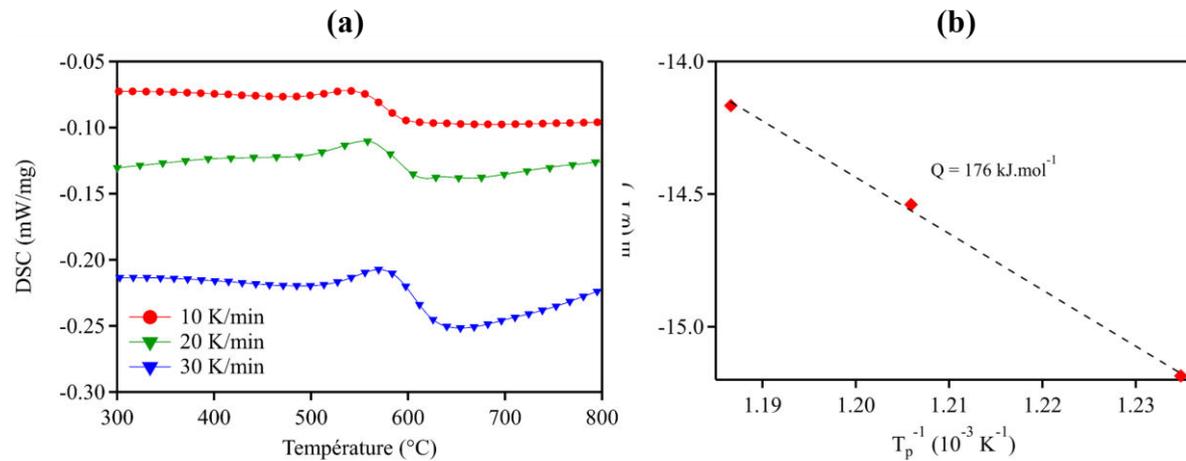
### 2.3 ) Énergie d'activation

L'énergie d'activation est déterminée afin d'établir le mécanisme responsable de la nucléation de la phase ordonnée. Cette énergie est déterminée à l'aide des données DSC et en utilisant la méthode de Kissinger en considérant que la formation d'ordre est une réaction de premier ordre [175]. Cette méthode a déjà été utilisée par Kim et al. pour la détermination de l'énergie d'activation de la mise en ordre de l'alliage 600 [173]. Le principe de cette analyse est d'effectuer des analyses DSC avec plusieurs vitesses de montée en température  $\alpha$  ( $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $20^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $30^\circ\text{C}/\text{min}$ ). Pour chaque cinétique de chauffe, la température du pic exothermique  $T$  est déterminée et la courbe  $\ln \alpha/T = f(T^{-1})$  est tracée. La relation (V.1) est ensuite utilisée afin de déterminer l'énergie d'activation de la réaction ( $Q$ ) avec  $R$  la constante des gaz parfaits égale à  $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .

$$\ln \frac{\alpha_2 \cdot T_1^2}{\alpha_1 \cdot T_2^2} = \frac{Q}{R} \left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) \quad (\text{V.1})$$

La **Figure 123-a** représente les courbes DSC effectués à  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $30^\circ\text{C}/\text{min}$  pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . Un décalage de la position du pic exothermique est observé avec une augmentation de la vitesse de chauffe. Les valeurs mesurées graphiquement sont de  $536^\circ\text{C}$ ,  $556^\circ\text{C}$  et  $569^\circ\text{C}$ . La représentation de Kissinger (**Figure 123-b**)

de ces trois points permet de déterminer que l'énergie d'activation de cette transformation est de  $176 \text{ kJ.mol}^{-1}$ .



**Figure 123** : Détermination de l'énergie d'activation pour l'échantillon à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . (a) Courbes DSC à  $10^\circ\text{C/min}$ ,  $20^\circ\text{C/min}$  et  $30^\circ\text{C/min}$ . (b) Représentation de Kissinger associée.

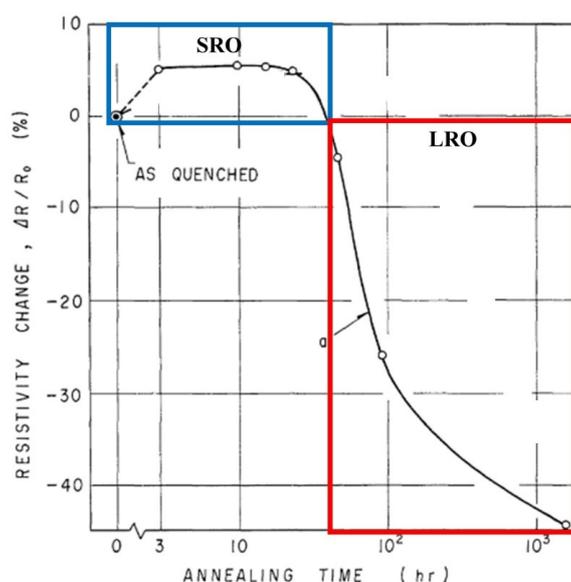
La méthode de Kissinger est également appliquée aux échantillons élaborés à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . L'Annexe F présente les courbes DSC ainsi que les représentations de Kissinger pour ces deux énergies de fabrication. Les énergies d'activations obtenues sont présentées dans le **Tableau 19**. L'ensemble des échantillons présente une énergie d'activation équivalente pour la réaction de mise en ordre avec des valeurs oscillant entre  $176 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et  $210 \text{ kJ.mol}^{-1}$ . Les résultats sont équivalents aux valeurs obtenues dans la thèse de Rudloff qui obtenait une valeur moyenne de  $192 \text{ kJ.mol}^{-1}$  pour l'alliage Ni 20 wt. % Cr. Ces valeurs d'énergies sont également proches des résultats obtenus par Kim et al. pour l'alliage 600 trempé [173]. Cette énergie d'activation correspond à la mise en ordre à courte distance et donc à formation de la phase  $\text{Ni}_2\text{Cr}$  par nucléation. La diffusion du chrome dans Ni-Cr est le principal facteur d'influence pour la formation de la phase ordonnée. Les valeurs d'énergie d'activation sont du même ordre de grandeur que l'énergie nécessaire pour l'interdiffusion du chrome dans Ni-Cr,  $179 \text{ kJ.mol}^{-1}$  d'après l'étude de Pruthi et al. [176], [177].

**Tableau 19** : Évolution de l'énergie d'activation selon les paramètres de fabrication

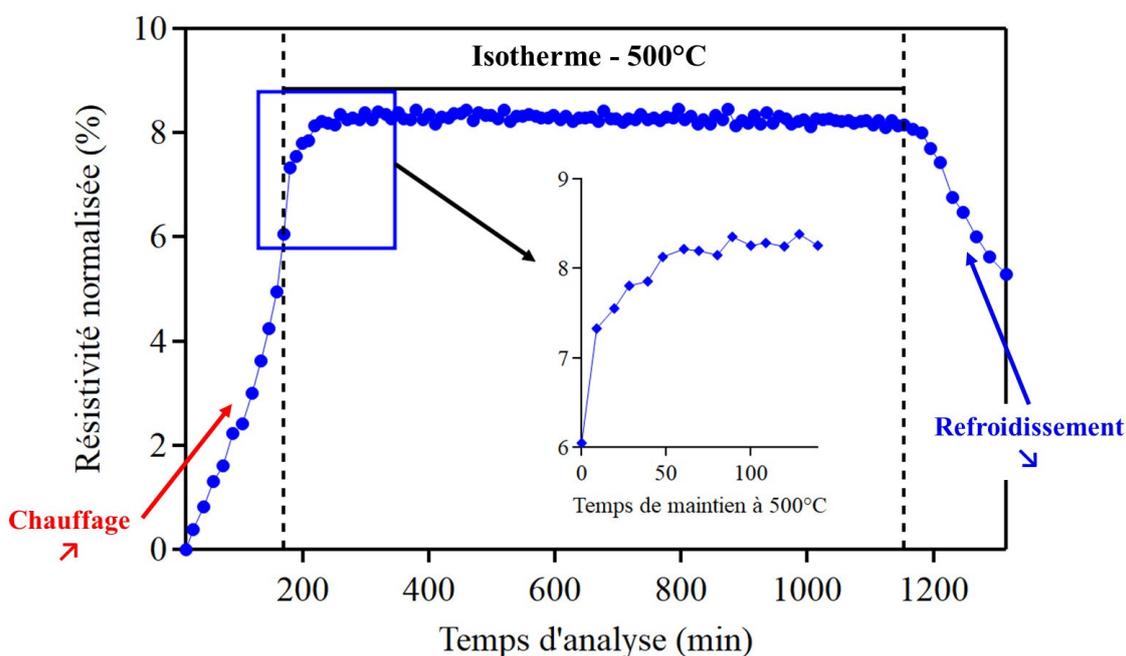
Énergie de fabrication (J.mm <sup>-3</sup> )	Q (kJ.mol <sup>-1</sup> )
62	184
90	176
120	210

## 2.4) Cinétique de mise en ordre

La formation d'ordre à courte distance par diffusion du chrome à 540°C a été mise en évidence par analyse DSC. Néanmoins, la cinétique de formation de cette phase permet d'indiquer si, avec la durée de traitement thermique, la réaction est complète. Pour ce faire, des analyses de résistivité isothermes à 500°C sont effectuées. Comme vu précédemment, lors de la nucléation de la phase Ni<sub>2</sub>Cr la résistivité augmente considérablement. L'évolution ultérieure de la résistivité est dépendante du degré d'ordre atteint. La **Figure 124** présente l'évolution de la résistivité en fonction du temps de maintien durant un recuit isotherme à 500°C pour l'alliage Ni 32% Cr d'après les travaux de Hirabayashi et al. [45]. Une augmentation de la résistivité de plus de 5% est observée pour les premières heures de recuit dues à la formation d'ordre à courte distance. Pour une durée de maintien supérieure à 50 heures, une décroissance importante de la résistivité est mesurée due à la formation d'ordre à longue distance (LRO).

**Figure 124** : Évolution de la résistivité selon le temps de recuit à 500°C pour Ni 32% Cr [45].

Pour cette étude, l'évolution de la résistivité durant la durée totale de l'analyse est présentée en **Figure 125**. Le début et la fin du palier à 500°C sont indiqués sur la courbe et un agrandissement de la courbe permet d'observer l'évolution de la résistivité selon le temps à 500°C. Le maintien en température commence à partir de 2h50 pour se terminer au bout de 19h20. L'échantillon subit donc un maintien à 500°C d'une durée supérieure à 16 heures. Durant le début de la mise en chauffe, la résistivité augmente linéairement avec la température pour atteindre une augmentation de 6 % à 500°C. Ensuite, une augmentation significative de la résistivité est mesurée dès le début du palier isotherme. L'augmentation de résistivité sature au bout de 90 minutes de maintien pour une valeur de 8,3 %. Le palier de saturation est stable durant toute la durée du maintien en température. Ces résultats sont identiques à ceux obtenus pour l'alliage Ni 33 at.% Cr présentés dans la thèse d'Emmanuel Frely [52]. Lors du refroidissement, une diminution de la résistivité est observée due à la réduction de l'agitation thermique. La valeur de résistivité obtenue à température ambiante après le cycle thermique est 6 % plus élevée que la valeur initialement mesurée indiquant que la quantité d'ordre à courte distance est plus importante dans l'échantillon après l'analyse.



**Figure 125 :** Mesure isotherme de la résistivité électrique à 500°C pour l'énergie de fabrication de 90 J.mm<sup>-3</sup>

Ces résultats montrent qu'une durée de 90 minutes est nécessaire pour former des zones d'ordre à courte distance. La stabilité du palier durant le maintien à 500°C indique également qu'il n'y a pas de formation d'ordre à longue distance. En faisant le lien avec les traitements thermiques effectués, il y a donc formation d'ordre à courte distance pour le traitement effectué

à 500°C et pour une durée de 2 heures. Le refroidissement lent après le traitement permet également une stabilisation des domaines ordonnés à température ambiante. La formation de la phase Ni<sub>2</sub>Cr est une des hypothèses pouvant expliquer le changement de comportement mécanique de Ni 20 wt. % Cr après le traitement à 500°C et notamment l'augmentation de la limite d'élasticité ainsi que du coefficient d'érouissage. Le durcissement des alliages Ni Cr lors de la formation de Ni<sub>2</sub>Cr à courte ou longue distance est souvent reporté dans la littérature [45].

#### *IV) Synthèse du chapitre*

Dans ce chapitre, les stabilités thermiques de la microstructure et des propriétés mécaniques en traction ont été étudiées entre 500°C et 1000°C pour une durée de traitement de 2 heures et à 1100°C pour une durée de 10 heures.

- Une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale de traction est observée pour la température de traitement de 500°C. Les observations microstructurales en optique, en EBSD ou au MEB ne présentent pas d'évolutions de la microstructure entre cet état et le brut de fabrication. Les analyses thermiques en DSC et de résistivité permettent de mettre en évidence que pour la température de 500°C, il y a nucléation d'une phase ordonnée à courte distance. Des essais complémentaires en DSC permettent de montrer que l'énergie d'activation de la mise en ordre est identique à celle de l'interdiffusion du chrome dans Ni-Cr. La cinétique de réaction obtenue par résistivité montre que la réaction de mise en ordre est complète pour un maintien à 500°C durant 1h 30.
- Pour les températures de traitement comprises entre 700°C et 1000°C, une décroissance importante de la limite d'élasticité est observée ainsi qu'une augmentation significative de la ductilité à partir de 800°C. Les évolutions microstructurales observées sur cette plage de température sont une réorganisation progressive de la structure de solidification (bains de fusion et structure dendritique cellulaire) par diffusion du chrome. Cette diffusion entraîne également la précipitation de particules enrichies en chrome aux joints de grains. La réorganisation de la structure dendritique entraîne une diminution de la densité de dislocations présentes initialement dans l'espace interdendritique.

- Pour le traitement à 1100°C pendant 10 heures, une diminution de plus de 50 % de la limite d'élasticité par rapport à l'état brut et l'augmentation de la ductilité est observée due à la recristallisation partielle de la microstructure.



---

# Conclusions et Perspectives

---

Ces travaux de thèse avaient deux objectifs principaux. Le premier était d'étudier la possibilité de fabriquer de l'alliage Ni 20 wt. % Cr par le procédé de fusion sélective laser et de faire le lien entre paramètres du procédé, microstructure et propriétés mécaniques. Le deuxième objectif était d'étudier la stabilité thermique de la microstructure et des propriétés mécaniques. Le travail scientifique s'est focalisé autour de quatre axes principaux dont les principales conclusions sont les suivantes.

- Une gamme de vitesse et de puissance laser optimale permet d'obtenir des échantillons avec une densité supérieure à 99 % pour une énergie de fabrication évoluant entre 60 J.mm<sup>-3</sup> et 230 J.mm<sup>-3</sup>. En dessous de 60 J.mm<sup>-3</sup>, la porosité formée est essentiellement due à des manques de fusion. Au-dessus de 230 J.mm<sup>-3</sup>, la porosité rencontrée est majoritairement sphérique synonyme que l'énergie est trop importante (mode « keyhole »).
  - Pour la gamme de paramètres idéale, des évolutions notables de microstructure sont observées. La taille des bains de fusion augmente avec l'énergie de fabrication et indique que la distribution de chaleur passe d'un régime de conduction à un régime « keyhole » au-delà de 90 J.mm<sup>-3</sup>. L'augmentation en taille des zones fondues entraîne également un recouvrement plus important des cordons pour les fortes énergies de fabrication conduisant à une croissance épitaxiale accrue. Pour des énergies de fabrication supérieures à 90 J.mm<sup>-3</sup>, une croissance colonnaire est observée avec une texture cristallographique de type Goss {110}<001> se développant parallèle à la direction de construction. Une augmentation en taille de l'espace interdendritique est également mesurée indiquant que l'accroissement de l'énergie de fabrication entraîne une diminution de la vitesse de refroidissement.
  - L'évolution microstructurale induite par les paramètres de fabrication influence fortement le comportement mécanique en traction. La limite d'élasticité décroît progressivement à mesure que l'énergie de fabrication augmente. La ductilité suit une évolution inverse. La présence de défauts de construction à faible énergie de fabrication entraîne une rupture prématurée du matériau avant d'entrer en striction. Pour les énergies intermédiaires, le comportement est très ductile avec une déformation à rupture de pratiquement 40 %. Néanmoins, l'anisotropie microstructurale entraîne une
-

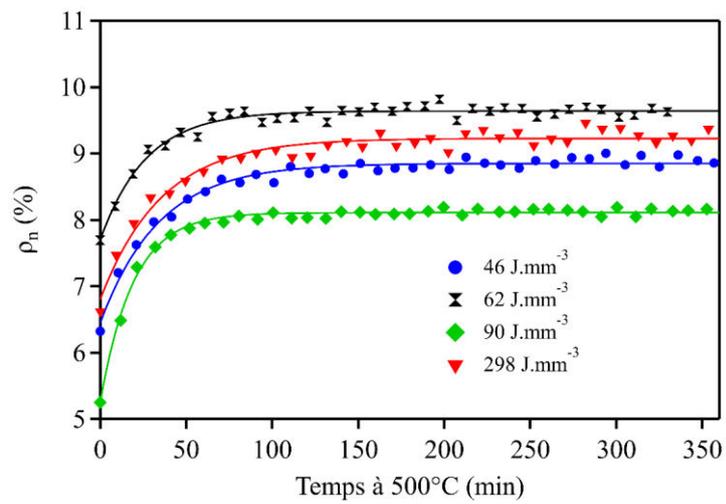
ovalisation du faciès de rupture. Pour l'énergie de fabrication la plus importante, la rupture se fait en début de striction cela pouvant être dû à la présence de défauts comme par exemple des fissures ou des porosités par effet « keyhole ». En comparaison avec un alliage élaboré par voie conventionnelle, le matériau élaboré par FA présente un écrouissage plus faible et une partie élastique non linéaire. Ce comportement peut être attribué à la différence de microstructure entre le bord et le volume. Concernant le comportement mécanique global, la structure dendritique cellulaire contribue, de par la présence de précipités nanométriques et de la forte densité de dislocation, au durcissement du matériau et au faible niveau d'écrouissage. Néanmoins, l'évolution de la limite d'élasticité selon la taille de l'espace interdendritique a montré que cette interface a une contribution moins importante sur le durcissement du matériau par aux joints de grains. Enfin, en comparaison avec l'étude de Song [68], les propriétés mécaniques obtenues dans cette étude, et cela quel que soit l'énergie de fabrication, sont supérieures en valeur de limite d'élasticité, mais également de ductilité.

- La microstructure et les propriétés mécaniques sont fortement influencées par la température de traitement thermique. Les traitements thermiques réalisés entre 500°C et 1000°C, montrent qu'il y a durcissement du matériau pour la température de 500°C puis un adoucissement et une augmentation du coefficient d'écrouissage. Les analyses par calorimétrie et résistivité montrent qu'il y a formation de la phase ordonnée à courte distance Ni<sub>2</sub>Cr lors du traitement à 500°C pendant deux heures. La nucléation de cette phase est due à la recombinaison des lacunes et à la diffusion du chrome à 500°C, cette phase augmente de 5 % la limite d'élasticité sans qu'il y ait de changement de ductilité. Au-dessus de cette température de traitement, une réorganisation de la structure dendritique cellulaire est observée due à la diffusion du chrome présent initialement dans l'espace interdendritique. À partir de cette température, une forte chute de la limite d'élasticité est observée ainsi qu'une augmentation du coefficient d'écrouissage et de la ductilité. Les observations microstructurales ne présentent pas d'évolution significative de la texture et de la taille de grain entre 500°C et 1000°C, signifiant que l'évolution des propriétés mécaniques est principalement liée à l'effacement de la structure cellulaire dendritique. Pour un traitement thermique plus traditionnel pour les alliages base nickel (1100°C – 10 heures), la recristallisation partielle de la microstructure rend le matériau moins dur et plus ductile par réduction importante des joints de faibles désorientations.

Ces travaux de thèse ont donc permis d'effectuer une étude préliminaire sur l'élaboration de Ni 20 wt. % Cr par fusion sélective laser. Cette étude s'est voulue être assez générale afin d'étudier plusieurs aspects. Pour aller plus loin dans la compréhension des mécanismes il semble nécessaire de se focaliser sur plusieurs quatre points principaux.

- Dans cette étude, il a été observé que les paramètres de fabrication impactent fortement la microstructure. L'utilisation de différentes stratégies de fabrication pourrait également influencer fortement la microstructure en termes de tailles de grains et de texture comme cela a été montré à de nombreuses reprises pour des alliages base nickel [67], [75], [178]. Cela pourrait ouvrir de nouvelles possibilités en termes de microstructure et de texture cristallographique possible pour Ni 20 wt. % Cr élaboré en fusion sélective laser.
- L'élasticité non linéaire doit être étudiée plus spécifiquement afin de déterminer quelles sont les causes microstructurales expliquant ce phénomène. À l'instar de l'étude de Cassiopée Galy [179] pour l'alliage d'aluminium AM205, des essais de charge/décharge en traction pourraient indiquer si ce comportement est due à une élasticité non linéaire ou à une plasticité précoce.
- L'identification de la contribution de chaque élément de la microstructure sur le comportement mécanique est primordiale. Des observations de la microstructure à différents niveaux de déformation ou par essais de traction in situ peuvent apporter une meilleure compréhension des mécanismes de déformation en suivant la démarche effectuée par Liu pour le 316L [129]. Une analyse plus formelle de l'écrouissage par le modèle de Kocks-Mecking pourrait également apporter des éléments de réponses concernant la différence de comportement mécanique entre le matériau élaboré par FA et de manière conventionnelle.
- La stabilité thermique des propriétés mécaniques a été étudiée après traitement thermique, des essais de traction en température complèteraient cette étude. Concernant les changements microstructuraux dues aux traitements thermiques, la formation de la phase ordonnée doit être investiguée. Des observations au MET pourraient permettre d'identifier et de localiser la phase Ni<sub>2</sub>Cr. Par ailleurs, des résultats récents obtenus par résistivité (**Figure 126**) montrent que la cinétique de mise en ordre est dépendante de l'énergie de fabrication. Cette différence de cinétique pourrait s'expliquer par une proportion de lacunes différente selon l'énergie de fabrication. Par des modèles de cinétique chimique développés par Schulze et Lücke [180], [181] pour la mise en ordre dans le système Au-Ag, il est

possible de calculer la quantité de lacunes consommée lors de la mise en ordre et donc de connaître le taux de lacunes initialement présent dans le matériau.



**Figure 126** : Évolution de la cinétique de mise en ordre selon l'énergie de fabrication.

---

# Bibliographie

---

- [1] A. Vafadar, F. Guzzomi, A. Rassau, et K. Hayward, « Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges », *Appl. Sci.*, vol. 11, n° 3, p. 1-31, 2021.
- [2] W. S. W. Harun, M. S. I. N. Kamariah, N. Muhamad, S. A. C. Ghani, F. Ahmad, et Z. Mohamed, « A review of powder additive manufacturing processes for metallic biomaterials », *Powder Technol.*, vol. 327, p. 128-151, 2018.
- [3] S. M. Yusuf, S. Cutler, et N. Gao, « Review: The impact of metal additive manufacturing on the aerospace industry », *Metals*, vol. 9, n° 12, p. 1-35, 2019.
- [4] T. M. Pollock, « Alloy design for aircraft engines », *Nat. Mater.*, vol. 15, n° 8, p. 809-815, 2016.
- [5] S. Ganesh Sarvankar et S. N. Yewale, « Additive Manufacturing in Automobile Industry », *Int. J. Res. Aeronaut. echanical Eng.*, vol. 7, n° 4, p. 1-10, 2019.
- [6] M. Rudloff, M. Risbet, C. Keller, et E. Hug, « Influence of the size effect on work hardening behaviour in stage II of Ni20wt.%Cr », *Mater. Lett.*, vol. 62, n° 20, p. 3591-3593, 2008.
- [7] M. Rudloff, « Étude des mécanismes de transition volume / surface du comportement mécanique d ' un alliage Ni20Cr », Thèse de Doctorat, Université de technologie de Compiègne, 2011.
- [8] M. Risbet, E. Hug, et N. Buiron, « Interactions entre propriétés thermomécaniques et propriétés électriques d ' alliages Ni-20Cr de faibles épaisseurs », dans *17ème congrès Français de Mécanique*, 2005.
- [9] ASTM INTERNATIONAL, « ASTM F2792-12a », *Rapid Manuf. Assoc.*, p. 1-3, 2013.
- [10] S. Singh, S. Ramakrishna, et R. Singh, « Material issues in additive manufacturing: A review », *J. Manuf. Process.*, vol. 25, p. 185-200, 2017.

- [11] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyen, et D. Hui, « Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges », *Compos. Part B*, vol. 143, p. 172-196, 2018.
- [12] N. Guo et M. C. Leu, « Additive manufacturing: Technology, applications and research needs », *Front. Mech. Eng.*, vol. 8, n° 3, p. 215-243, 2013.
- [13] A. Maguire, N. Pottackal, M. A. S. R. Saadi, M. M. Rahman, et P. M. Ajayan, « Additive manufacturing of polymer-based structures by extrusion technologies », *Oxford Open Mater. Sci.*, vol. 1, n° 1, p. 1-14, 2020.
- [14] N. Travitzky *et al.*, « Additive manufacturing of ceramic-based materials », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 16, n° 6, p. 729-754, 2014.
- [15] M. Vaezi, P. Drescher, et H. Seitz, « Beamless Metal Additive Manufacturing », *Materials*, vol. 13, n° 4, p. 1-36, 2020.
- [16] P. Raos, I. Klapan, K. Medical, G. Polyclinic, et T. Galeta, « Additive Manufacturing of Medical Models-Applications in Rhinology », *Coll. Antropoligicum*, vol. 39, n° 3, p. 667-673, 2015.
- [17] T. M. Wischeropp, H. Hoch, F. Beckmann, et C. Emmelmann, « Opportunities for Braking Technology Due to Additive Manufacturing Through the Example of a Bugatti Brake Caliper », *XXXVII. Internationales  $\mu$ -Symposium 2018 Bremsen-Fachtagung*, p.181-193, 2019.
- [18] L. Jyothish Kumar et C. G. Krishnadas Nair, « Advances in 3D Printing & additive manufacturing technologies », *Adv. 3D Print. Addit. Manuf. Technol.*, p. 39-54, 2016.
- [19] M. Revilla-León et M. Özcan, « Additive Manufacturing Technologies Used for 3D Metal Printing in Dentistry », *Curr. Oral Heal. Reports*, vol. 4, n° 3, p. 201-208, 2017.
- [20] Sandvik, « How Sandvik Additive Manufacturing 3D printed the world's first smash-proof guitar », 2019. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.additive.sandvik/en/news-trends/archive/2019/04/how-sandvik-additive-manufacturing-3d-printed-the-worlds-first-smash-proof-guitar/>.
- [21] T. Peng, K. Kellens, R. Tang, C. Chen, et G. Chen, « Sustainability of additive manufacturing: An overview on its energy demand and environmental impact », *Addit. Manuf.*, vol. 21, p. 694-704, 2018.

- [22] S. H. Huang, P. Liu, A. Mokeddar, et L. Hou, « Additive manufacturing and its societal impact: A literature review », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 67, p. 1191-1203, 2013.
- [23] M. Galati et L. Iuliano, « A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations », *Addit. Manuf.*, vol. 19, p. 1-20, 2018.
- [24] X. Gong, T. Anderson, et K. Chou, « Review on powder-based electron beam additive manufacturing Technology », *Manuf. Rev.*, vol. 1, p. 1-12, 2014.
- [25] C. Körner, « Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting - A review », *Int. Mater. Rev.*, vol. 61, n° 5, p. 361-377, 2016.
- [26] O. Andreau, « Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive », Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2020.
- [27] A. H. Maamoun, Y. F. Xue, M. A. Elbestawi, et S. C. Veldhuis, « Effect of selective laser melting process parameters on the quality of al alloy parts: Powder characterization, density, surface roughness, and dimensional accuracy », *Materials*, vol. 11, n° 12, p. 1-21, 2018.
- [28] H. Z. Jiang *et al.*, « Effect of Process Parameters on Defects, Melt Pool Shape, Microstructure, and Tensile Behavior of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting », *Acta Metall. Sin.*, vol. 34, p. 495-510, 2021.
- [29] G. B. Bang *et al.*, « Effect of process parameters for selective laser melting with SUS316L on mechanical and microstructural properties with variation in chemical composition », *Mater. Des.*, vol. 197, 109221, 2020.
- [30] E. Liverani, S. Toschi, L. Ceschini, et A. Fortunato, « Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 249, p. 255-263, 2017.
- [31] C. Y. Yap *et al.*, « Review of selective laser melting: Materials and applications », *Appl. Phys. Rev.*, vol. 2, n° 4, 041101, 2015.
- [32] T. D. McLouth *et al.*, « The effect of laser focus shift on microstructural variation of Inconel 718 produced by selective laser melting », *Mater. Des.*, vol. 149, p. 205-213, 2018.

- [33] Y. Wang et J. Shi, « Developing very strong texture in a nickel-based superalloy by selective laser melting with an ultra-high power and flat-top laser beam », *Mater. Charact.*, vol. 165, 110372, 2020.
- [34] T. Peng et C. Chen, « Influence of energy density on energy demand and porosity of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting », *Int. J. Precis. Eng. Manuf. - Green Technol.*, vol. 5, n° 1, p. 55-62, 2018.
- [35] K. G. Prashanth et J. Eckert, « Formation of metastable cellular microstructures in selective laser melted alloys », *J. Alloys Compd.*, vol. 707, p. 27-34, 2017.
- [36] M. Thomas, G. J. Baxter, et I. Todd, « Normalised model-based processing diagrams for additive layer manufacture of engineering alloys », *Acta Mater.*, vol. 108, p. 26-35, 2016.
- [37] D. Pitassi *et al.*, « Finite Element Thermal Analysis of Metal Parts Additively Manufactured via Selective Laser Melting », dans *Finite Element Method - Simulation, Numerical Analysis and Solution Techniques*, 2018, p. 123-156.
- [38] S. Catchpole-Smith, N. Aboulkhair, L. Parry, C. Tuck, I. A. Ashcroft, et A. Clare, « Fractal scan strategies for selective laser melting of ‘unweldable’ nickel superalloys », *Addit. Manuf.*, vol. 15, p. 113-122, 2017.
- [39] B. Qian, Y. S. Shi, Q. S. Wei, et H. B. Wang, « The helix scan strategy applied to the selective laser melting », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 63, p. 631-640, 2012.
- [40] R. Guschlbauer, S. Momeni, F. Osmanlic, et C. Körner, « Process development of 99.95% pure copper processed via selective electron beam melting and its mechanical and physical properties », *Mater. Charact.*, vol. 143, p. 163-170, 2018.
- [41] G. Calvarin, R. Molins, et a. M. Huntz, « Oxidation Mechanism of Ni—20Cr Foils and Its Relation to the Oxide-Scale Microstructure », *Oxid. Met.*, vol. 53, p. 25-48, 2000.
- [42] B. Ter-Ovanessian, C. Alemany-Dumont, et B. Normand, « Electronic and transport properties of passive films grown on different Ni-Cr binary alloys in relation to the pitting susceptibility », *Electrochim. Acta*, vol. 133, p. 373-381, 2014.
- [43] E. Arias Novo, « Design and implementation of a second stage nozzle for a low cost mini- launcher », Thèse de doctorat, Universitat Politècnica de Catalunya, 2011.

- [44] B. P. Nash, « The Cr-Ni ( Chromium-Nickel ) System », *Bull. Alloy Phase Diagrams*, vol. 7, n° 5, p. 466-476, 1986.
- [45] M. Hirabayashi *et al.*, « An Experimental Study on the Ordered Alloy Ni<sub>2</sub>Cr », *Trans. Japan Inst. Met.*, vol. 10, n° 5, p. 365-371, 1969.
- [46] A. Marucco et B. Nath, « Effects of ordering on the properties of Ni-Cr alloys », *J. Mater. Sci.*, vol. 23, n° 6, p. 2107-2114, 1988.
- [47] N. R. Dudova, V. A. Valitov, et R. O. Kaibyshev, « Short-range order and mechanical properties of nichrome », *Dokl. Phys.*, vol. 54, n° 2, p. 77-79, 2009.
- [48] R. Mougnot *et al.*, « Thermal ageing and short-range ordering of Alloy 690 between 350 and 550 °C », *J. Nucl. Mater.*, vol. 485, p. 56-66, 2017.
- [49] E. Lang, V. Lupinc, et A. Marucco, « Effect of thermomechanical treatments on short-range ordering and secondary-phase precipitation in NiCr-based alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 114, p. 147-157, 1989.
- [50] M. Song, Y. Yang, M. Wang, W. Kuang, C. R. Lear, et G. S. Was, « Probing long-range ordering in nickel-base alloys with proton irradiation », *Acta Mater.*, vol. 156, p. 446-462, 2018.
- [51] H. M. Tawancy, « Correlation between disorder-order transformations in a Ni-based alloy and its mechanical properties », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 719, p. 93-103, 2018.
- [52] E. Frely, « Étude des interactions entre effets d'irradiation et effets d'ordre chimique dans les alliages ternaires Ni-Cr-Fe », Thèse de Doctorat, CEA Saclay, 1997.
- [53] Y. Wang *et al.*, « Short-range ordering in a commercial Ni-Cr-Al-Fe precision resistance alloy », *Mater. Des.*, vol. 181, p. 1-9, 2019.
- [54] V. I. Goman'kov, G. I. Nosova, V. V. Rtishchev, S. E. Manaenkov, et L. E. Fykin, « Atomic ordering in the phases of a nickel-chromium-based superalloy », *Russ. Metall.*, vol. 2008, n° 6, p. 500-505, 2008.
- [55] A. Y. Zhilyakov, S. V. Belikov, A. F. Gibadullina, I. B. Polovov, et I. V. Ilikbaev, « Relation Between Short-Range and Long-Range Ordering and Physical Properties of Corrosion-Resistant Alloys of the Ni – Cr – Mo System », *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 61, n° 11-12, p. 792-797, 2020.

- [56] E. Metcalfe, B. Nath, et A. Wickens, « Some effects of the ordering transformation in Nimonic 80A on stress relaxation behaviour », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 67, n° 2, p. 157-162, 1984.
- [57] C. Miller, R. Field, et M. Kaufman, « Phase stability of  $\gamma'$ -Ni<sub>2</sub>Cr and  $\alpha$ -Cr in the Ni-Cr binary », *Acta Mater.*, vol. 157, p. 1-10, 2018.
- [58] Y. Ustinovshikov, « Phase transition “ordering-phase separation” in alloys of Ni-Cr system », *Mater. Chem. Phys.*, vol. 165, p. 14-18, 2015.
- [59] A. Marucco, « Atomic ordering and  $\alpha'$ -Cr phase precipitation in long-term aged Ni<sub>3</sub>Cr and Ni<sub>2</sub>Cr alloys », *Journal of Materials Science*, vol. 30, n° 16, p. 4188-4194, 1995.
- [60] G. Calvarin-Amiri, A. F. Gourgues, A. M. Huntz, et R. Molins, « Effect of environment on the mechanical behavior of Ni-20Cr thin strip », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 298, n° 1-2, p. 200-208, 2001.
- [61] N. R. Dudova, R. O. Kaibyshev, et V. A. Valitov, « Deformation mechanisms in Cr<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> alloy at elevated temperatures », *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 107, n° 4, p. 409-418, 2009.
- [62] N. R. Dudova et R. O. Kaibyshev, « Short-range ordering and mechanical properties of a Ni-20%Cr alloy », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 240, p. 3-7, 2010.
- [63] C. Y. Yap, H. K. Tan, Z. Du, C. K. Chua, et Z. Dong, « Selective laser melting of nickel powder », *Rapid Prototyp. J.*, vol. 23, n° 4, p. 750-757, 2017.
- [64] T. Bormann, B. Müller, M. Schinhammer, A. Kessler, P. Thalmann, et M. De Wild, « Microstructure of selective laser melted nickel-titanium », *Mater. Charact.*, vol. 94, p. 189-202, 2014.
- [65] M. Elahinia, N. Shayesteh Moghaddam, M. Taheri Andani, A. Amerinatanzi, B. A. Bimber, et R. F. Hamilton, « Fabrication of NiTi through additive manufacturing: A review », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 83, p. 630-663, 2016.
- [66] M. R. Karamooz-Ravari, M. Taheri Andani, M. Kadkhodaei, S. Saedi, H. Karaca, et M. Elahinia, « Modeling the cyclic shape memory and superelasticity of selective laser melting fabricated NiTi », *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 138-139, p. 54-61, 2018.

- [67] S. H. Sun, K. Hagihara, et T. Nakano, « Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting », *Mater. Des.*, vol. 140, p. 307-316, 2018.
- [68] B. Song, S. Dong, P. Coddet, H. Liao, et C. Coddet, « Fabrication of NiCr alloy parts by selective laser melting: Columnar microstructure and anisotropic mechanical behavior », *Mater. Des.*, vol. 53, p. 1-7, 2014.
- [69] M.-H. Hong, T.-Y. Kwon, T. Hanawa, S. H. Song, et B. K. Min, « Enhanced biocompatibility of a Ni-Cr alloy prepared by selective laser melting: A preliminary in vitro study », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, n° 1, p. 1587-1592, 2019.
- [70] M.-H. Hong, J. S. Son, et T.-Y. Kwon, « Surface Roughness of a 3D-Printed Ni–Cr Alloy Produced by Selective Laser Melting: Effect of Process Parameters », *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 18, n° 3, p. 2037-2040, 2017.
- [71] J. P. Choi *et al.*, « Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting », *Powder Technol.*, vol. 310, p. 60-66, 2017.
- [72] T. Vilaro, C. Colin, J. D. Bartout, L. Nazé, et M. Sennour, « Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 534, p. 446-451, 2012.
- [73] P. Liu, J. Hu, S. Sun, K. Feng, Y. Zhang, et M. Cao, « Microstructural evolution and phase transformation of Inconel 718 alloys fabricated by selective laser melting under different heat treatment », *J. Manuf. Process.*, vol. 39, p. 226-232, 2019.
- [74] T. De Terris, F. Adamski, P. Peyre, et C. Dupuy, « Influence of SLM process parameters on Inconel 625 superalloy samples », in *Lasers in Manufacturing Conference*, 2017.
- [75] F. Geiger, K. Kunze, et T. Etter, « Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 661, p. 240-246, 2016.
- [76] C. Tian *et al.*, « Study on grindability of inconel 718 superalloy fabricated by selective laser melting (SLM) », *J. Mech. Eng.*, vol. 64, n° 5, p. 319-328, 2018.

- [77] A. M. Mancisidor, F. Garciandia, M. S. Sebastian, P. Álvarez, J. Díaz, et I. Unanue, « Reduction of the residual porosity in parts manufactured by selective laser melting using skywriting and high focus offset strategies », *Phys. Procedia*, vol. 83, p. 864-873, 2016.
- [78] S. Y. Liu, H. Q. Li, C. X. Qin, R. Zong, et X. Y. Fang, « The effect of energy density on texture and mechanical anisotropy in selective laser melted Inconel 718 », *Mater. Des.*, vol. 191, 2020.
- [79] A. Keshavarzkermani *et al.*, « An investigation into the effect of process parameters on melt pool geometry, cell spacing, and grain refinement during laser powder bed fusion », *Opt. Laser Technol.*, vol. 116, p. 83-91, 2019.
- [80] Y. Tian, D. Tomus, P. Rometsch, et X. Wu, « Influences of processing parameters on surface roughness of Hastelloy X produced by selective laser melting », *Addit. Manuf.*, vol. 13, p. 103-112, 2017.
- [81] B. Zhang, Y. Li, et Q. Bai, « Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review », *Chinese J. Mech. Eng.*, vol. 30, n° 3, p. 515-527, 2017.
- [82] N. Alloy, Z. Tian, C. Zhang, D. Wang, W. Liu, et X. Fang, « A Review on Laser Powder Bed Fusion of Inconel 625 », *Appl. Sci.*, vol. 10, n° 81, 2020.
- [83] R. Engeli, T. Etter, S. Hövel, et K. Wegener, « Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 229, p. 484-491, 2016.
- [84] H. R. Javidrad et S. Salemi, « Effect of the Volume Energy Density and Heat Treatment on the Defect, Microstructure, and Hardness of L-PBF Inconel 625 », *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 51, n° 11, p. 5880-5891, 2020.
- [85] G. E. Bean, D. B. Witkin, T. D. McLouth, et R. J. Zaldivar, « Process gas influence on microstructure and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated via selective laser melting », *Prog. Addit. Manuf.*, vol. 5, n° 4, p. 405-417, 2020.
- [86] A. Sola et A. Nouri, « Microstructural porosity in additive manufacturing: The formation and detection of pores in metal parts fabricated by powder bed fusion », *J. Adv. Manuf. Process.*, vol. 1, n° 3, p. 1-21, 2019.

- [87] D. S. Watring, J. T. Benzing, N. Hrabe, et A. D. Spear, « Effects of laser-energy density and build orientation on the structure–property relationships in as-built Inconel 718 manufactured by laser powder bed fusion », *Addit. Manuf.*, vol. 36, 101425, 2020.
- [88] A. Hilaire, E. Andrieu, et X. Wu, « High-temperature mechanical properties of alloy 718 produced by laser powder bed fusion with different processing parameters », *Addit. Manuf.*, vol. 26, p. 147-160, 2019.
- [89] M. Yakout, M. A. Elbestawi, et S. C. Veldhuis, « Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 266, p. 397-420, 2019.
- [90] M. Balbaa, S. Mekhiel, M. Elbestawi, et J. McIsaac, « On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses », *Mater. Des.*, vol. 193, 108818, 2020.
- [91] I. Yadroitsev, P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, S. Johansson, et I. Smurov, « Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, n° 4, p. 606-613, 2013.
- [92] W. E. King *et al.*, « Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, n° 12, p. 2915-2925, 2014.
- [93] H. Wang, L. Wang, R. Cui, B. Wang, L. Luo, et Y. Su, « Differences in microstructure and nano-hardness of selective laser melted Inconel 718 single tracks under various melting modes of molten pool », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, n° 5, p. 10401-10410, 2020.
- [94] H. Yang, Z. Li, et S. Wang, « The analytical prediction of thermal distribution and defect generation of inconel 718 by selective laser melting », *Appl. Sci.*, vol. 10, n° 20, p. 7300, 2020.
- [95] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, et W. Jiang, « Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 59, n° 9-12, p. 1025-1035, 2012.
- [96] S. Patel et M. Vlasea, « Melting modes in laser powder bed fusion », *Materialia*, vol. 9, 100591, 2020.

- [97] P. S. Wei et T. C. Chao, « The Effects of Drilling Parameters on Pore Size in Keyhole Mode Welding », *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 138, n° 2, 021008, 2015.
- [98] R. Esmaeilzadeh *et al.*, « Customizing mechanical properties of additively manufactured Hastelloy X parts by adjusting laser scanning speed », *J. Alloys Compd.*, vol. 812, 152097, 2020.
- [99] G. Marchese *et al.*, « Study of the microstructure and cracking mechanisms of hastelloy X produced by laser powder bed fusion », *Materials*, vol. 11, n° 1, 2018.
- [100] Z. W. Chen, T. Guraya, S. Singamneni, et M. A. L. Phan, « Grain Growth During Keyhole Mode Pulsed Laser Powder Bed Fusion of IN738LC », *Jom*, vol. 72, p. 1074-1084, 2020.
- [101] Y. Lu *et al.*, « Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy », *Opt. Laser Technol.*, vol. 75, p. 197-206, 2015.
- [102] N. Nadammal *et al.*, « Effect of hatch length on the development of microstructure, texture and residual stresses in selective laser melted superalloy Inconel 718 », *Mater. Des.*, vol. 134, p. 139-150, 2017.
- [103] D. Buchbinder, W. Meiners, N. Pirch, K. Wissenbach, et J. Schrage, « Investigation on reducing distortion by preheating during manufacture of aluminum components using selective laser melting », *J. Laser Appl.*, vol. 26, n° 1, 012004, 2014.
- [104] P. Mercelis et J. P. Kruth, « Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting », *Rapid Prototyp. J.*, vol. 12, n° 5, p. 254-265, 2006.
- [105] P. A. Hooper, « Melt pool temperature and cooling rates in laser powder bed fusion », *Addit. Manuf.*, vol. 22, p. 548-559, 2018.
- [106] P. Tao, H. Li, B. Huang, Q. Hu, S. Gong, et Q. Xu, « The crystal growth, intercellular spacing and microsegregation of selective laser melted Inconel 718 superalloy », *Vacuum*, vol. 159, p. 382-390, 2019.
- [107] Z. W. Chen, M. A. L. Phan, et K. Darvish, « Grain growth during selective laser melting of a Co–Cr–Mo alloy », *J. Mater. Sci.*, vol. 52, n° 12, p. 7415-7427, 2017.

- [108] M. Calandri, S. Yin, B. Aldwell, F. Calignano, R. Lupoi, et D. Ugues, « Texture and microstructural features at different length scales in Inconel 718 produced by selective laser melting », *Materials.*, vol. 12, n° 8, 2019.
- [109] D. Deng, R. L. Peng, H. Brodin, et J. Moverare, « Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 713, p. 294-306, 2018.
- [110] V. A. Popovich, E. V. Borisov, A. A. Popovich, V. S. Sufiarov, D. V. Masaylo, et L. Alzina, « Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties », *Mater. Des.*, vol. 114, p. 441-449, 2017.
- [111] W. Kurz et D. J. Fisher, *Fundamentals of Solidification*. 1989.
- [112] Y. Cao, P. Bai, F. Liu, et X. Hou, « Grain growth in IN718 superalloy fabricated by laser additive manufacturing », *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, vol. 36, n° 6, p. 765-769, 2020.
- [113] W. M. Tucho, P. Cuvillier, A. Sjolyst-Kverneland, et V. Hansen, « Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 689, p. 220-232, 2017.
- [114] Y. S. J. Yoo, T. A. Book, M. D. Sangid, et J. Kacher, « Identifying strain localization and dislocation processes in fatigued Inconel 718 manufactured from selective laser melting », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 724, p. 444-451, 2018.
- [115] S. Ghosh, L. Ma, N. Ofori-Opoku, et J. E. Guyer, « On the primary spacing and microsegregation of cellular dendrites in laser deposited Ni-Nb alloys », *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 25, n° 6, p. 1-25, 2017.
- [116] K. Karayagiz *et al.*, « Finite interface dissipation phase field modeling of Ni–Nb under additive manufacturing conditions », *Acta Mater.*, vol. 185, p. 320-339, 2020.
- [117] K. C. Atli *et al.*, « Laser-based additive manufacturing of a binary Ni-5 wt.%Nb alloy », *J. Manuf. Process.*, vol. 62, p. 720-728, 2021.

- [118] V. A. Popovich, E. V. Borisov, V. S. Sufiyarov, et A. A. Popovich, « Tailoring the Properties in Functionally Graded Alloy Inconel 718 Using Additive Technologies », *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 60, n° 11-12, p. 701-709, 2019.
- [119] D. Du *et al.*, « Influence of build orientation on microstructure, mechanical and corrosion behavior of Inconel 718 processed by selective laser melting », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 760, p. 469-480, 2019.
- [120] J. Strößner, M. Terock, et U. Glatzel, « Mechanical and Microstructural Investigation of Nickel-Based Superalloy IN718 Manufactured by Selective Laser Melting (SLM) », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 17, n° 8, p. 1099-1105, 2015.
- [121] J. H. Yi *et al.*, « Effect of laser energy density on the microstructure, mechanical properties, and deformation of Inconel 718 samples fabricated by selective laser melting », *J. Alloys Compd.*, vol. 786, p. 481-488, 2019.
- [122] B. Baufeld, « Mechanical properties of INCONEL 718 parts manufactured by shaped metal deposition (SMD) », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 21, n° 7, p. 1416-1421, 2012.
- [123] T. Trosch, J. Strößner, R. Vökl, et U. Glatzel, « Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting », *Mater. Lett.*, vol. 164, p. 428-431, 2016.
- [124] E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuźnicka, J. Kurzac, et T. Kurzynowski, « Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 639, p. 647-655, 2015.
- [125] M. R. Condruz, G. Matache, A. Paraschiv, T. F. Frigioescu, et T. Badea, « Microstructural and tensile properties anisotropy of selective laser melting manufactured in 625 », *Materials (Basel)*, vol. 13, n° 21, p. 1-22, 2020.
- [126] Y. Hong, C. Zhou, Y. Zheng, L. Zhang, et J. Zheng, « The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 799, p. 140279, 2021.
- [127] T. Voisin *et al.*, « New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion », *Acta Mater.*, vol. 203, 116476, 2021.

- [128] Y. M. Wang *et al.*, « Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility », *Nat. Mater.*, vol. 17, n° 1, p. 63-70, 2018.
- [129] L. Liu *et al.*, « Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off », *Mater. Today*, vol. 21, n° 4, p. 354-361, 2018.
- [130] D. Kong *et al.*, « About metastable cellular structure in additively manufactured austenitic stainless steels », *Addit. Manuf.*, vol. 38, 101804, 2021.
- [131] R. Esmailizadeh *et al.*, « Customizing mechanical properties of additively manufactured Hastelloy X parts by adjusting laser scanning speed », *J. Alloys Compd.*, vol. 812, 152097, 2020.
- [132] D. Kong, C. Dong, X. Ni, L. Zhang, et X. Li, « Cellular size dependence on the strength of additively manufactured austenitic stainless steel », *Mater. Lett.*, vol. 279, 128524, 2020.
- [133] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, et G. Requena, « Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting », *Mater. Des.*, vol. 105, p. 160-170, 2016.
- [134] Q. C. Liu, J. Elambasseril, S. J. Sun, M. Leary, M. Brandt, et P. K. Sharp, « The effect of manufacturing defects on the fatigue behaviour of Ti-6Al-4V specimens fabricated using selective laser melting », *Adv. Mater. Res.*, vol. 891-892, p. 1519-1524, 2014.
- [135] P. Karimi, T. Raza, J. Andersson, et L. E. Svensson, « Influence of laser exposure time and point distance on 75- $\mu$ m-thick layer of selective laser melted Alloy 718 », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 94, n° 5-8, p. 2199-2207, 2018.
- [136] T. de Terris *et al.*, « Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts », *Addit. Manuf.*, vol. 28, p. 802-813, 2019.
- [137] G. K. L. Ng, A. E. W. Jarfors, G. Bi, et H. Y. Zheng, « Porosity formation and gas bubble retention in laser metal deposition », *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 97, n° 3, p. 641-649, 2009.
- [138] P. Promopatum, S. C. Yao, P. C. Pistorius, et A. D. Rollett, « A Comprehensive Comparison of the Analytical and Numerical Prediction of the Thermal History and Solidification Microstructure of Inconel 718 Products Made by Laser Powder-Bed Fusion », *Engineering*, vol. 3, n° 5, p. 685-694, 2017.

- [139] L. Zhou, A. Mehta, E. Schulz, B. McWilliams, K. Cho, et Y. Sohn, « Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment », *Mater. Charact.*, vol. 143, p. 5-17, 2018.
- [140] M. C. Sow *et al.*, « Influence of beam diameter on Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) process », *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 1-11, 2020.
- [141] K. Karayagiz *et al.*, « Finite interface dissipation phase field modeling of Ni–Nb under additive manufacturing conditions », *Acta Mater.*, vol. 185, p. 320-339, 2020.
- [142] J. N. Dupont, « Fundamentals of Weld Solidification », *ASM Handbook- Weld. Fundam. Process.*, vol. 6A, p. 96-114, 2011.
- [143] S. Kou, « PART II The Fusion Zone », in *Welding metallurgy*, 2003, p. 145-169.
- [144] S. Bontha, N. W. Klingbeil, P. A. Kobryn, et H. L. Fraser, « Effects of process variables and size-scale on solidification microstructure in beam-based fabrication of bulky 3D structures », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 513-514, p. 311-318, 2009.
- [145] S. Bontha, N. W. Klingbeil, P. A. Kobryn, et H. L. Fraser, « Effects of process variables and size-scale on solidification microstructure in beam-based fabrication of bulky 3D structures », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 513-514, p. 311-318, 2009.
- [146] A. Basak et S. Das, « Epitaxy and Microstructure Evolution in Metal Additive Manufacturing », *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 46, p. 125-149, 2016.
- [147] M. S. Pham, B. Dovggy, P. A. Hooper, C. M. Gourlay, et A. Piglione, « The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion », *Nat. Commun.*, vol. 11, n° 1, p. 1-12, 2020.
- [148] N. J. Harrison, I. Todd, et K. Mumtaz, « Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach », *Acta Mater.*, vol. 94, p. 59-68, 2015.
- [149] Y. Wang, J. Shi, et Y. Liu, « Competitive grain growth and dendrite morphology evolution in selective laser melting of Inconel 718 superalloy », *J. Cryst. Growth*, vol. 521, p. 15-29, 2019.

- [150] S. Ghosh, L. Ma, N. Ofori-Opoku, et J. E. Guyer, « On the primary spacing and microsegregation of cellular dendrites in laser deposited Ni-Nb alloys », *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 25, n° 6, p. 1-25, 2017.
- [151] T. Keller *et al.*, « Application of finite element, phase-field, and CALPHAD-based methods to additive manufacturing of Ni-based superalloys », *Acta Mater.*, vol. 139, p. 244-253, 2017.
- [152] L. Nastac, J. J. Valencia, M. L. Tims, et F. R. Dax, « Advances in the solidification of IN718 and RS5 alloys », *Proc. Int. Symp. Superalloys Var. Deriv.*, vol. 1, p. 103-112, 2001.
- [153] D. Gu, Q. Shi, K. Lin, et L. Xi, « Microstructure and performance evolution and underlying thermal mechanisms of Ni-based parts fabricated by selective laser melting », *Addit. Manuf.*, vol. 22, p. 265-278, 2018.
- [154] G. Calvarin-Amiri, « Corrélations entre cinétique d'oxydation, microstructure et comportement mécanique. Application à du feuillard Ni-20Cr », Thèse de Doctorat, Université de Paris-Sud, 1998.
- [155] J. Gluck et J. Freeman, « Effect of creep-exposure on mechanical properties of 80Ni - 20Cr and TZM molybdenum alloys », 1961.
- [156] J. H. Hollomon, « Tensile Deformation », *Trans. Metall. Soc. AIME*, vol. 162, p. 268-290, 1945.
- [157] Z. Li *et al.*, « Tensile properties, strain rate sensitivity, and activation volume of additively manufactured 316L stainless steels », *Int. J. Plast.*, vol. 120, p. 395-410, 2019.
- [158] D. C. Ludwigson, « Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys », *Metall. Trans.*, vol. 2, n° 10, p. 2825-2828, 1971.
- [159] A. Akhtar et E. Teghtsoonian, « Plastic deformation of Ni-Cr Single Crystals », *Metall. Trans.*, vol. 2, p. 2757-2763, 1971.
- [160] X. Feugas, « On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K: Back stress and effective stress », *Acta Mater.*, vol. 47, n° 13, p. 3617-3632, 1999.

- [161] Z. Li, B. He, et Q. Guo, « Strengthening and hardening mechanisms of additively manufactured stainless steels: The role of cell sizes », *Scr. Mater.*, vol. 177, p. 17-21, 2020.
- [162] M. Z. Butt et U. Sattar, « Deformation behavior of nickel-chromium alloys with special reference to the nature of solute distribution », *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 20, n° 8, p. 759-761, 2001.
- [163] P. G. Kossakowski, « Influence of initial porosity on strength properties of S235JR steel at low stress triaxiality », *Arch. Civ. Eng.*, vol. 58, n° 3, p. 293-308, 2012.
- [164] C. Keller, M. Mokhtari, B. Vieille, H. Briatta, et P. Bernard, « Influence of a rescanning strategy with different laser powers on the microstructure and mechanical properties of Hastelloy X elaborated by powder bed fusion », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 803, p. 140474, 2021.
- [165] R. Casati, J. Lemke, et M. Vedani, « Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 32, n° 8, p. 738-744, 2016.
- [166] A. Mertens *et al.*, « Mechanical properties of alloy Ti-6Al-4V and of stainless steel 316L processed by selective laser melting: Influence of out-of-equilibrium microstructures », *Powder Metall.*, vol. 57, n° 3, p. 184-189, 2014.
- [167] W. M. Tucho et V. Hansen, « Studies of post-fabrication heat treatment of L-PBF-Inconel 718: Effects of hold time on microstructure, annealing twins, and hardness », *Metals*, vol. 11, n° 2, p. 1-20, 2021.
- [168] O. O. Salman, C. Gammer, A. K. Chaubey, J. Eckert, et S. Scudino, « Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 748, p. 205-212, 2019.
- [169] K. O. Bazaleeva, E. V. Tsvetkova, E. V. Balakirev, I. A. Yadroitsev, et I. Y. Smurov, « Thermal stability of the cellular structure of an austenitic alloy after selective laser melting », *Russ. Metall.*, vol. 2016, n° 5, p. 424-430, 2016.
- [170] C. Li, R. White, X. Y. Fang, M. Weaver, et Y. B. Guo, « Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 705, p. 20-31, 2017.

- [171] Y. J. Zhang, D. Han, et X. W. Li, « A unique two-stage strength-ductility match in low solid-solution hardening Ni-Cr alloys: Decisive role of short range ordering », *Scr. Mater.*, vol. 178, p. 269-273, 2020.
- [172] R. L. Klueh et J. F. King, « Short-range order effects on the tensile behavior of a nickel-base alloy », *Metall. Trans. A*, vol. 10, n° 10, p. 1543-1548, 1979.
- [173] S. Kim, I. H. Kuk, et J. S. Kim, « Order-disorder reaction in Alloy 600 », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 279, n° 1-2, p. 142-148, 2000.
- [174] A. Marucco, « Phase transformations during long-term ageing of NiFeCr alloys in the temperature range 450-600 °C », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 194, n° 2, p. 225-233, 1995.
- [175] H. E. Kissinger, « Variation of peak temperature with heating rate in differential thermal analysis », *J. Res. Natl. Bur. Stand. (1934)*, vol. 57, n° 4, p. 217-221, 1956.
- [176] D. D. Pruthi, M. S. Anand, et R. P. Agarwala, « Diffusion of chromium in Inconel-600 », *J. Nucl. Mater.*, vol. 64, p. 206-210, 1977.
- [177] P. Moulin, A. M. Huntz, et P. Lacombe, « Influence du carbone sur la diffusion du chrome et du nickel en volume et dans les joints de grains de l'alliage Ni-Cr 80/20 », *Acta Metall.*, vol. 27, n° 9, p. 1431-1443, 1979.
- [178] H. Y. Wan, Z. J. Zhou, C. P. Li, G. F. Chen, et G. P. Zhang, « Effect of scanning strategy on grain structure and crystallographic texture of Inconel 718 processed by selective laser melting », *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 34, n° 10, p. 1799-1804, 2018.
- [179] C. Galy, « Étude des interactions matériau / procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques », 2019.
- [180] H. Heidsiek, K. Lücke, et R. Scheffel, « The kinetics of vacancy annihilation and short range order formation in Ni 11.4 at % Cr », *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 43, n° 9, p. 825-836, 1982.
- [181] A. Schulze et K. Lücke, « The influence of vacancies on Short Range Order formation in Au-Ag alloys », *Acta Metall.*, vol. 20, p. 529-542, 1972.

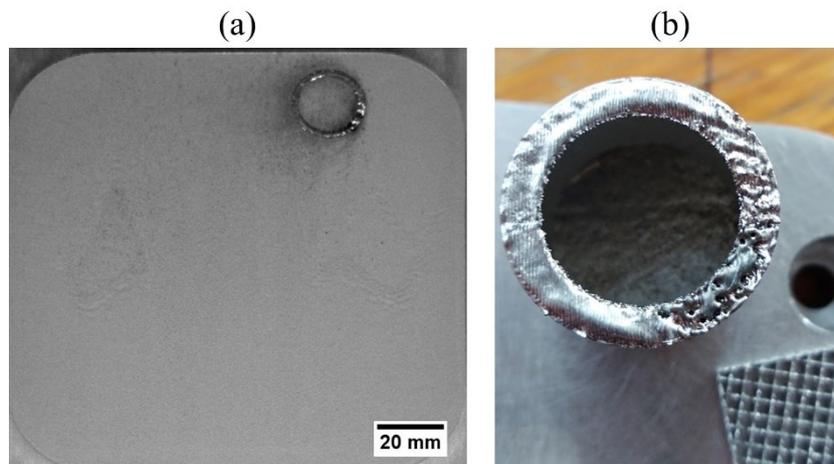


# Annexe A

## Optimisation préliminaire des paramètres de fabrication

### Étalement de la poudre

Le facteur de dosage permet de savoir la quantité de poudre chargée dans le racleur afin d'avoir une couche de poudre dense sur toute la surface de la plateforme. Durant les premières fabrications avec la poudre de Ni 20 wt. % Cr, le facteur de dosage du racleur n'était pas optimum et la quantité de poudre déposée n'était pas suffisante pour former un lit de poudre dense sur la totalité du plateau de fabrication. Un exemple de défaut dû à un manque de poudre est présenté en **Figure 127**, le passage du laser dans les zones pauvres en poudre entraîne une fusion importante. Comme le montre la **Figure 127-b**, la surface est fortement altérée et ces défauts peuvent également entraîner une dégradation du racleur. Les paramètres de dosage de la poudre ont donc été ajustés afin d'obtenir un lit de poudre dense et une homogénéité de dépose de poudre sur le plateau de fabrication.

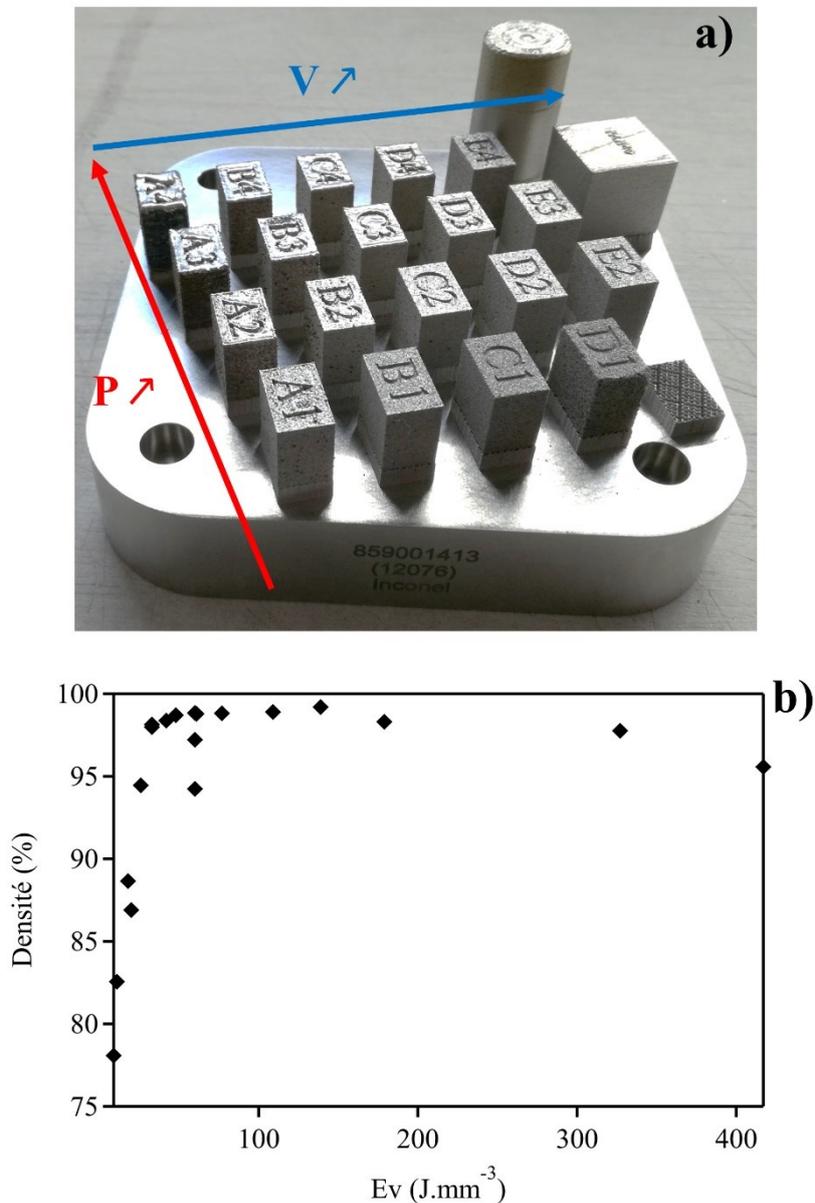


**Figure 127** : Défaut de recouvrement observé lors des premières fabrications. (a) Vue du lit après le passage du racleur montrant l'absence de poudre dans le coin supérieur droit. (b) Défaut rencontré sur la pièce due à un passage du laser sans poudre.

### Influence de l'épaisseur de couche

Afin de comprendre l'influence de l'épaisseur de poudre sur l'élaboration de Ni 20 wt. % Cr en FA, une matrice avec puissance et vitesse variables a été effectuée pour une épaisseur de

couche de 50  $\mu\text{m}$ . La **Figure 128-a** présente le plateau de fabrication utilisé pour la détermination des conditions idéales d'élaboration à une épaisseur de 50  $\mu\text{m}$ . L'échantillon élaboré à faible énergie ne s'est pas construit. L'évolution de la densité selon l'énergie de fabrication (**Figure 128-b**) présente une évolution sensiblement équivalente à celle obtenue dans le chapitre III pour une épaisseur de 30  $\mu\text{m}$ .

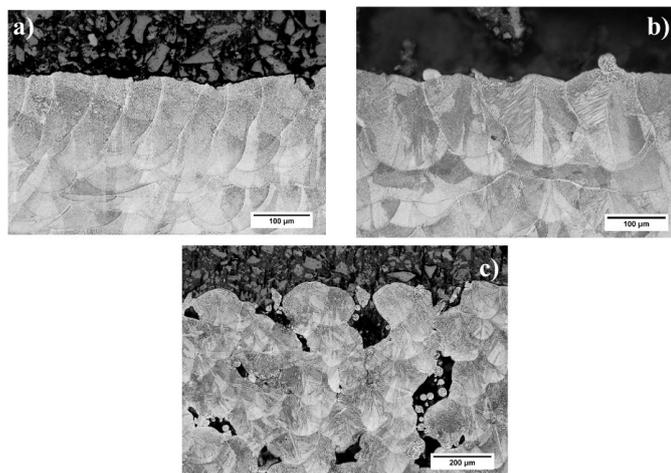
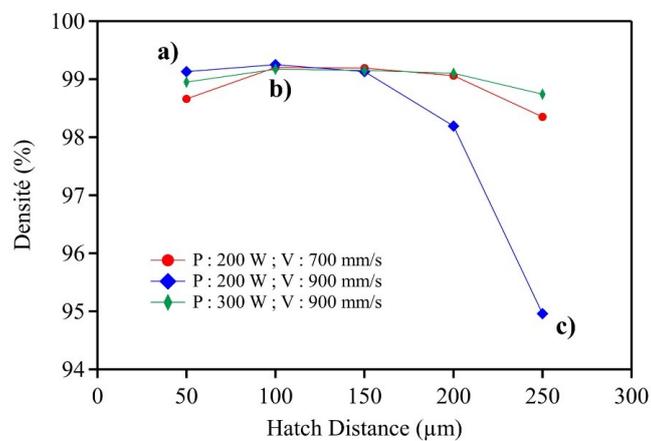


**Figure 128** : Effet de l'énergie de fabrication sur la densité pour une épaisseur de couche de 50  $\mu\text{m}$ . (a) Plateau de fabrication. (b) Résultats obtenus.

### Effet de la distance entre vecteur laser

Un des derniers paramètres ayant été optimisé pour l'élaboration de Ni 20 wt. % Cr est la distance entre vecteurs laser. Ce paramètre caractérise la distance entre deux passages et peut-être directement relié au taux de recouvrement entre les cordons. La **Figure 129**

présente les résultats obtenus pour l'évolution de la densité selon la distance entre vecteur laser (hatch distance) pour trois combinaisons de vitesse et de puissance laser. Les résultats montrent qu'il y a une très faible évolution de densité pour les distances entre vecteurs laser évoluant entre 50  $\mu\text{m}$  et 250  $\mu\text{m}$  pour la puissance de 200 W et les vitesses de balayages de 700 mm/s et 900 mm/s. Au contraire, pour la puissance de 300 W et la vitesse de 900 mm/s, la densité chute fortement à partir d'une distance entre vecteurs de 200  $\mu\text{m}$ . Les observations microstructurales permettent de mettre en évidence que pour les distances entre vecteur de 250  $\mu\text{m}$ , il y a très peu de recouvrements et par conséquent des porosités se créent entre les cordons.



**Figure 129** : Évolution de la densité selon la distance entre vecteurs laser pour trois combinaisons de vitesses et de puissances laser.



# Annexe B

## Préparation des échantillons

### 1. Découpe des échantillons

Pour les analyses microstructurales, les échantillons sont découpés à l'aide de la tronçonneuse Secotom-50 fabriquée par Struers.

### 2. Polissage et attaque

Avant chaque observation microstructurale, les échantillons sont préalablement polis avec un protocole spécifique pour chaque observation.

- Prépolissage

L'étape de prépolissage est effectuée juste après la découpe des échantillons. Cette étape est effectuée par polissage mécanique à l'aide de papier SiC 400 (35  $\mu\text{m}$ ), 800 (22  $\mu\text{m}$ ) et 1200 (15  $\mu\text{m}$ ). La durée de polissage sur chaque disque est de 5 minutes, néanmoins selon la planéité des échantillons, une durée de polissage plus importante peut être effectuée si nécessaire.

- Bains de fusion

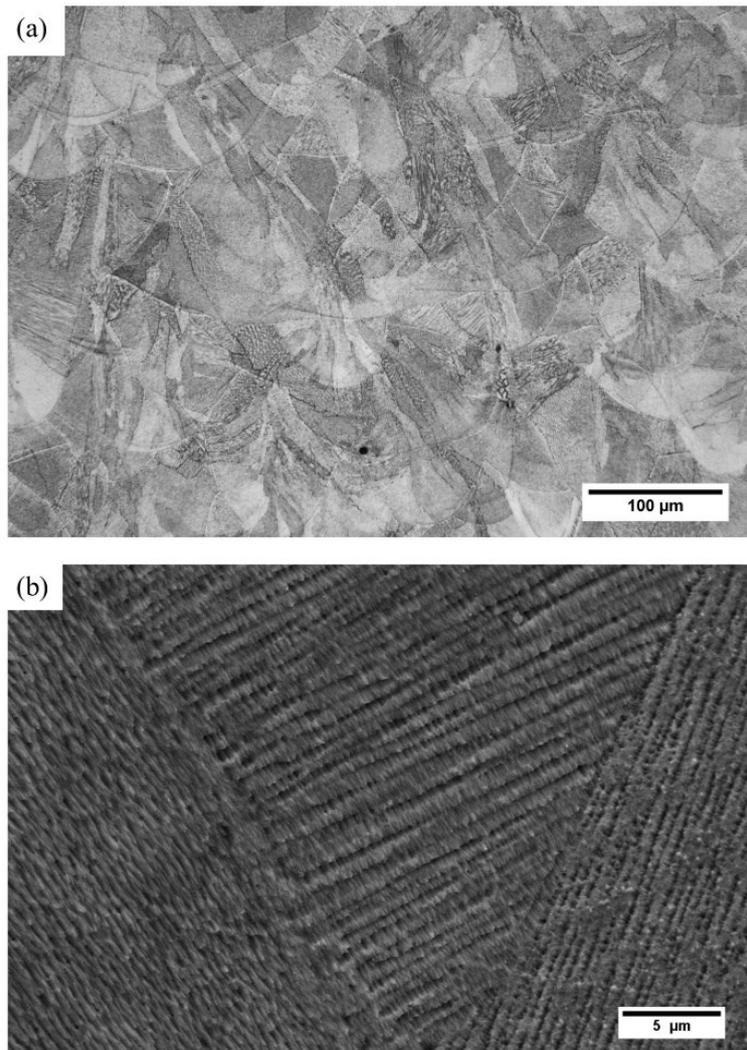
La préparation nécessaire pour l'observation de la macrostructure se fait par un polissage final jusqu'à 1  $\mu\text{m}$  puis par attaque chimique. Le polissage final est effectué à l'aide des disques Largo9 (9  $\mu\text{m}$ ), Mol B3 (3  $\mu\text{m}$ ) et Nap B1 (1  $\mu\text{m}$ ). Concernant l'attaque chimique, le réactif de Kalling est utilisé, la composition du réactif est donnée ci-dessous :

→ 2,5 g  $\text{CuCl}_2$

→ 50 mL éthanol

→ 50 mL eau

Le temps d'attaque est compris entre 40 et 60 secondes. Cette attaque permet l'observation de la macrostructure (**Figure 130-a**), mais également de la structure dendritique cellulaire au MEB (**Figure 130-b**).



**Figure 130 :** (a) Observation au microscope optique des bains de fusion. (b) Observation au MEB des dendrites cellulaires.

- Structure dendritique cellulaire

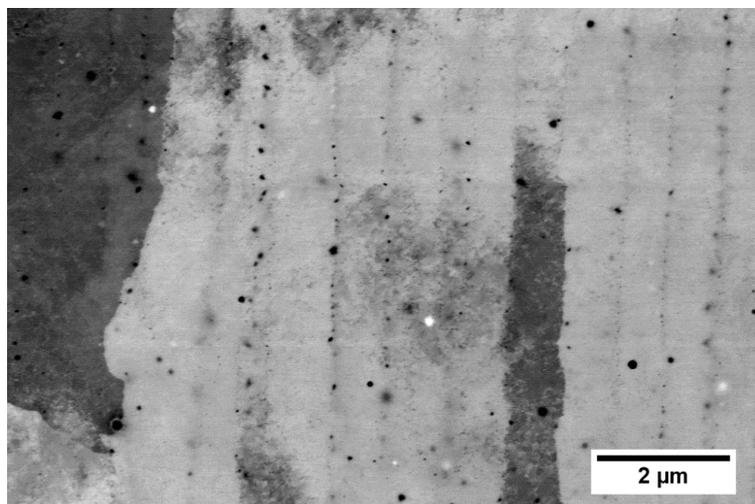
Deux protocoles de préparation sont utilisés pour observer la structure dendritique cellulaire, l'étape de prépolissage est commune à ces deux protocoles. Le premier consiste à électropolir la surface de l'échantillon. La composition de la solution est donnée ci-dessous, cette solution est préparée selon la recette de la solution A2 de Struers :

- 78 mL Acide perchlorique
- 90 mL eau
- 730 mL éthanol (96 %)
- 100 mL 2-butoxyéthanol

L'électropolissage est effectué à l'aide de la Lectropol de chez Struers, les conditions expérimentales sont détaillées ci-dessous :

- Tension : 30 V
- Flux : 9
- Temps : 40 secondes
- Masque : 0,5 mm<sup>2</sup>

Cette préparation permet d'observer par le détecteur rétrodiffusé du MEB comme le montre la **Figure 131** les précipités localisés dans l'espace interdendritique, mais également les dislocations présentes entre les dendrites cellulaires.

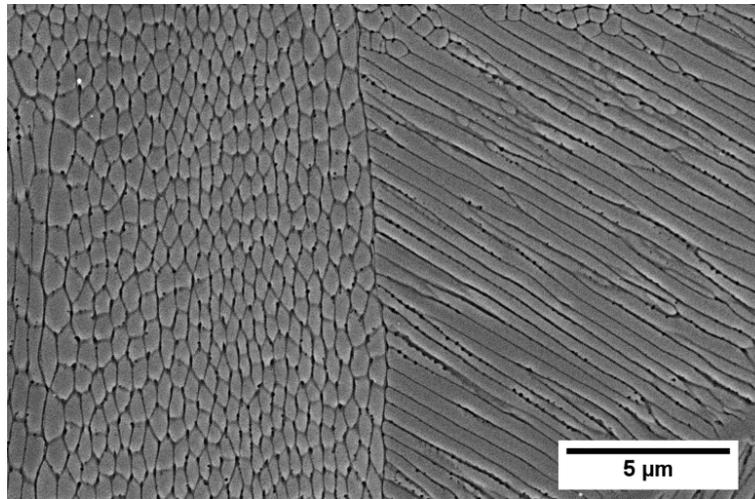


**Figure 131** : Exemple d'observation de la structure dendritique cellulaire en rétrodiffusée au MEB après électropolissage.

Le deuxième protocole permet d'observer plus classiquement la structure dendritique cellulaire par attaque électrochimique. Cette attaque est effectuée après électropolissage avec la Lectropol de chez Struers. La solution utilisée est identique à celle utilisée pour l'électropolissage, les conditions d'attaque sont :

- Tension : 3,5 V
- Flux : 5
- Temps : 2 secondes

Un exemple de la structure dendritique cellulaire après attaque électrochimique est présenté en **Figure 132**. L'attaque électrochimique permet une dissolution partielle de l'espace interdendritique. Cette attaque est utilisée pour les mesures d'espace interdendritique.



**Figure 132** : Exemple d'observation au MEB de la structure dendritique cellulaire après attaque électrochimique.

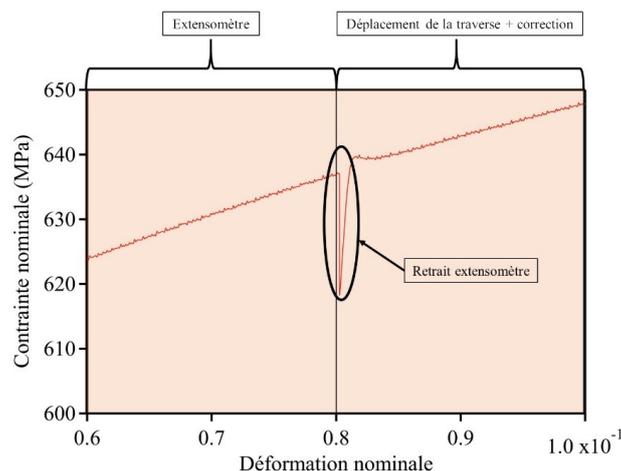
- Préparation pour le microscope électronique à transmission

Pour les observations au MET, la préparation des échantillons consiste à amincir les échantillons par polissage mécanique avec les disques SiC 400, 800 et 1200 jusqu'à atteindre une épaisseur inférieure à 100 µm. Les échantillons sont ensuite percés par l'électropolisseuse twin jet de chez Struers avec une solution de 17 % d'acide perchlorique et d'éthanol à la température de -25°C.

# Annexe C

## Mesure de la déformation après l'enlèvement de l'extensomètre

Les limitations techniques de l'extensomètre ne permettent pas de mesurer la déformation au-delà de 10 % de déformation. Dans le protocole expérimental, il a été choisi de retirer l'extensomètre dès 8 % de déformation afin d'éviter toute dégradation de cet appareillage. La **Figure 133** présente l'impact du retrait de l'extensomètre sur les données mesurées en traction. Lors du retrait de l'extensomètre, l'arrêt de la machine de traction entraîne une chute de charge puis une recharge lorsque l'essai reprend. Les points de la chute de charge et de la recharge sont supprimés numériquement par la suite.



**Figure 133** : Exemple de l'impact du retrait de l'extensomètre sur la courbe de traction mesurée.

### Algorithme de correction de la déformation

L'algorithme de correction du déplacement de la traverse est implémenté par le constructeur de la machine de traction. Au point d'enlèvement de l'extensomètre (point p), la déformation de l'extensomètre ainsi que le déplacement de la traverse sont enregistrés. La correction du déplacement de la traverse une fois dépassée le point p est donnée selon l'équation (C.1) avec D le déplacement de la traverse,  $D_p$  le déplacement de la traverse au point p,  $l_e$  la longueur initiale de l'extensomètre,  $l_0$  la longueur initiale de l'éprouvette et  $De_p$  le déplacement au point p de l'extensomètre.

$$\text{Déplacement} = (D - D_p) \cdot \frac{l_e}{l_0} + De_p \quad (\text{C.1})$$



# Annexe D

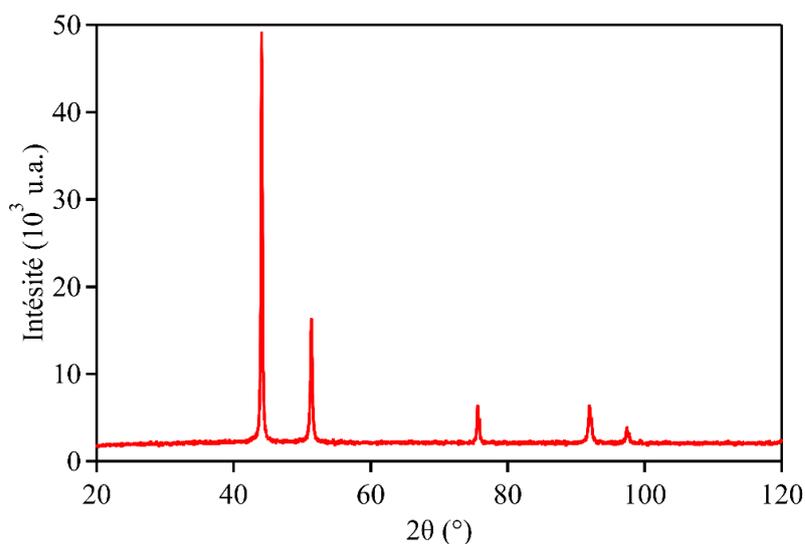
## Microstructure et propriétés de l'alliage de référence

### Composition chimique et phase en présence

L'alliage de référence est fourni par la société Goodfellow sous forme de barres de 1 m de long. L'élaboration de cet alliage n'est pas détaillée par le fournisseur, il s'agit de barres tréfilées puis recuites à une certaine température. La composition chimique donnée en pourcentage massique est présentée dans le **Tableau 20**. La proportion en chrome est comprise entre 18 % et 20 %, le silicium est présent à hauteur de 1,5 %. De faibles proportions de fer, de manganèse et d'aluminium sont également présentes. D'après le diffractogramme RX présenté en **Figure 134**, l'alliage est composé d'une seule phase cubique à faces centrées.

**Tableau 20** : Composition chimique en pourcentage massique de l'alliage de référence donnée par le fournisseur.

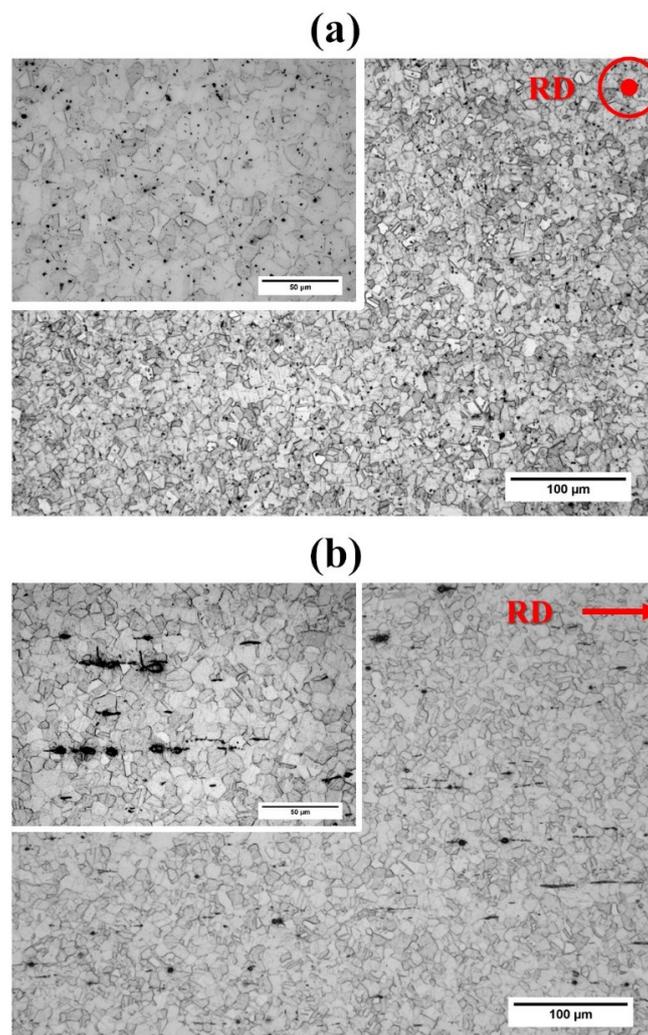
Ni	Cr	Si	Fe	Mn	Al
Bal.	18 – 20 %	1,5 %	2000 ppm	2000 ppm	1000 ppm



**Figure 134** : Diffractogramme RX de l'alliage de référence. ( $\lambda_{Cu} = 1,5418 \text{ \AA}$ )

## Microstructure

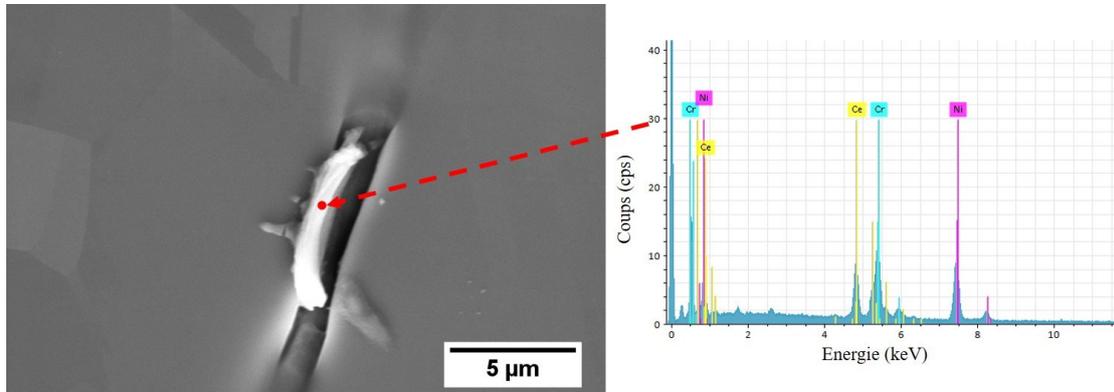
La microstructure de l'alliage de référence est observée après attaque chimique au microscope optique. Le matériau étant livré sous forme de barreau de 1 mètre de longueur, il a été choisi d'observer la microstructure perpendiculairement et parallèlement à la direction de tréfilage. Les observations microstructurales montrent qu'il y a peu de différence en termes de taille et morphologie de grains pour le plan parallèle à RD (**Figure 135-a**) et perpendiculaire à RD (**Figure 135-b**). Néanmoins, les agrandissements des microstructures mettent en évidence la présence de particules aléatoirement disposées dans la microstructure. Ces précipités sont circulaires dans le plan perpendiculaire à RD et allongés dans le plan parallèle à BD.



**Figure 135** : Observations au microscope optique de la microstructure de l'alliage de référence (a) Parallèle à RD (b) perpendiculaire à RD

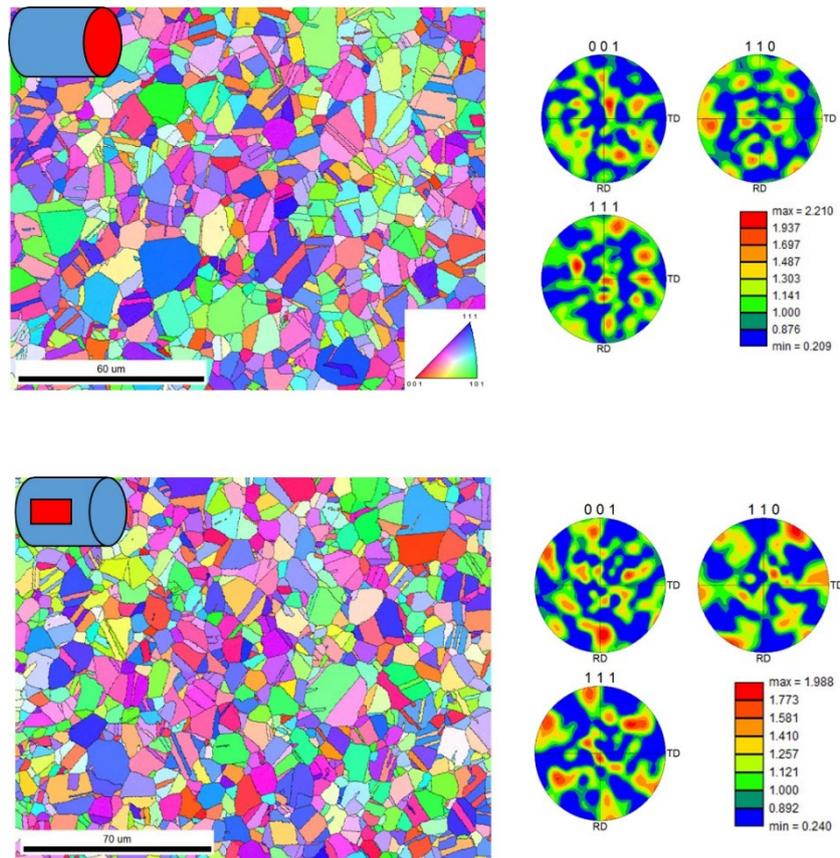
Les observations au MEB ainsi que les analyses chimiques en EDS (**Figure 136**) identifient ces particules comme étant riches en cérium. La présence de ces particules de cérium

n'est pas renseignée dans la composition chimique donnée par Goodfellow. Cependant, de nombreux alliages Ni-Cr sont chargés avec une certaine quantité de terre rare afin de stabiliser mécaniquement la couche d'oxydation.



**Figure 136** : Observations MEB et analyse EDS d'une particule dans la microstructure de l'alliage de référence.

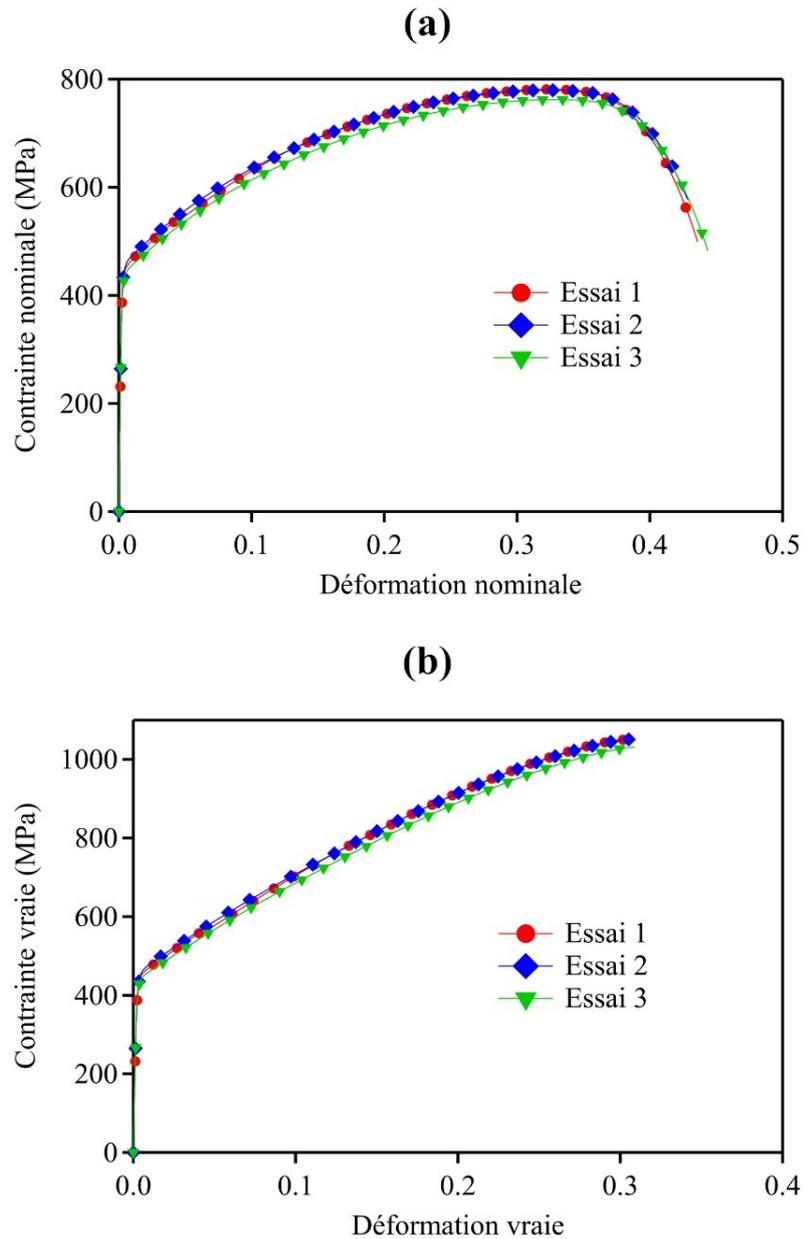
La microstructure est observée par EBSD selon le plan perpendiculaire et parallèle à RD. Les cartographies EBSD ainsi que les figures de pôles de la famille des plans (001), (110) et (111) sont présentées en **Figure 137**. Les cartographies EBSD montrent une homogénéité des microstructures selon les deux plans d'observations. La taille de grains moyenne est mesurée à 10 μm pour les deux plans. Identiquement, les figures de pôle mettent en évidence qu'il n'y a pas d'orientations préférentielles et ceux quelques soit le plan d'observation.



**Figure 137** : Cartographies IPF et figures de pôle selon les plans RD et TD de l'alliage de référence.

## Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques sont mesurées par essais de traction. Les courbes nominales des 3 essais sont présentées en **Figure 138-a** et les courbes rationnelles en **Figure 138-b**. Les trois courbes de traction montrent qu'il y a une faible dispersion sur les propriétés mesurées. Les résultats des essais de traction sont présentés dans le **Tableau 21**, une forte ductilité est mesurée avec une déformation à rupture de 43,6 %. La limite d'élasticité est mesurée à 443 MPa et la contrainte maximale de traction à 775 MPa.



**Figure 138** : Courbes de traction des trois essais effectués pour l'alliage de référence. (a) Courbes nominales. (b) Courbes rationnelles.

**Tableau 21** : Résultats des essais de traction pour l'alliage de référence.

<b>E</b> <b>(GPa)</b>	<b>Re<sub>0,2</sub></b> <b>(MPa)</b>	<b>Rm</b> <b>(MPa)</b>	<b>Ag</b> <b>(%)</b>	<b>A</b> <b>(%)</b>	<b>σ<sub>max</sub></b> <b>(MPa)</b>	<b>ε<sub>rupt</sub></b> <b>(%)</b>
192	443	775	32,4	43,6	1045	30,7
(4)	(7)	(10)	(0,3)	(0,8)	(12)	(0,1)

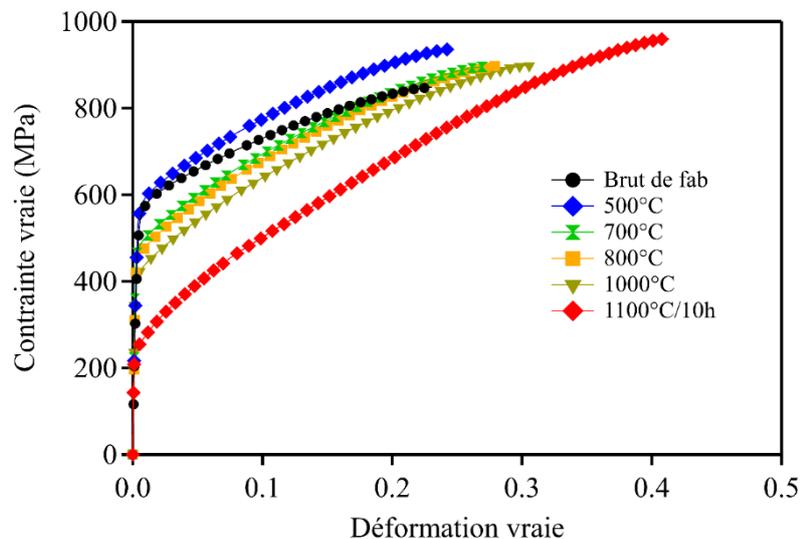


# Annexe E

## Effet des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques ( $62 \text{ J.mm}^{-3}$ )

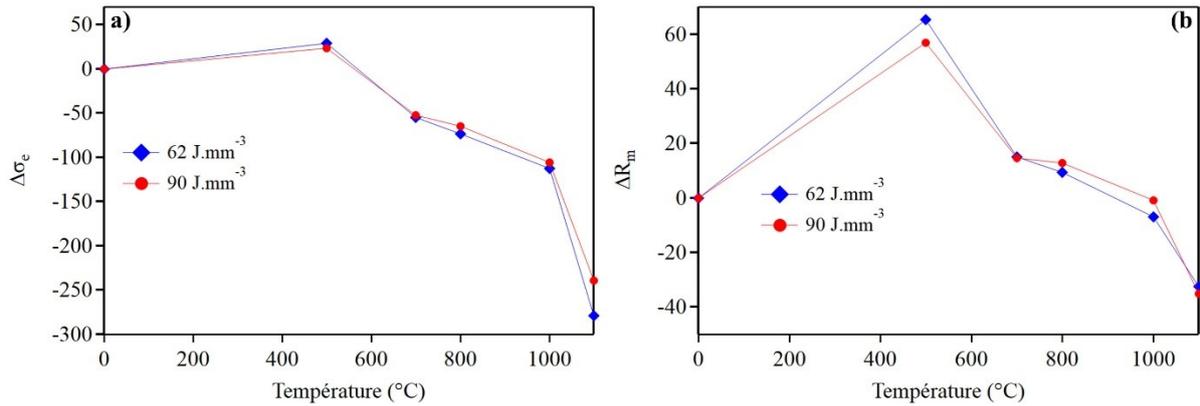
### Évolution des propriétés mécaniques

Les courbes de traction rationnelles obtenues pour les différents traitements thermiques pour l'énergie de fabrication de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  sont données en **Figure 139**. À première vue, l'évolution des propriétés mécaniques selon les traitements thermiques est identique à celle observée pour l'énergie de fabrication de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . La variation de la limite d'élasticité selon la température de traitement (**Figure 140-a**) montre que pour les deux énergies de fabrication, l'évolution est la même. Cela est également vrai pour la contrainte maximale de traction comme montré en **Figure 140-b**.



**Figure 139** : Courbes de traction vraies de l'échantillon élaboré à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ .

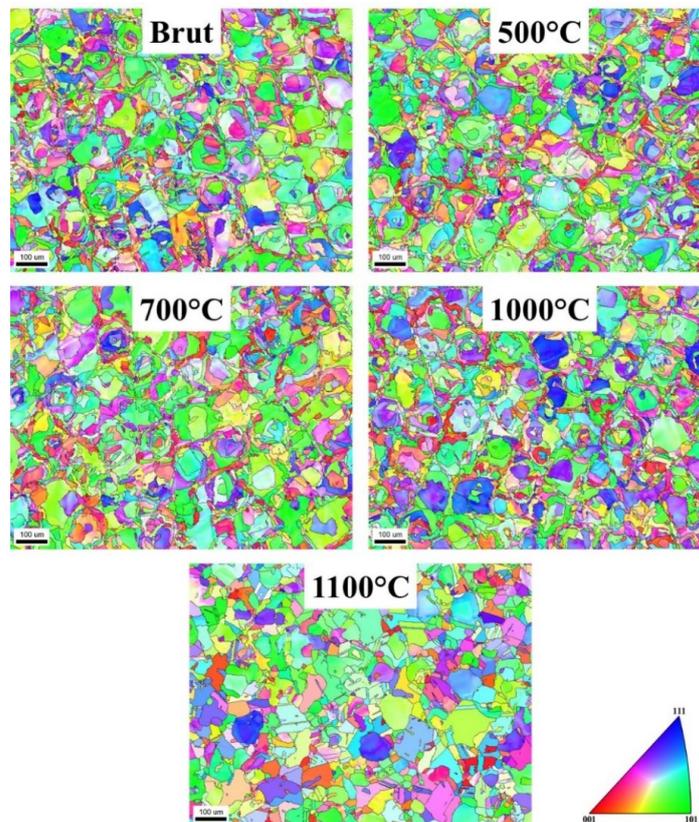
Pour les énergies de fabrication de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , la variation des propriétés mécaniques est identique malgré des propriétés mécaniques et des microstructures différentes pour les états bruts de FA.



**Figure 140** : Évolution selon la température de traitement (a) limite d'élasticité (b) Contrainte maximale de traction pour 62 J.mm<sup>-3</sup> et 90 J.mm<sup>-3</sup>.

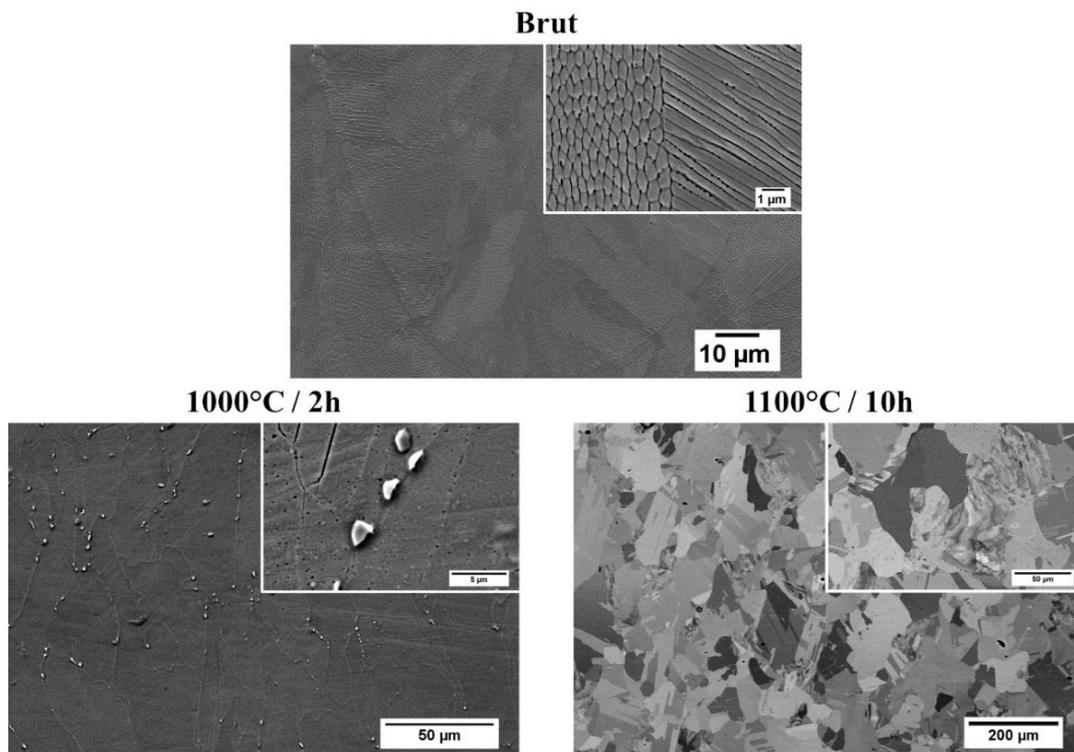
### Évolution de la microstructure

Les cartographies EBSD effectuées selon le plan XY (**Figure 141**) ne présentent pas d'évolution notable en termes de taille de grains et de texture pour les traitements thermiques entre 500°C et 1000°C. La microstructure de l'échantillon traité à 1100°C montre que cet échantillon est partiellement recristallisé.



**Figure 141** : Cartographies EBSD selon le plan XY. (62 J.mm<sup>-3</sup>)

Les observations de la microstructure au MEB **Figure 142** montrent exactement les mêmes tendances que pour l'échantillon élaboré à  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ . Un effacement de la structure cellulaire e ainsi que la précipitation d'une phase riche en chrome au niveau des joints de grains est observé pour le traitement à  $1000^\circ\text{C}$ . Pour le traitement à  $1100^\circ\text{C}$ , une recristallisation partielle de la microstructure est observée.



**Figure 142** : Observations au MEB de la microstructure pour l'état brut,  $1000^\circ\text{C}/2\text{h}$  et  $1100^\circ\text{C}/10\text{h}$ . ( $62 \text{ J.mm}^{-3}$ )

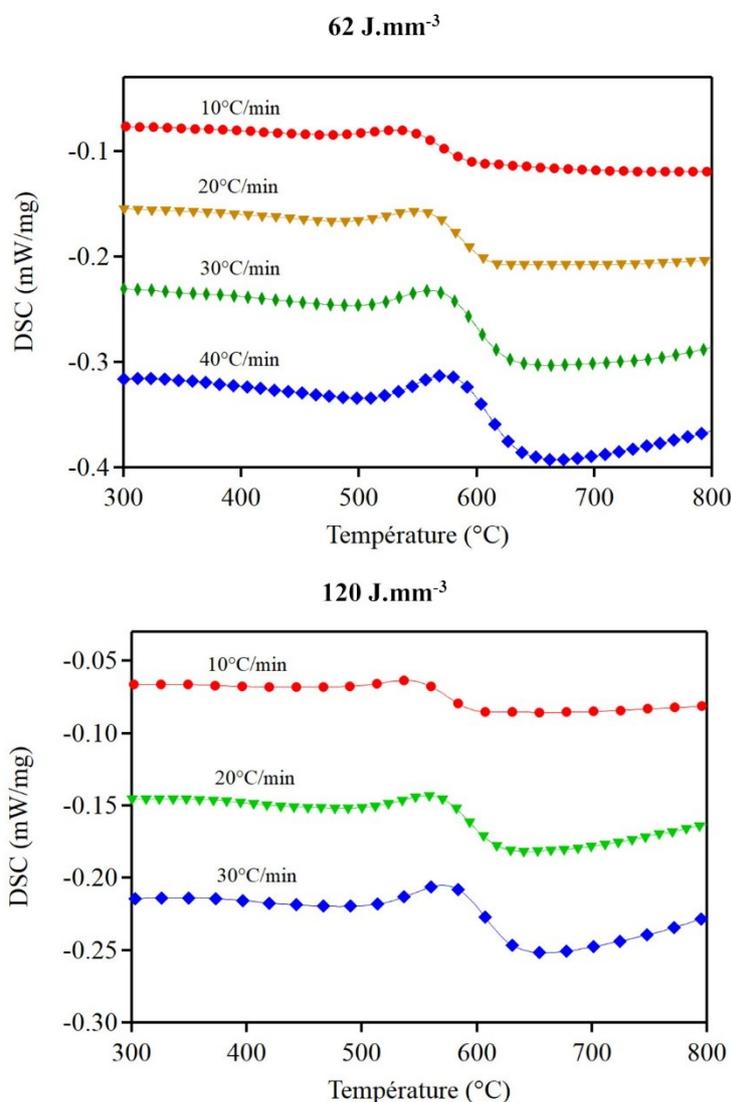


# Annexe F

## Études complémentaires en DSC

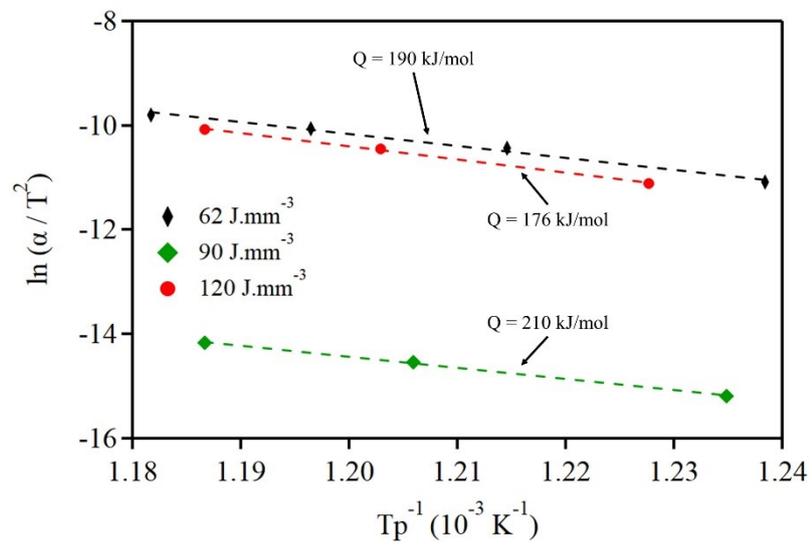
### Énergie d'activation

L'énergie d'activation de la réaction de mise en ordre est déterminée à l'aide de la méthode de Kissinger. La **Figure 143** présente les courbes DSC effectuées avec différentes rampes de température pour les échantillons élaborés à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . Comme pour l'énergie de fabrication de  $90 \text{ J.mm}^{-3}$ , un décalage du pic exothermique est observé avec l'augmentation de la vitesse de montée en température.



**Figure 143** : Courbes DSC effectuées à  $10^\circ\text{C/min}$ ,  $20^\circ\text{C/min}$ ,  $30^\circ\text{C/min}$  et  $40^\circ\text{C/min}$  pour les échantillons élaborés à  $62 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ .

Les représentations de Kissinger sont présentées dans la **Figure 144** pour les énergies de fabrication de  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$ . Pour ces trois énergies, le formalisme de Kissinger permet de décrire correctement la dépendance de la température du pic exothermique par rapport à la vitesse de rampe de température.



**Figure 144** : Représentations de Kissinger pour  $62 \text{ J.mm}^{-3}$ ,  $90 \text{ J.mm}^{-3}$  et  $120 \text{ J.mm}^{-3}$

---

---

# Listes des abréviations et symboles

---

---

$\alpha$  : *Rampe de température en DSC*

$\lambda_1$  : *Espace interdendritique primaire*

A : *Déformation totale à rupture*

$A_g$  : *Déformation totale à contrainte maximale*

b : *Norme du vecteur de Burgers*

D : *Taille moyenne de particule*

DSC : *Differential Scanning Calorimetry*

DRX : *Diffraction des Rayons X*

E : *Module d'Young*

EBSD : *Electron Back Scattered Diffraction*

EDS : *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*

$E_v$  : *Énergie Volumique*

FA : *Fabrication additive*

G : *Gradient thermique*

IPF : *Inverse Pole Figure*

$K_H$  : *Coefficient de résistance*

$K_{HP}$  : *Coefficient de la loi d'Hall et Petch*

$K_L$  : *Coefficient de l'équation de Ludwigson*

LRO : *Long Range Order*

MEB : *Microscope Electronique à balayage*

MET : *Microscope Electronique en transmission*

$n_H$  : *Coefficient d'écroutissage*

$n_L$  : *Constante n de l'équation de Ludwigson*

Q : *Énergie d'activation*

R : *Vitesse de solidification*

$R_m$  : *Contrainte maximale de traction*

$R_{p0,2}$  : *Limite conventionnelle d'élasticité*

$R_Y$  : *Contrainte initiale d'élasticité*

$S_0$  : *Surface Initiale*

$S_f$  : *Surface finale*

SLM : *Selective Laser Melting*

SRO : *Short Range Order*

T : *Vitesse de refroidissement*

Z% : *Striction*

$\Delta$  : *Facteur correctif de Ludwigson*

$\epsilon_l$  : *Déformation de déviation par rapport à la loi d'Hollomon*

$\epsilon_{max}$  : *Déformation vraie à contrainte maximale*

$\epsilon_v$  : *Déformation vraie*

$\mu$  : *Module de Cisaillement*

$\rho_0$  : *Valeur initiale de résistivité à température ambiante*

$\sigma_0$  : *Coefficient de la loi d'Hall et Petch*

$\sigma_{max}$  : *Contrainte maximale vraie*

$\sigma_v$  : *Contrainte vraie*



# Résumé

La fusion sélective laser est une technique de fabrication additive permettant l'élaboration de matériaux métalliques en fusionnant à l'aide d'un laser de forte intensité des couches de poudres. Les paramètres de fabrication liés au laser jouent un rôle primordial sur la formation des défauts ainsi que sur la croissance granulaire. L'alliage Ni 20 wt. % Cr est couramment utilisé pour des applications à haute température comme dans les systèmes chauffants du fait de sa résistance à l'oxydation et de sa tenue mécanique. Néanmoins, l'élaboration de cet alliage par fusion sélective laser est encore mal connue, et il est donc primordial de faire le lien entre les paramètres du procédé, la microstructure et les propriétés mécaniques. Dans un premier temps, l'optimisation de la vitesse et de la puissance du laser est effectuée afin de déterminer la gamme de paramètres où la densité est maximale. Pour cette gamme de paramètres, les analyses microstructurales montrent que l'augmentation de l'énergie de fabrication entraîne une transition entre une croissance pseudo-équiaxe et une croissance colonnaire du fait d'un recouvrement plus important des zones fondues à haute énergie de fabrication. Concernant les propriétés mécaniques, un adoucissement ainsi qu'une augmentation de la ductilité sont observés plus l'énergie de fabrication augmente et ces évolutions sont associées à une réduction du nombre de défauts dans la microstructure, mais également à une augmentation de la taille de grains et de la taille des dendrites cellulaires. Pour finir, des traitements thermiques de même durée ont été effectués entre 500°C et 1000°C afin d'étudier la stabilité thermique de la microstructure et des propriétés mécaniques. Un durcissement du matériau est observé à 500°C possiblement dus à la formation de la phase ordonnée Ni<sub>2</sub>Cr. Ensuite, la dégradation des propriétés observée pour des traitements supérieurs à 700°C est attribuée à la coalescence de précipité riche en chrome initialement présent dans l'espace interdendritique, mais également à l'effacement progressif de la structure de solidification.

**Mots clés :** Fabrication additive, alliage Ni-Cr, caractérisation microstructurale, propriétés mécaniques

# Abstract

Selective laser melting is a well-known additive manufacturing process allowing the development of metallic materials by melting with a high laser a thin layer of powder. Defect formation and grain growth are directly impacted by manufacturing parameters. The binary alloy Ni 20 wt. % Cr is commonly used for high-temperature applications as in heating devices due to its resistance to oxidation and good mechanical properties at high temperature. However, the development of this alloy by selective laser melting is still unknown and it is, therefore, essential to link process parameters, microstructure and mechanical properties. Initially, manufacturing parameters are optimized by adjusting the laser power and the scan speed to determine high density conditions. For these parameters range, microstructural investigations shown that an increase in volume energy leads to a transition between pseudo-equiaxed and columnar growth due to high melting pool overlap for large energy. Regarding mechanical properties, a softening and an increase in ductility are observed as volume energy increase. This evolution is associated with a reduction of defects in the microstructure, but also to an increase of grain and cellular dendrite size. Finally, thermal treatments were carried out between 500°C and 1000°C to study thermal stability of the microstructure and mechanical properties. A hardening of the material is observed at 500°C possibly due to the formation of short-range order phase Ni<sub>2</sub>Cr. Then, degradation of properties observed above 700°C is attributed to the coalescence of chrome-rich precipitation and to the reorganization of the cellular dendrite structure.

**Keywords :** Additive manufacturing, Ni-Cr alloys, microstructural characterization, mechanical properties