Fusion laser sur lit de poudres et optimisation par traitements thermiques d'aciers martensitiques : Application aux moules d'injection plastique

Quentin Saby

▶ **To cite this version:**

Quentin Saby. Fusion laser sur lit de poudres et optimisation par traitements thermiques d'aciers martensitiques : Application aux moules d'injection plastique. Matériaux. Université de Lyon, 2022. Français. NNT : 2022LYSEI004 . tel-03670873

HAL Id: tel-03670873

https://theses.hal.science/tel-03670873

Submitted on 17 May 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.

N° d'ordre NNT : 2022LYSEI004

THESE de DOCTORAT DE **L'UNIVERSITE DE LYON**
opérée au sein de
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Ecole Doctorale N° EDA 034
Matériaux de Lyon

Spécialité de doctorat : Matériaux

Soutenue publiquement le 18/01/2022, par :

Quentin Saby

Fusion laser sur lit de poudres et optimisation par **traitements thermiques d'aciers martensitiques**

-

Application aux moules d'injection plastique

Devant le jury composé de :

Salima BOUVIER	Professeure des Universités	UTC	Rapporteur
Stéphane GODET	Professeur des Universités	ULB	Rapporteur
Roland LOGÉ	Professeur des Universités	EPFL	Président
Jean-Yves BUFFIÈRE	Professeur des Universités	INSA Lyon	Directeur de thèse
Xavier BOULNAT	Maître de conférences	INSA Lyon	Directeur de thèse
Éric MAIRE	Directeur de recherche	INSA Lyon	Invité
Thomas JOFFRE	Docteur	IPC	Invité

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	**CHIMIE DE LYON** **https://www.edchimie-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr	**M. Stéphane DANIELE** C2P2-CPE LYON-UMR 5265 Bâtiment F308, BP 2077 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69616 Villeurbanne **directeur@edchimie-lyon.fr**
E.E.A.	**ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE** **https://edeea.universite-lyon.fr** Sec. : Stéphanie CAUVIN Bâtiment Direction INSA Lyon Tél : 04.72.43.71.70 secretariat.edeea@insa-lyon.fr	**M. Philippe DELACHARTRE** INSA LYON Laboratoire CREATIS Bâtiment Blaise Pascal, 7 avenue Jean Capelle 69621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.88.63 **philippe.delachartre@insa-lyon.fr**
E2M2	**ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION** **http://e2m2.universite-lyon.fr** Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	**M. Philippe NORMAND** Université Claude Bernard Lyon 1 UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX **philippe.normand@univ-lyon1.fr**
EDISS	**INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ** **http://ediss.universite-lyon.fr** Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	**Mme Sylvie RICARD-BLUM** Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Raulin - 2ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tél : +33(0)4 72 44 82 32 **sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr**
INFOMATHS	**INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES** **http://edinfomaths.universite-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	**M. Hamamache KHEDDOUCI** Université Claude Bernard Lyon 1 Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tél : 04.72.44.83.69 **hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr**
Matériaux	**MATÉRIAUX DE LYON** **http://ed34.universite-lyon.fr** Sec. : Yann DE ORDENANA Tél : 04.72.18.62.44 yann.de-ordenana@ec-lyon.fr	**M. Stéphane BENAYOUN** Ecole Centrale de Lyon Laboratoire LTDS 36 avenue Guy de Collongue 69134 Ecully CEDEX Tél : 04.72.18.64.37 **stephane.benayoun@ec-lyon.fr**
MEGA	**MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE** **http://edmega.universite-lyon.fr** Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bâtiment Direction INSA Lyon mega@insa-lyon.fr	**M. Jocelyn BONJOUR** INSA Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69621 Villeurbanne CEDEX **jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr**
ScSo	**ScSo*** **https://edsciencessociales.universite-lyon.fr** Sec. : Mélina FAVETON INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.77.79 melina.faveton@univ-lyon2.fr	**M. Christian MONTES** Université Lumière Lyon 2 86 Rue Pasteur 69365 Lyon CEDEX 07 **christian.montes@univ-lyon2.fr**

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse, *Xavier Boulnat* et *Jean-Yves Buffière*, pour l'encadrement de mes travaux. Je leur suis très reconnaissant pour le temps et l'attention qu'ils m'ont accordé lors de ces trois années, et pour toutes les compétences que j'ai pu acquérir auprès d'eux.

Je tiens également à remercier *Thomas Joffre*, mon encadrant industriel, car ce fut un plaisir de travailler avec lui. Je remercie également *l'ensemble du personnel du pôle Fabrication Additive du CT-IPC*, et notamment *Stéphane Garabédian*, qui s'est occupé de l'impression d'une grande partie de mes échantillons.

Je souhaite également remercier *Julien Bajolet* et *Éric Maire*. *Julien*, car c'est grâce à lui que j'ai pu réaliser cette thèse après notre rencontre à l'ENISE. Son « plus c'est dur, plus ça casse » m'aura suivi pendant mes 3 années de thèse. Et *Éric* pour m'avoir accordé la chance de travailler au laboratoire MATEIS, et pour son amour de la guitare.

Je remercie les membres de mon jury : *Salima Bouvier*, *Stéphane Godet* et *Roland Logé* pour le temps qu'ils ont consacré à l'évaluation de mes travaux de thèse.

Je remercie *Peter Vikner* de l'entreprise Aubert & Duval, pour nos nombreuses discussions et pour son implication dans le projet.

Ce fut un plaisir de conduire cette thèse au sein du *laboratoire MATEIS*, et tout particulièrement dans *l'équipe METAL*. Une grande partie des travaux présentés dans ce manuscrit n'aurait pu être réalisée sans l'aide de nombreux collègues. Au-delà du travail, l'ambiance à METAL fait qu'il est toujours agréable de s'y rendre. Je remercie donc très chaleureusement *tous mes collègues* du laboratoire, et je me réjouis de continuer à travailler auprès d'eux.

Un grand merci à *Mariana*, que j'ai eu la chance d'encadrer lors de son stage et qui a réalisé un grand nombre des essais mécaniques présentés dans le second chapitre de ce manuscrit. Son sérieux et la qualité de son travail m'ont permis de finir ces travaux de thèse plus sereinement. Je suis heureux de pouvoir maintenant la compter parmi mes amis.

Je remercie du fond du cœur *Michel* pour son soutien lors des moments les plus difficiles, pour Noël, pour nos nombreuses courses et sorties, y compris celles à venir.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Je remercie également *Justine* pour son écoute et sa présence, ce qui m'a beaucoup touché.

Je tiens à remercier trois personnes qui ont beaucoup d'importance à mes yeux : *Laurabelle*, *Lucile* et *Marion*. Elles ont rendu mon quotidien beaucoup plus agréable qu'il ne l'aurait été sans elles. Ça a été une réelle chance d'être à leurs côtés, et je me réjouis que ces années de thèse marquent le début de longues amitiés.

Je remercie chaleureusement mes amis, et particulièrement *Audrey*, *Camilia*, *Cristina*, *Léa*, *Marie-Salomé*, *Marine*, *Maxime*, *Mélanie* et *Simon*, pour leur soutien, et parce que je suis reconnaissant et chanceux de les avoir dans ma vie.

Je tiens également à remercier *ma famille*. Merci à *Jean-Philippe* de m'avoir transmis son amour des sciences, et de manière générale d'être un beau-père en or. Merci à *Anne* de s'être occupée de moi pendant des années, je lui en suis très reconnaissant. Merci à mes *grands-mères* d'avoir toujours cru en moi. Merci à ma *Mamie Mautes* de m'avoir accueilli dans la *Creuse* durant les dernières semaines de rédaction. Un immense merci à *mon père et à ma mère* pour leur confiance inaltérable. À mon *Papa*, merci pour son soutien indéfectible lors de ces travaux, et depuis toujours, qui a été d'une grande aide. Je lui dédis ce manuscrit.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Table des matières

Liste des écoles doctorales i

Remerciements iii

Table des matières v

Introduction 1
Contexte industriel . . . 2
L'injection plastique . . . 2
Présentation du procédé . . . 2
Nuances d'aciers conventionnels des empreintes . . . 3
Refroidissement des empreintes et conformal cooling . . . 7
La fabrication additive par fusion laser sur lit de poudres LPBF . . . 8
Présentation du procédé . . . 8
Paramètres de fabrication . . . 10
Nuances d'aciers pour la fabrication d'empreintes par LPBF . . . 11
Objectif et plan de la thèse . . . 11

1 Imprimabilité d'aciers martensitiques existants 15
1.1 État de l'art : Imprimabilité des aciers martensitiques par LPBF . . . 17
1.1.1 Microstructures des aciers martensitiques bruts de fabrication LPBF . . . 17
1.1.1.1 Rappels sur les différents types de martensite . . . 17
1.1.1.2 Microstructures des aciers martensitiques après impression LPBF 20
1.1.1.3 Synthèse sur les microstructures obtenues après impression . . . 26
1.1.2 Les contraintes résiduelles . . . 28
1.1.2.1 Définition générale . . . 29
1.1.2.2 Apparition des contraintes résiduelles lors de l'impression . . . 30
1.1.2.3 Répartition des contraintes résiduelles . . . 32
1.1.2.4 Impact des contraintes résiduelles . . . 32
1.1.2.5 Synthèse sur les contraintes résiduelles . . . 32
1.1.3 Défauts structurels . . . 35
1.1.3.1 Densités relatives et formation de pores . . . 35
1.1.3.2 La fissuration à chaud . . . 37
1.1.3.3 Les défauts de surface . . . 41
1.1.3.4 Synthèse sur les défauts structurels . . . 42
1.1.4 Dureté des aciers après impression LPBF . . . 43

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1.5 Fissuration des pièces imprimées . . . 43
1.1.6 Synthèse générale . . . 46
1.2 Imprimabilité de poudres d'aciers martensitiques disponibles commercialement . 48
1.2.1 Poudres utilisées et impression des échantillons . . . 48
1.2.2 Fissuration des échantillons martensitiques Fe-C non-inoxydables . . . 49
1.2.3 Caractérisation des défauts internes et des rugosités par tomographie aux rayons X . . . 50
1.2.3.1 Densité relative des pièces et morphologie des pores . . . 52
1.2.3.2 Rugosité des surfaces parallèles à l'axe de construction . . . 56
1.2.4 Caractérisation des microstructures post-fusion . . . 57
1.2.4.1 Quantification par diffraction des rayons X des phases . . . 58
1.2.4.2 Métallographie des échantillons de PM420, X15TN, CX et L40 . 62
1.2.5 Propriétés mécaniques statiques post-fusion . . . 65
1.3 Fusion d'un acier modèle Fe-C : rôle du carbone et de l'austénite résiduelle . . . 69
1.3.1 Diffusion du carbone dans du fer pur par SPS . . . 69
1.3.2 Quantification du taux de carbone par analyse d'images et simulation numérique . . . 72
1.3.3 Impression de cordons LPBF dans le gradient de concentration . . . 75
1.3.4 Influence du carbone et de l'austénite résiduelle sur la microdureté des cordons . . . 76
1.4 Imprimabilité des aciers martensitiques : conclusion . . . 81

2 Impact des traitements thermiques post-LPBF sur les propriétés mécaniques 85
2.1 État de l'art : traitements thermiques des aciers martensitiques post-LPBF . . . 86
2.1.1 Rappels sur les traitements thermiques conventionnels . . . 86
2.1.2 Traitements thermiques des aciers maraging après impression LPBF . . . 87
2.1.3 Traitements thermiques des aciers martensitiques après impression LPBF 93
2.2 Microstructure, dureté et résilience après traitements thermiques des aciers CX, L40, PM420 et X15TN . . . 102
2.2.1 Recuit et vieillissement des maraging inoxydables L40 et CX . . . 102
2.2.1.1 Influence des traitements thermiques sur le CX . . . 102
2.2.1.2 Influence des traitements thermiques sur le L40 . . . 107
2.2.2 Trempe et revenu des martensitiques inoxydables PM420 et X15TN . . . 109
2.2.2.1 Influence des traitements thermiques sur le PM420 . . . 110
2.2.2.2 Influence des traitements thermiques sur le X15TN . . . 115
2.2.3 Récapitulatif et choix des aciers pour les essais de traction et de fatigue . 120
2.3 Comportement sous sollicitations monotones et cycliques des aciers CX et PM420 122
2.3.1 Comportement en traction des aciers PM420 et CX . . . 122
2.3.1.1 Propriétés en traction du CX . . . 124
2.3.1.2 Propriétés en traction du PM420 . . . 125
2.3.1.3 Conclusion et choix des traitements thermiques pour les essais de fatigue . . . 130
2.3.2 Comportement en fatigue des aciers CX et PM420 . . . 130
2.3.2.1 État de l'art : Fatigue des pièces issues de l'impression LPBF . . 130
2.3.2.1.1 Définition de la fatigue . . . 131

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3.2.1.2 Fatigue de pièces issues de l'impression par fusion laser sur lit de poudres 132
2.3.2.1.2.1 Influence des défauts internes 132
2.3.2.1.2.2 Influence de l'intégrité de surface 132
2.3.2.1.2.3 Influence des traitements thermiques 137
2.3.2.2 Limites d'endurance à un million de cycles des aciers PM420 et CX : Utilisation de la méthode staircase 139
2.3.2.2.1 Contrôle des états de surface à l'aide d'un capteur confocal 140
2.3.2.2.2 Endurance du maraging inoxydable CX 141
2.3.2.2.3 Endurance du martensitique Fe-C inoxydable PM420 . 143
2.3.2.3 Récapitulatif des essais de fatigue 149
2.4 Conclusion 150

Conclusion générale et perspectives **151**

A Résultats détaillés des analyses par tomographie aux rayons X **163**

B Observation des faciès de résilience des aciers à l'état brut de fabrication **169**

C Obtention de gradients de concentration en carbone par diffusion au SPS **171**

D Optimisation des paramètres d'impression pour le PM420 **179**

E Résultats des essais staircase et observation des défauts critiques **191**

Références bibliographiques **199**

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Introduction

Cette introduction présente le contexte de cette thèse dont l'objectif est de trouver un acier alternatif au maraging 18Ni300, qui soit inoxydable et sans cobalt, pour la fabrication de moules d'injection plastique par fusion laser sur lit de poudres (LPBF). Seront présentés d'une part le contexte industriel, l'injection plastique, l'impression par fusion laser sur lit de poudres, les nuances d'aciers pour la fabrication d'empreintes de moule, et d'autre part l'objectif et le plan de la thèse.

Sommaire

Contexte industriel **2**
L'injection plastique **2**
Présentation du procédé 2
Nuances d'aciers conventionnels des empreintes 3
Refroidissement des empreintes et conformal cooling 7
La fabrication additive par fusion laser sur lit de poudres LPBF **8**
Présentation du procédé 8
Paramètres de fabrication 10
Nuances d'aciers pour la fabrication d'empreintes par LPBF 11
Objectif et plan de la thèse **11**

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Contexte industriel

Les technologies de fabrication additive, dont le développement s'est fortement accéléré ces dernières années, offrent la possibilité de concevoir des pièces et des ensembles de pièces qui étaient jusqu'alors impossibles à produire avec des procédés de fabrication traditionnels. Avec ces derniers, les pièces sont réalisées par enlèvement de matière en utilisant différents outils (fraise, foret, etc.), alors qu'en fabrication additive, les pièces sont obtenues par ajouts successifs de couches de matière. Ces nouveaux procédés offrent de nouvelles possibilités de forme, telles que les structures lattices ou les canaux de refroidissement internes. Actuellement, de nombreuses technologies de fabrication additive existent et différents matériaux peuvent être mis en forme, comme les polymères (dépôt de fil fondu, stéréolithographie, etc.), ou les alliages métalliques (fusion sur lit de poudres, dépôt de fil métallique, etc.).

Le CT-IPC (*Centre Technique Industriel de la Plasturgie et des Composites*) s'intéresse à la fabrication d'empreintes de moules en métal par fusion laser sur lit de poudres (*Laser Powder Bed Fusion* – LPBF). L'entreprise s'est équipée de deux machines d'impression, une EOS M270 et une EOS M290 et conçoit des empreintes de moules disposant de canaux de refroidissement internes épousant au mieux les surfaces moulantes.

L'acier couramment utilisé pour la fabrication par LPBF de telles empreintes est le maraging (pour "*martensitique ageing*") 18Ni300. Cet acier pauvre en carbone dispose d'une bonne imprimabilité sous laser et de bonnes propriétés mécaniques après traitement thermique. Le CT-IPC souhaite cependant trouver une alternative au 18Ni300 pour plusieurs raisons : ce dernier est plus cher que les aciers à outils conventionnels en raison de son importante teneur en nickel [1] ; il est sensible à la corrosion (car il ne contient pas de chrome) ; et il contient du cobalt, un élément toxique en cas d'inhalation (favorisée par la manipulation des poudres) [2][3], ce qui est particulièrement critique en métallurgie des poudres.

Ces travaux de recherche ont été réalisés en collaboration avec le laboratoire MATEIS, unité mixte de recherche rattachée au CNRS et à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

L'injection plastique

Présentation du procédé

Bien que la mise en forme de polymères puisse être réalisée par de multiples procédés, le plus utilisé est l'injection plastique. Cette technologie permet de réaliser des pièces par injection de granulés fondus dans un moule.

Les polymères utilisés peuvent être des thermoplastiques ou des thermodurcissables. La différence entre les deux est que les thermoplastiques peuvent être fondus à plusieurs reprises, alors que les thermodurcissables ne peuvent être fondus qu'une seule fois. Parmi les thermoplastiques, on trouve par exemple les polyamides, les polyéthers, et les polyesters. Parmi les thermodurcissables, on trouve par exemple les polyuréthanes et les silicones.

Le cycle de fabrication par injection peut être divisé en quatre phases (voir Figure 1) : la plastification, l'injection, le refroidissement et l'éjection. La plastification correspond à la fusion (à des températures comprises entre 195 et 400°C en fonction de la nature du polymère [4]) et à l'homogénéisation des granulés de polymère, par rotation d'une vis sans fin (nommée vis d'alimentation) et par l'utilisation de résistances chauffantes. La vis d'alimentation entraîne vers l'avant par rotation le polymère qui reste isolé du moule par un clapet. Pendant que le polymère

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

s'avance vers le clapet, la vis d'alimentation recule. De cette manière, la vis libère de l'espace pour le polymère fondu. Le volume de cet espace correspond au volume de matière à injecter. Une fois le polymère fondu, homogénéisé et placé devant le clapet, la phase d'injection commence. Elle consiste en une translation de la vis vers le moule, qui pousse ainsi le polymère fondu à l'intérieur de celui-ci [5]. Une fois le polymère injecté, le refroidissement commence. Cette phase est critique, car elle peut représenter jusqu'à 80% de la durée totale du procédé [6]. De plus, si le refroidissement n'est pas homogène, il peut provoquer la distorsion de la pièce [7]. Une fois le polymère refroidi, la pièce est éjectée du moule.

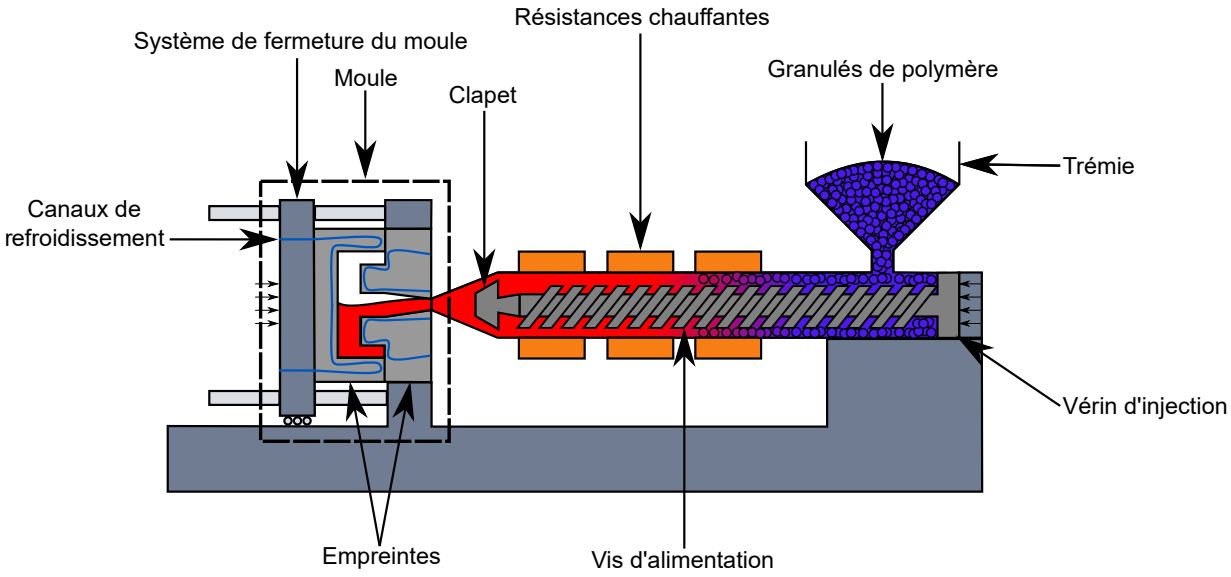


FIGURE 1 – Représentation schématique du procédé d'injection plastique : les granulés de polymère sont fondus à l'aide de résistances chauffantes et par friction. Le plastique est fondu et mis sous pression par rotation d'une vis d'alimentation. En fin de cycle, cette dernière se translate vers le moule à l'aide d'un vérin pour y injecter le plastique fondu.

Les moules sont constitués d'un élément fixe et d'un élément mobile. Ces derniers sont eux-mêmes composés d'empreintes, de portes-empreintes, de colonnes de guidage, etc. [5]. Cette thèse se focalise sur les empreintes. Ces éléments donnent la forme aux pièces injectées, par contact avec le polymère fondu. Les empreintes sont généralement conçues et garanties pour attendre 1, 2, 5 ou 10 millions de cycles de fabrication avant d'être mises au rebut.

Nuances d'aciers conventionnels des empreintes

Les aciers les plus fréquemment utilisés pour la fabrication de moules et d'empreintes de moules (*cavities* en anglais) sont listés dans le Tableau 1. La plupart d'entre eux sont des aciers à outils Fe-C, à l'exception des aciers maraging 250 et 350.

Le grand nombre de nuances disponibles peut rendre difficile la sélection d'un acier. En effet, chacune d'entre elles a été développée pour répondre à des exigences spécifiques, par l'amélioration de certaines de leurs caractéristiques. Les principales caractéristiques recherchées sont les suivantes :

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1 – Aciers les plus utilisés pour la fabrication de moules d'après [8]

Type of Steel	Typical Uses in Injection Molds
4130/4140	General mold baseplates
P-20	High-grade mold baseplates, hot-runner manifolds, large cavities and cores, gibs, slides, interlocks
4414 SS, 420 SS (prehardened)	Best-grade mold baseplates (no plating required), large cores, cavities, and inserts
P5, P6	Hobbed cavities
01	Gibs, slides, wear plates
06	Gibs, slides, wear plates, stripper rings
H-13	Cavities, cores, inserts, ejector pins, and sleeves (nitrided)
S7	Cavities, cores, inserts, stripper rings
A2	Small inserts in high-wear areas
A6	Cavities, cores, inserts for high-wear areas
A10	Excellent for high-wear areas, gibs, interlocks, wedge locks, wedges
D2	Cavities, cores, runner, and gate inserts for abrasive plastics
420 SS	Best all-around cavity, core, and insert steel; best polishability
440C SS	Small- to medium-size cavities, cores, inserts, stripper rings
250, 350	Highest toughness for cavities, cores, small unsupported inserts
455M SS	High toughness for cavities, cores, inserts
M2	Small core pins, ejector pins, ejector blades (up to $\frac{5}{8}$-in. diameter)
ASP 30	Best high-strength steel for tail, unsupported cores, and core pins

Importante compacité de l'acier - Selon Chenou et al. [9], répondre aux exigences de compacité est la condition *sine qua non* pour le choix d'un acier. En effet, la présence de pores peut marquer les pièces injectées s'ils se retrouvent en surface après usinage, et peut réduire la résistance à la fatigue des empreintes.

Dureté élevée - Le flux de polymère dans les empreintes peut provoquer d'importants frottements et une augmentation de la rugosité de la surface moulante par abrasion. Les frottements sont plus forts si le polymère injecté est chargé avec du mica, du sable ou de la fibre de verre [10]. Les défauts des surfaces moulantes se retrouvent ensuite sur les surfaces des pièces injectées, et il est donc nécessaire de polir les surfaces moulantes. Cependant, l'enlèvement de matière provoqué par le polissage augmente l'épaisseur des pièces injectées. Si un nombre trop important de polissages est effectué, les dimensions de la pièce injectée dépasseront les tolérances géométriques et le moule devra être changé [10]. Ainsi, pour s'opposer à l'abrasion des surfaces moulantes, une dureté élevée est nécessaire [8][9][11].

Forte résilience - L'empreinte peut être soumise à des explosions de gaz corrosifs lors de l'injection [5][4] et à divers chocs (fermeture du moule sur une pièce injectée, chute d'un outil sur la surface moulante, etc.) [9][12]. Pour résister à cela, il est nécessaire de conserver une certaine résilience (en général peu compatible avec les exigences de forte dureté).

Résistance à la fatigue mécanique - L'empreinte étant soumise à des sollicitations cycliques, celle-ci peut rompre par fatigue [5][13][14]. Par exemple, lors de l'injection sous pression du polymère, ce dernier comprimera la surface moulante (la pression au niveau de la surface moulante peut atteindre les 250 MPa [12]), alors que durant le refroidissement, il se solidifiera et relâchera les contraintes [10]. Les canaux de refroidissement proches de la surface moulante peuvent générer des concentrations de contraintes et donc entrainer l'amorçage de fissures de fatigue.

Résistance à la fatigue thermique - Tout comme la fatigue mécanique, elle peut entraîner la rupture de l'empreinte puisque cette dernière est chauffée et refroidie de manière cyclique. La

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

température du polymère entrant dans le moule est généralement comprise entre 195°C et 400°C [4][10][12]. Les cycles de chauffage et de refroidissement entraînent des cycles de dilatation et de rétractation de la matière, qui peuvent conduire à l'apparition de contraintes mécaniques et à la rupture de l'empreinte [10][13].

Résistance à la corrosion - L'injection de certains plastiques, et notamment du PVC, peut conduire à la formation d'acides lors de l'injection. Dans un milieu humide, ces acides vont conduire à une corrosion localisée du moule [4][5][9]. De plus, l'eau utilisée dans les canaux de refroidissement peut provoquer leur corrosion et leur obstruction [5][13]. L'utilisation d'aciers inoxydables peut en partie résoudre ce problème.

Conductivité thermique importante - Celle-ci est nécessaire pour réduire le temps de cycle en dissipant la chaleur. Généralement, plus un acier est chargé en éléments d'alliage et plus celui-ci aura une faible conductivité thermique [9]. La conductivité des aciers (généralement comprise entre 15 et 50 W/m.K [12]) étant bien supérieure à celle des polymères (< 1 W/m.K [15][16]), elle est généralement suffisante même lorsque les aciers sont fortement alliés [12]. Il a été montré par une méthode analytique que le temps de cycle peut baisser de 10% quand la conductivité thermique passe de 25 W/m.K à 45 W/m.K [9].

Dureté à haute température - La température du polymère lors de l'injection est généralement comprise entre 195°C et 400°C. La température d'interface entre le polymère et la surface moulante est proche de celle de la surface moulante, en raison de la faible effusivité du polymère par rapport à celle de l'acier. Cependant, si le refroidissement de l'empreinte est mal régulé, un échauffement progressif de la matière peut se produire et abaisser les propriétés mécaniques de l'empreinte, et en particulier sa dureté [12].

Bonne soudabilité - Celle-ci est généralement recherchée pour réparer les empreintes endommagées, notamment par dépôt de métal fondu [9].

Il n'est généralement pas possible de trouver un acier performant dans toutes les caractéristiques citées précédemment. Par exemple, un acier dur résistera à l'usure, mais peu aux chocs. Le Tableau 2 compare qualitativement les propriétés des principaux matériaux utilisés pour la fabrication de moule. Ceux-ci sont classés en plusieurs catégories :

- Les aciers prétraités (*prehardened*) sont vendus après avoir été trempés et revenus ;
- Les aciers inoxydables (*stainless*) disposent d'une teneur en chrome $> 10{,}5$ wt.% qui les protège de la corrosion ;
- Les aciers destinés la cémentation (*carburizing*) dont la surface sera enrichie en carbone pour être durcie après trempe ;
- Les aciers trempés (*hardening*) nécessitent d'être trempés puis revenus pour obtenir leurs propriétés optimales ;
- Les aciers à durcissement structural (*maraging*) nécessitent d'être vieillis pour que leur dureté augmente par précipitation d'intermétalliques ;
- Les aciers rapides (*high-speed*) sont des aciers trempés améliorés, car leur dureté reste importante même à haute température ;
- Les alliages de cuivre-béryllium (*beryllium-copper*) disposent d'une très bonne conductivité thermique grâce au cuivre.

Des études bibliographiques complètes sur les choix des aciers peuvent être trouvées dans Rosato et al. [8], Munch et al. [12] et Chenou et al. [9].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2 – Propriétés relatives des aciers pour la fabrication de moules d'après Rosato et al. [8].

Type	AISI Designation	Recommended Hardness, Rockwell C	Point Ratings, 1 to 10 (10 is Highest)											
			Wear Resistance	Toughness	Compressive Stress	Hot Hardness	Corrosion Resistance	Thermal Conductivity	Hobbability	Machinability	Polishability	Heat-treatability	Weldability	Nitriding ability
Prehardened	4130/41040	30–36	2	8	4	3	1	5	1	5	5	10	4	4
	P-20	30–36	2	9	4	3	2	5	1	5	8	10	4	5
Prehardened stainless	414 SS	30–35	3	9	4	3	7	2	1	4	9	10	4	6
	420 SS	30–35	3	9	4	3	6	2	1	4	9	10	4	7
Carburizing	P-5	59–61	8	6	6	5	2	3	9	10	7	6	9	8
	P-6	58–60	8	7	6	5	3	3	8	10	7	6	8	8
Oil-hardening	01	58–62	8	3	9	5	1	5	5	8	8	7	2	3
	06	58–60	8	4	8	5	1	5	7	10	5	6	2	3
Air-hardening	H-13	50–52	6	7	7	8	3	4	6	9	8	8	5	10
	S7	54–56	7	5	8	8	3	4	6	9	8	8	3	8
	A2	56–60	9	3	9	7	3	4	4	8	7	9	2	8
	A5	56–60	8	4	8	7	2	5	5	10	7	7	4	7
	A10	58–60	9	5	9	7	2	5	5	8	6	7	2	NA
	D2	56–58	10	3	8	8	4	2	4	4	6	9	1	10
Stainless	420 SS	50–52	6	6	6	8	7	2	4	7	10	8	6	8
	440C SS	56–58	8	3	8	7	8	2	3	6	9	7	4	NA
Maraging	250	50–52	5	10	6	7	4	3	4	4	7	9	5	9
	350	52–54	6	10	7	7	4	3	4	4	7	9	5	9
Maraging stainless	455M	46–48	5	10	5	7	10	2	3	4	8	9	5	NA
High-speed	M2	60–62	10	2	10	10	3	3	2	4	6	8	2	10
	ASP 30	64–66	10	4	10	10	4	3	1	4	7	8	2	NA
Beryllium copper	Be Cu	28–32	1–2	1	2	4	6	10	10	10	8–9	7	7	NA

NA = not available.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Refroidissement des empreintes et conformal cooling

Lors d'un cycle d'injection, l'étape de refroidissement peut représenter jusqu'à 80% du temps de cycle [6]. Afin de l'accélérer, la présence de canaux de refroidissement dans les empreintes est nécessaire. Ils sont la plupart du temps simplement percés en ligne droite (Figure 2.a.). Bien que le perçage soit la méthode la plus simple et la plus économique, celle-ci ne garantit pas un refroidissement optimal de la pièce injectée [6]. La Figure 2.a. représente un canal de refroidissement percé destiné à refroidir une surface moulante courbe. La distance entre le canal et la surface moulante varie le long du canal ce qui induit des vitesses de refroidissement différentes au niveau de la surface moulante, et donc une possible distorsion de la pièce après éjection [6][17]. Pour assurer un refroidissement rapide et homogène, il est possible de concevoir des empreintes de moule disposant de canaux dits "*conformal cooling*" épousant au mieux les surfaces moulantes (Figure 2.b.). Si, en raison de leur géométrie complexe, ces canaux ne peuvent pas être obtenus par usinage conventionnel, **ils peuvent cependant l'être par impression par fusion laser sur lit de poudres.** Un exemple d'empreinte disposant de canaux "conformal cooling" est présenté sur la Figure 3.

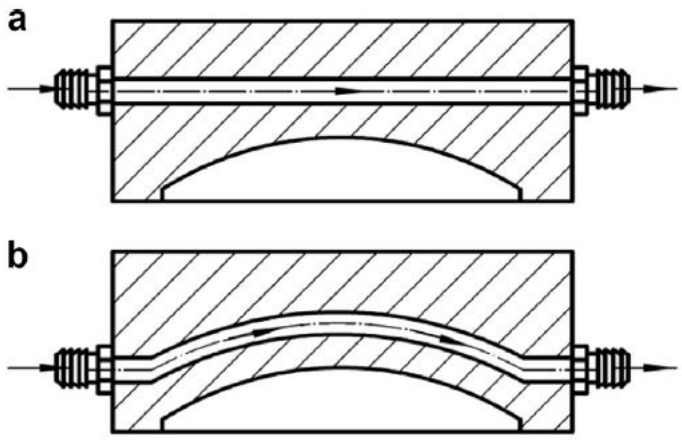


FIGURE 2 – Schématisation a) d'un canal de refroidissement rectiligne et b) d'un canal *conformal cooling* incurvé selon la géométrie de la surface moulante : Une égale distance entre le canal *conformal cooling* et la surface moulante garantit un refroidissement plus homogène de la pièce [17].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

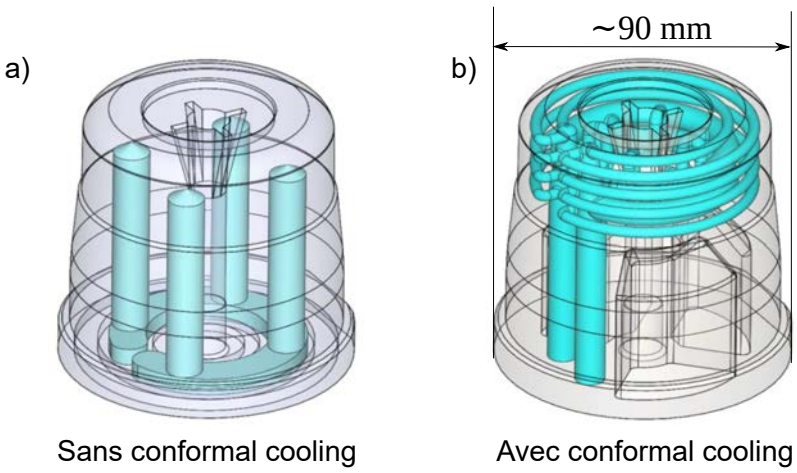


FIGURE 3 – Exemple d'un moule réalisé par les entreprises IPC et Smoby sans a) et avec b) canaux conformal cooling, assurant ainsi un refroidissement rapide et homogène de la pièce injectée. L'empreinte représentée sur a) a été usinée et les canaux de refroidissement ont été percés, alors que l'empreinte représentée sur b) a été imprimée par LPBF.

La fabrication additive par fusion laser sur lit de poudres LPBF

Présentation du procédé

Le procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudres, également nommé *Selective Laser Melting* (SLM) ou *Laser Powder Bed Fusion* (LPBF), est apparu dans les années 1990 et a été initialement développé par M. Fockele et D. Schwarze de l'entreprise F & S Stereolithographietechnik et par W. Meiners , K. Wissenbach et G. Andres de l'institut Fraunhofer ILT [18][19].

Le principe de fonctionnement de la technologie LPBF est décrit dans la Figure 4. Dans un premier temps, la pièce à imprimer est dessinée à l'aide d'un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO), et sa représentation 3D est enregistrée au format STL (pour STereoLithography). Ensuite, à l'aide d'un second logiciel, le volume de la pièce est segmenté en plusieurs couches dont l'épaisseur sera celle des lits de poudres lors de l'impression. Les informations concernant ces différentes couches sont ensuite envoyées à la machine d'impression, et la fabrication peut débuter. Celle-ci commence par la mise en place d'un lit de poudres sur un plateau de fabrication à l'aide d'un racleur. Une tête scanner, composée de deux miroirs et placée au-dessus du plateau de fabrication, contrôle la trajectoire du faisceau laser sur le lit de poudres. Ce faisceau laser fusionne les poudres nécessaires à l'obtention d'une couche de la pièce. Quand la couche est terminée, le plateau de fabrication s'abaisse d'un incrément égal à l'épaisseur de couche, et le racleur dépose une nouvelle couche de poudres. Le cycle se répète jusqu'à l'impression complète de la pièce. L'impression se fait sous atmosphère protectrice en utilisant de l'argon ou de l'azote, pour prévenir les risques d'oxydation. Quand l'impression est terminée, le surplus de poudres non fusionnées est enlevé de la chambre de fabrication et la pièce est désolidarisée du plateau.

Cette technologie est principalement utilisée dans des marchés de niche. En effet, la productivité des machines d'impression LPBF est actuellement très inférieure à celle des procédés conventionnels combinant mise en forme et usinage. L'impression LPBF est donc principalement

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

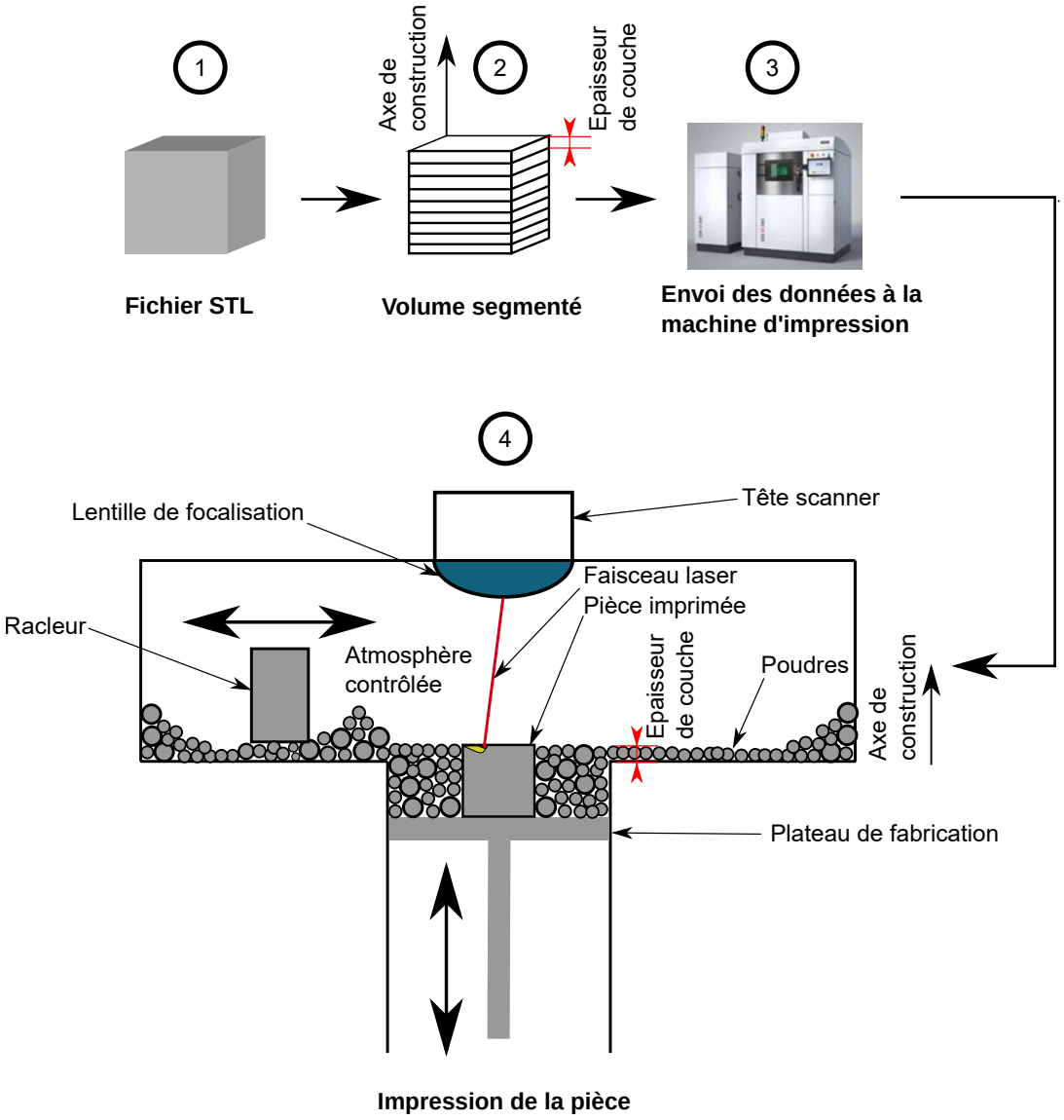


FIGURE 4 – Principe de fonctionnement du procédé LPBF : 1) Un fichier STL représentant la ou les surfaces de la pièce est généré à partir d'un logiciel de CAO ; 2) La pièce est segmentée dans un second logiciel, chaque tranche de la pièce représente une épaisseur de poudres qui sera fusionnée ; 3) Les données sont envoyées à la machine d'impression ; 4) Impression de la pièce dans la machine (Photo d'une machine M290 provenant de [20])

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

utilisée pour la fabrication de prototypes (communément appelée *prototypage rapide*), ou pour la production unitaire ou en petite série de pièces trop complexes pour être usinées. Ce procédé est notamment utilisé pour l'impression de prothèses médicales faites sur mesure ; pour l'obtention de pièces allégées grâce à une optimisation topologique (aéronautique, automobile) ; pour la réalisation d'échangeurs thermiques ; et pour la conception de moules disposant de canaux *conformal cooling* qui va faire l'objet de cette thèse.

Paramètres de fabrication

Les paramètres de fabrication peuvent être classés en quatre catégories : les paramètres du faisceau laser, les paramètres du matériau, les paramètres machine, et les paramètres de la pièce (Figure 5) [21].

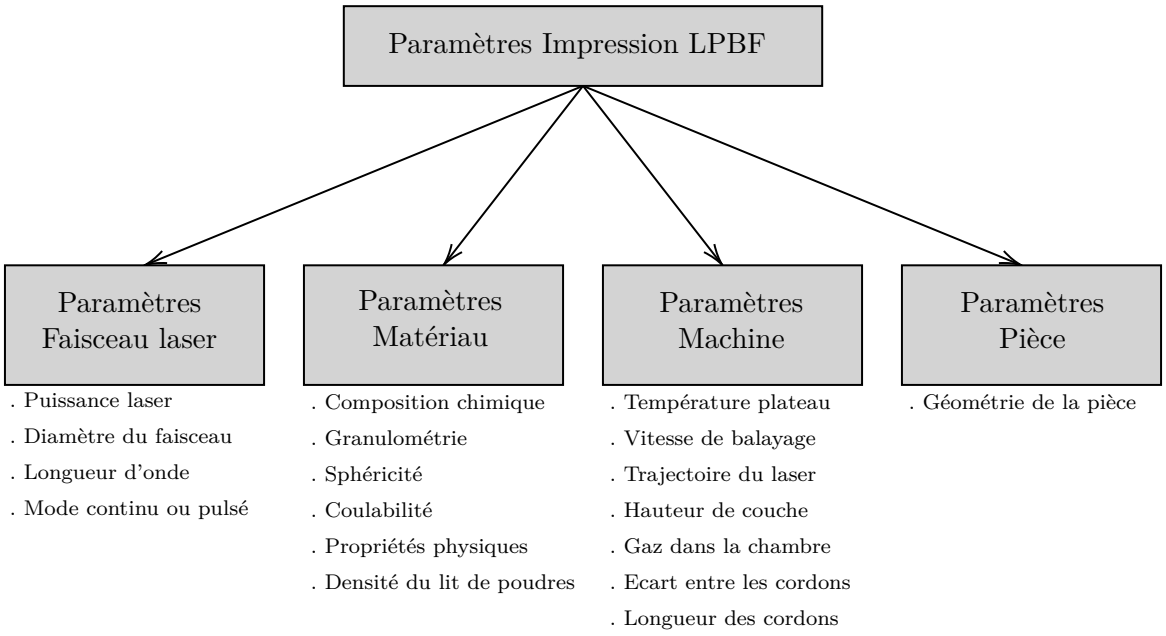


FIGURE 5 – Les différents paramètres influant sur la fabrication d'après [22]

Les paramètres les plus communément ajustés pour optimiser l'impression sont les suivants (Figure 6) [21][18] :

- P [W] : La puissance du laser
- v_s [mm.s^{-1}] : La vitesse de balayage (c'est-à-dire la vitesse du faisceau laser sur le lit de poudres)
- e_c [mm] : L'épaisseur de couche
- h [mm] : L'écart vecteur (*hatch spacing*)
- T [°] : Température du plateau de fabrication

À partir de ces paramètres, il est possible de calculer une densité d'énergie volumique E_d [J/mm^3] apportée par le faisceau laser au lit de poudres [23][24] :

$$E_d = \frac{P}{v_s.h.e_c} \tag{1}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

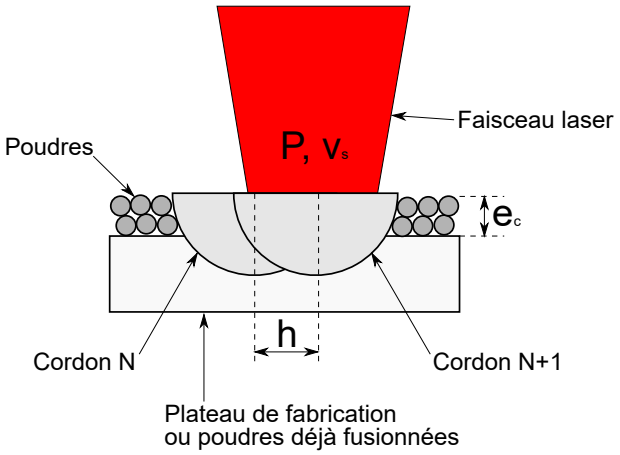


FIGURE 6 – Les paramètres de fusion nécessaires au calcul de la densité d'énergie ; P est la puissance du laser, v_s est la vitesse de balayage du laser, e_c est l'épaisseur de couche (c'est-à-dire la hauteur du lit de poudre), et h est l'écart entre les cordons.

Nuances d'aciers pour la fabrication d'empreintes par LPBF

Comme vu précédemment, la plupart des aciers utilisés pour la fabrication d'empreintes sont des aciers à outils Fe-C (Tableau 1). Ces derniers sont difficilement imprimables, car la martensite dure et fragile qu'ils forment lors de leur impression les rend sensibles à la fissuration [23][25].

Ainsi, les aciers utilisés pour l'impression d'empreintes sont les maraging (pour "*martensite-ageing*"). Ces aciers ont une faible teneur en carbone (souvent $< 0{,}07$ wt.%), et ils ne forment donc pas de martensite dure et fragile après trempe. Dans le cas de l'impression LPBF, la vitesse de refroidissement du bain liquide peut atteindre 10^8 K/s [26]. Ainsi, l'absence de martensite dure dans les aciers maraging permet de limiter les risques de fissuration. Pour atteindre leurs propriétés mécaniques optimales, un traitement thermique de vieillissement est nécessaire pour entrainer la formation de fins précipités intermétalliques dans la martensite, les durcissant au détriment de la ductilité. L'acier maraging le plus utilisé pour l'impression LPBF d'empreintes de moules est le maraging 18Ni300 (X3NiCoMo18-9-5). En raison de sa forte teneur en nickel (environ 18 wt.%) cet acier est autotrempant, c'est-à-dire qu'il devient martensitique sans qu'il soit nécessaire de procéder à un refroidissement rapide. La précipitation d'intermétalliques Ni_3Ti durant un traitement de vieillissement durcit l'acier [27]. Des aciers maraging inoxydables, riches en chrome, sont également utilisés en LPBF : c'est le cas des aciers 17-4PH (X5CrNiCuNb16 -4) et CX.

Objectif et plan de la thèse

En résumé, le refroidissement est une phase critique du procédé d'injection, car il représente 80% du temps de cycle. De plus, s'il n'est pas homogène, il peut entrainer une distorsion de la pièce. Les canaux de refroidissement *conformal cooling* permettent d'assurer un refroidissement rapide et homogène des pièces injectées. Cependant, de tels canaux sont impossibles à usiner par des procédés de fabrication traditionnels, et seule la fabrication additive permet d'obtenir des empreintes en disposant.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Les aciers communément utilisés pour la fabrication d'empreintes de moules par usinage sont les aciers à outils Fe-C. Ceux-ci sont cependant difficilement imprimables, car la martensite dure et fragile qu'ils forment lors de leur impression les rend susceptibles de fissurer. Ainsi, les aciers maraging leur sont préférés, car ceux-ci disposent d'une bonne imprimabilité. Le maraging le plus utilisé est le 18Ni300, qui est autotrempant en raison de son importante quantité de nickel, et de sa capacité à être durci après un traitement thermique de vieillissement.

Néanmoins, le 18Ni300 est relativement cher, il n'est pas inoxydable et il contient du cobalt potentiellement toxique sous forme de poudre. L'objectif de cette thèse est de lui trouver une alternative. Un cahier des charges cible a été élaboré (Tableau 3) en se basant sur les propriétés des aciers AISI H13 (conventionnel, trempé et revenu) et 18Ni300 (imprimé et vieilli), qui seront les aciers de référence dans la suite de cette thèse. Sept astreintes ont été définies :

1. La soudabilité de l'acier, qui sera nommée par la suite *imprimabilité* doit lui permettre de s'imprimer sans qu'il ne fissure. Le Chapitre 1 sera intégralement consacré à l'étude de l'imprimabilité d'aciers martensitiques.
2. La compacité après impression, c'est-à-dire la *densité relative* de la pièce, qui devra être la plus proche possible de 100%, pour améliorer la résistance à la fatigue et limiter l'apparition de pores en surface après usinage (Chapitre 1) [9].
3. La limite d'endurance à 1 million de cycles devra être supérieure ou égale à 500 MPa, pour que l'acier soit aussi performant que du 18Ni300 imprimé par LPBF [28].
4. La dureté de l'acier après traitement thermique devra être supérieure ou égale à 50 HRC afin de résister à l'abrasion lors de l'injection du polymère [8][9][11], 50 HRC étant également la dureté du 18Ni300 après vieillissement et du H13 après revenu (Chapitre 2) [8][29][30][31].
5. La résilience après traitement thermique devra être supérieure ou égale à celle du H13 conventionnel (25 J/cm^2) afin de résister aux chocs (Chapitre 2) [29][31].
6. Une résistance à la corrosion est également recherchée pour prévenir l'oxydation des canaux de refroidissement et résister aux gaz corrosifs [4][9].
7. L'acier ne devra pas contenir du cobalt.

D'autres critères auraient pu être pris en compte pour répondre aux astreintes précédemment évoquées, comme la conductivité thermique, la dureté à haute température et la résistance à la fatigue thermique. L'hypothèse a été faite que l'insertion de canaux de refroidissement conformal cooling permet d'assurer un refroidissement suffisamment rapide des empreintes pour ne pas avoir à optimiser la conductivité thermique de l'acier. Quant aux duretés à haute température et à la résistance à la fatigue thermique, celles-ci n'ont pas été étudiées principalement par manque de temps, mais seront des critères importants à prendre en compte dans le futur.

La recherche d'un acier alternatif au 18Ni300 s'est faite en deux étapes, correspondant chacune à un chapitre de cette thèse :

— **Imprimabilité d'aciers martensitiques existants** (Chapitre 1) : Dans ce chapitre est évaluée l'imprimabilité de huit aciers disponibles dans le commerce sous forme de poudre. Trois types d'acier sont étudiés : des maraging inoxydables (CX, L40), des martensitiques Fe-C non-inoxydables (H11, H13, PM2012, 42CD4) et des martensitiques Fe-C inoxydables (PM420, X15TN). L'imprimabilité de ces huit aciers est évaluée au regard de leurs défauts (rugosité, fissures, pores), de leur microstructure (phases présentes,

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 3 – Cahier des charges cible de l'acier alternatif au 18Ni300 et propriétés de références pour ce dernier ainsi que pour l'acier H13 mis en forme de façon conventionnelle.

N°	Astreinte	Réponse matériau	H13 Conventionnel Trempé et revenu	18Ni300 LPBF Vieilli	Valeur cible
1	Soudabilité Imprimabilité	Plusieurs facteurs (voir Chapitre 1)	Aucune fissure	Aucune fissure	Aucune fissure
2	Compacité	Densité relative (%)	/	≈ 100 [31][32]	≈ 100
3	Résistance à la fatigue	Endurance à 1 million de cycles (MPa)	/	500 [28]	≥ 500
4	Résistance à l'usure et à l'abrasion	Dureté (HRC)	50-52 [8][30]	50 - 58 [29][31]	≥ 50
5	Résistance aux chocs	Résilience (J/cm^2)	≈ 25 [30]	6 - 14 [29][31]	≥ 25
6	Résistance à la corrosion	wt.% Cr	≈ 5	$< 0{,}5$	≥ 5
7	Impact sur la santé	wt.% Co	0	≈ 9	0

morphologie), et de leurs propriétés mécaniques (dureté et résilience) à l'état brut de fusion. Nous montrerons que le taux d'austénite résiduelle joue un rôle prépondérant sur l'imprimabilité des aciers martensitiques Fe-C. Afin d'étayer ce résultat, l'influence de cette dernière sur la dureté de cordons fusionnés dans un acier modèle Fe-C à gradient de concentration en carbone contrôlé est également étudiée.

— **Impact des traitements thermiques post-LPBF sur les propriétés mécaniques** (Chapitre 2) : Dans le chapitre 1, quatre aciers sont identifiés comme de potentielles alternatives au maraging 18Ni300. Deux sont des maraging inoxydables (CX, L40), et les deux autres sont des aciers martensitiques inoxydables (PM420, X15TN). Ces aciers sont conçus pour obtenir leurs propriétés mécaniques optimales après des traitements thermiques : les maraging *durcissent* avec un vieillissement alors que, au contraire, les martensitiques Fe-C *s'adoucissent* avec un revenu. L'impact des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques statiques des aciers CX, L40, PM420 et X15TN est ainsi étudié, ainsi que leur impact sur le comportement en fatigue des aciers CX et PM420. Les propriétés mécaniques obtenues seront ensuite comparées à celles du cahier des charges cible (Tableau 3).

La thèse se conclura avec un résumé des résultats obtenus et une présentation des perspectives scientifiques et industrielles.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 1

Imprimabilité d'aciers martensitiques existants [1]

Dans ce chapitre est évaluée l'imprimabilité de huit aciers martensitiques qui peuvent être divisés en trois familles : les aciers maraging inoxydables (CX, L40), les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables (H11, H13, PM2012, 42CD4) et les aciers martensitiques Fe-C inoxydables (PM420, X15TN). Une étude bibliographique présentant les différents types de martensite ainsi que les défauts communément induits par le procédé LPBF est proposée. L'imprimabilité de ces huit aciers est évaluée au regard de leurs défauts, de leurs microstructures, et de leurs propriétés mécaniques à l'état brut de fusion. Ensuite, une méthode visant à évaluer l'influence de la teneur en carbone ainsi que de l'austénite résiduelle sur l'imprimabilité sera présentée.

Sommaire

1.1 État de l'art : Imprimabilité des aciers martensitiques par LPBF . . . 17
1.1.1 Microstructures des aciers martensitiques bruts de fabrication LPBF 17
1.1.2 Les contraintes résiduelles 28
1.1.3 Défauts structurels 35
1.1.4 Dureté des aciers après impression LPBF 43
1.1.5 Fissuration des pièces imprimées 43
1.1.6 Synthèse générale 46
1.2 Imprimabilité de poudres d'aciers martensitiques disponibles commercialement 48
1.2.1 Poudres utilisées et impression des échantillons 48
1.2.2 Fissuration des échantillons martensitiques Fe-C non-inoxydables 49
1.2.3 Caractérisation des défauts internes et des rugosités par tomographie aux rayons X 50
1.2.4 Caractérisation des microstructures post-fusion 57
1.2.5 Propriétés mécaniques statiques post-fusion 65
1.3 Fusion d'un acier modèle Fe-C : rôle du carbone et de l'austénite résiduelle 69
1.3.1 Diffusion du carbone dans du fer pur par SPS 69

1. Les résultats présentés dans ce chapitre ont fait l'objet d'une publication dans le journal *Additive Manufacturing* (Saby et al. [33]).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1.3.2 Quantification du taux de carbone par analyse d'images et simulation numérique 72
1.3.3 Impression de cordons LPBF dans le gradient de concentration 75
1.3.4 Influence du carbone et de l'austénite résiduelle sur la microdureté des cordons 76
1.4 Imprimabilité des aciers martensitiques : conclusion 81

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1 État de l'art : Imprimabilité des aciers martensitiques par LPBF

L'objet de cet état de l'art est d'identifier quels paramètres d'impression et quelles caractéristiques des aciers permettent d'obtenir une bonne imprimabilité que l'on définit, dans ce chapitre, et en première approche, comme une capacité à ne pas fissurer lors de l'impression.

Selon la littérature, la fissuration des pièces lors de l'impression est principalement liée aux contraintes résiduelles se formant à cause d'importants gradients de température qui apparaissent lors de la fusion [26][34]. De plus, si le matériau devient dur et fragile lors de son impression, celui-ci sera plus susceptible de se fissurer. C'est la raison pour laquelle les aciers martensitiques maraging sont plus utilisés et plus étudiés que les aciers martensitiques Fe-C [25]. Les défauts structurels (pores, rugosité de surface et fissuration à chaud) peuvent également altérer l'imprimabilité, car ils génèrent des concentrations de contraintes et donc de possibles ruptures ou amorçages de fissures en fatigue.

Ainsi, cet état de l'art se focalisera sur les points suivants : 1) les microstructures des aciers martensitiques après impression LPBF ; 2) l'apparition des contraintes résiduelles lors de l'impression ainsi que leur répartition dans les pièces ; 3) les défauts structurels ; 4) la dureté des pièces à l'état brut de fusion ; 5) la rupture des pièces lors de l'impression.

1.1.1 Microstructures des aciers martensitiques bruts de fabrication LPBF

1.1.1.1 Rappels sur les différents types de martensite

La martensite des aciers martensitiques Fe-C - À l'état d'équilibre, la maille de fer des aciers Fe-C est Cubique Centrée (CC), pour des températures inférieures à Ac_1 ($727°C$). Cette phase est également nommée Fer-α ou ferrite. Dans cette dernière, le carbone se trouve essentiellement sous forme de cémentite Fe_3C en raison de sa faible solubilité dans la maille CC du Fer-α.

Pour des températures comprises entre Ac_1 et Ac_3/Ac_m, la maille CC se transforme en maille Cubique Face Centrée (CFC), également nommée Fer-γ ou austénite, et la cémentite se décompose en laissant les atomes de carbone en solution solide dans l'austénite. Quand les températures Ac_3 ou Ac_m sont dépassées (Figure 1.1), l'acier est entièrement austénitique et tous les atomes de carbone se trouvent en solution solide dans la maille CFC.

Lors d'un refroidissement lent vers des températures inférieures à Ac_1, les atomes de carbone diffusent et forment de la cémentite, pendant que la matrice de fer redevient ferritique (voir diagramme d'équilibre Figure 1.1.a). Cependant, lors d'un refroidissement rapide et quand la température de début de transformation martensitique M_s est atteinte, les atomes de carbone n'ont pas suffisamment de temps pour précipiter et diffuser, alors que la maille de fer tend à redevenir CC. La maille métastable saturée en carbone qui apparaît dans ces conditions est la martensite (voir diagramme TRC Figure 1.1.b). La maille étant contrainte par des atomes de carbone, elle devient tétragonale centrée (TC), comme illustré sur la Figure 1.2. Les paramètres de maille de la martensite dépendent directement de la teneur en carbone de l'acier : plus l'acier contient de carbone, et plus la maille devient tétragonale, comme le montre la Figure 1.3.

La quantité de martensite formée lors d'un refroidissement rapide dépend de la température de trempe à laquelle le refroidissement s'arrête. Si celle-ci est comprise entre la température de début de transformation martensitique M_s et la température de fin de transformation martensitique M_f, la transformation sera incomplète, et il restera de *l'austénite résiduelle* dans l'acier.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

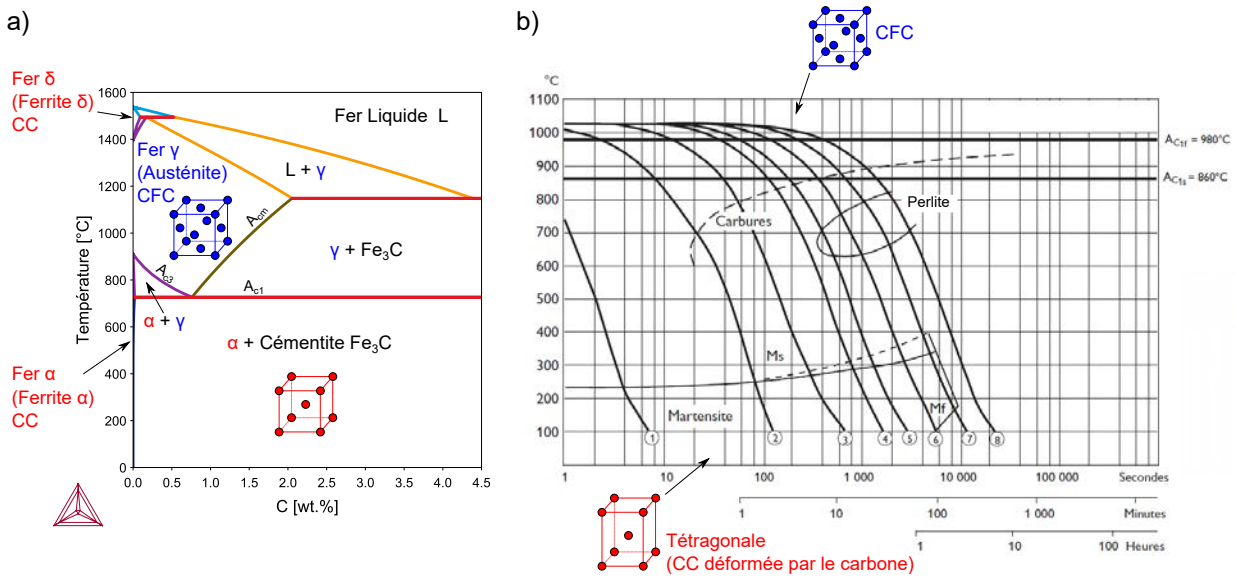


FIGURE 1.1 – a) Diagramme de phase du système Fe-C : Au delà de la température A_{c1} la ferrite (α) de structure CC se transforme en austénite (γ) de structure CFC. Lors d'un refroidissement lent depuis le domaine austénitique, l'acier redevient ferritique, et les atomes de carbone forment de la cémentite Fe_3C. b) Diagramme TRC de l'acier STAVAX (0,38 wt.% de C) [35] : Un refroidissement rapide de l'acier empêche la diffusion des atomes de carbone et leur précipitation, entrainant ainsi la formation de phases métastables.

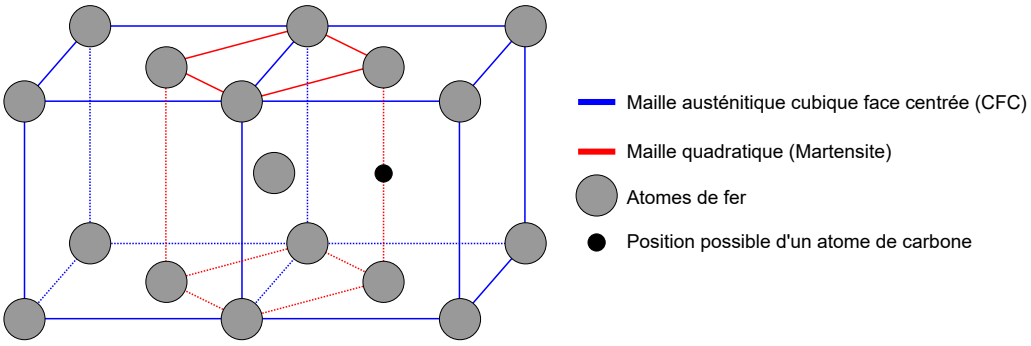


FIGURE 1.2 – Formation d'une maille quadratique (tétragonale centrée) entre deux mailles austénitiques en raison de la saturation en carbone de la matrice de fer. Certains atomes ont été omis par souci de visibilité.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

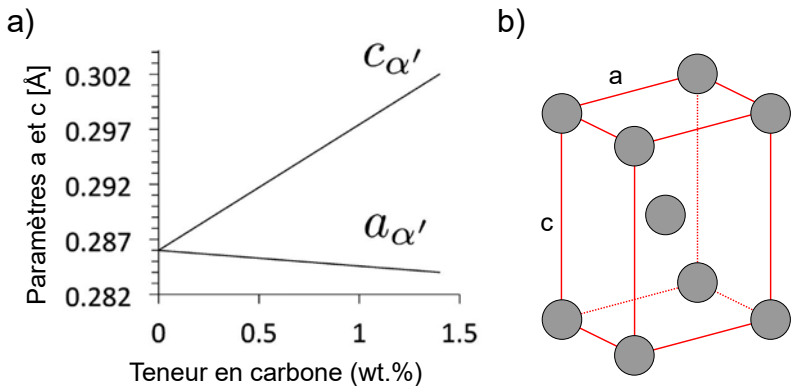


FIGURE 1.3 – Paramètres de maille de la martensite en fonction du taux de carbone dans l'acier : a) Évolution des paramètres a et b en fonction du taux de carbone [36] et b) représentation de la maille martensitique.

Plus la température atteinte en fin de trempe T_t est proche de M_s ($T_t < M_s$) et plus la quantité de martensite formée est faible. À l'inverse, plus T_t est proche de M_f, et plus la quantité de martensite formée sera importante. Quand la température $T_t < M_f$, alors la transformation martensitique est complète.

En général, l'ajout d'éléments d'alliage a pour conséquence de stabiliser l'austénite en abaissant la température M_s, comme le montrent les formules *empiriques* de Nehrenberg (1.1), de Steven et Haynes (1.2) et d'Andrews (1.3) qui estiment la température M_s en fonction de la teneur massique en éléments d'alliage :

— La formule de Nehrenberg [37] :

$$M_s = 500 - 300C - 33Mn - 17Ni - 22Cr - 11Mo - 11Si \tag{1.1}$$

— La formule de Steven et Haynes [38] :

$$M_s = 561 - 474C - 33Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo \tag{1.2}$$

— La formule d'Andrews [39] :

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo \tag{1.3}$$

Ces formules montrent que le carbone est l'élément abaissant le plus la température M_s, et accroit donc la fraction d'austénite résiduelle après trempe [40][41][42].

La martensite des aciers Fe-C est une phase dure et fragile en raison du carbone qu'elle contient, déformant la matrice martensitique. Elle se trouve sous forme de lattes dans les aciers contenant moins de 0,6 wt.% de carbone [43]. Au-delà, de la martensite en plaquette apparaît. Selon Bhadeshia [36] l'importante dureté de la martensite est due à sa structure tétragonale contenant des atomes de carbone interstitiels en solution solide ainsi qu'à ses fortes densités de dislocations et de fines macles. La Figure 1.4 montre que la dureté de la martensite augmente quand le taux de carbone de l'acier croît.

Tout comme le carbone, l'azote, en tant qu'élément interstitiel, participe à la formation de la martensite. Tsuchiyama et al. [44] ont comparé les microstructures et les duretés d'aciers à

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

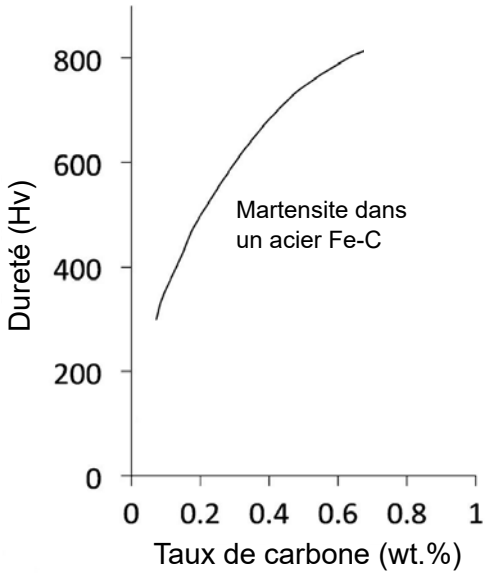


FIGURE 1.4 – Dureté de la martensite en fonction du taux de carbone dans un alliage Fe-C [36]

haute teneur en carbone (Fe-C) et à haute teneur en azote (Fe-N). Ces auteurs montrent que l'augmentation de la teneur en azote amplifie la tétragonalité de la maille martensitique et donc sa dureté. Néanmoins, les aciers Fe-C présentent des duretés approximativement 30% supérieures à celles des Fe-N à concentrations égales.

La martensite des aciers maraging - La martensite des maraging se trouve sous forme de lattes, mais sa structure est cubique centrée [29][45], comme la ferrite, car ces aciers ne contiennent pas, ou très peu, de carbone. La dureté de la martensite des maraging est plus faible que celle des aciers Fe-C. Par exemple, la dureté du 18Ni300 après impression LPBF est de 33-37 HRC [31], alors que celle du H13 obtenu dans les mêmes conditions est de 59 HRC [46].

1.1.1.2 Microstructures des aciers martensitiques après impression LPBF

La matière imprimée par LPBF est soumise à un cycle thermique complexe [47]. Une couche ou plusieurs couches de matière sont fusionnées par absorption de l'énergie du faisceau laser, puis se solidifient à d'importantes vitesses de refroidissement (entre 10^3 et 10^8 K/s [48]). Lors de la fusion des couches suivantes, la matière peut être soumise à des cycles thermiques successifs qui ont pour conséquence de rendre les microstructures brutes d'impression métastables [48][49]. Dans cette section seront présentées les microstructures obtenues après impression d'aciers martensitiques Fe-C et maraging.

Microstructures des aciers martensitiques Fe-C après impression

Les aciers non-inoxydables H11 et H13 sont constitués de martensite et d'austénite résiduelle après fusion [50]. L'impression de ces aciers est souvent délicate, car la martensite dure qu'ils forment les rend fragiles et prompts à fissurer [50]. Il est généralement nécessaire de chauffer le plateau de fabrication pour abaisser les contraintes résiduelles et éviter la fissuration (plus de détails dans la Section 1.1.2) [23][25]. Dans les paragraphes qui suivent, la microstructure

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

obtenue lors de l'impression de l'acier H13 est présentée, car elle est caractéristique de celles obtenues lors de l'impression d'aciers martensitiques non-inoxydables.

La microstructure du H13 après impression est constituée de martensite et d'austénite résiduelle. Deirmina et al. [51] ont détecté 19% d'austénite résiduelle à l'état brut de fusion (voir Tableau 1.1), et ont constaté que la microstructure présente des structures cellulaires et dendritiques. Narvan et al. [23] ont observé des microstructures similaires (Figure 1.5.a.). La présence d'austénite résiduelle après fusion pourrait être en partie liée à une concentration plus importante en carbone au niveau des joints de grain, qui abaisse localement la température M_s (Figure 1.5.b.). Un scénario pour l'évolution microstructurale du H13 après fusion laser proposé par Krell et al. [52] est représenté sur la Figure 1.6. Lors de la solidification, l'enrichissement en élément d'alliage de la phase liquide se trouvant entre les premiers grains aurait pour conséquence de stabiliser l'austénite. Ainsi, cela expliquerait la présence de structures cellulaires entourées d'austénite résiduelle [52].

Narvan et al. ont constaté une augmentation de la fraction d'austénite résiduelle dans le H13 quand la température du plateau de fabrication augmente. En effet, celle-ci est de 9% quand le plateau n'est pas chauffé et de 15% quand la température de celui-ci est à 200°C (voir Tableau 1.1). D'après ces auteurs, cette augmentation serait liée au refroidissement plus lent du bain de fusion. On peut également émettre l'hypothèse qu'un préchauffage du plateau entraine une différence plus importante entre les températures T_t et M_f, et donc une fraction plus importante d'austénite résiduelle après fusion.

Il est intéressant de noter que les échantillons dont le plateau de fabrication était chauffé à 200°C n'ont pas fissuré contrairement aux autres, bien que leurs duretés soient similaires (Tableau 1.4).

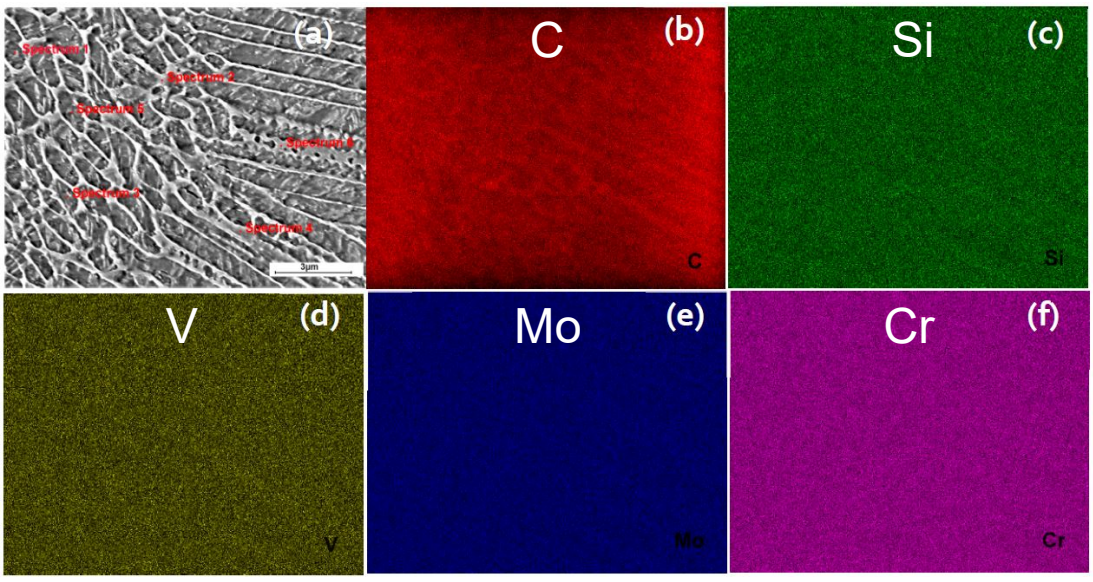


FIGURE 1.5 – Carte EDX de la microstructure martensitique au sein du H13 après impression LPBF [23] : a) Zone analysée ; b) Répartition du carbone ; c) Répartition du silicium ; d) Répartition du vanadium ; e) Répartition du molybdène ; f) Répartition du chrome. La figure b) montre clairement une importante hausse du carbone entre les cellules, stabilisant l'austénite. Les autres éléments sont répartis de manière homogène dans la microstructure.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

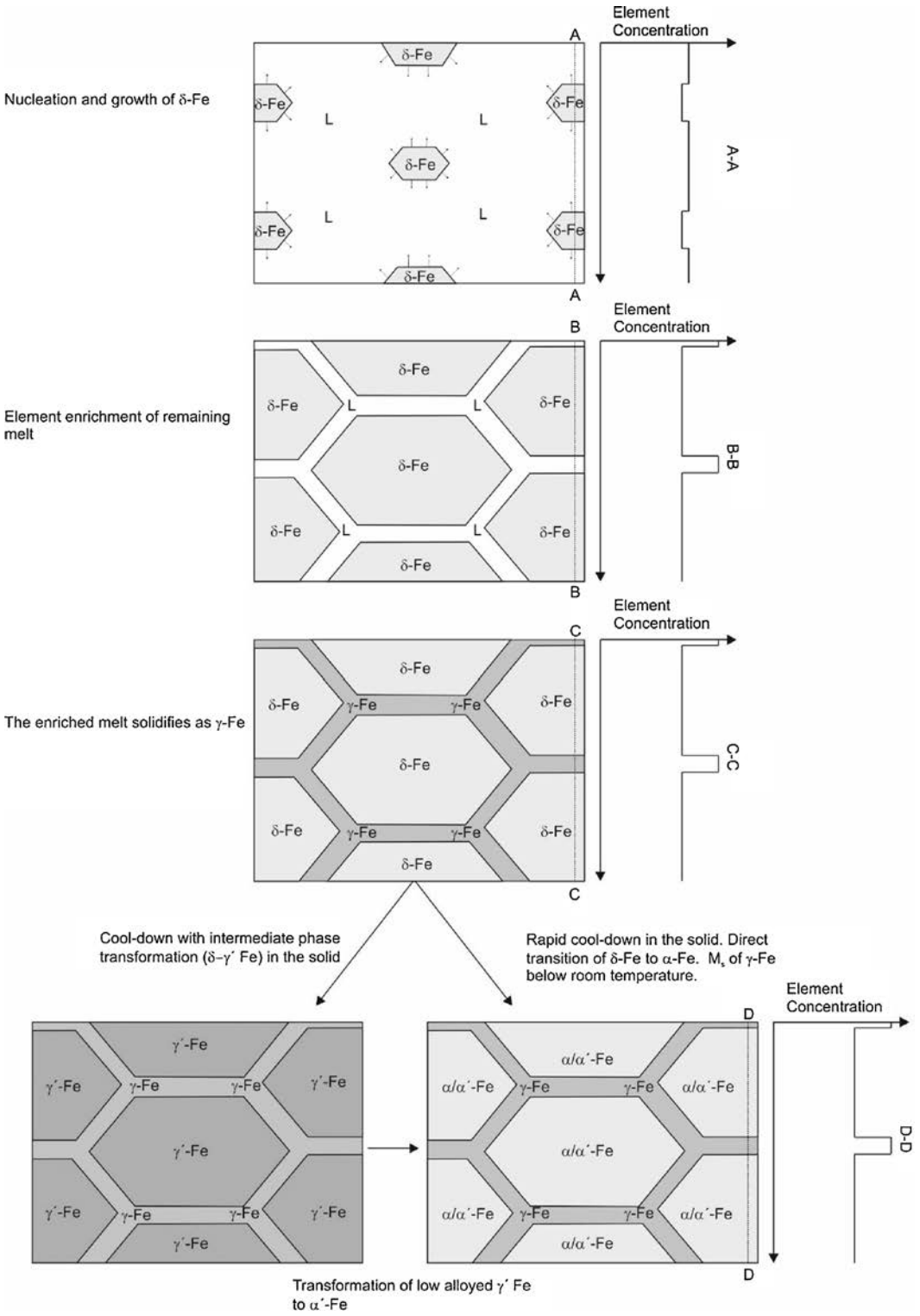


FIGURE 1.6 – Représentation schématique du mécanisme aboutissant à la formation de structures cellulaires au sein du H13 LPBF lors de sa solidification et illustrant l'enrichissement en éléments d'alliage des joints de grain d'après [52].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1.1 – Taux d'austénite résiduelle dans les aciers martensitiques Fe-C imprimés par LPBF

	Acier	État	E_d (J/mm^3)	Austénite résiduelle γ (%)	Source
Martensitique Fe-C Non-inoxydable	H13	Conventionnel Trempe + Revenu		12	[30]
		Brut de fusion	93,7	9	[23]
		Brut de fusion Préchauffage du plateau de fabrication à 200°C		15	
Martensitique Fe-C Inoxydable	AISI 420	LPBF Brut de fusion	63	$\approx 20 \pm 10$	[53]
		LPBF Brut de fusion	139,3	10	[54]
		LPBF Brut de fusion (double exposition au faisceau laser)	104,2	21 - 57	[55]
	X15TN	LPBF Brut de fusion		≈ 100	[5]

L'austénite résiduelle est également présente en grande quantité dans les aciers martensitiques Fe-C inoxydables imprimés par LPBF, et notamment dans le AISI 420 (Tableau 1.4). Cet acier, contrairement aux aciers non-inoxydables H11 et H13, ne nécessite pas de préchauffage du plateau pour l'impression de petits échantillons sans fissures, probablement en raison de sa concentration en austénite généralement plus importante. Nath et al. [53] ont ainsi détecté 20% d'austénite résiduelle à l'état brut de fusion, alors que Krakhmalev et al. [55] en ont mesuré 21% au niveau des dernières couches imprimées et 57% dans les couches à cœur (Tableau 1.1). Cette augmentation de la fraction d'austénite résiduelle serait due à une *réversion de l'austénite* lors du revenu des couches inférieures par la fusion des couches supérieures [56]. Celle-ci aurait lieu au niveau des interfaces martensite-martensite (α'-α') et austénite résiduelle-martensite (γ-α') comme illustré sur la Figure 1.7.

La microstructure du AISI 420 après fusion est composée de grains dendritiques colonnaires au fond des bains de fusion, de cellules en leur centre et de grains équiaxes aux bordures entre les bains de fusion [53].

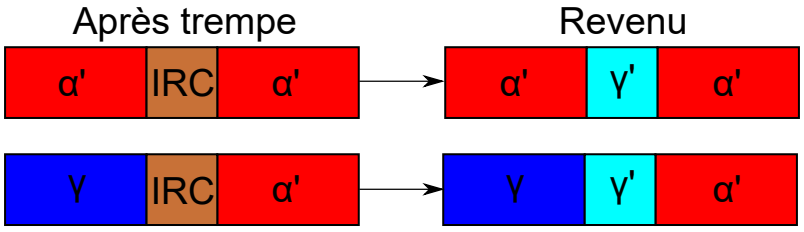


FIGURE 1.7 – Schéma représentant la réversion austénitique d'après [56]. α' désigne la martensite, γ l'austénite résiduelle, γ' l'austénite de réversion et IRC l'Interface Riche en Carbone. La diffusion du carbone contenu dans les IRC fournit la force motrice nécessaire à une réversion austénitique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

L'impression de l'acier martensitique Fe-C inoxydable X15TN a été étudiée dans la thèse de Limousin [5]. Celui-ci est presque entièrement austénitique après fusion. Selon l'auteur, cela serait lié aux faibles températures M_s et M_f de cet acier, respectivement de 80/130°C et -100/-50°C [5] (la température du plateau de fabrication lors de l'impression des échantillons était de 40°C).

Il est également possible que l'importante fraction d'austénite résiduelle contenue dans le X15TN résulte de sa forte teneur en azote, comprise entre 0,16 et 0,25 wt.%. En effet, cet élément est un puissant gammagène. Bien qu'il ne soit pas pris en compte dans les formules empiriques qui permettent d'estimer la température M_s (Équations (1.1), (1.2) et (1.3)), il a été montré par Espy [57] que l'azote est 20 à 30 fois plus gammagène (c'est-à-dire qu'il stabilise l'austénite) que le nickel. Néanmoins, il l'est moins que le carbone, comme l'ont constaté Tsuchiyama et al. [44] en comparant les fractions d'austénite résiduelle après trempe d'aciers Fe-C et Fe-N ayant des concentrations en carbone et en azote identiques.

Les travaux de Boes et al. [58] confirment le rôle de la teneur en azote sur la fraction d'austénite résiduelle lors de l'impression LPBF. Ces auteurs ont étudié la microstructure de l'acier martensitique Fe-C inoxydable X30CrMo15-1 enrichi en azote lors de son atomisation sous gaz. En effet, la teneur en azote était de 0,014 wt.% avant atomisation et a crû à 0,18 wt.% après. Durant l'impression sous azote, une partie de l'azote contenu dans l'acier s'est évaporée, sa teneur passant de 0,18 wt.% à 0,14 wt.%. Selon les auteurs, cette teneur réduite en azote, couplée à celle du carbone (≈ 0,3 wt.%), a été suffisante pour entrainer la formation d'une microstructure martensitique contenant une importante fraction d'austénite résiduelle, comme le montre la Figure 1.8.

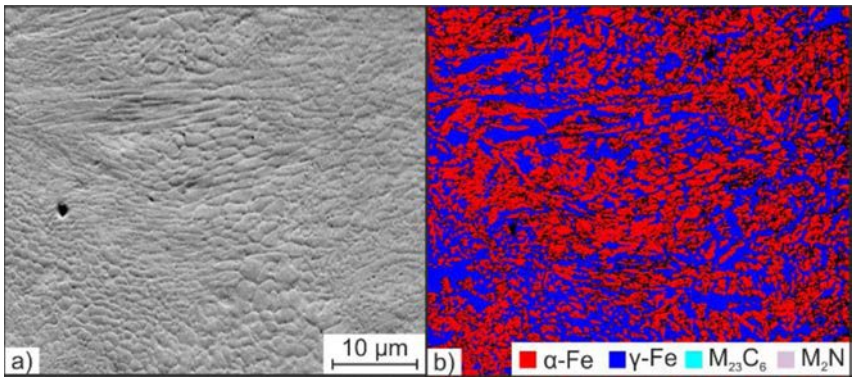


FIGURE 1.8 – Microstructure du X30CrMo15-1 enrichi en azote après impression LPBF : a) Observation par imagerie en électrons rétrodiffusés (BSE) et b) par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) [58].

Microstructures des aciers maraging après impression LPBF

Les aciers maraging sont les aciers martensitiques les plus utilisés en LPBF ainsi que les plus étudiés, car ils restent ductiles lors de leur impression, limitant ainsi les risques de fissuration [25]. Dans cette section sont détaillés les états microstructuraux des aciers maraging 17-4PH, 18Ni300 et CX.

Le maraging inoxydable 17-4PH contient de l'austénite résiduelle et de la martensite après fusion (voir Figure 1.9). La fraction d'austénite résiduelle diffère beaucoup entre les différentes études disponibles dans la littérature. Parmi celles consultées, la fraction d'austénite résiduelle

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

varie entre 3-7% et 72%, comme le montre le Tableau 1.2. Selon Bajaj et al. [59], cette forte variation de la fraction d'austénite est liée à la température M_s du 17-4PH proche de la température ambiante (32°C). Ainsi, de faibles variations de la composition chimique de l'acier ou des paramètres d'impression peut avoir d'importantes conséquences sur la composition de phase. Facchini et al. [60], Kudzal et al. [61], Murr et al. [62], et LeBrun et al. [63] ont remarqué que l'austénite résiduelle se trouve entre les lattes de martensite. La présence d'austénite résiduelle après fusion est surprenante, car le 17-4PH conventionnel est entièrement martensitique [64]. Elle se justifie par la ségrégation d'éléments d'alliage dans les zones interdendritiques lors de la solidification, abaissant localement la température M_s [59]. Yadollahi et al. [65] ont également remarqué que l'austénite résiduelle se forme principalement aux joints de grains, où l'arrangement atomique est plus irrégulier et où la martensite ne peut plus croître. Ainsi, la faible taille des grains, liée au refroidissement rapide du bain, provoquerait une importante densité de joints de grain, et donc une forte fraction d'austénite résiduelle dans les pièces LPBF.

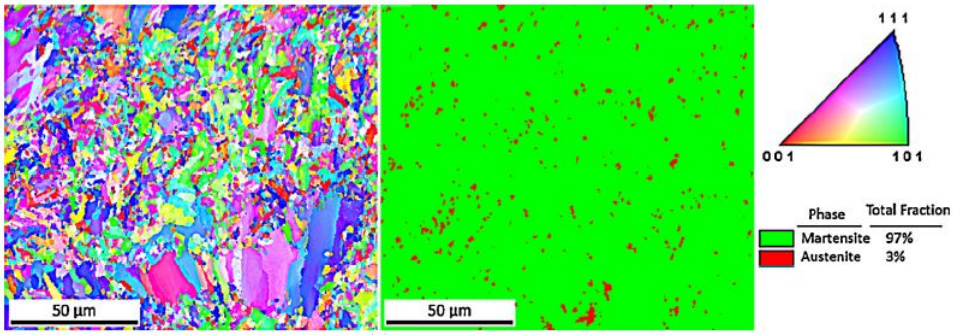


FIGURE 1.9 – Cartographies EBSD du 17-4PH obtenue par Yadollahi et al. [65] : à gauche : carte IPF ; à droite : carte des différentes phases

L'acier maraging 18Ni300 après fusion forme une fine structure cellulaire/dendritique et présente une croissance épitaxiale à partir du fond des bains de fusion (selon l'axe de fabrication) des grains solidifiés (voir Figure 1.10) [29][66][67]. Comme le 17-4PH, le 18Ni300 contient souvent de l'austénite résiduelle après fusion (voir Tableau 1.2) [49], alors qu'à l'état conventionnel, celui-ci est entièrement martensitique [66]. La présence de cette austénite résiduelle est liée à une microségrégation des éléments d'alliage vers les zones interdendritiques lors de la solidification qui entraine une baisse locale de la température M_s (voir Figure 1.11). Ainsi, le 18Ni300 peut contenir entre 6 et 11% d'austénite résiduelle après impression, selon les paramètres d'impression utilisés [59].

Le maraging CX est également composé de martensite et d'austénite résiduelle après impression, bien qu'en quantité plus faible [68][69]. Yan et al. ont quantifié le taux d'austénite à 0,3% (voir Tableau 1.2). Dans l'étude d'Asgari et al. [68], la fraction d'austénite présente dans l'acier semble plus importante que dans l'étude précédente. Des images MEB à fort grossissement (Figure 1.12. b. et c.) mettent en évidence, selon les auteurs, les colonies des grains austénitiques initiaux et des lattes de martensite aléatoirement orientées. L'orientation préférentielle des grains est celle du sens de fabrication (Figure 1.12) en raison du gradient de température plus important dans cette direction. La longueur des lattes est de quelques microns [68]. Le CX se trouvant uniquement sous forme de poudre, aucune comparaison n'a été trouvée dans la littérature entre du CX imprimé et du CX conventionnel.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

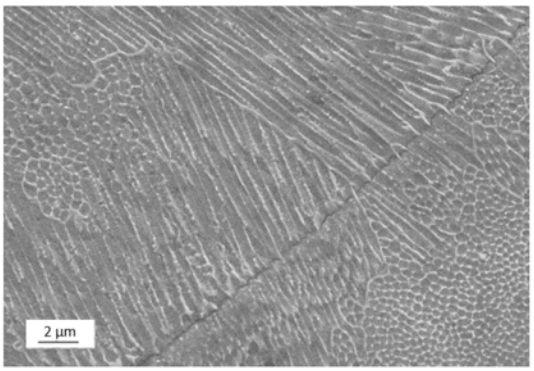


FIGURE 1.10 – Observation MEB des cellules de solidification et de la croissance épitaxiale au niveau du fond d'un bain de fusion [67]

Tableau 1.2 – Taux d'austénite résiduelle dans les aciers maraging imprimés par LPBF

	Acier	État	E_d (J/mm^3)	Austénite résiduelle γ (%)	Source
Maraging	17-4PH	LPBF Détentionnement 600°C 2h		72	[60]
		LPBF Brut de fusion	106,6	3 - 7	[65]
		LPBF Brut de fusion	54,9	36	[63]
	18Ni300	LPBF Brut de fusion		5,8	[29]
		LPBF Brut de fusion		10,3	[70]
	CX	LPBF Brut de fusion	81,8	0,3	[69]

1.1.1.3 Synthèse sur les microstructures obtenues après impression

Il ressort de la littérature que les microstructures des aciers martensitiques après impression LPBF sont généralement composées de martensite et d'austénite résiduelle. Les grains sont la plupart du temps fins et colonnaires, orientés suivant l'axe de fabrication. De la ségrégation a été observée dans les aciers martensitiques Fe-C et dans les maraging. Cette ségrégation entraine des baisses locales de la température M_s et favorise la présence d'austénite résiduelle. La faible taille des grains d'austénite initiaux peut également être favorable à la présence d'austénite résiduelle, en s'opposant à la transformation martensitique. Il a été montré qu'une réversion de l'austénite peut avoir lieu lors du revenu des couches inférieures par la fusion des couches supérieures par un enrichissement local en carbone. Il a également été montré que l'azote, élément fortement gammagène, peut augmenter la fraction d'austénite résiduelle après impression.

Le Tableau 1.3 récapitule les fractions d'austénite mesurées dans les différents aciers après impression. Quand il était possible de calculer la densité d'énergie utilisée, cela a été fait. On

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

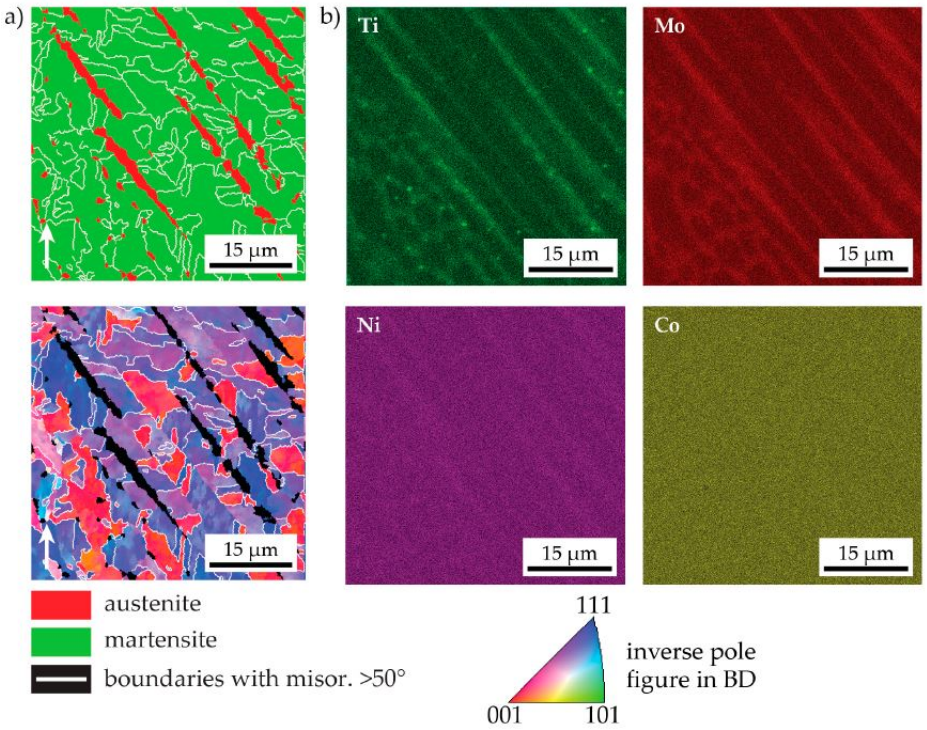


FIGURE 1.11 – Cartes EBSD et EDX de la microstructure du 18Ni300 après impression LPBF [66] : a) Carte EBSD des phases présentes (en haut) et carte IPF (en bas) ; b) Cartes EDX représentant la répartition du titane, du molybdène, du nickel et du cobalt.

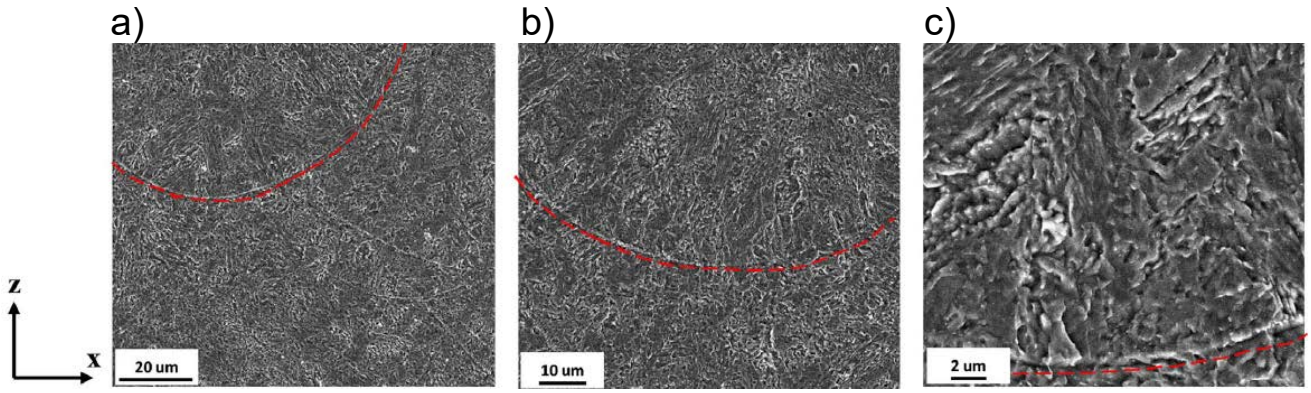


FIGURE 1.12 – Observation MEB de la microstructure du CX brut de fusion par Asgari et al. [68]. L'axe Z représente le sens de fabrication et les pointillés rouges le fond d'un bain de fusion.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1.3 – Taux d'austénite résiduelle dans les aciers martensitiques imprimés par LPBF

	Acier	État	E_d (J/mm^3)	Austénite résiduelle γ (%)	Source
Maraging	17-4PH	LPBF Détentionnement 600°C 2h		72	[60]
		LPBF Brut de fusion	106,6	3 - 7	[65]
		LPBF Brut de fusion	54,9	36	[63]
	18Ni300	LPBF Brut de fusion		5,8	[29]
		LPBF Brut de fusion		10,3	[70]
	CX	LPBF Brut de fusion	81,8	0,3	[69]
Martensitique Fe-C Non-inoxydable	H13	Conventionnel Trempe + Revenu		12	[30]
		Brut de fusion	93,7	9	[23]
		Brut de fusion Préchauffage du plateau de fabrication à 200°C		15	
Martensitique Fe-C Inoxydable	AISI 420	LPBF Brut de fusion	63	$\approx 20 \pm 10$	[53]
		LPBF Brut de fusion	139,3	10	[54]
		LPBF Brut de fusion (double exposition au faisceau laser)	104,2	21 - 57	[55]
	X15TN	LPBF Brut de fusion		≈ 100	[5]

peut constater qu'entre différentes études d'un même acier, la fraction d'austénite détectée peut fortement varier. Il n'est cependant pas possible de faire apparaître de corrélations entre la densité d'énergie utilisée et la fraction d'austénite.

On peut également constater que les aciers martensitiques inoxydables ont en moyenne plus d'austénite résiduelle après fusion que les martensitiques Fe-C non-inoxydables. L'austénite étant plus ductile que la martensite, cela pourrait expliquer pourquoi l'impression des aciers inoxydables est généralement moins problématique (pas de préchauffe du plateau, et pas de fissuration de petits échantillons).

1.1.2 Les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont un problème majeur de l'impression LPBF, car elles peuvent avoir des effets délétères sur les pièces (fissuration, délamination, etc.). Après un bref rappel sur

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

les différents types de contraintes résiduelles, nous aborderons les mécanismes qui aboutissent à leur apparition lors de l'impression, leur répartition et leurs effets.

1.1.2.1 Définition générale

Les contraintes résiduelles sont les contraintes présentes dans la matière quand celle-ci n'est pas soumise à des chargements extérieurs. Elles peuvent être réparties en trois catégories (Figure 1.13) [22][71] :

- Les contraintes de type I, σ_I : il s'agit des contraintes macroscopiques, qui se produisent à l'échelle de plusieurs grains. Elles peuvent provenir, par exemple, d'un gradient de température important, lors d'une opération de soudage ou d'un traitement thermique. Elles sont responsables des variations dimensionnelles et des déformations importantes du matériau ;
- Les contraintes de type II, σ_{II} : il s'agit des contraintes intergranulaires, qui sont quasiment toujours présentes dans les matériaux polycristallins en raison des différentes propriétés élastiques et thermiques des grains ; et se produisent lors de la formation de différentes phases dans le matériau.
- Les contraintes de type III, σ_{III} : il s'agit des contraintes à l'échelle atomique, qui sont liées à la cohérence aux interfaces (joint de grain, précipité/matrice) et aux champs de contraintes des dislocations.

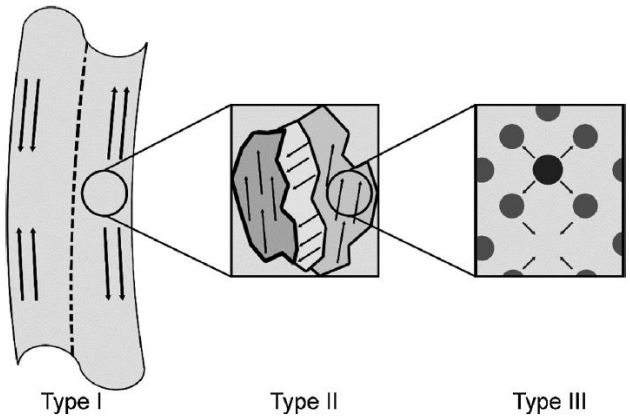


FIGURE 1.13 – Les différents types de contraintes résiduelles en fonction de leur taille caractéristique [72] : les contraintes de type I sont les contraintes macroscopiques, les contraintes de type II sont les contraintes intergranulaires, et les contraintes de type III sont les contraintes à l'échelle atomique.

On se focalisera ici sur les contraintes résiduelles de type I car celles-ci ont un impact direct sur la résistance à la fatigue et les propriétés mécaniques [72]. Elles peuvent également entraîner des déformations de la pièce pendant ou après son impression [72]. De plus, il est possible de les influencer en modifiant les paramètres d'impression [72]. Quant aux contraintes de type II et III, celles-ci sont presque toujours présentes dans les matériaux polycristallins et sont plus difficiles à mesurer [71].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1.1.2.2 Apparition des contraintes résiduelles lors de l'impression

Deux mécanismes sont responsables de l'apparition des contraintes résiduelles de type I lors de l'impression LPBF : le mécanisme du gradient thermique TGM (*Temperature Gradient Mechanism*) et le refroidissement des couches supérieures fondues [73][74][75]. Compte tenu de la complexité de ces phénomènes, le problème est simplifié en supposant que chaque couche d'une pièce est fusionnée instantanément [72] (Figure 1.14) :

TGM - Dans un premier temps, quand une nouvelle couche de matière est ajoutée et chauffée à une température bien supérieure à celle des couches déjà existantes, la nouvelle couche de matière va se dilater, mais sera limitée par les couches inférieures beaucoup plus froides, entrainant la formation de contraintes de compression dans la nouvelle couche et de traction dans les couches du dessous (Figure 1.14.a). Plus le gradient de température sera important est plus le niveau de contrainte augmente [76].

Refroidissement des couches supérieures fondues - Dans un deuxième temps, lorsque la source de chaleur est supprimée, la nouvelle couche se refroidit rapidement et se contracte tout en étant empêchée par les couches inférieures, provoquant l'apparition de contraintes de traction dans les couches du dessus et de compression dans la nouvelle couche (Figure 1.14.b).

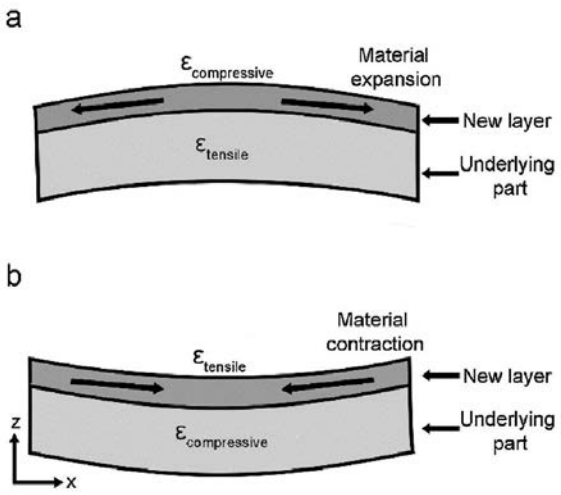


FIGURE 1.14 – Schéma simplifié des mécanismes provoquant l'apparition de contraintes résiduelles lors de l'impression de pièces par LPBF [72] : a) lors de la fusion et de l'expansion thermique de la nouvelle couche et b) lors du refroidissement et de la contraction de la nouvelle couche. Les flèches noires représentent la dilatation ou la contraction de la dernière couche, et non les contraintes résiduelles, qui sont de signe inverse.

L'apparition de contraintes résiduelles est en réalité plus complexe et plusieurs paramètres sont à prendre en compte. En effet, les couches ne sont pas fusionnées instantanément, et donc, au sein d'une couche, l'impression d'un cordon est influencée par l'impression des cordons adjacents. La stratégie d'impression a donc un impact sur l'intensité des contraintes résiduelles, comme le montre Van Belle dans sa thèse [22] ainsi que Mugwagwa et al. [77].

Les propriétés du matériau imprimé ont également un impact sur l'intensité des contraintes résiduelles (Figure 1.15). Concernant les propriétés thermiques de diffusivité et de conductivité, leur augmentation a pour effet de réduire l'intensité des contraintes résiduelles en réduisant l'intensité du gradient thermique par diffusion de la chaleur (Figures 1.15.a et b.). Les aciers avec

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

d'importantes limites d'élasticité et contraintes à la rupture semblent développer des niveaux de contraintes résiduelles plus importantes (Figures 1.15.c et d.).

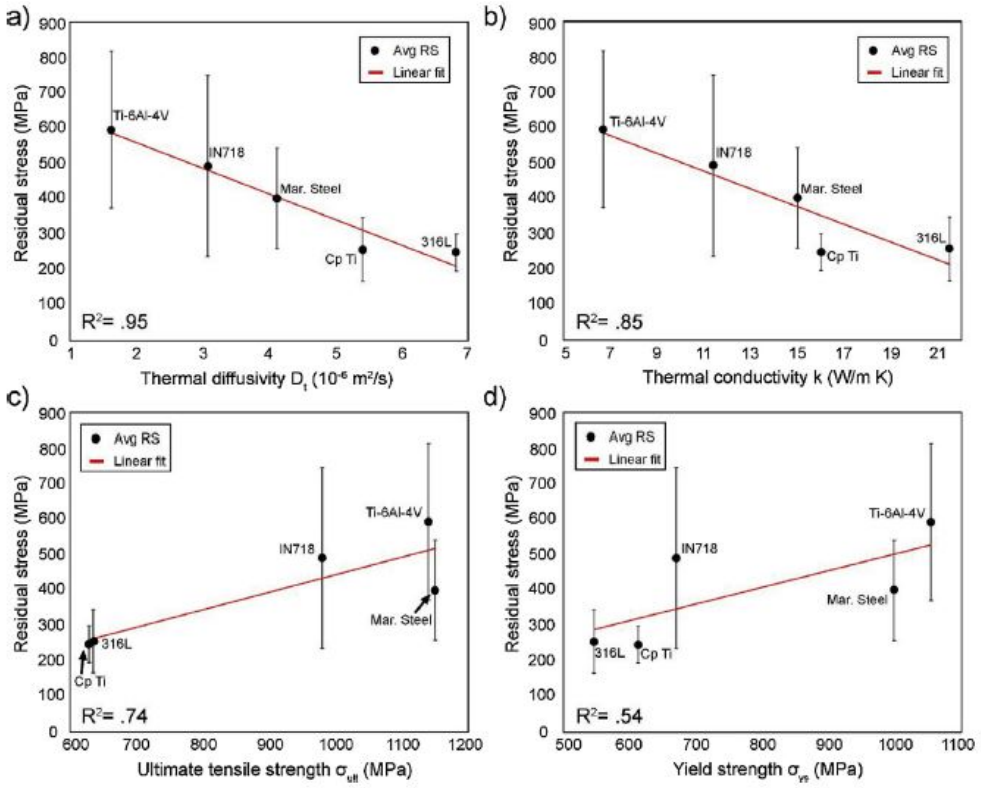


FIGURE 1.15 – Valeurs moyennes des contraintes résiduelles maximales après impression LPBF au regard des propriétés des matériaux [72] : a) En fonction de la diffusivité thermique ; b) En fonction de la conductivité thermique ; c) En fonction de la contrainte à la rupture ; d) En fonction de la limite d'élasticité.

Des études ont montré de manière expérimentale [78][79] (Figure 1.16) et numérique [22][80] que chauffer le plateau de fabrication lors de l'impression permet de réduire les contraintes résiduelles par réduction du gradient de température et par la réduction de la limite d'élasticité du matériau [81] (Figure 1.15).

Les paramètres d'impression (puissance du laser, vitesse de balayage, température du plateau de fabrication, etc.) ont également un impact sur la formation des contraintes résiduelles. Quand ceux-ci permettent d'abaisser le gradient de température, l'intensité des contraintes baisse.

Plusieurs études ont montré que diminuer la vitesse de balayage réduit la vitesse de refroidissement ainsi que le gradient de température, abaissant donc les contraintes résiduelles [81][82][83]. Une augmentation de la puissance du laser aurait également pour effet de réduire les contraintes résiduelles, bien qu'il soit difficile de dissocier son impact de celui de la vitesse de balayage [81][82][83][84].

Concernant l'épaisseur de couche, la plupart des études montrent que son augmentation tend à réduire les contraintes résiduelles, en abaissant le gradient de température et en abaissant la vitesse de refroidissement, car l'apport d'énergie est augmenté pour compenser l'épaisseur plus importante [82][85][86]. Néanmoins des résultats contradictoires existent : Vrancken [81] a étudié

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

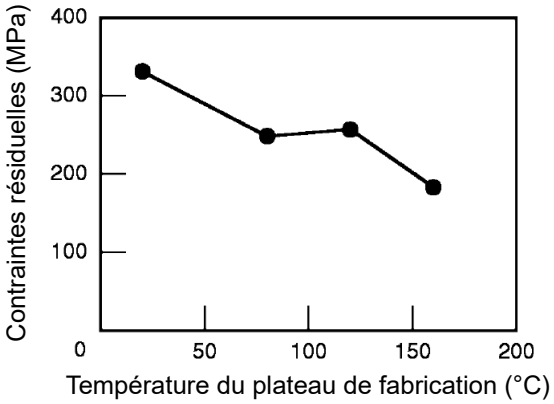


FIGURE 1.16 – Intensité des contraintes résiduelles dans la dernière couche après impression d'un acier JIS SCM440 (42CD4) en fonction de la température du plateau de fabrication [79]

l'impact de l'épaisseur de couche sur l'intensité des contraintes résiduelles dans des échantillons en Ti6Al4V, et a constaté une augmentation des contraintes résiduelles quand l'épaisseur de couches passe de 30 μm à 90 μm, mais les contraintes baissent quand l'épaisseur de couche passe de 90 μm à 120 μm.

La transformation martensitique des aciers Fe-C peut également générer des contraintes résiduelles, car celle-ci s'accompagne d'une augmentation du volume pouvant aller jusqu'à +4% [72].

1.1.2.3 Répartition des contraintes résiduelles

La plupart des études montre que les contraintes résiduelles après impression LPBF sont souvent de traction en surface et de compression à cœur [81][84][87][88][89][90], comme illustré sur les Figures 1.17.a. et b. Mercelis et al. [75] ont remarqué que l'ajout de nouvelles couches augmente graduellement l'intensité des contraintes résiduelles (Figures 1.17.c. et 1.18).

Van Belle et al. [86] ont mis en évidence par simulation que les contraintes les plus importantes se trouvent dans les dernières couches imprimées et à la jonction entre le plateau de fabrication et la pièce, aux angles de cette dernière (Figure 1.19).

1.1.2.4 Impact des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles ont un impact délétère sur les pièces issues de l'impression LPBF. Celles-ci étant souvent de traction en surface, elles peuvent faciliter l'amorçage de fissures, provoquer la rupture lors de l'impression [25] et réduire la résistance à la fatigue (Figure 1.20.a.) [72][92]. Elles peuvent également provoquer une distorsion de la pièce après son retrait du plateau de fabrication (Figure 1.20.b.), et sa déformation plastique durant l'impression si la contrainte est supérieure à la limite d'élasticité (Figure 1.20.c.).

1.1.2.5 Synthèse sur les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont une conséquence néfaste majeure de l'impression LPBF. Celles-ci résultent des forts gradients thermiques, des importantes vitesses de refroidissement et des transformations de phase. Afin de réduire leur intensité, il est nécessaire de réduire le gradient thermique et la vitesse de refroidissement. Pour cela, il est possible d'augmenter la

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

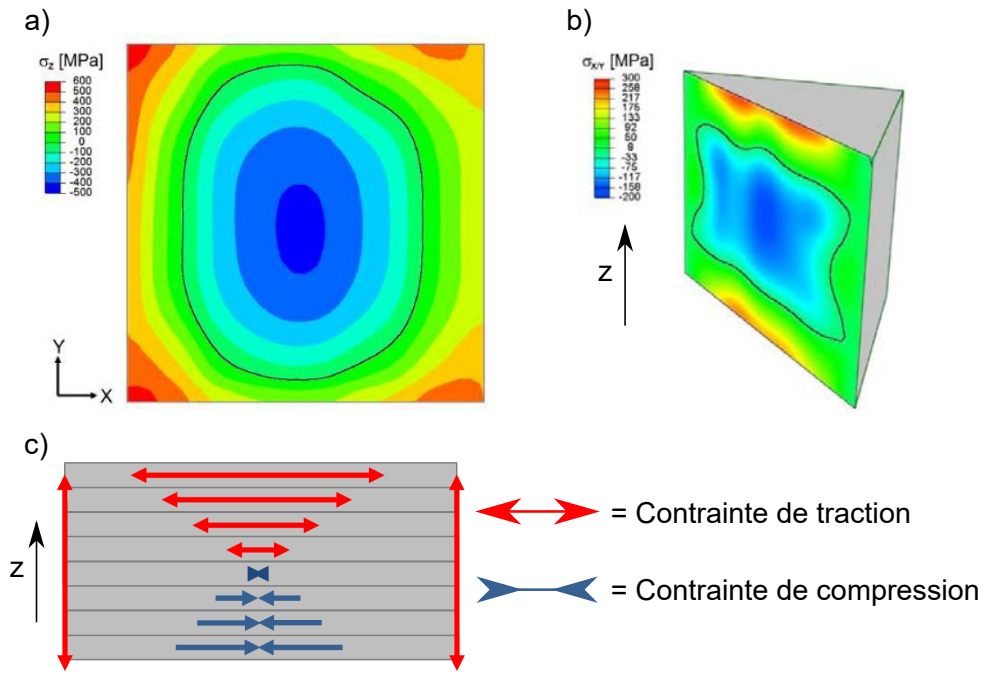


FIGURE 1.17 – Répartition des contraintes résiduelles après impression LPBF du Ti6Al4V (l'axe Z représente le sens de fabrication et la ligne noire la démarcation entre la zone en tension et la zone en compression) : a) Carte de contrainte verticale dans l'interface entre le plateau de fabrication et la pièce (dimensions 15×15 mm^2) [81] ; b) Vue isométrique de la contrainte horizontale dans la diagonale de la pièce [81] ; c) Contrainte de traction horizontale sur la surface supérieure induisant une compression horizontale en dessous et un moment fléchissant de la pièce induisant des contraintes de traction verticales en surface. Chaque nouvelle couche accroit les contraintes verticales (car cela augmente le moment fléchissant) [91].

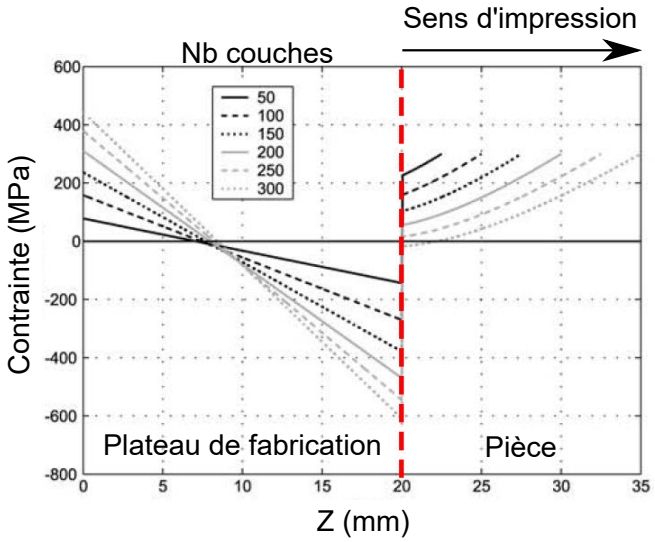


FIGURE 1.18 – Intensité des contraintes résiduelles dans un échantillon en 316L en fonction du nombre de couches imprimées [75]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

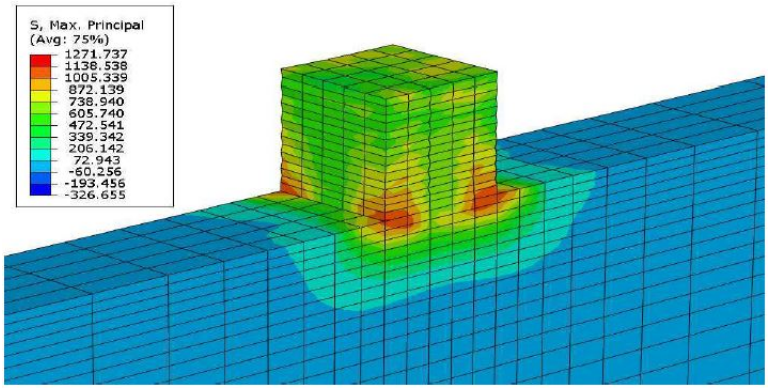


FIGURE 1.19 – Contraintes de von Mises déterminées par simulation numérique [86]. Les contraintes les plus importantes se trouvent à la jonction entre le plateau de fabrication et la pièce imprimée, et plus particulièrement aux angles de la pièce.

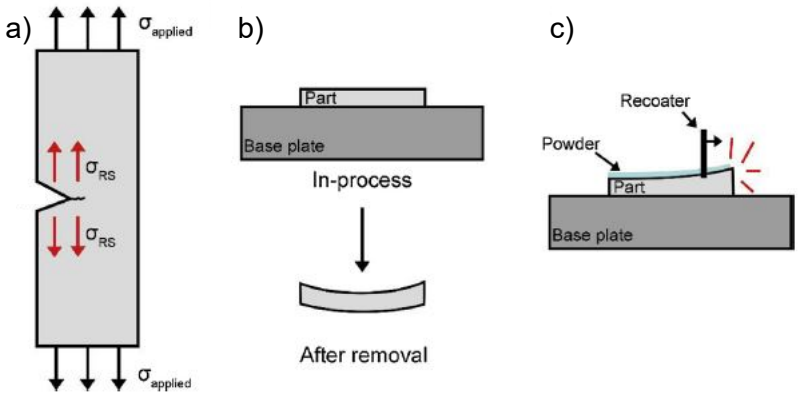


FIGURE 1.20 – Effets des contraintes résiduelles sur les pièces imprimées par LPBF : a) Réduction de la tenue en fatigue en raison des contraintes résiduelles de traction en surface s'additionnant aux contraintes appliquées ; b) Flexion/distorsion de la pièce après avoir été désolidarisée du plateau de fabrication ; c) Contact du racleur avec la pièce en cours d'impression si celle-ci se déforme [72].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

température du plateau de fabrication, de réduire la vitesse de balayage du faisceau laser, d'augmenter la puissance du laser et d'augmenter l'épaisseur de couche. Généralement les contraintes sont de traction en surface et de compression à cœur. Cette répartition des contraintes provoque un moment fléchissant dans les pièces qui auront alors tendance à fléchir après avoir été retirées du plateau de fabrication. Si les contraintes sont supérieures à la limite d'élasticité, le matériau peut se déformer plastiquement. Celles-ci peuvent également entrainer l'amorçage de fissures dans les pièces.

1.1.3 Défauts structurels

Les défauts structurels sont, comme les contraintes résiduelles, inhérents à l'impression LPBF. Ils peuvent être divisés en 3 catégories : les pores, la rugosité de surface et les fissurations à chaud.

1.1.3.1 Densités relatives et formation de pores

Deux catégories de pores existent : les inclusions de gaz et les manques de fusion. L'impact de la densité d'énergie sur la densité relative des pièces est bien documenté [23][32][93][94] : les manques de fusion "*lack-of-fusion*" apparaissent pour de faibles densités d'énergie, alors que les inclusions de gaz de type "*keyhole*" (définies ci-dessous) apparaissent pour d'importantes densités d'énergie (Figures 1.21, 1.22 et 1.23). Les mécanismes de formation de ces défauts sont précisés dans ce qui suit.

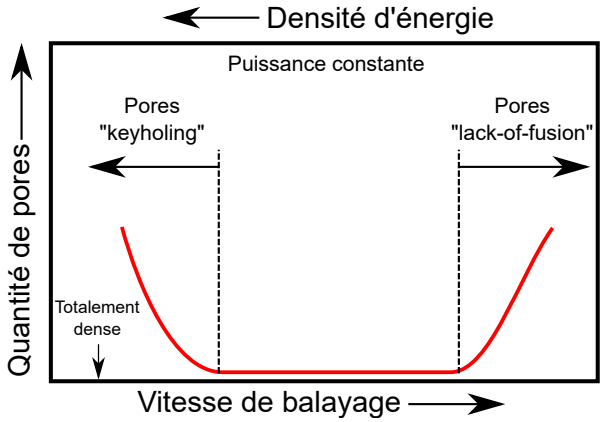


FIGURE 1.21 – Quantité et type de pores en fonction de la densité d'énergie. Les pores lack-of-fusion apparaissent pour de faibles densités d'énergie, alors que les pores "key-holing" apparaissent pour des densités d'énergie élevées [93].

Les inclusions de gaz

Les inclusions de gaz peuvent résulter de plusieurs phénomènes. Premièrement, si la densité du lit de poudres est faible, le gaz présent entre les poudres peut se diluer dans le bain de fusion. En raison de la vitesse de refroidissement et de la solidification extrêmement rapide du bain, il est possible que le gaz ne parvienne pas à la surface avant la solidification [26]. De la même manière, si les poudres contiennent initialement des bulles de gaz, celles-ci peuvent ne pas avoir le temps de remonter à la surface [26].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

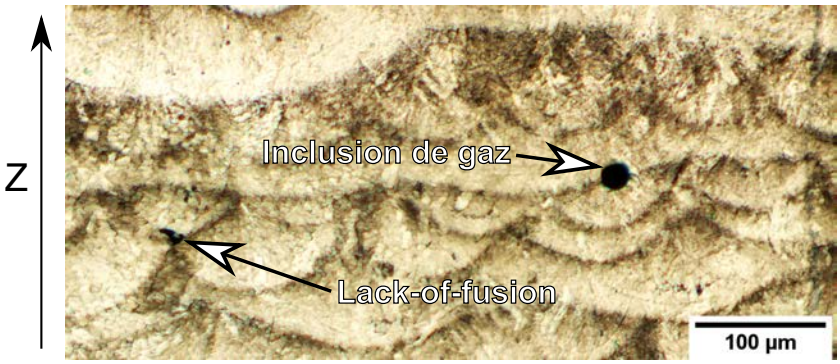


FIGURE 1.22 – Observation en microscopie optique d'un pore lack-of-fusion et d'une inclusion de gaz dans un échantillon d'acier H13 imprimé avec une densité d'énergie de 60 J/mm^3. La présence concomitante de manques de fusion et d'inclusions de gaz suggère que ces dernières ne découlent pas d'un "*keyhole*" mais d'une faible densité du lit de poudres ou de la présence initiale de pores dans les poudres. Observation faite dans le cadre de cette thèse. Les cordons ont été révélés grâce à une attaque chimique au réactif de Fry A. Z représente le sens de fabrication.

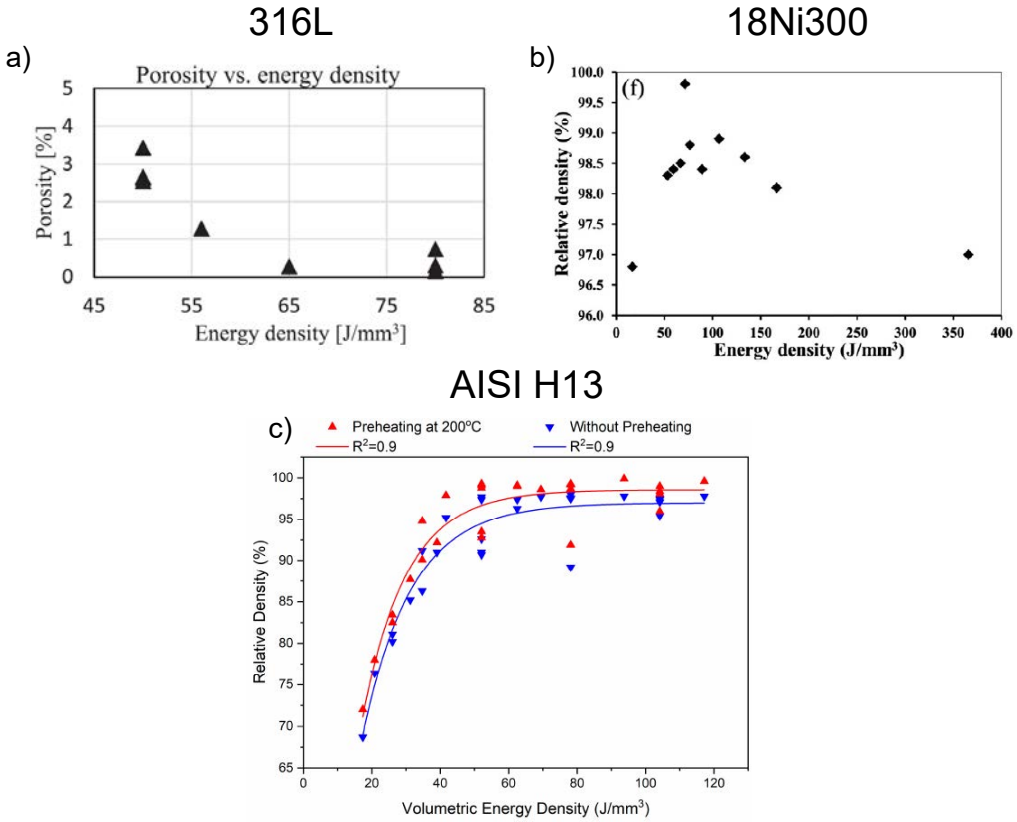


FIGURE 1.23 – Influence de la densité d'énergie sur les densités relatives de différents aciers : a) La densité relative du 316L devient supérieure à 99% pour une densité d'énergie supérieure à 65 J/mm^3 [94] ; b) La densité relative du 18Ni300 croît pour des densités d'énergies inférieures à $\approx$ 100 J/mm^3 par réduction des pores liés à des manques de fusion et décroît pour des densités d'énergies inférieures à $\approx$ 100 J/mm^3 par augmentation des inclusions de gaz [32] ; c) La densité relative du H13 augmente entre $\approx$ 20 et 60 J/mm^3 puis de stabilise. Un préchauffage du plateau de fabrication augmente la densité relative car l'énergie nécessaire à fournir pour fondre les poudres est plus faible [23].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Quand la densité d'énergie apportée à la poudre est trop importante, celle-ci peut provoquer un « keyhole » (c'est-à-dire une cavité de vapeur dans le bain de fusion) schématiquement représenté sur la Figure 1.24. Si les gaz dans la cavité ainsi créée ne parviennent pas à remonter au-dessus de la surface du bain de fusion, ceux-ci forment des inclusions de gaz dans la pièce [95]. Ce type de défaut peut être mis en évidence in situ par radiographie sous rayonnement synchrotron, comme l'illustre la Figure 1.25 lors de la fusion de poudres d'acier maraging 18Ni300.

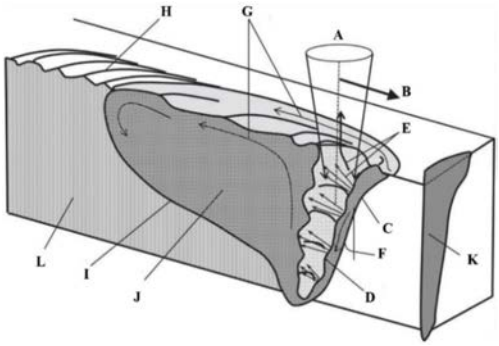


FIGURE 1.24 – Schéma représentant un keyhole en vue de coupe, d'après [96]. A : Faisceau laser ; B : Direction du soudage ; C : Front avant le keyhole ; D : Bosses du front avant ; E : Jet de vapeur ; F : Inclinaison du front avant ; G : Déplacements convectifs du bain ; H : Structure en chevrons ; I : Front de solidification ; J : Bain de fusion ; K : Projection d'une moitié du profil du keyhole ; L : Matériau resolidifié.

Les inclusions de gaz (comme celle visible sur la Figure 1.22) peuvent être source de concentrations de contraintes dans la matière. Néanmoins, leur coefficient de concentration de contraintes est généralement faible ($K_t \approx 2$) en raison de leur bonne sphéricité [97].

Les manques de fusion

Les manques de fusion, également nommés pores LOF (pour *Lack-Of-Fusion*) apparaissent quand la densité d'énergie est trop faible et que la profondeur et la largeur du bain de fusion ne permettent pas de fusionner l'intégralité de la couche de poudres (Figure 1.26).

Tout comme les inclusions de gaz, les manques de fusion entrainent la formation de concentrations de contraintes. Cependant, les manques de fusion sont bien plus nocifs en raison de leur forme allongée et de leur anisotropie de forme (comme le montre la Figure 1.22), provoquant des concentrations de contraintes plus importantes que les inclusions de gaz (Figure 1.27). De plus, en impression LPBF, les manques de fusion sont en général de tailles plus importantes (parfois supérieures à 200 μm) que les inclusions de gaz (généralement inférieures à 50 - 100 μm) [92].

1.1.3.2 La fissuration à chaud

De manière générale, la fissuration à chaud résulte de l'association entre des phases à bas point de fusion, des contraintes causées par la réduction de volume lors de la solidification, ainsi que par le retrait du bain de fusion lors de son refroidissement [25]. Ces fissures apparaissent dans des zones interdendritiques et sont orientées selon le sens d'impression (Figure 1.28.a.). Elles sont ainsi identifiables par la présence de dendrites à leurs surfaces (voir Figure 1.29) [25][99][100].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

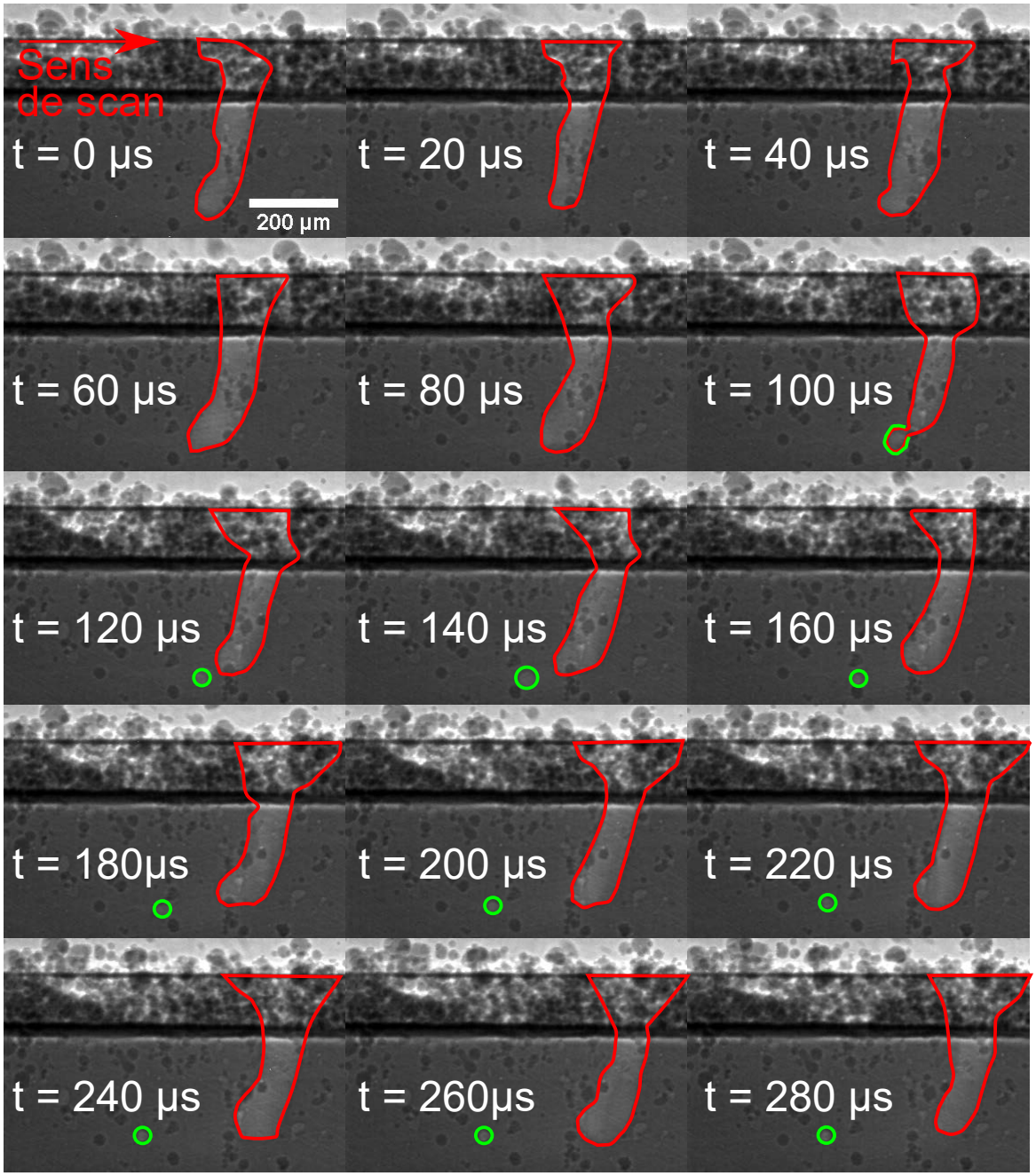


FIGURE 1.25 – Formation d'une inclusion de gaz lors de la fusion de poudres de 18Ni300 suite à un "keyholing". La cavité de vapeur est mise en évidence en rouge et l'inclusion de gaz en vert. Merci au Professeur Anthony Rollett et à Joseph Pauza d'avoir partagé cette radiographie synchrotron.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

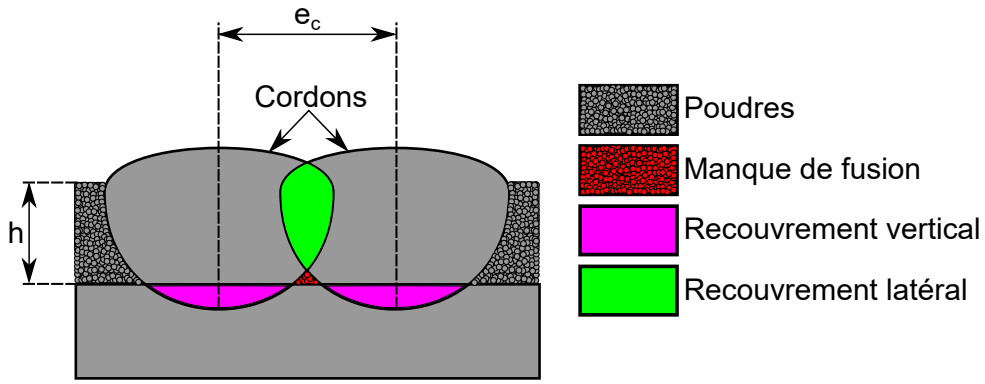


FIGURE 1.26 – Schématisation du manque de fusion et des recouvrements (d'après [98]). L'augmentation de la densité d'énergie réduit la formation de pores "lack-of-fusion".

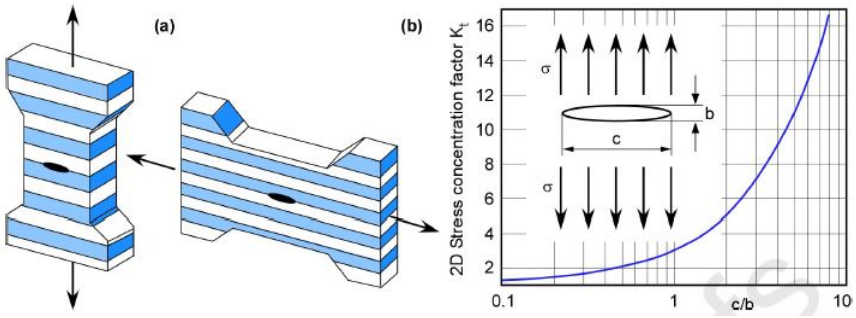


FIGURE 1.27 – Concentration de contraintes autour d'un défaut allongé entre deux couches d'impression. a) Représentation schématique de l'orientation du défaut par rapport au sens d'impression (les couches sont représentées par les rayures blanches et bleues) et du sens de sollicitation (flèches noires) ; b) Coefficient de concentration de contraintes pour un pore elliptique en fonction de ses dimensions b et c. [92]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

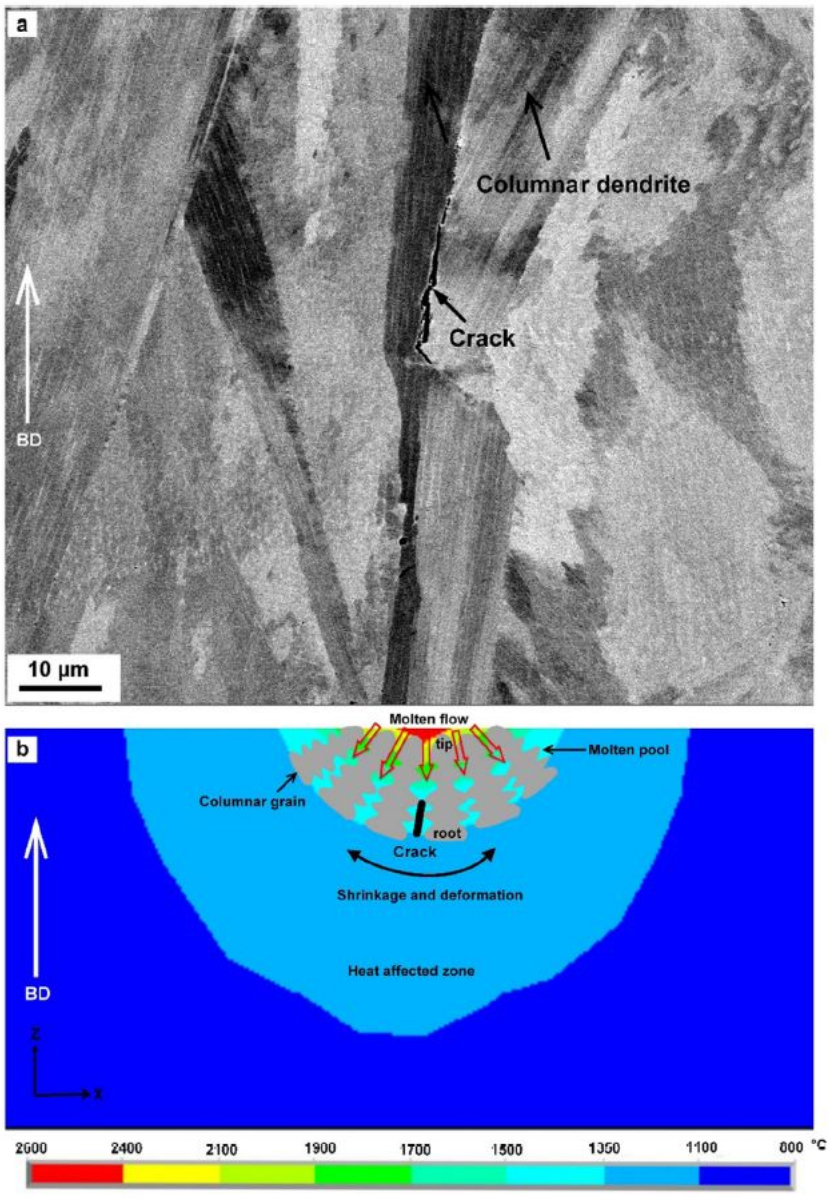


FIGURE 1.28 – Mécanisme de la fissuration à chaud : a) Observation d'une fissure se situant dans une zone interdendritique orientée selon l'axe de construction dans un alliage de base nickel Hastelloy X après impression LPBF ; b) Représentation schématique du mécanisme de formation des fissures [101]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

La Figure 1.28.b. illustre schématiquement le mécanisme de formation d'une fissure à chaud. Celle-ci apparait lorsqu'une chute de la pression du liquide interdendritique se produit à la base des dendrites. Cette chute de la pression résulte d'une alimentation insuffisante en liquide pour compenser la réduction du volume et le retrait du bain de fusion lors de son refroidissement [101].

Bien que la plupart du temps étudié dans les alliages de base nickel [100][101][102][103][104], ce type de fissure a également été observé par Platl et al. [25] dans un acier à outil pour travail à froid après impression LPBF (Figure 1.29). Selon cette dernière étude, la fissuration à chaud serait le mode de fissuration prédominant dans leur acier, quelle que soit la densité d'énergie utilisée. Néanmoins, aucune corrélation entre la densité d'énergie utilisée et la formation des fissures à chaud n'est proposée. Ces dernières sont orientées suivant le sens d'impression [25]. Pour éviter la formation de telles fissures, les auteurs suggèrent de chauffer le plateau de fabrication afin de réduire l'intensité du gradient de température, et de réduire la concentration en éléments comme le soufre et le phosphore qui, par microségrégation, forment des phases à bas point de fusion et des films liquides le long des joints de grains [25][96]. Leurs teneurs dans l'acier étudié par Platl et al. [25] sont de 0,011 wt.% pour le soufre et 0,019 wt.% pour le phosphore.

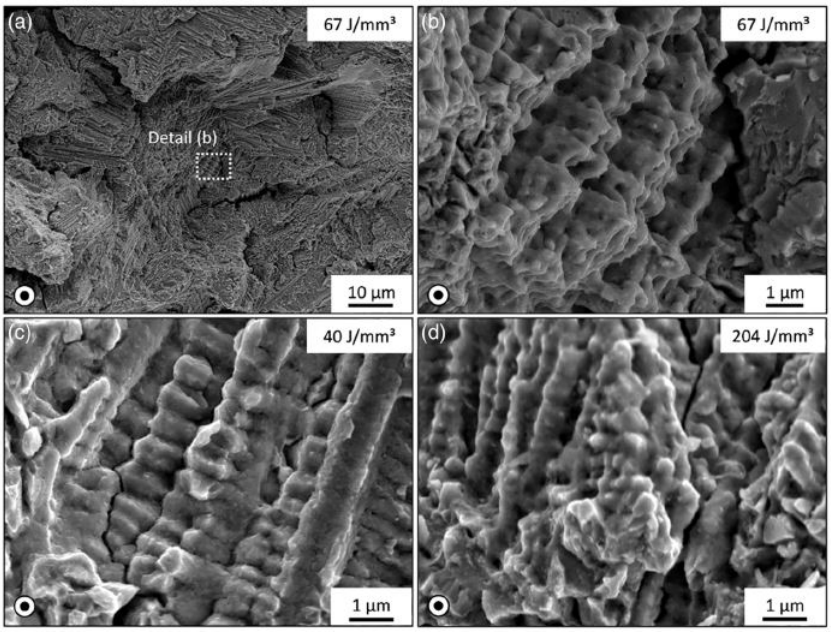


FIGURE 1.29 – Observation de structures dendritiques dans une fissure à chaud à différents niveaux de grossissement dans un acier à outils pour travail à froid obtenu par LPBF (désignation non communiquée dans l'article) [25]. Les densités d'énergie (en J/mm^3) sont présentées pour chaque image.

La fissuration à chaud introduit donc des défauts de forme anisotrope orientés suivant le sens de fabrication. On peut s'attendre à ce que ces défauts, comme les manques de fusion, provoquent une anisotropie des propriétés mécaniques (Figure 1.27).

1.1.3.3 Les défauts de surface

La rugosité de surface après impression est principalement liée à l'empilement des couches, à la distribution de taille des poudres, et à la présence de poudres partiellement fondues en surface [24][105][106][107][108] (Figure 1.30). Celle-ci est généralement caractérisée à l'aide de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

profilomètre [109] ou de microscope confocal [23][110]. Dans ce cas, les valeurs typiques de rugosité R_a, qui désignent les moyennes arithmétiques des hauteurs des crêtes par rapport aux lignes moyennes, sont comprises entre environ 10 et 25 μm, ce qui est bien supérieur à celles obtenues après usinage conventionnel (entre environ 3,2 et 0,2 μm [111]).

Les techniques de caractérisation de surface classiques (profilomètre, microscope confocal), ne permettent cependant pas de caractériser finement l'intégrité des surfaces des pièces imprimées car elles ne permettent pas de distinguer les défauts se trouvant sous la surface (cavités et surfaces cachées par des poudres partiellement fusionnées). Pour pallier à ce problème, la tomographie aux rayons X peut être utilisée (Figure 1.30)[112][113][114].

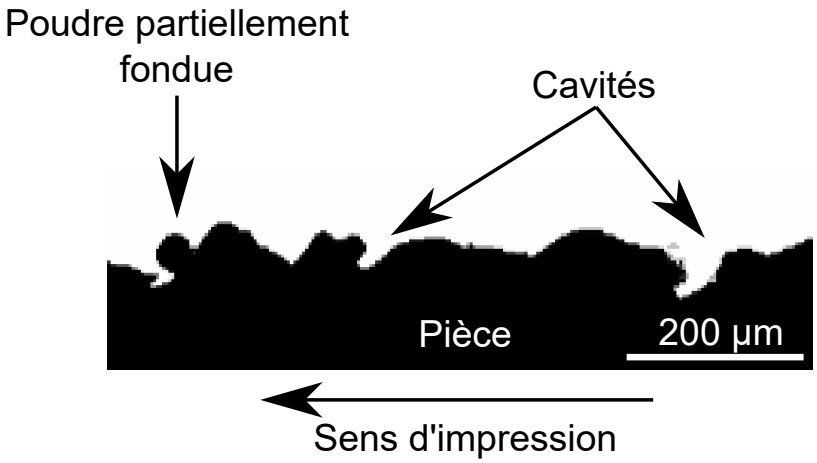


FIGURE 1.30 – Exemple de surface brute de fusion de l'acier CX obtenu par tomographie aux rayons X dans le cadre de cette thèse. La taille de pixel est de 3 μm. La tomographie aux rayons X permet de visualiser des surfaces indétectables au profilomètre ou au microscope confocal.

Comme les pores et les fissures à chaud, une forte rugosité peut provoquer des concentrations de contrainte dans les pièces et donc l'amorçage de fissures, notamment en fatigue. Des traitements de surface sont souvent nécessaires pour diminuer la rugosité et ainsi réduire les risques d'amorçage [92][115].

1.1.3.4 Synthèse sur les défauts structurels

Les défauts structurels peuvent entrainer des concentrations de contraintes dans les pièces et engendrer des ruptures prématurées et/ou l'amorçage de fissures en fatigue. Trois types de défauts ont été identifiés : les pores, les fissures à chaud et la rugosité. Concernant les pores, leur formation dépend fortement de la densité d'énergie utilisée lors de l'impression : une énergie trop élevée provoquera l'apparition de cavités de vapeurs et le gaz formé peut être piégé lors de la solidification du bain de fusion ; une densité trop faible conduira à l'apparition de manque de fusion en raison d'une fusion incomplète des poudres. Une mauvaise densité du lit de poudre ainsi que la présence de pores au sein des poudres peuvent également être responsables de la présence d'inclusions de gaz si celui-ci n'a pas le temps de remonter à la surface du bain de fusion lors de sa solidification. Concernant les fissures à chaud, celles-ci résultent de la présence de phases à bas point de fusion et du retrait du bain lors de son refroidissement. Elles apparaissent quelle que soit la densité d'énergie utilisée. Un préchauffage du plateau de fabrication peut empêcher leur formation, mais aussi la suppression d'éléments tels que le soufre ou le phosphore dans le cas

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

des aciers. Enfin, la forte rugosité est directement liée à l'empilement de couches et à la présence de poudres partiellement fondues en surface. Il est nécessaire de procéder à des traitements de surface pour réduire les risques d'amorçage à partir de ces défauts.

1.1.4 Dureté des aciers après impression LPBF

Comme vu précédemment (Section 1.1.1), le procédé d'impression LPBF engendre généralement des microstructrures anisotropes, orientées suivant le sens d'impression, dont les tailles caractéristiques sont plus faibles que dans les pièces issues de procédés conventionnels. Ces microstructures atypiques ont un impact très important sur les propriétés mécaniques des pièces imprimées.

Dans ce premier chapitre, on se focalisera sur la dureté des aciers martensitiques après impression car d'une part, ce paramètre est un élément clé du cahier des charges définit précédemment (Tableau 3), et d'autre part, parce qu'il est connu qu'une importante dureté est souvent signe d'une mauvaise soudabilité/imprimabilité du matériau [25][116]. Pour l'influence de la fabrication LPBF sur les propriétés mécaniques telles que la limite élastique, la contrainte à rupture ou l'allongement à la rupture, le lecteur est renvoyé aux nombreuses revues de la littérature portant sur ce sujet [34][48][49][50][59][117].

Les aciers maraging sont réputés pour leur bonne imprimabilité car ceux-ci forment une martensite relativement peu dure et ductile lors de leur impression, puisque celle-ci est non-contrainte par des atomes de carbone. Leur dureté est généralement comprise entre ≈ 35 et 40 HRC (Tableau 1.4), limitant les risques de rupture lors de leur impression. En raison de cette faible dureté, ces aciers nécessitent toutefois un traitement thermiquement de vieillissement afin de durcir par précipitation [27]. Les duretés des aciers maraging sont quelquefois plus importantes après impression LPBF qu'à l'état conventionnel non-vieilli. Cela serait lié à un vieillissement du matériau lors de son impression, provoqué par la fusion des couches supérieures et la montée en température de la pièce [50].

Quant aux aciers martensitiques Fe-C, en raison du carbone qu'ils contiennent, ceux-ci forment généralement une martensite dont la dureté est comprise entre environ 55 et 59 HRC (Tableau 1.4) qui les rend plus sensibles à la fissure lors de leur impression (voir Section 1.1.5) [23][25][118]. Cette dureté est proche de celle obtenue après trempe conventionnelle [30][119]. Des traitements thermiques de revenu sont alors nécessaires pour réduire cette dureté après impression. Notons cependant que l'acier X15TN, bien qu'étant un acier martensitique Fe-C, présente une dureté plus faible après impression LPBF (≈ 41,8 HRC) qu'après trempe conventionnelle (≈ 57-59 HRC [120]) du fait qu'il soit totalement austénitique après impression [5].

1.1.5 Fissuration des pièces imprimées

Les fissures résultent de la présence de contraintes résiduelles et de discontinuités géométriques qui les amplifient. Parmi celles-ci on trouve la liaison entre la pièce et le plateau de fabrication (Figure 1.31.a.), les pores, ou les défauts de surface (Figure 1.32).

Par ailleurs, le nombre de couches imprimées joue également un rôle. Platl et al. [25] ont étudié l'impression LPBF d'un acier à outil pour travail à froid, et ont observé que les premières fissures apparaissent dans un échantillon formé d'un empilement de seulement de 50 couches, au niveau du contact entre le plateau de fabrication et la pièce. Avec l'augmentation du nombre de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1.4 – Propriétés mécaniques des aciers à l'état brut de fusion et conventionnel

	Acier	État	σ_e (MPa)	R_m (MPa)	A%	Dureté (HRC)	Austénite résiduelle γ (%)	Source
Maraging	17-4PH	Tôle laminée Recuit	898	1085	6,5			[121]
		LPBF Détentionnement 600°C 2h	600	1300	28	≈ 39	72	[60]
		LPBF Brut de fusion	661 ± 24	1255 ± 3	16,2 ± 2,5		36	[63]
	18Ni300	Fusion par induction sous vide Recuit	760 - 895	1000 - 1170	6 - 15	35		[29]
		LPBF Brut de fusion	1214 ± 99	1290 ± 114	13,3 ± 1,9	39,9 ± 0,1	5,8	
		LPBF Brut de fusion	915 ± 7	1165 ± 7	12,44 ± 0,14	35 - 36	10,3	[70]
		LPBF Brut de fusion	1057 ± 18	1176 ± 3	13 ± 4	≈ 40,4		[28]
	CX	LPBF Brut de fusion	694 ± 6.5	1043 ± 7	16,3 ± 0,06	≈ 35,5	0,3	[69]
		LPBF Brut de fusion	1036	1113	21,7	35		[68]
Martensitique Fe-C Non-inoxydable	H13	Conventionnel Trempe + Revenu				≈ 50	12	[30]
		LPBF Brut de fusion	1207,8 ± 358,6	1854 ± 164	5,11 ± 0,51	59		[46]
		Conventionnel Traité thermiquement	1596,0 ± 12,0	1930,0 ± 7,0	12,0 ± 0,2	50		[122]
		LPBF Brut de fusion	1003,0 ± 8,5	1370,0 ± 175,1	1,7 ± 0,6	59		
		Brut de fusion				≈ 56	9	[23]
		Brut de fusion Préchauffage du plateau de fabrication à 200°C				≈ 56	15	
Martensitique Fe-C Inoxydable	AISI 420	Barre ronde étirée à froid Recuit	657,5	781,7				[123]
		Barre ronde étirée à froid Recuit	700	800	6 - 7			[124]
		LPBF Brut de fusion	700 ± 15	1050 ± 25	2,5 ± 0,2	55 ± 1	≈ 20 ± 10	[53]
		LPBF Brut de fusion	600 ± 5	1670 ± 54	3,5 ± 0,5	≈ 57	10	[54]
	X15TN	LPBF Brut de fusion					21 - 57	[55]
		LPBF Brut de fusion				≈ 41,8	≈ 100	[5]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

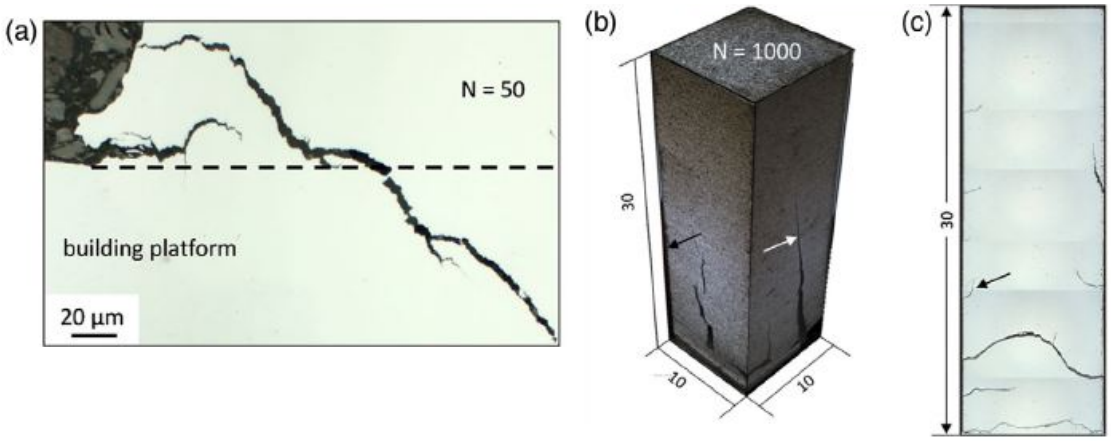


FIGURE 1.31 – Observation de fissures dans un acier à outil pour travail à froid après impression LPBF : a) Vue en coupe au niveau du plateau de fabrication de l'échantillon le plus haut de la Figure 1.33 ; b) Représentation 3D de ce même échantillon ; c) Vue en coupe de l'échantillon [25]

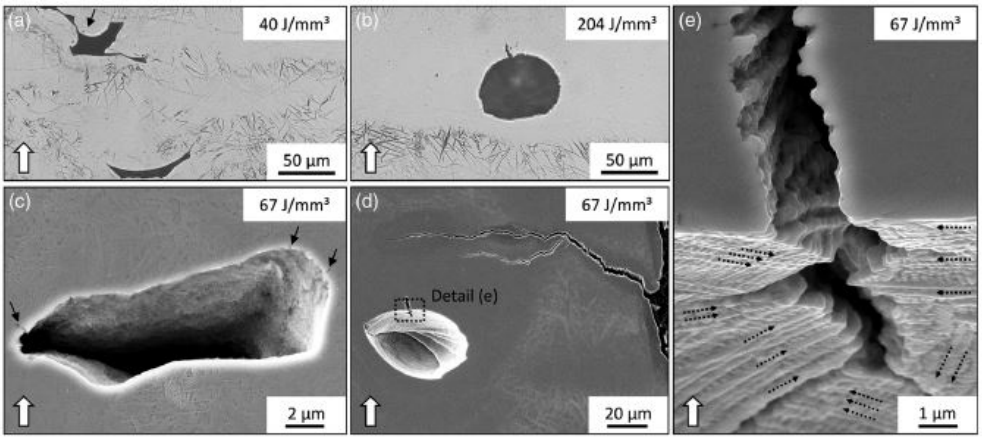


FIGURE 1.32 – Zones d'amorçage des fissures dans un acier à outil pour travail à froid : a) et c) amorçages au niveau de manques de fusion ; b) et d) au niveau d'inclusion de gaz ; e) zoom sur la fissure de la figure d) présentant une structure dendritique [25]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

couches, les fissures suivantes amorcent plus haut dans l'échantillon. La Figure 1.31.c. montre que les fissures à la base des échantillons sont les plus longues, car, comme elles sont les premières à amorcer, elles se propagent avec l'accumulation des contraintes résiduelles liées à l'ajout de nouvelles couches [25].

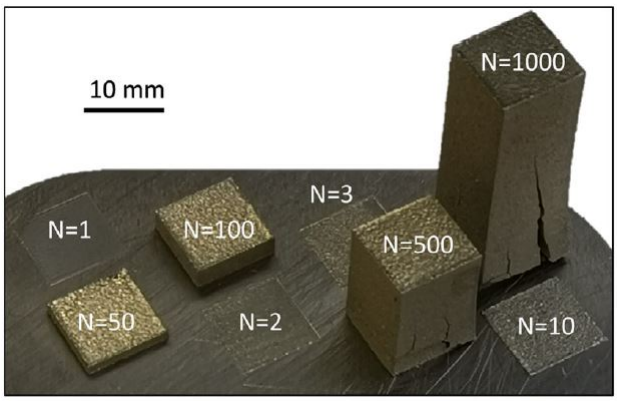


FIGURE 1.33 – Vue macroscopique d'échantillons en acier à outil pour travail à froid. Plus le nombre de couches N est important et plus les échantillons présentent de fissures.[25]

Les aciers à outil pour travail à chaud ne font pas exception et se comportent comme on vient de le décrire. Narvan et al. [23] ainsi que He et al. [118] ont également observé des fissures dans de l'acier H13 imprimé par LPBF, comme le montre la première ligne de la Figure 1.34. Celles-ci s'amorcent au niveau des surfaces verticales et se propagent dans un premier temps horizontalement, puis se divisent en deux bras, l'un allant vers le haut et l'autre vers le bas. Ces auteurs ne donnent pas d'explication quant à la propagation des fissures mais on peut supposer que celles-ci se propagent dans un premier temps horizontalement à cause d'une délamination des couches (la propagation en zigzag de la fissure peut laisser penser que celle-ci passe entre les cordons), puis bifurque de manière à éviter les contraintes de compression à cœur s'opposant à sa propagation (Figure 1.17). La deuxième ligne de la Figure 1.34 montre qu'avec une température de préchauffage du plateau de fabrication de 200°C, aucune fissure n'est observable dans des échantillons d'un acier H13 imprimés par LPBF.

Concernant les aciers martensitiques Fe-C inoxydables et les aciers maraging, aucune étude n'a été trouvée évoquant leur fissuration. Pour les aciers maraging ce constat n'est pas surprenant car leur absence de fissuration lors de l'impression est l'argument de leur utilisation. Néanmoins, en ce qui concerne les aciers martensitiques Fe-C inoxydables, cela est plus étonnant, car ces aciers contiennent autant de carbone que les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables.

1.1.6 Synthèse générale

La fissuration des pièces lors de l'impression résulte de la combinaison de trois facteurs : une microstructure dure et fragile, la création de contraintes résiduelles, et la formation de défauts structurels amplifiant localement les contraintes. Dans cette brève revue bibliographique ont été identifiés les paramètres d'impression et les caractéristiques des matériaux influençant ces trois facteurs, et l'ensemble est récapitulé sur la Figure 1.35.

Il apparait que le nombre de facteurs pouvant impacter l'imprimabilité des aciers est très conséquent. Étant donné que chaque étude utilise des paramètres d'impression, des poudres et

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

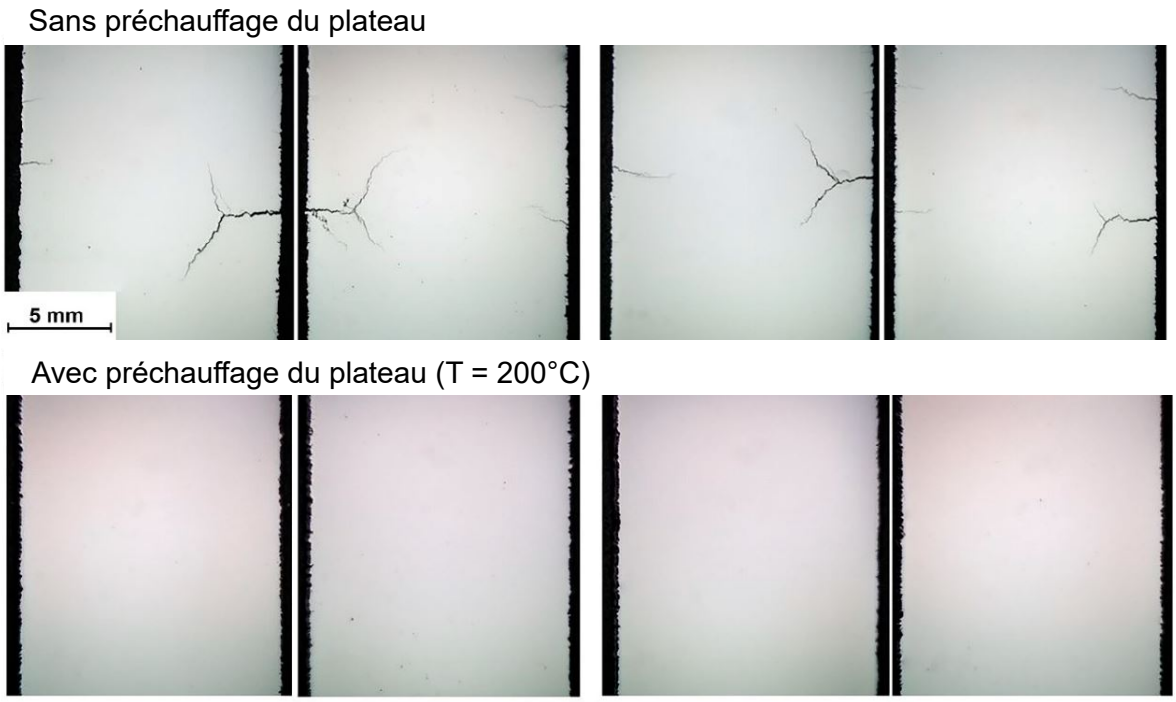


FIGURE 1.34 – Fissuration d'échantillons en H13 lors de leur impression LPBF. Le plateau de fabrication n'était pas chauffé lors de l'impression des échantillons représentés sur la première ligne, alors qu'il était à une température de 200°C pour les échantillons représentés sur la deuxième ligne. Les échantillons imprimés avec le plateau préchauffé n'ont pas fissuré alors que tous les autres oui. Toutes les fissures amorcent au niveau des surfaces. La hauteur des fissures par rapport au plateau de fabrication n'est pas communiquée. [23]

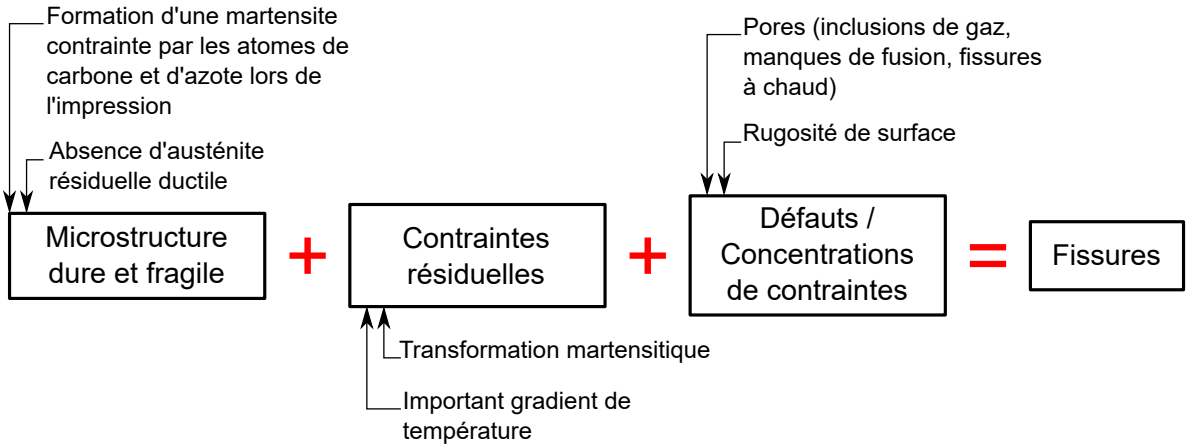


FIGURE 1.35 – Schéma récapitulatif des différents facteurs impactant l'imprimabilité des aciers martensitiques

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

des machines différentes, il est difficile de tirer ne serait-ce que des tendances générales sur l'imprimabilité des aciers martensitiques. D'autant plus que certains résultats sont contradictoires.

Dans ce chapitre sera donc étudiée, dans un premier temps, l'imprimabilité de huit aciers martensitiques en utilisant une même machine et seulement deux jeux de paramètres d'impression (un pour les martensitiques inoxydables et l'autre pour les martensitiques non-inoxydables), et dans un deuxième temps l'impact du taux de carbone et de l'austénite résiduelle sur l'imprimabilité sera étudié.

1.2 Imprimabilité de poudres d'aciers martensitiques disponibles commercialement

Dans cette section est évaluée l'imprimabilité de huit aciers martensitiques qui peuvent être divisés en trois familles : les aciers maraging inoxydables (CX, L40), les aciers martensitiques Fe-C inoxydables (PM420, X15TN), et les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables (H11, H13, PM2012, 42CD4).

1.2.1 Poudres utilisées et impression des échantillons

Les poudres ont été obtenues auprès de différents fournisseurs industriels : Aubert & Duval pour les poudres de X15TN, PM420, PM2012 et 42CD4 ; Nanosteel pour celles de L40 ; LPW pour celles de H11 et H13 ; et EOS pour celles de CX. Toutes les poudres étaient de tailles comprises entre 20 et 53 μm et étaient atomisées au gaz. Leurs compositions chimiques sont données dans le Tableau 1.5, et elles ont été trouvées dans la documentation technique des fournisseurs, à l'exception de celle du L40 qui a été trouvée dans le brevet [125] et de celle du PM420 qui nous a été transmise par Aubert & Duval. Leurs teneurs en carbone varient de 0,05% (CX) à 0,6% (PM2012), tandis que les teneurs maximales en chrome varient de 1,2% (42CD4) à 16,5% (X15TN).

Tableau 1.5 – Compositions chimiques des nuances étudiées en wt.%

Type d'acier	Désignation		C	Mn	Cr	Mo	V	Ni	Cu	Si	Al	Ti	W	N	S	P	Fe
Aciers Fe-C martensitiques inoxydables	PM420 (X30Cr13 - AISI 420)		0.35	0.28	13.7	0.028		0.109	0.014	0.36		0.003	0.03		0,011	0,017	//
	X15TN (X40CrMoVN16-2)	Min	0.37	-	15.00	1.50	0.20	-		-				0.16			//
		Max	0.45	0.60	16.50	1.90	0.40	0.30		0.60				0.25			
Aciers Fe-C martensitiques	42CD4 (42CrMo4)	Min	0.38	0.6	0.9	0.15				-					-	-	//
		Max	0.45	0.9	1.2	0.3				0.4					0,035	0,035	
	AISI H11 (X37CrMoV5-1)	Min	0.35	0.20	4.75	1.10	0.30			0.80					-	-	//
		Max	0.45	0.60	5.50	1.60	0.60			1.25					0,03	0,03	
	AISI H13 (X40CrMoV5-1)	Min	0.32	0.20	4.75	1.10	0.80	-	-	0.80				-	-	-	//
		Max	0.45	0.50	5.50	1.75	1.20	0.30	0.25	1.20				0.1	0,03	0,03	
	PM2012 (HS 2-2-2)		0.6	0.3	4.0	2.0	1.5			1.0			2.1				//
Aciers maraging inoxydables	L40		0.16		10.64	1.48		1.96	0.54	0.19				0.07			//
	CX	Min	-	-	11.00	1.10		8.40		-	1.20						//
		Max	0.05	0.40	13.00	1.70		10.00		0.40	2.00						

Les échantillons ont été imprimés avec une machine EOS M270. Les paramètres de fusion sont donnés dans le Tableau 1.6. Deux jeux de paramètres ont été utilisés : l'un pour les aciers non-inoxydables (PM2012, 42CD4, H11 et H13), et l'autre pour les aciers inoxydables (CX, L40, X15TN et PM420). En effet, de précédentes expériences internes au CT-IPC avaient montré que la densité d'énergie nécessaire pour imprimer des pièces denses en aciers inoxydables est supérieure à celle nécessaire pour imprimer des pièces en aciers non-inoxydables. Ces densités

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

d'énergie sont respectivement égales à 93 ±11 J/mm^3 et 60 ±7 J/mm^3. La puissance du laser et l'écart vecteur étaient de 195 W et 100 μm respectivement. Chaque couche a été imprimée avec un angle de 67° par rapport à la précédente. L'épaisseur de couche a été fixée à 40 μm pour les aciers non-inoxydables et à 30 μm pour les aciers inoxydables. Les vitesses de balayage ont été déterminées en utilisant l'Équation (1). Les impressions ont été réalisées sous azote.

Tableau 1.6 – Paramètres d'impression : deux jeux de paramètres ont été utilisés pour imprimer les aciers inoxydables et les aciers non-inoxydables

	Non-inoxydables	**Inoxydables**
P **- Puissance du laser** [W]	195	195
v_s **- Vitesse de balayage** [mm.s^{-1}]	818	699
e_c **- Épaisseur de couche** [μm]	40	30
h **- Écart vecteur** [μm]	100	100
E_d **- Densité d'énergie**[J/mm^3]	60	93

Sur la Figure 1.36 sont représentés les différents types d'échantillons imprimés. Les cylindres de diamètre 3 mm ont été utilisés pour effectuer les observations par tomographie aux rayons X. Les cubes ont servi aux essais de dureté et aux analyses des microstructures. Quant aux éprouvettes parallélépipédiques, elles ont été utilisées pour les essais de résilience Charpy. Leurs dimensions à l'état brut de fusion étaient de 11 × 11 × 57 mm^3 et elles ont toutes été imprimées horizontalement pour économiser des poudres.

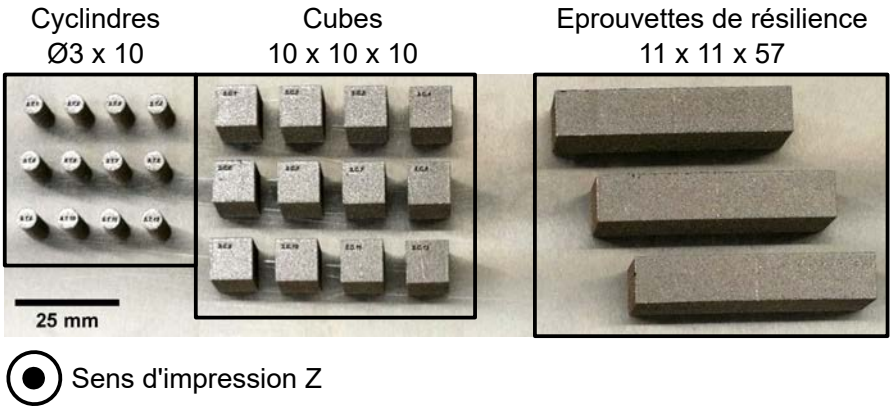


FIGURE 1.36 – Les différents types d'échantillons imprimés (dimensions en millimètre)

1.2.2 Fissuration des échantillons martensitiques Fe-C non-inoxydables

Des fissures ont été observées uniquement dans les éprouvettes de résilience et les cubes des aciers martensitiques non-inoxydables (42CD4, H11, H13, PM2012), comme illustré sur la Figure 1.37. Celles-ci sont apparues lors de l'impression et sont principalement localisées à la base des échantillons, à la jonction avec le plateau de fabrication, comme observé dans [23][25]. Cette formation est vraisemblablement due aux contraintes résiduelles plus intenses se trouvant à ce niveau-là (voir Figure 1.19) [86]. Les autres aciers n'ont pas fissuré, notamment les martensitiques Fe-C inoxydables qui contiennent pourtant autant de carbone que les martensitiques Fe-C non-inoxydables.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

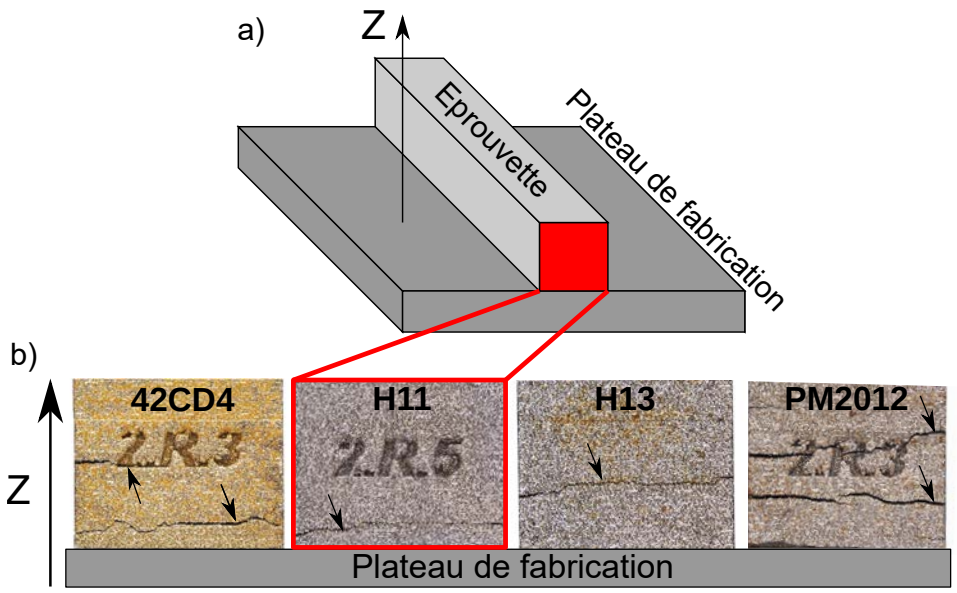


FIGURE 1.37 – Fissures dans les éprouvettes de résilience faites d'aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables : a) Face observée et b) observation au microscope optique des fissures. Celles-ci sont principalement proches de la jonction avec le plateau de fabrication, où les contraintes résiduelles sont les plus intenses [22]. Les surfaces n'ont pas été polies avant les observations.

Les cylindres utilisés pour la tomographie n'étaient pas fissurés, excepté ceux en PM2012 (Figure 1.38). Cette absence de fissures peut s'expliquer par la relative petite taille des cylindres comparée à celle des éprouvettes de résilience, qui minimise l'intensité des contraintes résiduelles.

La Figure 1.39 illustre la propagation d'une fissure dans un échantillon de H13 s'étant amorcée à partir d'un défaut de surface. La fissure se propage dans un premier temps horizontalement aux interfaces entre les bains de fusion, vraisemblablement en raison d'une délamination (c'est-à-dire une décohésion des couches). Elle s'oriente ensuite vers le haut de l'échantillon, avant de se diviser en deux bras. Une propagation similaire a été observée par Narvan et al. [23] (Figure 1.34). On peut supposer que cette division est liée à l'état de contraintes dans la pièce. En effet, les contraintes résiduelles de compression se trouvant au cœur l'échantillon (Figure 1.17) s'opposent probablement à la propagation des fissures.

La fissuration des aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables aurait certainement pu être évitée par un préchauffage du plateau de fabrication, et donc par une réduction des contraintes résiduelles [22][78][79][80], comme le montre la Figure 1.34 [23].

1.2.3 Caractérisation des défauts internes et des rugosités par tomographie aux rayons X

Un tomographe de laboratoire v|tome|xs a été utilisé pour caractériser les défauts internes et les rugosités des échantillons cylindriques présentés précédemment (Figure 1.40). Le tomographe est équipé d'un capteur Varian Paxscan de résolution maximale 1,7 μm et de largeur utile 1600 px. Il a été décidé d'utiliser une taille de voxel de 3 μm. Avec une telle résolution spatiale, il aurait été théoriquement possible de scanner des cylindres de diamètre 4,8 mm, mais pour éviter une atténuation trop importante du faisceau, des cylindres de diamètre 3 mm ont été

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

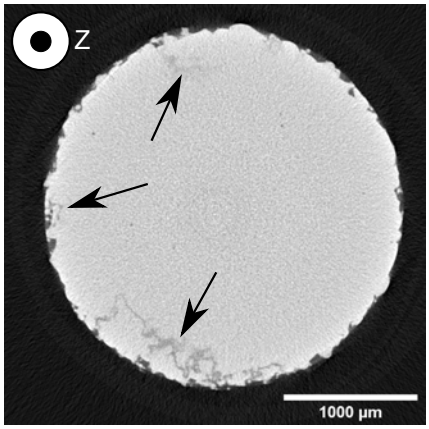


FIGURE 1.38 – Coupe obtenue par tomographie sur un échantillon de PM2012. Les flèches indiquent des fissures dans un échantillon cylindrique de PM2012 observées au tomographe. Seuls les cylindres de PM2012 présentent des fissures. La taille de voxel est de 3 μm. La méthodologie employée pour scanner les échantillons est décrite dans la section suivante (1.2.3).

FIGURE 1.39 – Observation d'une fissure dans un échantillon de H13 provoquée par un défaut de surface. Elle se propage dans un premier temps horizontalement avant de s'orienter vers le haut de l'échantillon. Le réactif Fry A a été utilisé pour révéler les cordons. La procédure suivie pour la préparation des échantillons est détaillée dans la Section 1.2.4.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

utilisés. Quatre tomographies ont été effectuées par acier : deux cylindres par acier et deux tomographies par cylindre. La hauteur totale analysée par acier était d'environ 13 mm. Les paramètres d'acquisition étaient les suivants : tension de 140 kV et intensité de 80 μA. Mille-deux-cents projections ont été enregistrées pour chaque scan d'une durée d'environ 20 min. Une feuille de cuivre de 300 μm a été utilisée pour filtrer le faisceau incident et limiter les problèmes de durcissement sur les images reconstruites [126]. La reconstruction 3D a été faite avec le logiciel Phoenix datos x en utilisant un algorithme de rétroprojection filtrée.

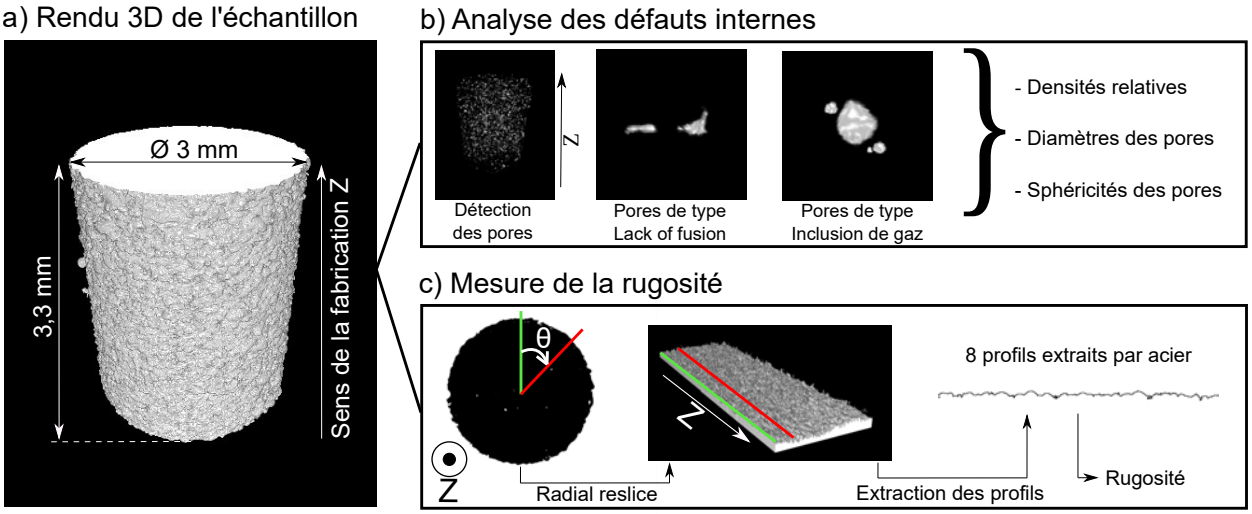


FIGURE 1.40 – Représentation schématique des analyses effectuées grâce à la tomographie aux rayons X : a) Représentation 3D du volume d'un échantillon obtenue sous ImageJ ; b) Analyses des défauts internes permettant d'évaluer les diamètres équivalents, les sphéricités des pores ainsi que les densités relatives des cylindres ; c) Analyse des états de surface par extraction de profils et mesure de la rugosité. Les méthodologies pour effectuer ces analyses ont été développées dans [115].

Les images 3D obtenues ont été analysées à l'aide du logiciel ImageJ. Les seuillages ont été effectués automatiquement en utilisant l'algorithme de seuillage par défaut IsoData [127]. Les pores dont le volume est inférieur à 9 voxels ont été filtrés, et par conséquent, le plus petit diamètre équivalent [2] pouvant être détecté était d'environ 7,7 μm.

1.2.3.1 Densité relative des pièces et morphologie des pores

Les densités relatives ont été déterminées à partir des images 3D seuillées des échantillons, en effectuant le ratio entre le nombre de pixels correspondant à l'échantillon, pores exclus, et le nombre de pixels appartenant à l'échantillon, pores inclus. Les sphéricités ont été calculées en effectuant le rapport $S_{SphèreEq}/S_{Pore}$ avec S_{Pore} la surface d'un pore et $S_{SphèreEq}$ la surface d'une sphère de volume équivalent. Par définition, le paramètre de sphéricité varie entre 0 et 1, avec 1 la valeur caractéristique d'un pore parfaitement sphérique. Les projections des pores visibles sur la Figure 1.43 ont été obtenues en utilisant une projection d'intensité minimale (*minimum intensity projection*) dans ImageJ. Cette opération, résumée sur la Figure 1.41, crée une image 2D (X,Y) où la valeur de chaque pixel de coordonnées (X_p, Y_p) est la valeur minimale en niveau

2. Ce qui correspond au diamètre d'une sphère ayant le même volume que le plus petit pore détectable.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

de gris de tous les pixels ayant ces mêmes coordonnées (X_p, Y_p) dans l'image 3D par rapport à l'axe de construction Z. Dans notre cas, les pores avaient les valeurs minimales après seuillage (0).

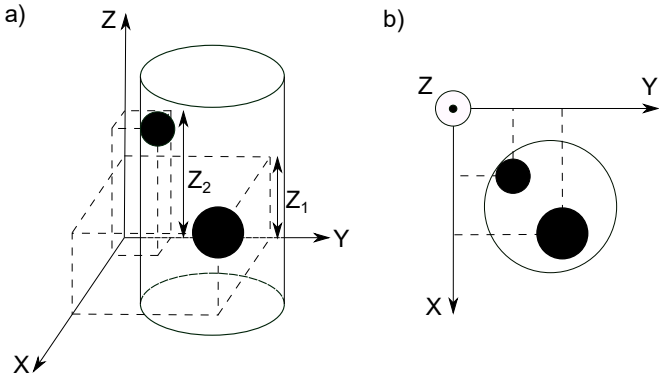


FIGURE 1.41 – Schéma présentant la projection de deux pores suivant l'axe de fabrication Z : a) Visualisation 3D de deux pores se trouvant à différentes hauteurs Z_1 et Z_2 dans le volume de l'échantillon ; b) Projection suivant Z des pores sur une même section 2D.

Le Tableau 1.7 montre que les densités relatives de tous les échantillons sont supérieures à 99,8% excepté pour le 42CD4 (99,7%). Les aciers inoxydables sont légèrement plus denses que les aciers non-inoxydables, probablement en raison de la densité d'énergie plus importante utilisée pour les imprimer, ce qui a pu provoquer une fusion des couches sur une profondeur plus importante et ainsi réduire la quantité de pores liés à des manques de fusion, comme le montrent les études [23][32][94] (voir Figure 1.23).

Tableau 1.7 – Densités relatives des pièces et morphologie des pores

Types d'aciers	**Martensitiques Fe-C inoxydables**		**Martensitiques Fe-C non-inoxydables**				**Maraging inoxydables**	
Désignations	**PM420**	**X15TN**	**42CD4**	**AISI H11**	**AISI H13**	**PM2012**	**L40**	**CX**
Densités relatives (%)	99,994	99,994	99,734	99,980	99,983	99,990	99,993	99,998
Sphéricités médianes	0,70	0,72	0,82	0,77	0,69	0,77	0,67	0,76
Diamètres médians (μm)	29	27	39	25	33	24	30	18

L'évolution de la densité relative le long de l'axe de construction a été étudiée en traçant le profil $f_s = f(Z)$ où f_s représente la densité 2D mesurée dans une couche reconstruite à une altitude Z. La Figure 1.42 montre une de ces courbes obtenues pour l'acier PM420. Elle est représentative des courbes du même type obtenues pour tous les aciers étudiés : aucune évolution particulière de la densité relative n'est observable en fonction de Z (l'ensemble est disponible en Annexe B).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

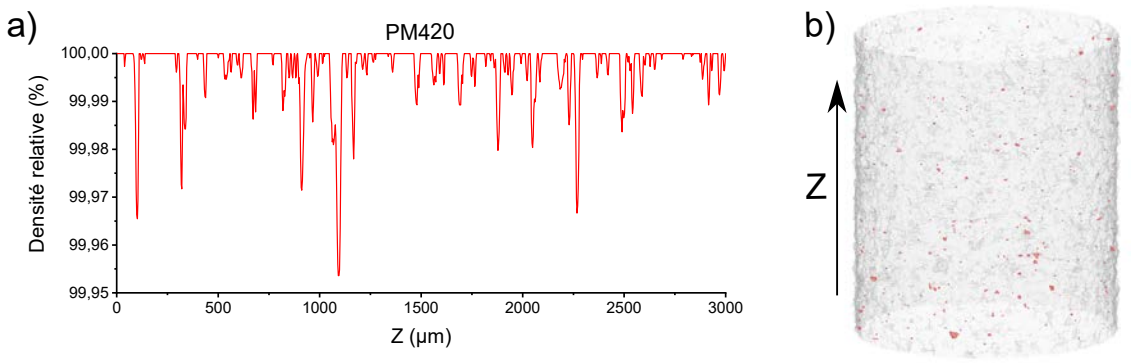


FIGURE 1.42 – Évolution de la densité relative en fonction de la hauteur de fabrication dans un échantillon de PM420 et b) rendu 3D des pores, en rouge, dans ce même échantillon.

Cependant, une densité plus importante de pores est visible au niveau des surfaces, comme illustré sur la vue projetée de la Figure 1.43. L'apparition de ces pores peut être causée par une accélération et une décélération du faisceau laser au niveau des bords de la pièce, ayant pour conséquence une augmentation locale de la densité d'énergie entrainant des pores par keyhole (voir Figure 1.44). Néanmoins, cette hypothèse est peu probable car la machine EOS M270 utilisée pour imprimer les échantillons dispose d'un mode "Sky-writing" qui permet aux miroirs de la tête scanner d'atteindre la vitesse de balayage avant que le faisceau laser ne soit activé [128][129].

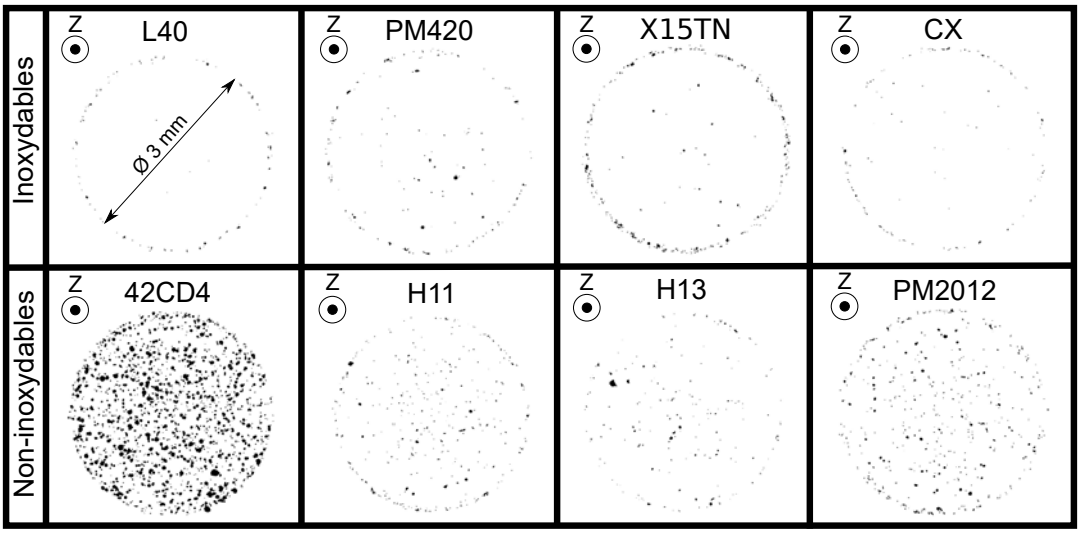


FIGURE 1.43 – Visualisation des pores dans les échantillons par projection suivant l'axe de fabrication Z. Les pores sont plus nombreux au niveau de la surface des échantillons.

Une seconde hypothèse est qu'au début et à la fin de l'impression d'une couche circulaire, comme la longueur des cordons est plus faible, ceux-ci ont moins de temps pour refroidir entre chaque passe du faisceau laser comparés aux cordons se situant au centre de la pièce (Figure 1.45). Étant donné que chaque couche est imprimée avec un angle de 67° par rapport à la précédente, la présence de pores est détectable sur toute la circonférence de l'échantillon.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

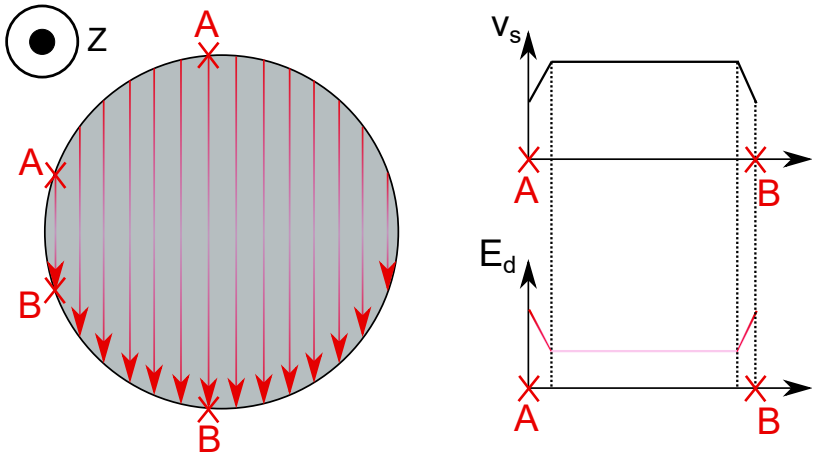


FIGURE 1.44 – Première hypothèse sur la présence plus importante de pores aux bords des échantillons : Le cercle gris représente la couche de l'échantillon en cours d'impression, et les flèches les cordons de fusion. Si le faisceau laser accélère au début de la fusion du cordon pour atteindre la vitesse de balayage demandée et décélère à la fin, la densité d'énergie apportée à la matière pendant ces deux phases sera plus importante (car la vitesse sera plus faible (Équation 1)). Cette densité d'énergie plus importante est peut-être responsable du nombre plus important de pores aux bords des échantillons. Néanmoins, les machines d'impression ont un mode de fonctionnement, nommé *skywriting*, qui leur permet d'éviter ce problème.

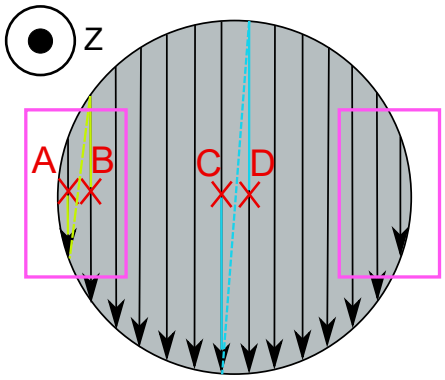


FIGURE 1.45 – Deuxième hypothèse sur la présence plus importante de pores aux bords des échantillons : le cercle gris représente la couche de l'échantillon en cours d'impression, et les flèches les cordons de fusion. La distance que doit parcourir le faisceau laser pour aller du point A au point B (lignes jaunes) est plus courte que la distance qu'il doit parcourir entre les points C et D (lignes bleues). Cela signifie que la matière a moins de temps pour refroidir lors de l'impression du point B que lors de l'impression du point D. Aussi, les points A et B sont plus proches de la bordure de l'échantillon que les points C et D, et sachant que la conductivité thermique du lit de poudres est plus faible que celle de la pièce fusionnée (en raison de la présence de gaz entre les grains de poudres), le refroidissement des points A et B est légèrement plus lent que celui des points C et D. Ces raisons combinées font que la température de la matière au niveau des points A et B est plus importante qu'aux points C et D, favorisant la formation de pores par key-holing.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

La Figure 1.46 illustre la géométrie des pores en fonction de leur sphéricité. Ceux dont les sphéricités sont inférieures ou égales à 0,7 ne sont clairement pas sphériques et correspondent donc à des manques de fusion, alors que ceux dont les sphéricités sont supérieures ou égales à 0,9 sont très sphériques et proviennent donc a priori d'inclusions de gaz. Pour des sphéricités de l'ordre de 0,8 il est difficile de déterminer l'origine des pores. Les valeurs médianes des sphéricités dans les différents aciers sont données dans le Tableau 1.7, elles sont toutes comprises entre 0,67 et 0,87, ce qui signifie que la moitié du volume total des pores correspond à des pores non-sphériques et résulte donc très probablement de manques de fusion. Le 42CD4 est l'acier dont la sphéricité des pores est la plus importante. Comme vu précédemment, il est également le moins dense après impression. Il est donc possible que la densité de son lit de poudres n'ait pas été aussi conséquente que celle des autres aciers, ce qui aurait eu pour conséquence d'augmenter le nombre d'inclusions de gaz, de réduire la densité relative et d'accroître la sphéricité des pores [26][130]. Des analyses complémentaires seraient nécessaires pour valider cette hypothèse. Il pourrait ainsi être envisagé de contrôler la distribution de la taille des poudres ainsi que la densité du lit de poudres.

Le Tableau 1.7 donne également les médianes des diamètres équivalents dans les différents aciers. Celles-ci sont toutes comprises entre 18 μm et 39 μm.

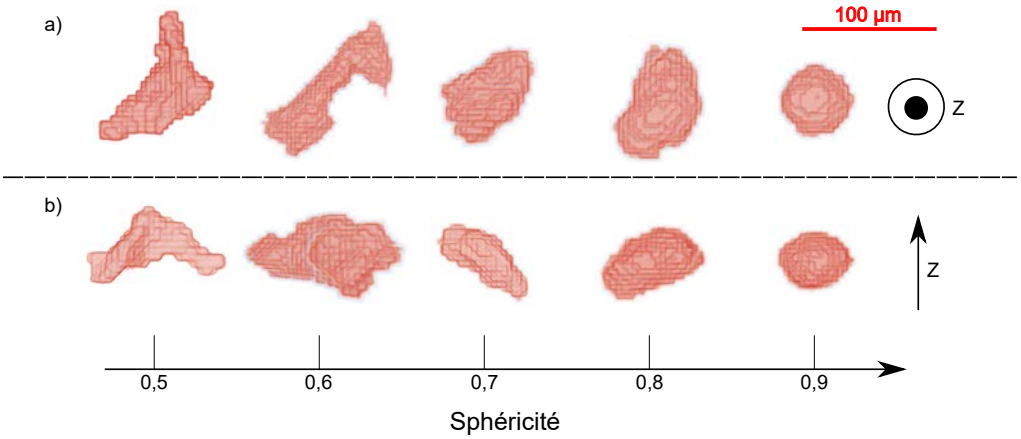


FIGURE 1.46 – Géométries des pores en fonction de leur sphéricité : a) pores observés parallèlement au sens de fabrication et b) ces mêmes pores observés perpendiculairement au sens de fabrication. Les pores dont les sphéricités sont inférieures ou égales à 0,7 sont des manques de fusion alors que les pores dont les sphéricités sont supérieures ou égales à 0,7 sont des inclusions de gaz. Pour des sphéricités de l'ordre de 0,8 il est difficile de déterminer l'origine des pores. Ceux représentés sur cette figure ont été détectés dans un échantillon de 42CD4.

On peut conclure que pour les paramètres d'impression explorés, les valeurs de densité relative et les morphologies des pores varient très peu d'un acier à l'autre, à l'exception du 42CD4.

1.2.3.2 Rugosité des surfaces parallèles à l'axe de construction

Afin de caractériser l'état de surface des échantillons, des profils parallèles au sens de fabrication ont été extraits comme illustré Figure 1.40, en utilisant une méthode développée par Persenot et al. [131]. Huit profils d'environ 3 mm ont été analysés par aciers, soit une longueur totale d'environ 24 mm. Les rugosités ont été caractérisées en utilisant les paramètres R_a et R_t :

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

$$R_a = \frac{1}{N}\sum_{i=0}^{N} |f_n| \tag{1.4}$$

$$R_t = max(f_n) + |min(f_n)| \tag{1.5}$$

où f_n est la hauteur des pics ou des creux mesurée à N positions le long du profil. Aucun filtre n'a été appliqué aux profils de surface. Étant donné que les valeurs f_n ont été obtenues par tomographie aux rayons X, il était possible d'observer de fins défauts et des cavités qui auraient été impossibles à détecter avec un stylet de profilomètre ou avec un microscope confocal.

Les rugosités sont données dans le Tableau 1.8. Les valeurs de R_a et de R_t sont constantes quel que soit l'acier fusionné ($R_a \sim 14$ μm, $R_t \sim 120$ μm). Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles rapportées dans la littérature pour les matériaux H11 [23], 316L [109], et 18Ni300 [110] à l'état brut d'impression LPBF.

Il peut paraître surprenant qu'aucune distinction ne puisse être faite entre les rugosités de surface obtenues avec les différents jeux de paramètres d'impression. En effet, les épaisseurs de couche et les vitesses de balayage sont différentes entre les deux jeux de paramètres, et il a été montré par Yasa et al. [132] et Qiu et al. [133] que l'augmentation de l'épaisseur de couche et de la vitesse de balayage entraînent une hausse de la rugosité lors de l'impression LPBF de l'acier 18Ni300 et de l'alliage Ti-6Al-4V.

Toutefois, ces auteurs ont mesuré la rugosité sur la dernière couche imprimée et perpendiculairement à l'axe de fabrication, alors que nos mesures ont été faites sur les surfaces parallèles à l'axe de fabrication, et suivant le sens d'impression. Il est donc probable que les rugosités des surfaces parallèles et perpendiculaires n'évoluent pas de la même manière en fonction des paramètres d'impression. Pour le vérifier, des mesures de rugosité surfacique (Sa, Sz) par sonde confocale seraient nécessaires.

Tableau 1.8 – Rugosités des échantillons déterminées à partir des tomographies aux rayons X

Types d'aciers	**Martensitiques Fe-C inoxydables**		**Martensitiques Fe-C non-inoxydables**				**Maraging inoxydables**	
Désignations	**PM420**	**X15TN**	**42CD4**	**AISI H11**	**AISI H13**	**PM2012**	**L40**	**CX**
Ra (μm)	15,1	14,1	14,1	13,7	14,5	14,2	13,1	12,4
Rt (μm)	121,1	110,4	116,3	116,4	129,9	116,3	112,7	96,3

1.2.4 Caractérisation des microstructures post-fusion

Le Tableau 1.9 récapitule l'ensemble des caractérisations effectuées par aciers. Le choix a été fait de caractériser plus finement que les microstructures des aciers s'étant imprimés sans fissurer. Les aciers 42CD4, H11, H13 et PM2012 ont donc seulement été analysés par Diffraction des Rayons X (DRX).

Avant observation au microscope optique, au Microscope Électronique à Balayage (MEB) et analyse par diffraction d'électrons rétrodiffusés (*Electron BackScatter Diffraction* - EBSD), les échantillons ont été polis manuellement selon la procédure suivante : polissages aux papiers abrasifs SiC P80, P320, P800, P1200 et P2500, suivi de polissages avec des suspensions de silice colloïdale de 3, 1 et 0,05 μm (Mastermet $\sim 8,5$ pH).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1.9 – Résumé des caractérisations microstructurales réalisées sur les différents aciers

		DRX	Microscopie optique	MEB	EBSD	EDX
Martensitiques Fe-C non-inoxydables	42CD4	✓				
	H11	✓				
	H13	✓				
	PM2012	✓				
Martensitiques Fe-C inoxydables	PM420	✓	✓	✓	✓	✓
	X15TN	✓	✓	✓	✓	
Maraging inoxydables	L40	✓	✓	✓		
	CX	✓	✓	✓		

Les surfaces des échantillons observés en microscopie optique et au MEB ont été attaquées en utilisant des réactifs de Fry A, de Marble et de Kalling n°2. Les réactifs ont été fournis par le laboratoire Chimie-Plus.

Le réactif de Fry A (63,4 g $CuCl_2$, $2H_20$; 300 g H_20 ; 197,5 g Éthanol absolu ; 474 g HCl 37%) a été utilisé pour révéler les cordons LPBF des aciers H13, PM420, L40 et CX. Le réactif de Marble (100 g $CuSo_4$; 500 g H_2O ; 592,5 g HCl 37,5%) a permis de mettre en évidence les cordons LPBF de l'acier X15TN. Enfin, le réactif Kalling n°2 (25 g $CuCl_2$; 500 mL Éthanol 96% ; 500 mL HCl 37%) a servi à révéler les microstructures des aciers PM420, X15TN, CX et L40.

1.2.4.1 Quantification par diffraction des rayons X des phases

Un diffractomètre Bruker D8 Advance AXS a été utilisé pour effectuer les mesures de Diffraction des Rayons X (DRX) avec les paramètres suivants : une tension de 40 kV, une intensité de 40 mA, radiation CuK_α (1,54 Å). Les scans ont été effectués en utilisant la configuration $\theta - \theta$, allant de 30° à 130° (2θ) avec un pas de 0,05° et un temps d'acquisition à chaque pas de 1 s. Les taux d'austénite ont été quantifiés en utilisant la méthode de Rietveld à l'aide du logiciel TOPAS. Les analyses ont été effectuées sur l'ensemble des aciers. Les différents spectres de diffraction obtenus sur les huit aciers sont illustrés sur la Figure 1.47 et la quantité d'austénite dans chaque acier est donnée Figure 1.48. On remarque sur la Figure 1.47.b. que les pics $\alpha(110)$ des aciers martensitiques Fe-C après impression sont plus larges que ceux des aciers maraging. Cela est dû à la distorsion de la maille de fer par le carbone la rendant tétragonale [134], mais également plus dure, comme on le verra dans la Section 1.2.5.

Quand la température de début de transformation martensitique M_s diminue, la transformation martensitique lors du refroidissement est retardée, et par conséquent la fraction d'austénite résiduelle augmente. Comme vu précédent, plusieurs équations empiriques existent pour prédire la température M_s (Section 1.1.1.1) en fonction des compositions chimiques des aciers. Il a été montré par Kung et al. [135] que les équations de Steven & Haynes et d'Andrews (Équations 1.2 et 1.3) sont les plus précises pour prédire la température M_s des aciers à faible et forte teneur en éléments d'alliage. Cependant, l'équation d'Andrews surestime la température M_s des aciers avec une forte teneur en chrome alors que celle de Stevens & Haynes sous-estime la température M_s des aciers avec une forte teneur en molybdène [135].

Les températures M_s calculées pour les huit aciers sont disponibles dans le Tableau 1.10. Les fractions d'austénite détectées par DRX en fonction des températures M_s sont visibles sur

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

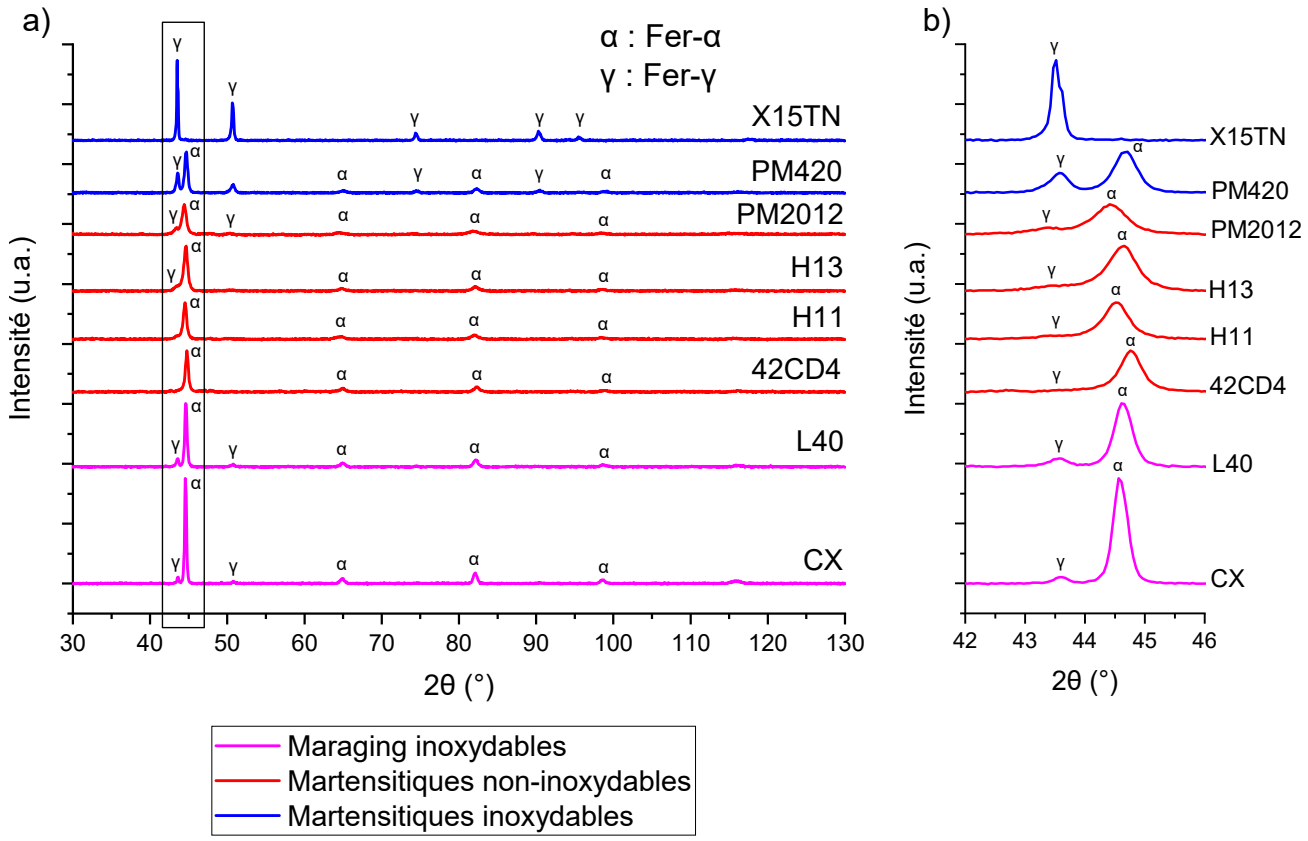


FIGURE 1.47 – Diffractogrammes en θ des différents aciers à l'état brut de fusion. Tous les aciers présentent des pics de fer-α et de fer-γ, à l'exception du X15TN qui présente uniquement des pics de fer-γ. b) Agrandissement des pics $\gamma(111)$ et $\alpha(110)$ révélant que les pics $\alpha(110)$ sont plus larges dans les aciers martensitique Fe-C que dans les maraging (à l'exception du X15TN), en raison de la plus forte tétragonalité de leur martensite. Remarque : Les spectres ne sont pas normalisés, il n'est donc pas possible de comparer la hauteur des pics de diffraction entre les différents spectres et d'en déduire les fractions de chaque phase. Le lecteur trouvera les résultats des quantifications, obtenus en utilisant la méthode de Rietveld, sur la Figure 1.48.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

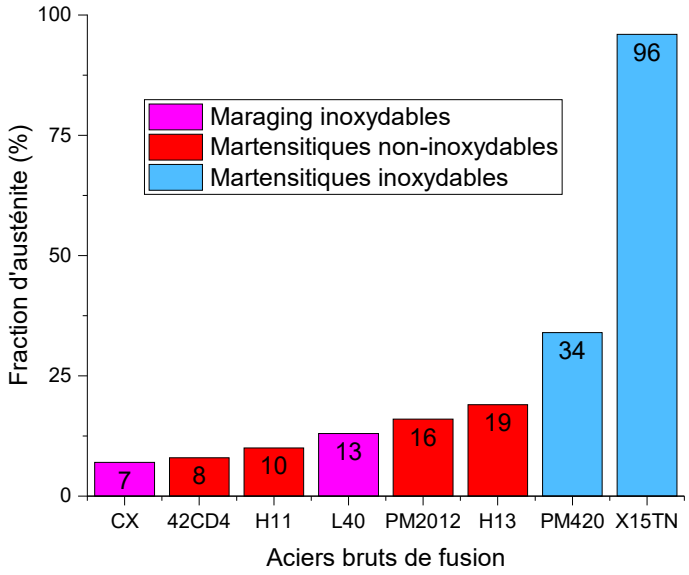


FIGURE 1.48 – Pourcentage d'austénite dans les différents aciers obtenus grâce aux diffractogrammes en θ présentés sur la Figure 1.47 et en utilisant la méthode de Rietveld sous TOPAS. Les aciers martensitiques inoxydables contiennent une importante quantité d'austénite après fusion. L'austénite étant moins fragile que la martensite, sa présence contribue à expliquer pourquoi les aciers martensitiques inoxydables n'ont pas fissuré contrairement aux aciers martensitiques non-inoxydables.

la Figure 1.49. Le X15TN est l'acier avec la plus faible température M_s, et il est aussi celui avec la plus importante fraction d'austénite après impression. Cela est dû à sa concentration plus importante en éléments d'alliage, abaissant la température M_s. Il est également possible que sa teneur en azote (entre 0,16 et 0,25 wt.%) - qui est un élément hautement gammagène - soit en partie responsable de l'importante quantité d'austénite résiduelle après fusion [44][58]. Les aciers 42CD4, H11, H13 et L40 ont les températures M_s les plus élevées, et sont également ceux ayant la plus faible fraction d'austénite. Quant aux aciers PM420, PM2012 et CX, bien que ceux-ci aient des températures M_s similaires, leurs fractions d'austénite varient notablement. La fraction d'austénite plus importante dans le PM420 est probablement liée à une réversion de l'austénite (c'est-à-dire son augmentation locale par microségrégation d'éléments la stabilisant) engendrée par le revenu des couches inférieures lors de la fusion des couches supérieures [55] (voir Section 1.1.1.2). La fraction plus faible d'austénite dans la PM2012 est probablement liée à la densité d'énergie plus faible utilisée pour l'imprimer, et donc à un revenu et une réversion austénitique amoindris. Pour le CX, la réversion ne s'est pas produite, vraisemblablement du fait de sa très faible teneur en carbone.

Comme vu précédemment, les aciers martensitiques Fe-C inoxydables ne présentent pas de fissures contrairement aux aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables. Étant donnée que la caractérisation des défauts internes et des rugosités de surface n'a pas révélé de différences entre les différents aciers, il est donc probable que la bonne imprimabilité des aciers X15TN et PM420 soit essentiellement liée à leur forte fraction d'austénite.

Les faibles concentrations en austénite des aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables comparées aux martensitiques Fe-C inoxydables sont probablement liées à deux facteurs : le premier

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 1.10 – Température M_s et fraction d'austénite résiduelle des aciers calculées avec les formules empiriques de Stevens & Haynes (Equation 1.2) et d'Andrews (Equation 1.3)

Types d'aciers	**Martensitiques Fe-C inoxydables**		**Martensitiques Fe-C non-inoxydables**				**Maraging inoxydables**	
Désignations	**PM420**	**X15TN**	**42CD4**	**AISI H11**	**AISI H13**	**PM2012**	**L40**	**CX**
M_s (°C) Steven & Haynes	151	51	313	243	272	157	240	153
M_s (°C) Andrews	215	150	322	285	311	213	297	204
Fraction d'austénite résiduelle (%)	34	96	8	10	19	16	13	7

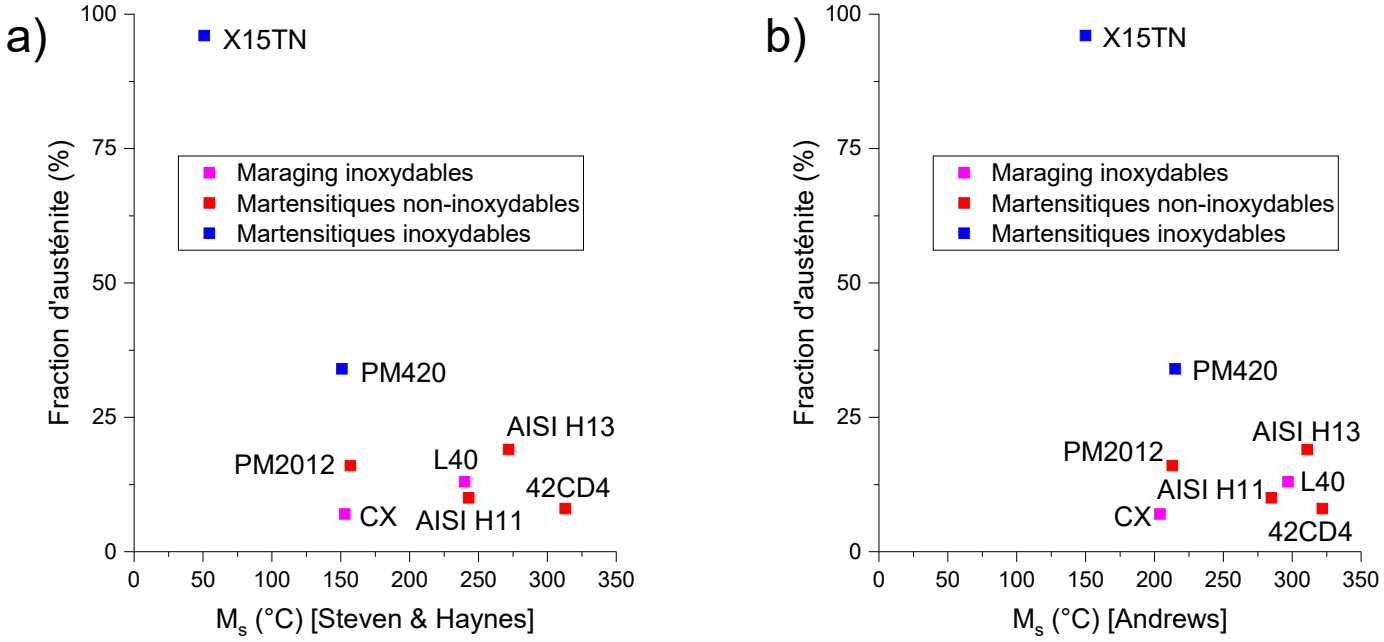


FIGURE 1.49 – Fraction d'austénite quantifiée par DRX en fonction de la température M_s : a) calculée avec la formule de Steven & Haynes (Equation 1.2) et b) calculée avec la formule d'Andrews (Equation 1.3).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

est que ces aciers contiennent moins d'éléments d'alliage pouvant abaisser les températures M_s et M_f ; et le second est la densité d'énergie utilisée pour les imprimer moins importante, ayant pour conséquence un revenu des couches moins important et probablement une réversion austénitique plus faible. Cette dernière hypothèse a pu être vérifiée expérimentalement lors de l'impression à différentes densités d'énergie d'échantillons en PM420 (voir Annexe D).

1.2.4.2 Métallographie des échantillons de PM420, X15TN, CX et L40

Les microstructures des aciers maraging inoxydables et martensitiques Fe-C inoxydables imprimés sans fissuration, ont été caractérisées. Deux microscopes électroniques à balayage (MEB) ont été utilisés : un Tescan Vega 3 et un ZEISS Supra 55 (FEG). Les diffractions d'électrons rétrodiffusés (*Electron BackScatter Diffraction* - EBSD) et les spectroscopies de rayons X à dispersion d'énergie (*Energy-Dispersive X-ray spectroscopy* - EDX) ont été réalisées dans le ZEISS Supra 55. Les données collectées ont été analysées en utilisant les logiciels AZtec et Tango développés par Oxford Instruments. Seuls les aciers martensitiques Fe-C inoxydables ont été analysés par EBSD afin de mettre en évidence l'austénite résiduelle qu'ils contiennent, et qui est, comme on l'a vu, probablement responsable de leur bonne imprimabilité.

Géométrie des cordons - La forme des cordons dans les différents aciers est visible sur la Figure 1.50, sauf pour l'acier CX pour lequel aucun réactif utilisé ne s'est révélé efficace. Il apparait sur cette figure que les géométries des cordons sont similaires, avec des hauteurs de cordon suivant l'axe d'impression Z mesurées au cœur des échantillons comprises entre $\sim$ 50 et 100 μm.

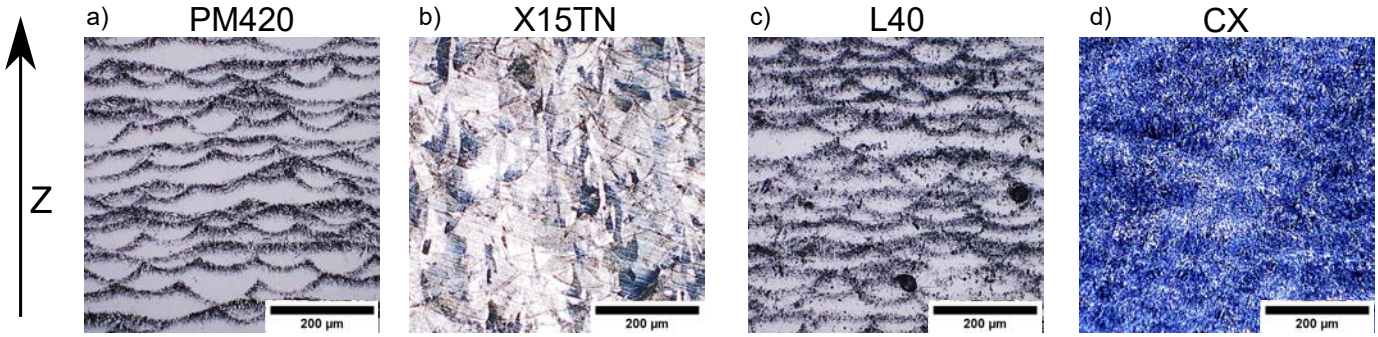


FIGURE 1.50 – Empilements de cordons de fusion LPBF dans les échantillons de PM420, X15TN, L40 et CX : a) PM420 après attaque chimique au réactif Fry A ; b) X15TN après attaque chimique au réactif Marble ; c) L40 après attaque chimique au réactif Fry A ; d) CX après attaque chimique au réactif Fry A.

Microstructure du PM420 brut de fusion - La microstructure après attaque au réactif de Kalling est visible sur les Figures 1.51.a. et b., et les différentes phases présentes dans l'acier sur les Figures 1.51.c. et d. La microstructure, similaire à celle observée dans [136] pour l'acier AISI 420, est composée de martensite et d'austénite résiduelle. Aucun précipité de taille micrométrique n'a été détecté. L'attaque au réactif de Kalling révèle la présence de lattes martensitiques nanométriques entre des cellules d'austénite (Figures 1.51.b)). Quant aux cartes EBSD, elles mettent en évidence que l'austénite se situe principalement au fond des cordons entre les lattes de martensite (Figures 1.51.c et 1.51.d).

Deux phénomènes pourraient expliquer la concentration plus importante d'austénite résiduelle au fond des cordons :

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1. Une concentration en éléments d'alliage plus importante au fond des cordons, abaissant localement les températures M_s et M_f. En effet, il a été montré que lors du refroidissement de cordons de soudure, des interfaces riches en éléments d'alliage peuvent se former par diffusion à l'interface solide/liquide [137]. Pour vérifier cette hypothèse, des cartes EDX ont été effectuées, et sont représentées sur la Figure 1.52. Aucun contraste chimique n'est cependant visible sur ces cartes. Le carbone étant un élément trop léger pour être détecté quantitativement, il n'est pas possible de déterminer s'il se trouve en plus forte concentration au fond des bains. Par ailleurs, le MEB/EDX est certainement limité en résolution spatiale.
2. Des grains plus petits au fond des bains de fusion en raison du refroidissement plus rapide dans cette zone [53], s'opposant à la transformation martensitique en abaissant la température M_s [138][139][140] (voir Section 1.3.4), et provoquant une réversion austénitique plus importante en raison d'une densité de joints de grain plus grande (Figure 1.7). Cette hypothèse n'a pas pu être vérifiée car la quantification des tailles de grains n'a pas été possible à cause de l'indexation médiocre obtenue lors des analyses EBSD.

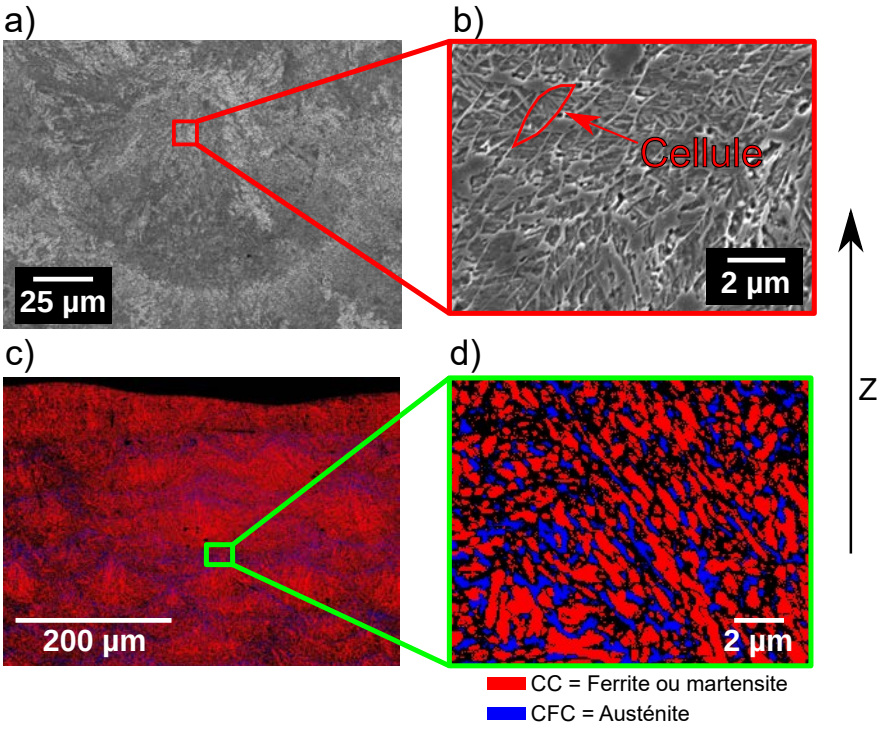


FIGURE 1.51 – Microstructure du PM420 brut de fusion : a) Image en électrons rétrodiffusés (BSE) d'un cordon LPBF après attaque chimique au réactif Kalling n°2 ; b) Image BSE de la microstructure du PM420 après attaque chimique au réactif Kalling n°2 mettant en évidence la présence de cellules très fines (taille caractéristique ≈ 1 μm) ; c) Empilement de cordons LPBF vu par EBSD mettant en évidence la fraction plus importante d'austénite résiduelle au fond des cordons ; d) Carte EBSD effectuée au fond d'un cordon révélant la présence d'austénite résiduelle entre des lattes de martensite.

Microstructure du X15TN brut de fusion - Concernant le X15TN, sa microstructure est visible sur la Figure 1.53. Elle est principalement composée d'austénite (Figure 1.53.a)), ainsi que de martensite contenant de l'austénite entre ses lattes (Figure 1.53.b)).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

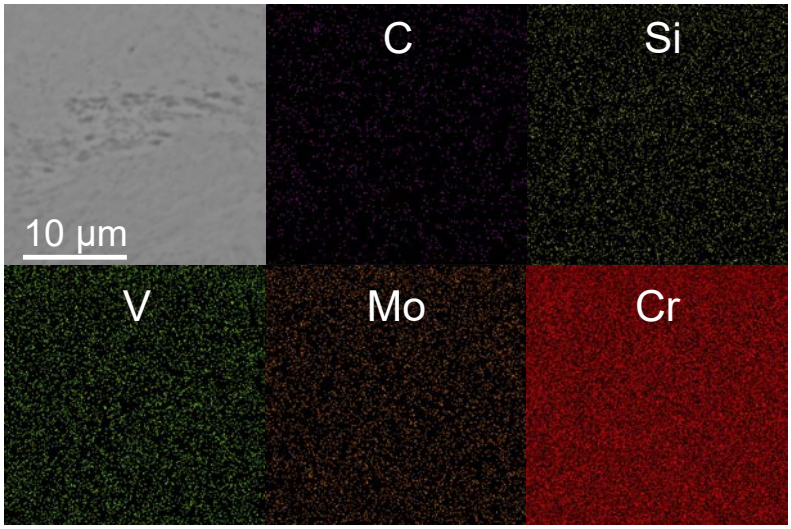


FIGURE 1.52 – Cartes MEB/EDX d'un échantillon de PM420 à l'état brut de fusion. Aucune ségrégation n'est visible à cette échelle.

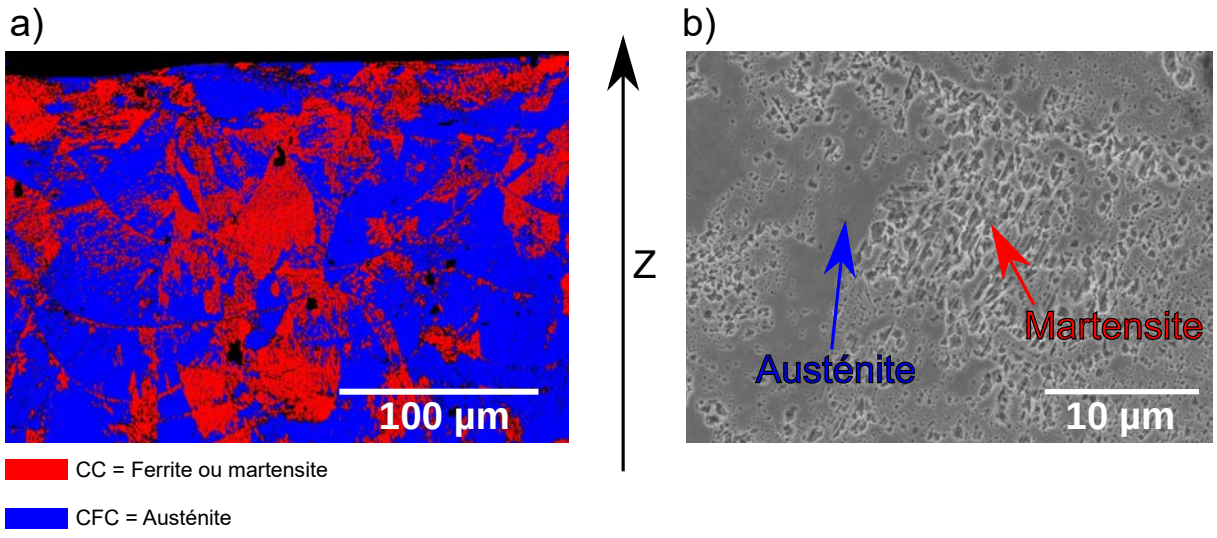


FIGURE 1.53 – Microstructure du X15TN brut de fusion : a) Empilement de cordons LPBF vu par EBSD ; b) Image BSE de la microstructure du X15TN après attaque au réactif Kalling n°2. La répartition des différentes phases dans les cordons semble aléatoire.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Microstructures des aciers maraging bruts de fusion - Les microstructures des aciers CX et L40 sont similaires et sont représentées sur la Figure 1.54. Elles sont constituées de lattes de martensite aléatoirement orientées et sont comparables à celles observées dans [141] dans du CORRAX, dont la composition chimique est proche de celle du CX. Des cartographies EBSD de ces aciers ont été réalisées, mais une dérive du faisceau d'électrons s'est produite lors de leur acquisition. Les images obtenues étaient donc très déformées et les taux d'indexation étaient médiocres. Par manque de temps, de nouvelles cartographies n'ont pas été faites.

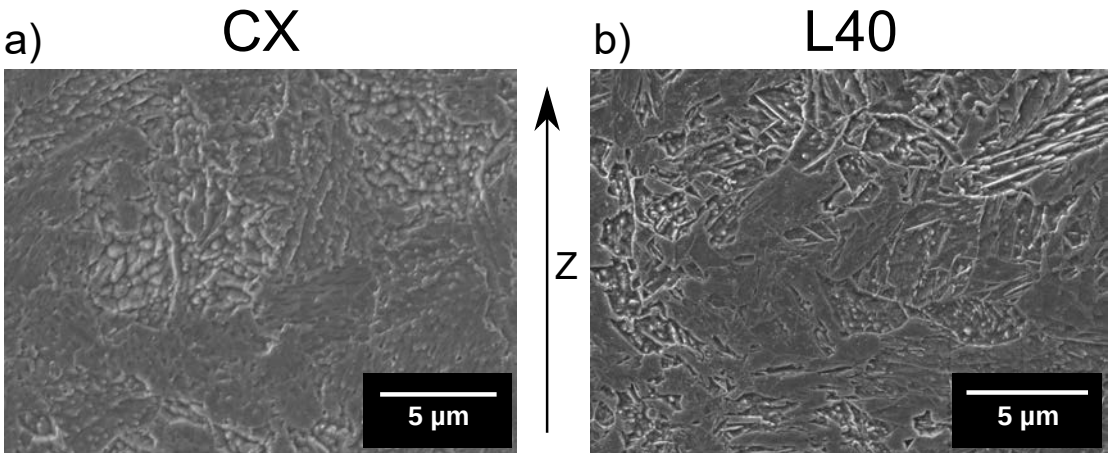


FIGURE 1.54 – Microstructures des maraging bruts de fusion après attaque au réactif Kalling n°2 : a) CX ; b) L40. Des lattes de martensite aléatoirement orientées sont observables.

1.2.5 Propriétés mécaniques statiques post-fusion

Les propriétés mécaniques statiques des différents aciers ont été caractérisées au regard de leur dureté et de leur résilience, deux quantités clefs du cahier des charges matériau (Tableau 3).

Les mesures de dureté Rockwell (HRC) ont été effectuées avec une machine Wolpert R-Testor 643R. Avant indentation, chaque surface était polie avec du papier P320 afin d'enlever la rugosité initiale. Les essais de résilience ont été réalisés à l'aide d'un mouton de Charpy Zwick Roell. Les éprouvettes de résilience, de dimensions initiales $11 \times 11 \times 57$ mm^3, ont été découpées par électroérosion aux dimensions $5 \times 10 \times 55$ mm^3 (Figure 1.55) afin d'enlever les zones fissurées au niveau de la liaison avec le plateau de fabrication (révélées précédemment sur la Figure 1.37). Elles contenaient en leur centre une encoche en forme de U de profondeur 5 mm, en accord avec la norme NF EN ISO 148-1 (2017).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

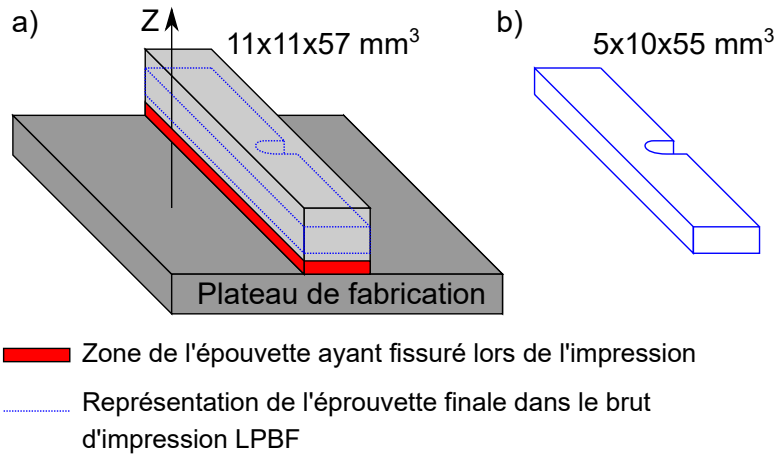


FIGURE 1.55 – Représentation schématique de l'éprouvette de résilience avant a) et après b) découpe par électroérosion. C'est au niveau de la liaison entre le plateau de fabrication et les éprouvettes que ces dernières présentaient des fissures (zone en rouge). Celle-ci a donc été enlevée lors de la découpe des éprouvettes.

Les mesures de dureté HRC et les essais de Charpy montrent que les propriétés mécaniques varient fortement d'un acier à l'autre (Figure 1.56). De grandes tendances apparaissent néanmoins : les aciers martensitiques Fe-C sont les plus durs ($\sim$ 53 HRC) et les plus fragiles ($\sim$ 15 J/cm^2), alors que les aciers maraging sont les plus mous ($\sim$ 40 HRC) et les plus résilients ($\sim$ 100 J/cm^2). Ceci est probablement lié à la quantité plus importante de carbone dans les aciers martensitiques Fe-C que dans les maraging (Tableau 1.5). Cependant, le carbone n'est pas le seul facteur influençant les propriétés mécaniques des pièces brutes de fusion LPBF. La Figure 1.57.a. montre en effet que les aciers 42CD4 et X15TN ont des duretés plus faibles que les aciers H11 et H13, bien que leurs taux de carbone soient identiques. Le X15TN est moins dur en raison de sa forte concentration en austénite résiduelle (Figure 1.57.b.). En ce qui concerne le 42CD4, l'origine de sa dureté moins importante n'a pas été identifiée.

La dureté du X15TN (40,7 $\pm$ 1,2 HRC) est similaire à celle obtenue par Limousin [5] ($\approx$ 41,8 HRC) après impression de ce même acier par LPBF. Compte tenu de son importante fraction d'austénite résiduelle (96%), l'importante dureté du X15TN est surprenante. Son origine n'est pas encore connue.

Quant au CX, sa dureté (34,4 $\pm$ 0,7 HRC) est comparable à celle mesurée par Asgari et al. [68] (35 HRC) et Yan et al. [69] ($\approx$ 35,5 HRC) après impression de celui-ci par LPBF.

Concernant le PM420, sa dureté est plus faible que celle mesurée dans les études de Nath et al. [53] et de Saeidi et al. [54]. Ces derniers trouvent des duretés respectivement égales à 55 $\pm$ 1 et 57 HRC. La dureté plus faible mesurée ici (51,7 $\pm$ 0,6 HRC) est probablement liée à la quantité d'austénite résiduelle plus importante dans nos matériaux (34%) que dans ceux de ces auteurs (respectivement 20% et 10%).

La dureté du 42CD4 (48,5 $\pm$ 2,5 HRC) est supérieure à celle obtenue par Damon et al. [142] (39 HRC). La dureté plus faible mesurée par ces auteurs est probablement liée au fait qu'ils ont préchauffé le plateau de fabrication à 200°C, ce qui a pu augmenter la fraction d'austénite résiduelle, provoquer un revenu, et réduire l'intensité des contraintes résiduelles.

Les faciès de rupture sont représentés sur la Figure 1.58. Il apparait que les maraging inoxydables (représentés par le CX) et les martensitiques Fe-C (représentés par le PM420 et le H13)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

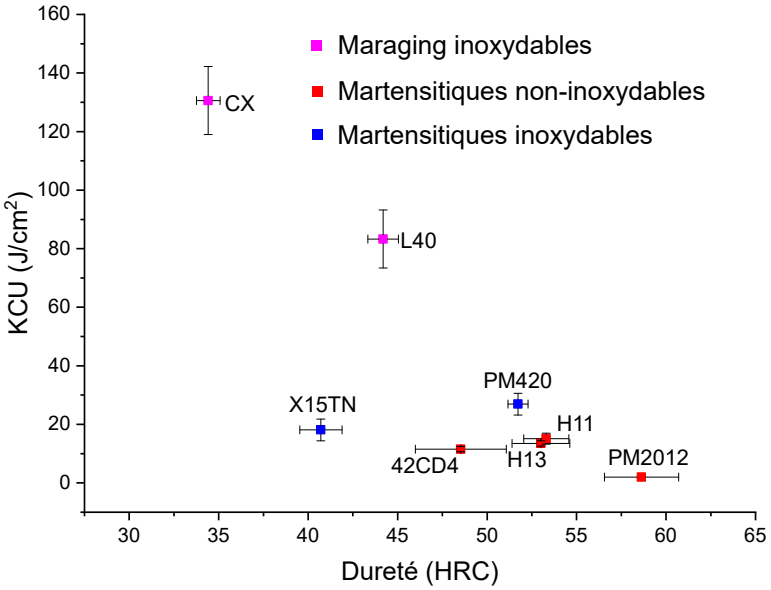


FIGURE 1.56 – Dureté et résilience des aciers à l'état brut de fusion

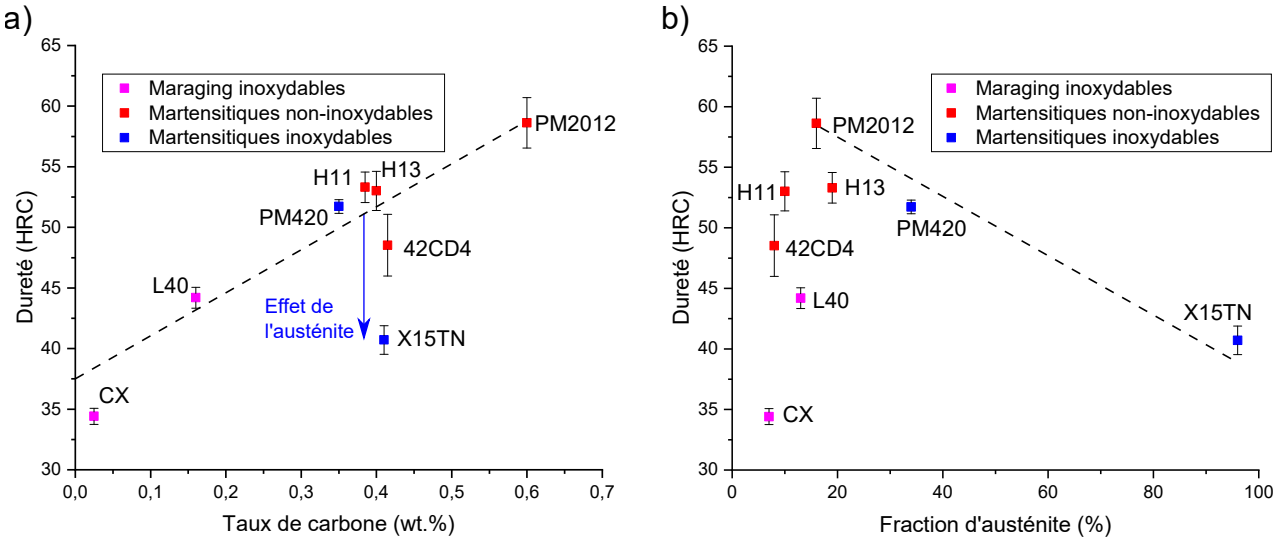


FIGURE 1.57 – Dureté en fonction du a) taux de carbone et de b) la fraction d'austénite

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

présentent des modes de rupture différents. Une forte déformation plastique des maraging avant rupture est remarquable (Figure 1.58.a.) avec, à l'échelle microscopique, la formation de cupules comme le montre la Figure 1.58.d., démontrant le caractère ductile des ruptures. Concernant les faciès des aciers martensitiques Fe-C, la déformation plastique des échantillons avant rupture est négligeable (Figures 1.58.b. et c.)) et aucune cupule n'est observable (Figures 1.58.e. et f.)), traduisant une rupture fragile. L'ensemble des faciès est disponible en annexe (Figure B.1).

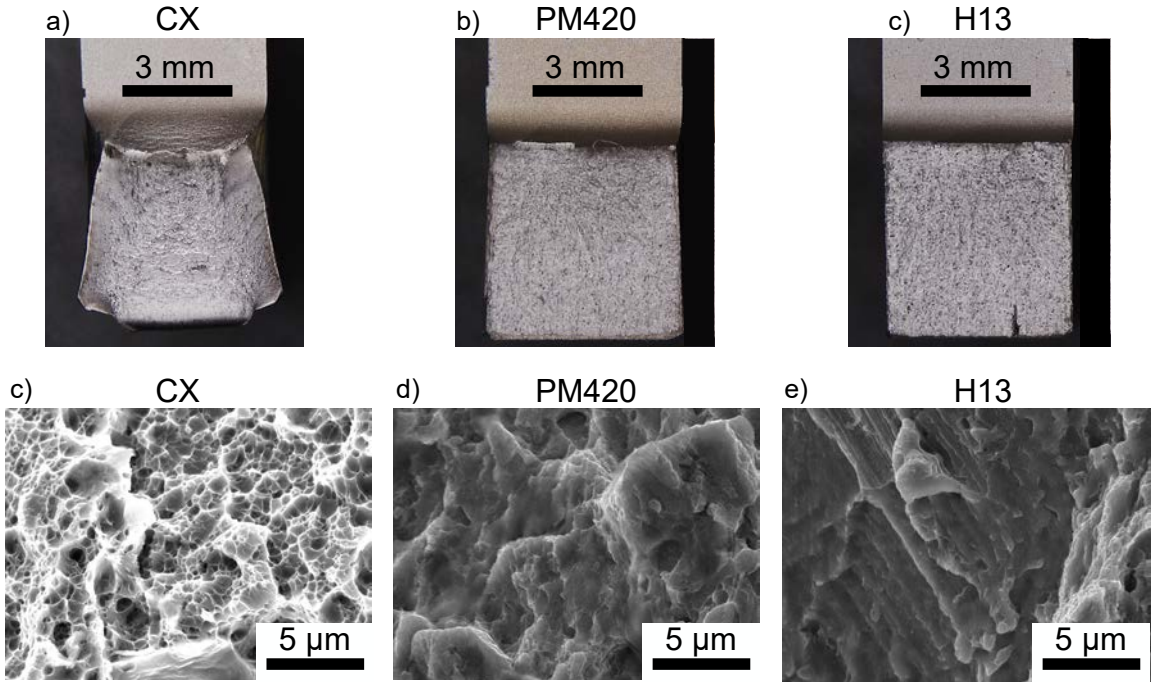


FIGURE 1.58 – Faciès de rupture des éprouvettes de CX, PM420 et H13 observés au microscope optique (a,b,c) et détails des ruptures observées au MEB (c,d,e).

Parmi tous les aciers étudiés dans cette thèse, il n'a pas été possible de trouver dans la littérature des valeurs de résilience uniquement pour le H13 et le AISI 420 après impression LPBF à des fins de comparaison.

Ainsi, Ren et al. [143] et Ackermann et al. [46] ont trouvé respectivement des résiliences de 16 J/cm^2 et de 10,2 J/cm^2 pour le H13, ce qui est en bon accord avec la valeur mesurée dans cette étude (15,1 ± 1,9 J/cm^2).

Tian et al. [144] ont mesuré quant à eux une résilience de ≈ 11,5 J/cm^2 pour le AISI 420 (de même composition que le PM420). Cette valeur est bien inférieure à celle obtenue dans notre étude (26,9 ± 3,7 J/cm^2). Cette résilience plus faible est probablement liée à une moindre quantité d'austénite résiduelle mesurée dans leur acier après impression (13,3% au lieu des 34% trouvés dans cette étude). La plus faible fraction d'austénite obtenue dans [144] est peut-être liée à la densité d'énergie plus faible utilisée pour imprimer les échantillons, de 75-85 J/mm^3 au lieu de 93 J/mm^3.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

1.3 Fusion d'un acier modèle Fe-C : rôle du carbone et de l'austénite résiduelle

Il a été montré précédemment que les aciers martensitiques Fe-C imprimés sans fissures sont ceux qui présentent après impression une forte teneur en austénite résiduelle. On peut en effet supposer que cette dernière permet d'accommoder les déformations subies lors de la fabrication et donc que sa présence réduit les risques de rupture. Une teneur plus importante en austénite résiduelle après refroidissement est en partie liée aux concentrations en éléments d'alliage qui abaissent les températures M_s et M_f. Parmi ces éléments, le carbone est celui stabilisant le plus l'austénite, y compris comparé à l'azote [44].

Une procédure spécifique a donc été conçue pour étudier l'influence du taux de carbone sur la présence d'austénite résiduelle après impression LPBF. Cette procédure est présentée schématiquement sur la Figure 1.59. Les matériaux de base utilisés étaient du fer pur ARMCO (taux maximum de carbone de 0,02 % d'après la documentation technique), et des feuilles de graphite (Figure 1.59.a.). Un gradient de concentration en carbone dans le fer pur a été obtenu par diffusion au SPS (*Spark Plasma Sintering* - Figure 1.59.b.). Des lamelles ont été découpées après diffusion du carbone (Figure 1.59.c.) et ont ensuite été placées dans une machine d'impression EOS M270 pour réaliser des cordons de fusion sur des substrats contenant des concentrations en carbone différentes et contrôlées (Figure 1.59.d.). La dureté de l'acier et des cordons en fonction du taux de carbone a ensuite été mesurée, et l'austénite résiduelle dans les cordons a été observée par EBSD.

1.3.1 Diffusion du carbone dans du fer pur par SPS

Les gradients de concentration ont été obtenus au SPS par diffusion des atomes de carbone contenus dans des feuilles de graphite vers des plaques de fer pur ARMCO, comme illustré sur les Figures 1.60 et 1.61. Quatre plaques d'épaisseur 1 mm ont été superposées les unes sur les autres pour obtenir un substrat suffisamment large pour y fusionner plusieurs cordons. Les surfaces de chaque plaque ont été polies avec des suspensions de silice colloïdale de 1 μm afin d'assurer de bonnes surfaces d'échange entre elles. Lors de la diffusion, la pression exercée sur les plaques de fer par les pistons verticaux est de 5 MPa pour assurer le contact entre les plaques, et la température est contrôlée à l'aide d'un thermocouple en contact avec les plaques de fer. Pour limiter l'oxydation des échantillons, la diffusion se fait sous vide primaire ($\sim$ 0,2 mbar).

L'élévation de la température au SPS se fait par effet joule [145]. Le profil de température est donné sur la Figure 1.62. La vitesse de montée en température est de 100°C/min pendant 10 min puis de 40°C/min pendant 2,5 min afin d'éviter un dépassement de la température cible de 1100°C. Un palier à 1100°C pendant 10 min est ensuite réalisé. Le refroidissement se fait à une vitesse contrôlée de 60°C/min afin d'éviter la formation de martensite lors du retour à température ambiante, et d'obtenir une microstructure perlito-ferritique à l'équilibre correspondant à un état recuit pour un acier.

Après diffusion au SPS, les plaques de fer ont été découpées en lamelles d'environ 1,3 mm d'épaisseur (Figure 1.59.c.). Les gradients de concentration en carbone représentés sur la Figure 1.63 ont été observés à l'aide d'un microscope optique ZEISS Axiophot et ont été révélés après polissage manuel et attaque au nital (2% HNO_3 + 98% Éthanol à 96%). Le temps d'immersion dans le nital devait être bref pour éviter de sur-attaquer les zones les plus riches en carbone.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

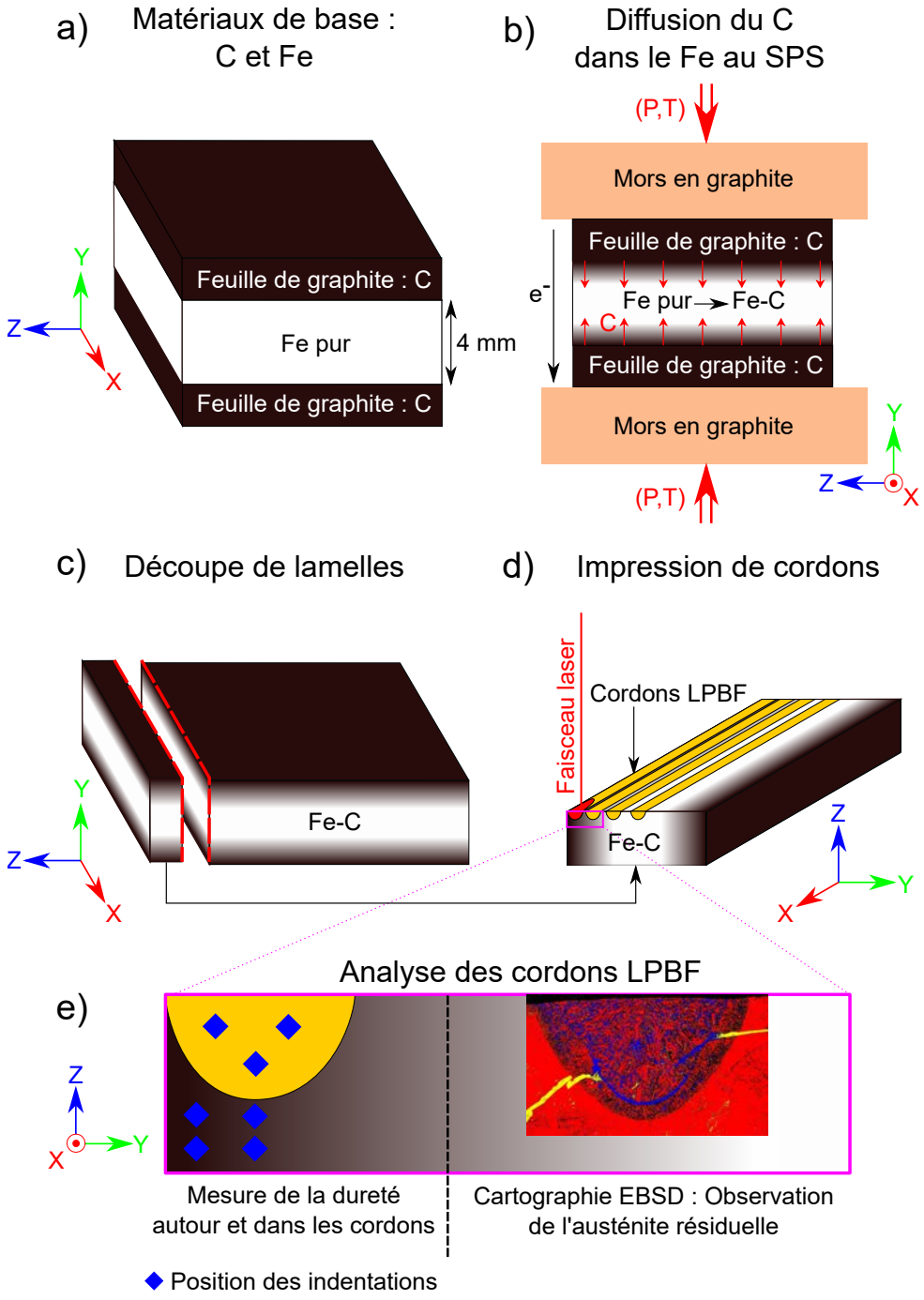


FIGURE 1.59 – Représentation schématique de la procédure mise au point pour étudier l'influence de la teneur en carbone sur la formation d'austénite résiduelle après impression laser : 1) Les matériaux de base sont du fer pur et des feuilles de graphite. Le fer correspond à un empilement de plaques de fer ARMCO d'épaisseur 1 mm ; 2) La diffusion du carbone contenu dans les feuilles de graphite vers le fer pur a été obtenue au SPS, permettant l'obtention des gradients de concentration en carbone dans le fer ; 3) Des lamelles ont été découpées avant d'être placées dans une machine d'impression LPBF 4). Des cordons d'impression (i.e. des cordons de fusion laser) ont été réalisés à différentes concentrations en carbone. 5) La dureté de l'acier et des cordons a ensuite été mesurée et leur microstructure observée à l'EBSD.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

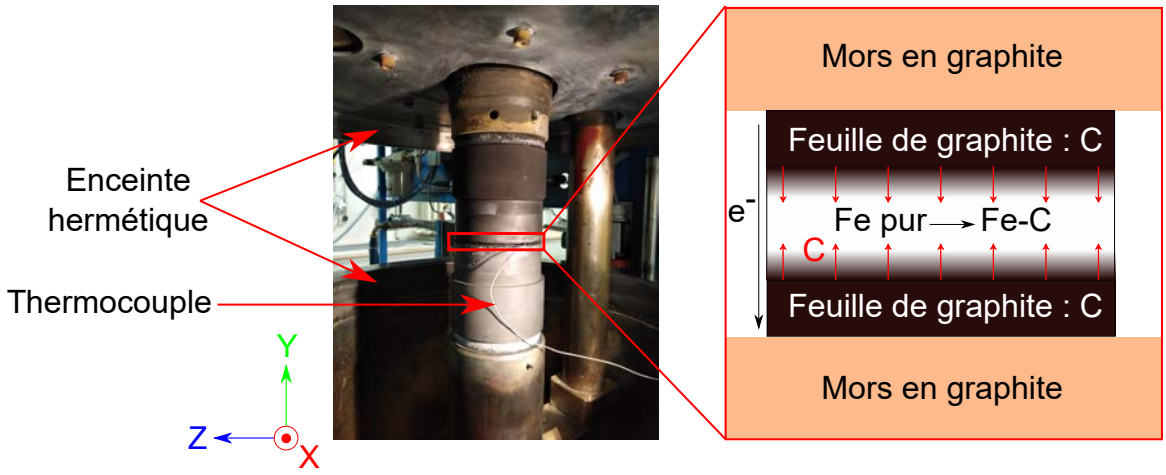


FIGURE 1.60 – Vue de l'intérieur de l'enceinte du SPS avec les plaques de fer installées entre les mors et les feuilles de graphite. Le fer pur est composé d'un empilement de quatre plaques de fer pur ARMCO d'un millimètre d'épaisseur chacune.

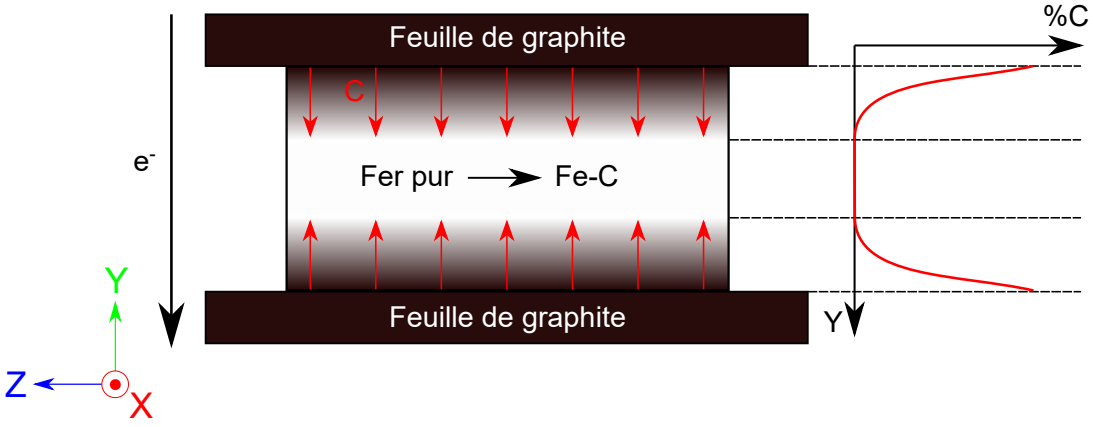


FIGURE 1.61 – Schéma de la diffusion du carbone des feuilles de graphite vers les plaques de fer pur

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

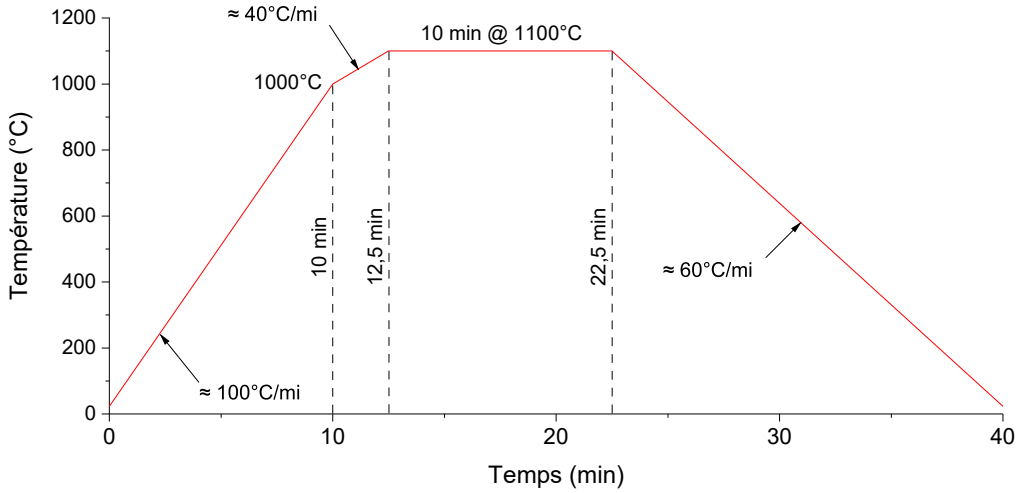


FIGURE 1.62 – Variation de température imposée lors de l'essai

La procédure de polissage était la suivante : polissage aux papiers abrasifs SiC P80, P320, P800, P1200 et P2500, puis polissage aux suspensions de silice colloïdale de 3, 2 et 0,05 μm (Mastermet).

L'attaque au nital 2% crée un relief au niveau de la surface des échantillons permettant de distinguer par différence de contraste les différentes phases présentes au microscope optique (Figure 1.63). Les phases sombres correspondent à la perlite. Dans la zone hypereutectoïde (proche de la surface de diffusion et où C > 0,77 wt.%), la phase blanche correspond à la cémentite et dans la zone hypoeutectoïde (au centre des échantillons et où C < 0,77 wt.%), elle correspond à la ferrite.

Ainsi, au niveau de la surface de diffusion, où la concentration en carbone est la plus importante, sont visibles de la cémentite et de la perlite ; quand la concentration en carbone diminue avec l'augmentation de la profondeur de diffusion, la cémentite disparaît et seule la perlite est présente ; viennent ensuite un mélange perlite + ferrite et enfin seule la ferrite apparaît (Figure 1.63).

1.3.2 Quantification du taux de carbone par analyse d'images et simulation numérique

La quantification du taux de carbone dans l'échantillon s'est faite de manière expérimentale et numérique. La méthode utilisée pour quantifier le taux de carbone expérimentalement est schématisée sur la Figure 1.64. La première étape a été de découper virtuellement par traitement d'image le gradient de concentration en zones rectangulaires d'environ 100 μm de haut selon la direction Y de diffusion, et de 480 μm selon l'axe Z. La hauteur des zones pouvait être supérieure à 100 μm si une seule et même phase était observable sur des distances de diffusion supérieure à 100 μm, comme ce fut le cas pour le gradient visible sur la Figure 1.63.a., où la ferrite est l'unique phase présente au centre de l'échantillon sur une distance dépassant les 1 mm.

Au sein de chacune de ces zones, les fractions des phases présentes ont été déterminées par analyse d'images en effectuant un seuillage manuel sous ImageJ. Après seuillage, la cémentite contenue dans la perlite a été supprimée manuellement des images.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

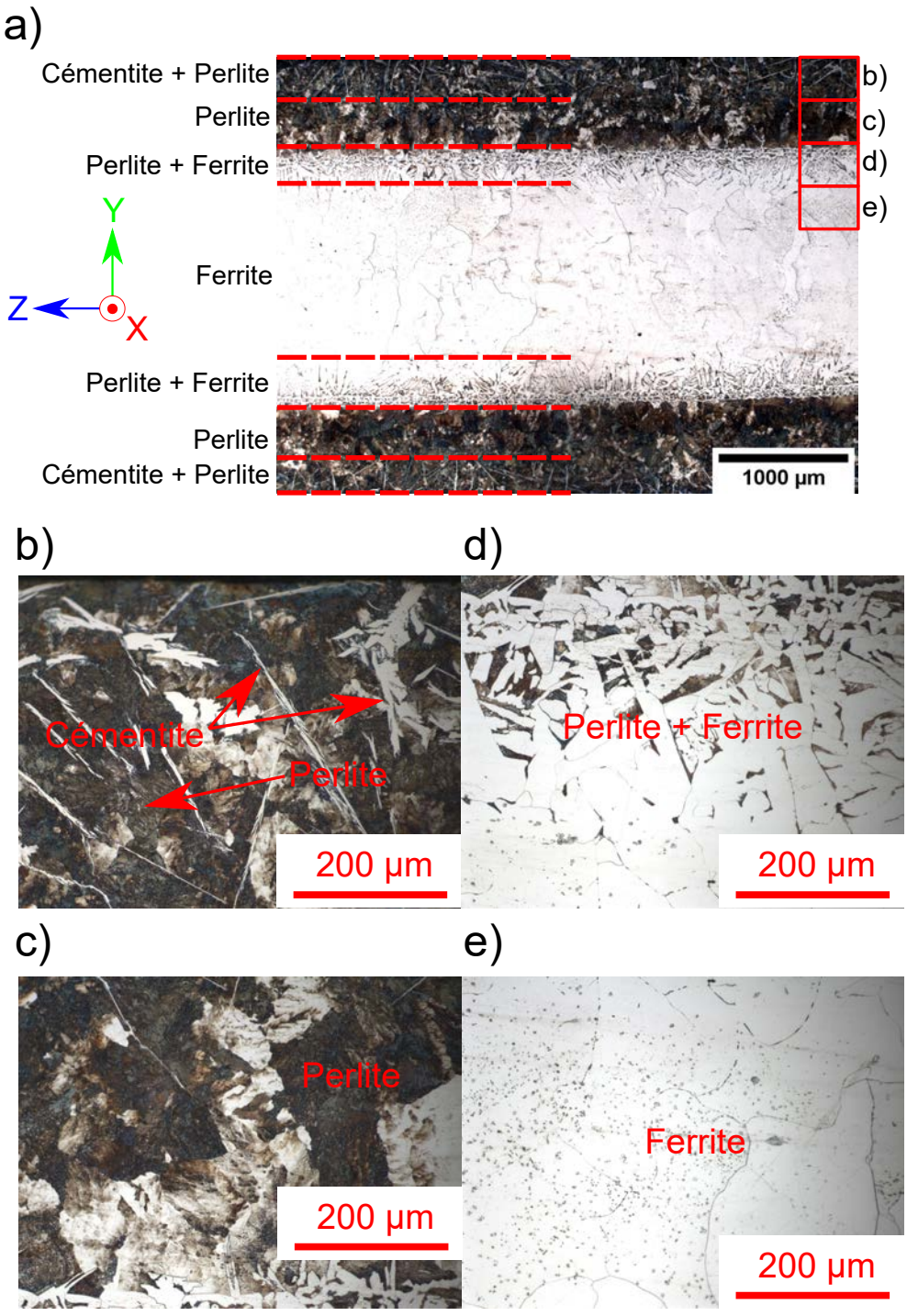


FIGURE 1.63 – Gradient de concentration en carbone obtenu dans du fer et révélé après une attaque au nital : a) Observation macroscopique des gradients de diffusion. Il n'est pas possible de distinguer les différentes plaques de fer utilisées ; b) Observation de cémentite et de perlite au niveau de la surface de diffusion ; c) Observation de perlite ; d) Observation d'un mélange de perlite et de ferrite ; e) Observation de ferrite. (Micrographies optiques après attaque au Nital 2%)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Une fois les phases départagées sous ImageJ, leurs fractions ont été évaluées dans chaque zone ainsi que le taux de carbone correspondant. Par exemple, dans la première zone de la Figure 1.64, la cémentite apparait en blanc et la perlite apparait en noir après seuillage. Le ratio du nombre de pixels blancs sur le ratio du nombre de pixels total donne la fraction de cémentite contenue dans la zone. Enfin, la concentration en carbone dans chaque lamelle a été déterminée en utilisant la formule : $\%C[wt.\%] = \%C\acute{e}mentite \times \%C_{C\acute{e}mentite} + \%Perlite \times \%C_{Perlite} + \%Ferrite \times \%C_{Ferrite}$ avec $\%C_{C\acute{e}mentite}$, $\%C_{Perlite}$ et $\%C_{Ferrite}$ les concentrations maximales en carbone de chaque phase, respectivement égales à 6,67 wt.%, 0,77 wt.% et 0,02 wt.%.

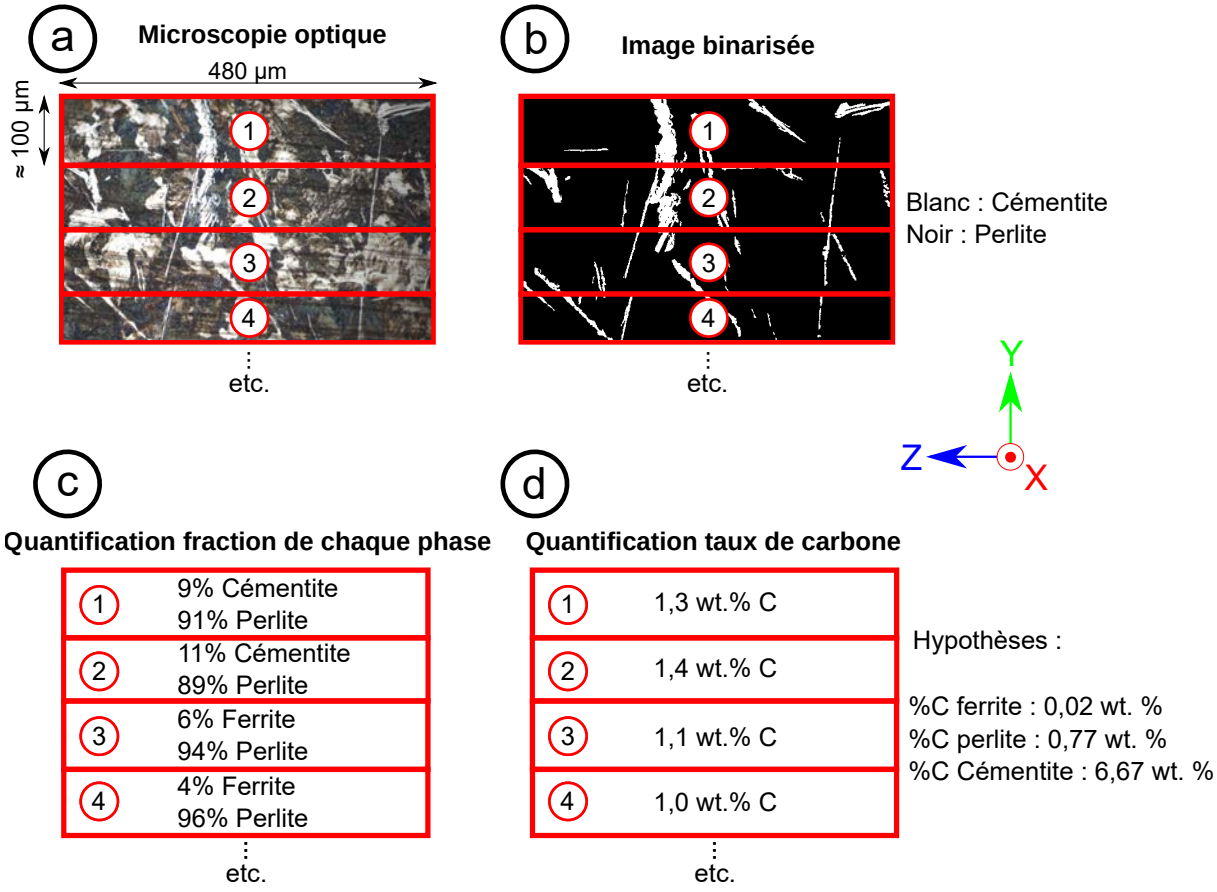


FIGURE 1.64 – Méthodologie utilisée pour quantifier expérimentalement le taux de carbone dans le gradient : 1) Le gradient est divisé en différentes zones ; 2) Les micrographies optiques de chaque zone sont seuillées ; 3) A partir des images seuillées, la fraction de chaque phase est déterminée ; 4) Le taux de carbone est estimé à partir de la fraction de chaque phase et du taux de carbone maximum théorique que peut contenir chacune des phases.

Le module DICTRA du logiciel Thermo-Calc a été utilisé pour déterminer numériquement le taux de carbone dans le gradient. Le profil de température illustré sur la Figure 1.62 a été implémenté dans le logiciel. L'épaisseur de l'échantillon dans la simulation est de 3,4 mm (épaisseur réduite après SPS en raison du fluage du fer à la température de diffusion).

Sur la Figure 1.65.a. sont illustrées les conditions aux limites appliquées au modèle numérique. Il a été supposé que le carbone est disponible en quantité illimitée (c'est-à-dire $\%C=\infty$ pour

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Y<0 et Y>3,4 mm), et qu'aux interfaces (Y=0 et Y=3,4 mm) la concentration de carbone est de 1,5%. La valeur de 1,5% a été choisie de manière à correspondre aux concentrations en carbone déterminées expérimentalement (voir Figures 1.65.b. et, en annexe, les Figures C.3, C.6 et C.9), et de manière à ce que les distances de diffusion D_t soient identiques numériquement et expérimentalement (Figures 1.65.a. et 1.65.b.).

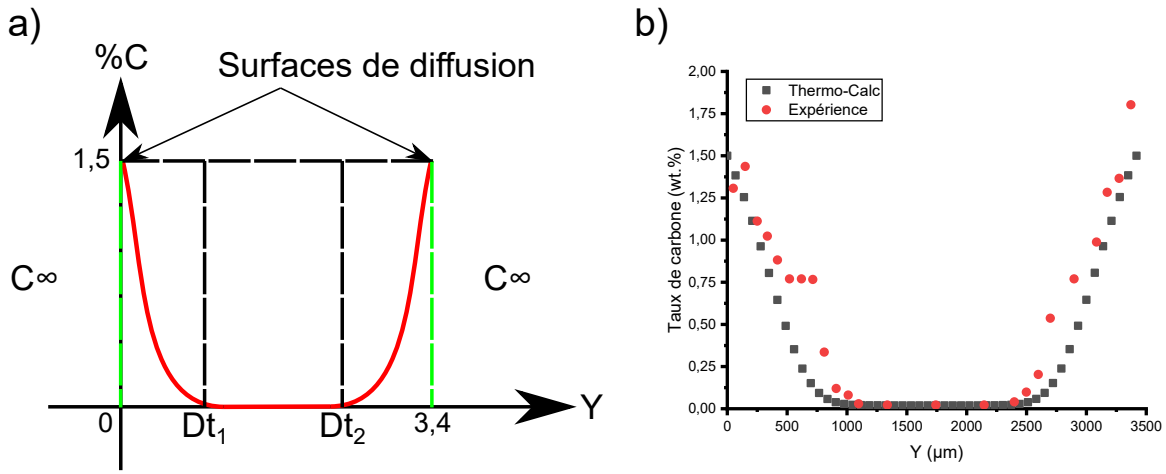


FIGURE 1.65 – Quantification du taux de carbone en fonction de la distance de diffusion : a) Modélisation utilisée pour la simulation numérique et b) Comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux.

Les résultats des quantifications expérimentales et numériques sont donnés sur la Figure 1.65.b. On remarquera que les résultats donnés par les deux méthodes sont très proches bien que la teneur en carbone déterminée expérimentalement soit globalement plus importante que celle déterminée numériquement tout le long du profil. Deux hypothèses peuvent être formulées pour expliquer ce phénomène. La première est que le palier de concentration en carbone observé sur la courbe expérimentale (points rouges alignés pour $500 < Y < 750$ μm sur la Figure 1.65.b.) augmente artificiellement la concentration de carbone. Ce palier est lié à plusieurs zones consécutives dont les fractions de perlite sont égales à 100%, et donc dont le taux de carbone est toujours évalué à 0,77%. De tels paliers sont également observables en annexe sur les Figures C.3 et C.6 . La seconde hypothèse est que cette différence résulte des nombreuses sources d'incertitude. Au niveau de la préparation des échantillons, les temps d'immersion de ces derniers dans le Nital provoquent plus ou moins de contraste lors des observations au microscope. Au niveau des analyses d'images, les seuillages et "nettoyages" manuels des différentes zones peuvent également être source d'incertitudes.

Par la suite, le taux de carbone dans le gradient sera estimé en se basant sur les résultats numériques.

1.3.3 Impression de cordons LPBF dans le gradient de concentration

Les cordons de fusion laser ont été obtenus en installant les lamelles dans une machine EOS M270. Le positionnement dans la machine était effectué à l'aide d'une plaque rainurée posée sur le plateau de fabrication (Figure 1.66). Seize cordons ont été fusionnés perpendiculairement au gradient de concentration (Figure 1.67). Les paramètres de fusion étaient les suivants : P = 195 W et v_s = 818 mm/s, correspondant à ceux utilisés dans la Section 1.2 pour l'impression des aciers

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

non-inoxydables (voir Tableau 1.6). La fusion a été réalisée sous azote. Les cordons devaient théoriquement être fusionnés à différentes teneurs en carbone, allant de 0% à 1,5% par pas de 0,1%. Afin de déterminer ces distances, le gradient calculé sous DICTRA a été utilisé. Pour éviter que les cordons ne se superposent, ces derniers ont été réalisés dans 4 différentes lamelles (4 cordons par lamelle comme le montrent les Figures 1.67.b., c., d. et e.).

Il s'est avéré que les positions réelles des cordons par rapport à la surface de diffusion ne correspondaient pas aux positions théoriques, probablement en raison d'un manque de précision dans le positionnement des échantillons sur le plateau de fabrication et/ou d'un problème de calibrage de la machine d'impression. Il a donc été nécessaire de mesurer les distances réelles entre les différents cordons par rapport à la surface de diffusion à l'aide de microscopies optiques, et de déterminer ensuite à partir des résultats DICTRA les taux de carbone correspondants. Des exemples de cordons obtenus sont visibles sur la Figure 1.68.

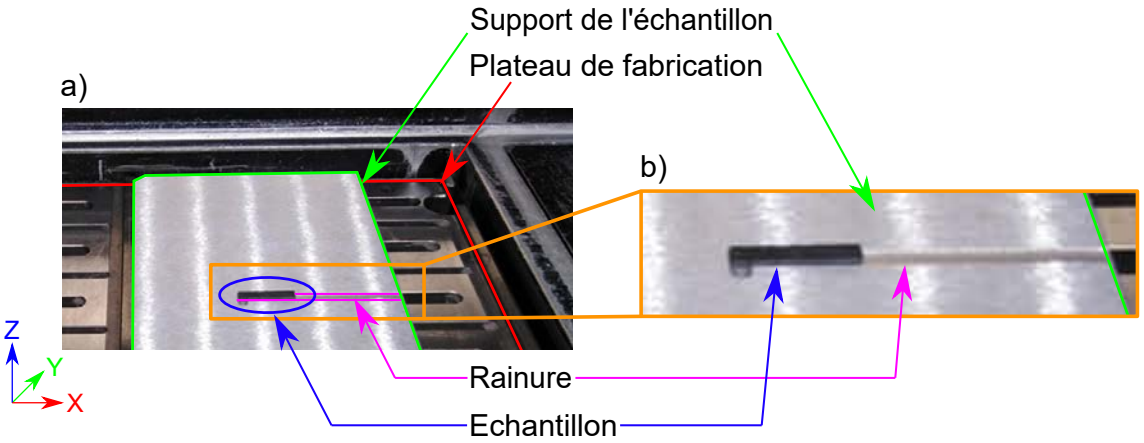


FIGURE 1.66 – Installation d'un échantillon (ici en résine polymère noire pour effectuer un essai préliminaire) dans une machine d'impression EOS M270. Une plaque disposant d'une rainure a été installée sur le plateau de fabrication de la machine pour assurer le bon positionnement des échantillons : a) faible grandissement et b) fort grandissement.

1.3.4 Influence du carbone et de l'austénite résiduelle sur la microdureté des cordons

Les microduretés ont été mesurées avec une machine Buehler Micromet 5104. La charge appliquée était de 25 g. Des indentations ont été faites dans les cordons LPBF et dans l'acier de base, comme illustrées sur la Figure 1.69. Trois indents ont été faits par cordon. Aucune distinction n'a été faite entre le cœur des cordons et les Zones Affectées Thermiquement (ZAT) car celles-ci n'étaient pas toujours identifiables.

Les valeurs de dureté des cordons et de l'acier de base en fonction de la distance à la surface de diffusion sont données sur la Figure 1.70.a. Il apparait que la dureté de l'acier de base baisse quand la distance à la surface de diffusion augmente. Quant à la dureté des cordons, celle-ci atteint un maximum à une distance de 500 μm de la surface de diffusion.

A partir des résultats obtenus numériquement (Figure 1.65.b.), il a été possible de tracer l'évolution de la dureté en fonction du taux de carbone, comme le montre la Figure 1.70.b. La dureté de l'acier de base croît avec l'augmentation du taux de carbone. Cette augmentation de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

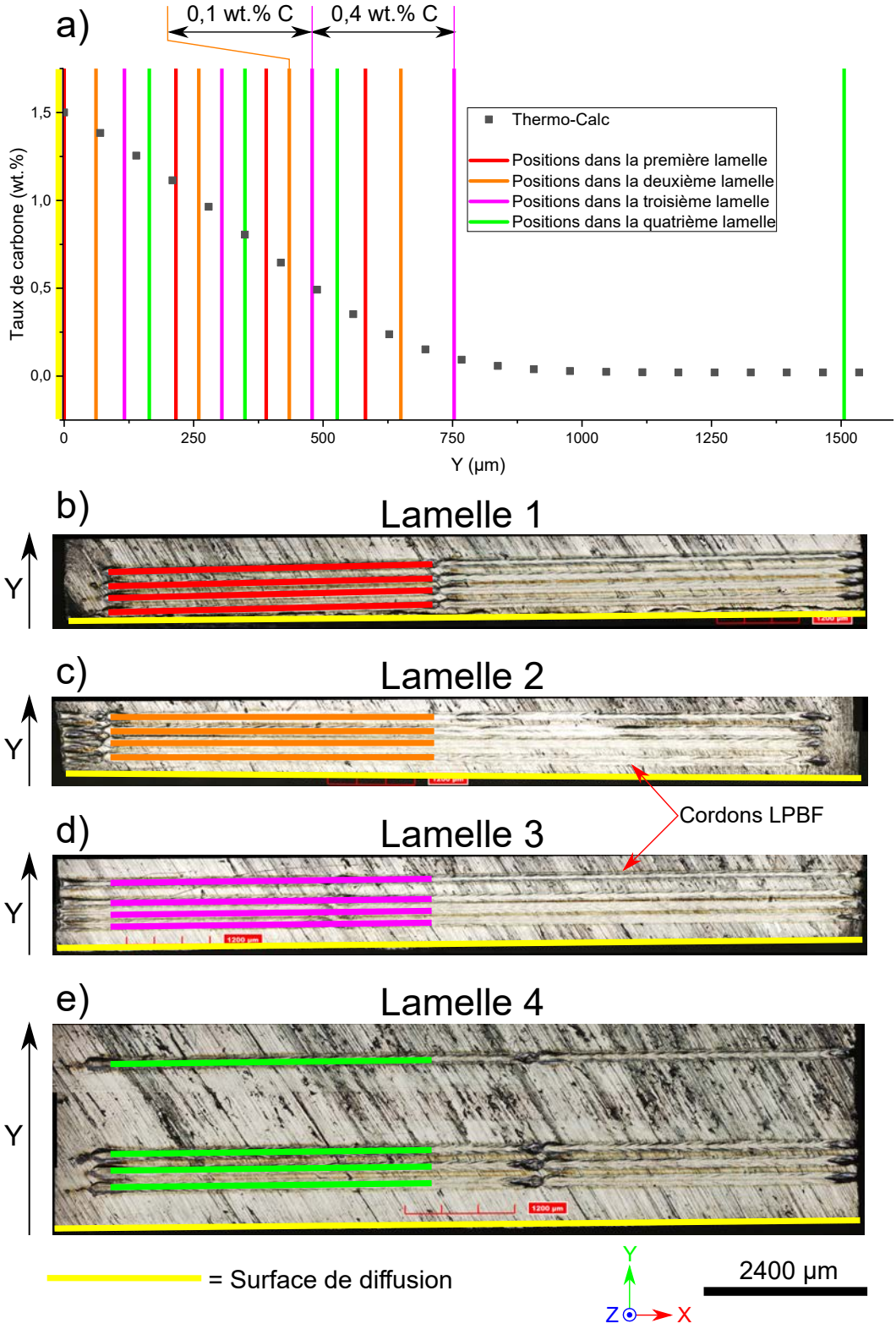


FIGURE 1.67 – Positions théoriques a) des cordons LPBF dans le gradient de concentration en carbone et b), c), d) et e) leurs positions réelles

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

FIGURE 1.68 – Micrographie optique mettant en évidence les cordons et microstructures formés lors du lasage et révélés par une attaque au nital

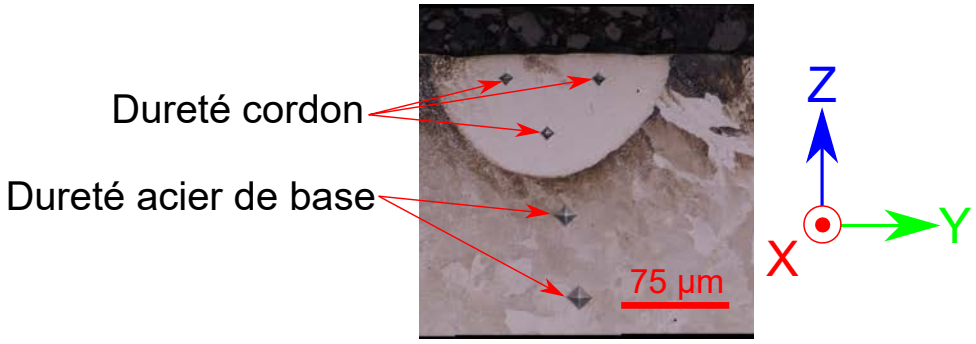


FIGURE 1.69 – Positions des indentations de dureté

la dureté est probablement liée à la fraction de cémentite plus importante près des surfaces de diffusion (Figure 1.63), où le taux de carbone est maximal.

La dureté des cordons atteint quant à elle un pic de dureté pour une concentration en carbone de 0,55 wt.%. Litwinchuk et al. [40], Grange et al. [41] et Galindo-Nava et al. [146] ont également observé un tel pic en étudiant la dureté après trempe d'aciers martensitiques (non-issus de l'impression LPBF).

Selon Galindo-Nava et al. [146], l'augmentation de la concentration en carbone entraine la formation d'une martensite plus dure car plus contrainte, mais abaisse également la température de début de transformation martensitique M_s, ce qui a pour conséquence d'augmenter la quantité d'austénite résiduelle et donc d'abaisser la dureté. Il résulte de ces deux phénomènes concomitants la formation d'un pic de dureté.

Pour essayer de vérifier cette hypothèse, les cordons contenant 0,05, 0,55 et 0,97 wt.% de carbone (cercles bleus sur la Figure 1.70), ont été analysés à l'EBSD afin d'observer qualitativement les phases présentes dans ces cordons. Les observations EBSD ont été réalisées en utilisant le même matériel et en suivant le même protocole que celui présenté dans la Section 1.2.4. Les cartes de phases obtenues sont illustrées sur la Figure 1.71. Une nette augmentation de l'austénite résiduelle dans les cordons quand le taux de carbone augmente est observable. Pour le cordon à 0,55 wt.% de carbone, on observe la formation d'austénite résiduelle principalement placée autour d'une plaquette de cémentite.

Il est donc possible que la baisse de la dureté résulte de l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle dans les cordons. Néanmoins, les pics de dureté observés par Litwinchuk et al. [40], Grange et al. [41] et Galindo-Nava et al. [146] correspondent à une concentration en carbone de $\approx$ 0,9 wt.% donc réellement supérieure à la valeur de 0,55 wt.% mesurée dans cette étude.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

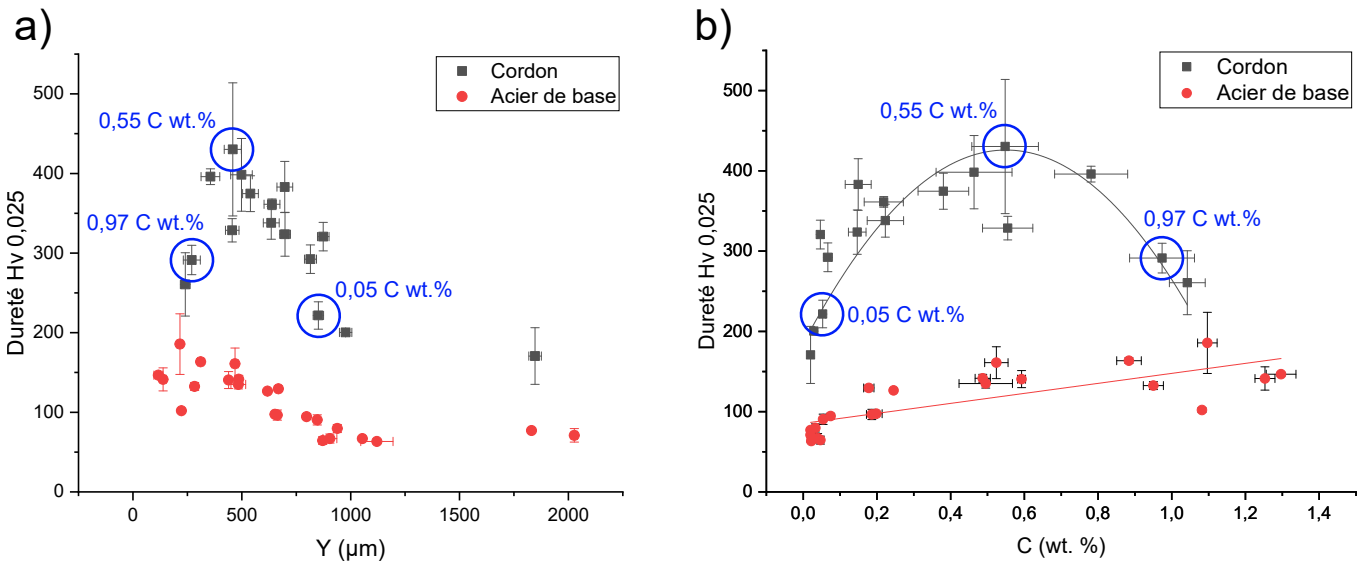


FIGURE 1.70 – Dureté des cordons et de l'acier de base en fonction de a) la profondeur de diffusion et de b) la teneur en carbone. Les cercles bleus mettent en évidence les duretés mesurées dans les cordons illustrés sur la Figure 1.71.

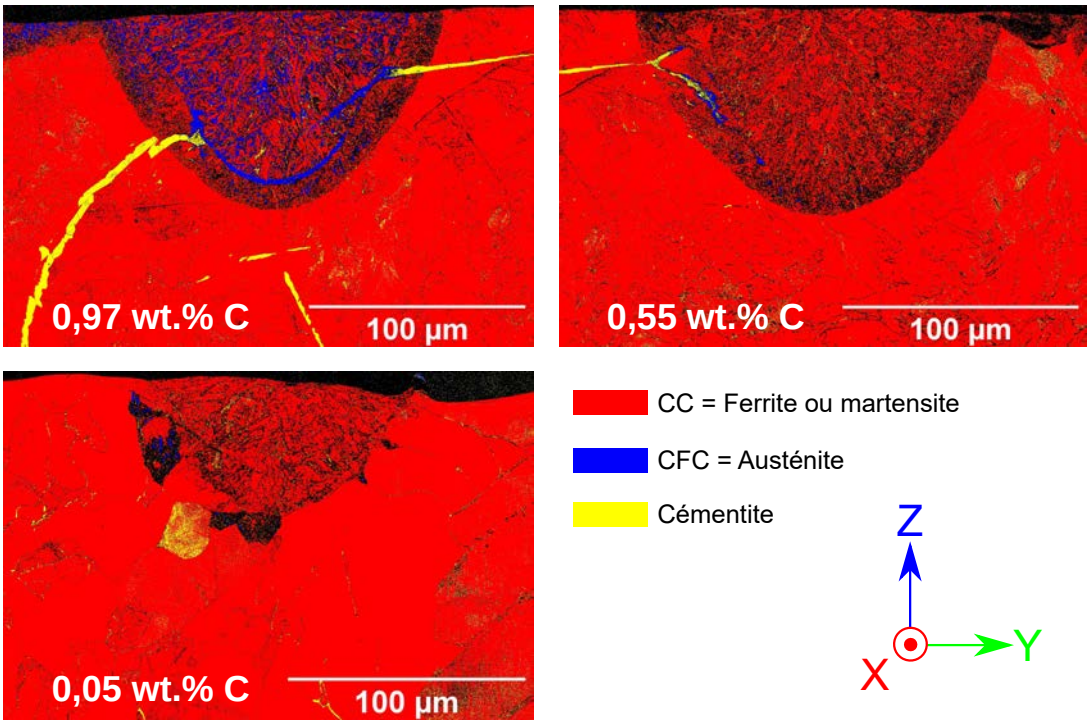


FIGURE 1.71 – Cartes EBSD représentant les différentes phases présentes dans les cordons contenant 0,05, 0,55 et 0,97 wt.% de carbone

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Deux hypothèses sont possibles pour expliquer le décalage des pics de dureté entre les études précédemment citées et le pic observé dans notre cas (pics à ≈ 0,9 wt.% et à 0,55 wt.% respectivement).

La première est que le taux de carbone dans le gradient de concentration est sous-estimé en raison des incertitudes liées à la méthode de quantification. Afin de vérifier la plausibilité de cette hypothèse il a été supposé que le pic de dureté, se situant à ≈ 500 μm de la surface de diffusion (Figure 1.70.a.), correspond à une teneur en carbone de ≈ 0,9 wt.%. Une simulation numérique, dont les résultats sont illustrés sur la Figure 1.72, montre que pour obtenir une telle concentration il est nécessaire d'appliquer une concentration aux interfaces (Y=0 et Y=3,4 mm) de ≈ 2,1 wt.% C. Le gradient de concentration obtenu (courbe bleue) est globalement supérieur à celui mesuré expérimentalement. Les distances de diffusion entre les deux simulations (celle avec des interfaces à 1,5 wt.% C et celle avec des interfaces à 2,1 wt.% C) sont similaires. Toutefois, il est peu probable que la valeur de 2,1 wt.% aux interfaces soit correcte puisque celle-ci est bien supérieure à toutes les mesures expérimentales réalisées précédemment (Figures 1.72, C.3, C.6 et C.9).

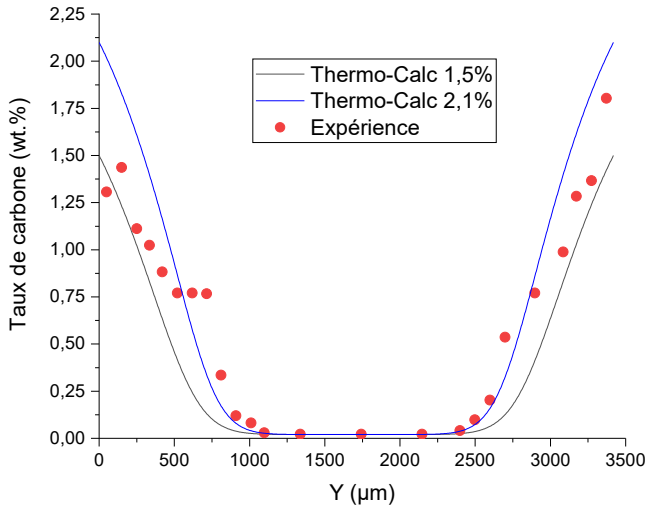


FIGURE 1.72 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques. La simulation ayant pour condition aux limites 2,1% de carbone permet d'obtenir une concentration en C de 0,9% à une profondeur de diffusion de 500 μm, mais semble sur-évaluer la concentration en C contenue dans le gradient par rapport aux résultats expérimentaux.

La seconde hypothèse est que la faible taille des grains d'austénite se formant lors du refroidissement rapide du bain de fusion s'oppose à la transformation martensitique, et entraine donc une baisse de la dureté dans les cordons par augmentation de l'austénite résiduelle qu'ils contiennent. Ce phénomène a déjà été observé dans les études de Colaço et al. [138] et de Rafi et al. [139].

Colaço et al. [138] ont constaté une forte concentration en austénite résiduelle dans du AISI 420 après fusion laser. Selon eux, le raffinement de la taille des grains austénitiques provoqué par la fusion laser en serait responsable. Pour appuyer leur propos, ils ont évalué la température M_s en fonction de la taille des grains d'austénite initiaux (Figure 1.73) en utilisant l'Équation 1.6 développée empiriquement par Jiang et al. [140] :

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

$$M_s = A \exp\left(-\frac{B}{d}\right) \tag{1.6}$$

Avec A et B deux constantes dépendantes du matériau, et d la taille initiale des grains d'austénite.

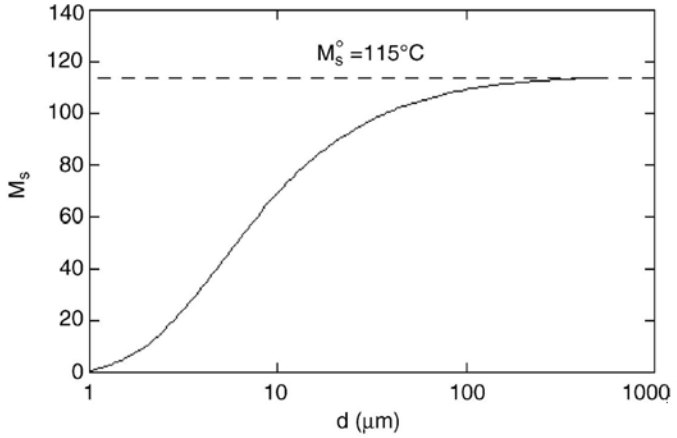


FIGURE 1.73 – Température M_s de l'acier AISI 420 en fonction de la taille des grains d'austénite initiaux estimée en utilisant l'Équation 1.6 [138]

Rafi et al. [139] ont étudié l'impression par LPBF de l'acier 17-4PH et ont constaté que celui-ci contient plus d'austénite résiduelle après impression LPBF qu'après trempe conventionnelle. Leur hypothèse pour justifier ce phénomène est que le refroidissement lors de l'impression LPBF est suffisamment rapide pour entrainer une faible taille des grains d'austénite s'opposant à la transformation martensitique. En effet, la contrainte de cisaillement nécessaire à la formation de la martensite augmente avec la diminution de la taille des grains via la relation de Hall-Petch [139].

Bien que la taille des grains d'austénite initiaux n'ait pas été quantifiée dans les cordons, il est fort probable qu'elle soit inférieure à celle des études de Litwinchuk et al. [40] et de Grange et al. [41], puisque ces études ont étudié la dureté de la martensite obtenue après austénitisation et trempe, alors que dans notre cas, elle a été étudiée après impression LPBF.

Pour aller plus loin, il conviendrait d'étudier plus finement la microstructure au sein des cordons à différents taux de carbone, notamment par EBSD, ce qui n'a pas pu être fait dans le cadre de ce travail, faute de temps.

1.4 Imprimabilité des aciers martensitiques : conclusion

Dans un premier temps, l'imprimabilité de huit aciers a été étudiée : deux maraging inoxydables, quatre martensitiques Fe-C non-inoxydables et deux martensitiques Fe-C inoxydables. Deux jeux de paramètres d'impression ont été utilisés pour imprimer les échantillons : l'un pour les aciers non-inoxydables (60 J/mm^3) et l'autre pour les aciers inoxydables (93 J/mm^3).

Lors de leur impression, tous les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables ont fissuré. Les fissures se situent principalement au niveau de la jonction entre le plateau de fabrication et la pièce, où les contraintes résiduelles sont les plus importantes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Les tomographies aux rayons X ont révélé que les défauts internes sont similaires entre les différents aciers. En effet, les valeurs médianes des sphéricités des pores sont toutes comprises entre 0,67 et 0,87, ce qui indique que la moitié du volume total des pores correspond à des pores non-sphériques et qu'ils résultent donc très probablement de manques de fusion ou de fissures à chaud. Concernant les valeurs médianes de leurs diamètres équivalents, elles sont toutes comprises entre 18 μm et 39 μm.

Les densités relatives étaient toutes supérieures à 99,98%, excepté pour le 42CD4 (99,7%). Les aciers inoxydables sont très légèrement plus denses que les non-inoxydables, probablement en raison de la densité d'énergie plus importante utilisée pour les imprimer.

Concernant les états de surface, ceux-ci ont été analysés à partir de profils extraits des images 3D. Les indices R_a et R_t calculés à partir de ces profils sont similaires entre les différents aciers et égaux à approximativement 14 μm et 120 μm respectivement.

L'analyse des microstructures a révélé que les maraging sont composés de lattes de martensite et d'une faible quantité d'austénite résiduelle. En ce qui concerne les martensitiques Fe-C, il a été constaté que ceux qui n'ont pas fissuré sont également ceux ayant la plus forte teneur en austénite résiduelle, c'est-à-dire les aciers PM420 (34%) et X15TN (96%). Ces derniers ont des concentrations en éléments d'alliage importantes, qui abaissent les températures de fin de transformation M_s et M_f, et qui, par conséquent, augmentent le taux d'austénite résiduelle. Dans le X15TN, l'important taux d'azote qu'il contient (entre 0,16 et 0,25 wt.%) est également responsable de sa forte fraction d'austénite résiduelle après impression. Concernant le PM420, une réversion de l'austénite peut avoir lieu lors de l'impression. Dans cet acier, l'austénite se situe entre des lattes de martensite et au fond des cordons, alors que dans le X15TN, elle compose la quasi-totalité de l'acier et elle se trouve également entre des lattes de martensite. Quant aux aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables, leurs teneurs plus faibles en austénite résiduelle résultent de leurs concentrations en éléments d'alliage moins importantes (et notamment en chrome et en azote), et potentiellement de la densité d'énergie plus faible utilisée qui entraine un revenu des couches inférieures moins important et donc une réversion austénitique plus faible.

Les aciers maraging sont les moins durs et les plus résilients, car ils forment une martensite ductile non-contrainte. Les aciers martensitiques Fe-C sont les plus durs et les moins résilients à cause de la martensite dure qui les compose. Le X15TN est le martensitique Fe-C le moins dur, car il est principalement composé d'austénite.

Dans un deuxième temps, afin d'isoler le rôle de l'austénite résiduelle sur l'imprimabilité, l'étude de cordons de fusion dans un gradient de concentration en carbone contrôlé a été réalisée. Il a été montré que l'augmentation du taux de carbone dans les cordons entraine deux phénomènes en compétition : d'une part l'augmentation du taux de carbone augmente la dureté de la martensite, et d'autre part, il augmente la quantité d'austénite résiduelle adoucissant l'acier. Il a été observé un pic de dureté au-delà duquel l'adoucissement provoqué par l'austénite résiduelle compense la dureté de la martensite.

Il ressort finalement de cette étude que les aciers disposant des meilleures imprimabilités sont les aciers martensitiques Fe-C inoxydables PM420 et X15TN, ainsi que les aciers maraging inoxydables CX et L40. Le chapitre suivant sera consacré à l'évolution des propriétés mécaniques de ces différents aciers et de leur tenue en fatigue après traitement thermique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

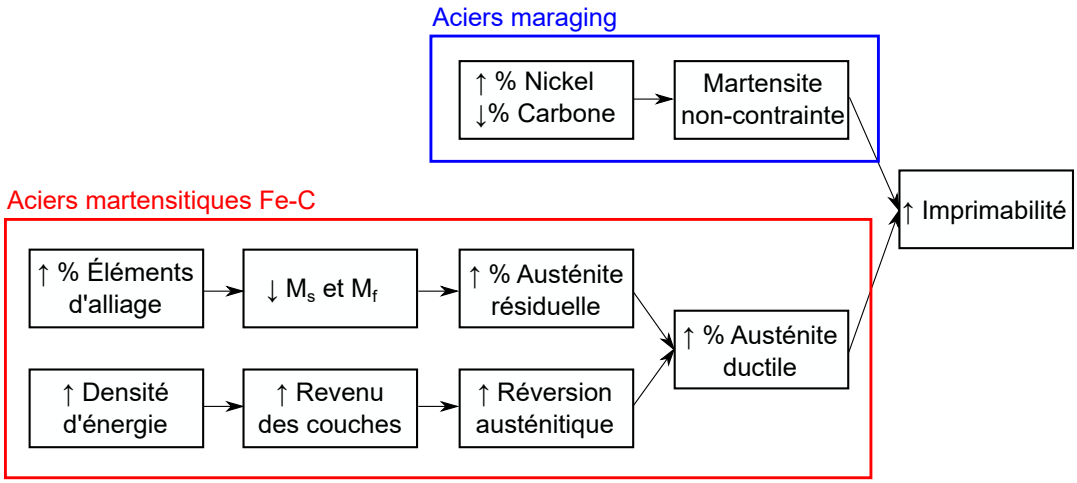


FIGURE 1.74 – Conclusion graphique du chapitre

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 2

Impact des traitements thermiques post-LPBF sur les propriétés mécaniques

Dans le chapitre précédent, quatre aciers ont été identifiés comme étant de potentielles alternatives au maraging 18Ni300 au regard de leur imprimabilité. Parmi ceux-ci, deux sont des maraging inoxydables (CX, L40), et deux sont des aciers martensitiques Fe-C inoxydables (PM420, X15TN). Des traitements thermiques sont nécessaires pour améliorer les propriétés mécaniques de ces aciers. Ce chapitre débutera par un état de l'art sur les traitements thermiques post-LPBF des aciers martensitiques. Ensuite, une étude préliminaire sur l'influence de traitements thermiques sur les duretés, résiliences et microstructures des aciers CX, L40, PM420 et X15TN sera présentée. À la suite de cette première étude, les aciers CX et PM420, qui présentent des propriétés intéressantes pour une application moule, seront caractérisés plus finement en sollicitation monotone (essais de traction) et cyclique (essais de flexion rotative). Un court état de l'art sur la fatigue des pièces issues de l'impression LPBF est également proposé.

Sommaire

2.1 État de l'art : traitements thermiques des aciers martensitiques post-LPBF 86
2.1.1 Rappels sur les traitements thermiques conventionnels 86
2.1.2 Traitements thermiques des aciers maraging après impression LPBF 87
2.1.3 Traitements thermiques des aciers martensitiques après impression LPBF . 93
2.2 Microstructure, dureté et résilience après traitements thermiques des aciers CX, L40, PM420 et X15TN 102
2.2.1 Recuit et vieillissement des maraging inoxydables L40 et CX 102
2.2.2 Trempe et revenu des martensitiques inoxydables PM420 et X15TN 109
2.2.3 Récapitulatif et choix des aciers pour les essais de traction et de fatigue . . 120
2.3 Comportement sous sollicitations monotones et cycliques des aciers CX et PM420 122
2.3.1 Comportement en traction des aciers PM420 et CX 122
2.3.2 Comportement en fatigue des aciers CX et PM420 130
2.4 Conclusion 150

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.1 État de l'art : traitements thermiques des aciers martensitiques post-LPBF

De nombreuses études se sont intéressées à l'influence de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et les microstructures de pièces issues de l'impression LPBF. Compte tenu de l'importante quantité d'informations disponibles dans la littérature, cet état de l'art se focalise sur les traitements thermiques réalisés après impression des seuls aciers martensitiques Fe-C et maraging. Le lecteur trouvera plus d'informations dans les synthèses bibliographiques proposées par Debroy et al. [34], Herzog et al. [48], Fayazfar et al. [49], Haghdadi et al. [50], Bajaj et al. [59] et Cooke et al. [117].

2.1.1 Rappels sur les traitements thermiques conventionnels

L'austénitisation des aciers Fe-C - Elle a pour but de mettre en solution solide dans l'austénite le carbone contenu dans le matériau par dissolution des carbures. La température et le temps de maintien lors de cette étape ont un impact sur la dissolution des carbures ainsi que sur la taille des grains d'austénite. Plus les grains d'austénite seront petits, et plus la microstructure martensitique obtenue après trempe sera fine. Un grossissement trop important des grains d'austénite, en raison d'une température trop élevée ou d'un temps de maintien trop important, provoquera une baisse de la dureté du matériau après trempe par effet Hall-Petch [147][148].

La trempe des aciers Fe-C - Elle consiste en un refroidissement rapide après austénitisation de l'acier provoquant l'apparition de la phase martensitique quand la température M_s est atteinte. Le processus de formation de la martensite a déjà été expliqué en détail dans le chapitre précédent (Section 1.1.1.1).

Le revenu des aciers Fe-C - Il a pour but d'adoucir la martensite par diffusion des atomes de carbone, abaissant sa tétragonalité. Cette transformation de la maille tétragonale (TC) vers une structure CC entraine une baisse de la dureté et un gain en ductilité. La solubilité du carbone étant faible dans la maille de fer, le revenu entraîne généralement la précipitation de carbures dans l'acier. Le revenu peut être divisé en quatre étapes [43][149] :

1. *Précipitation des carbures métastables ϵ :* Pour des températures comprises approximativement entre 50°C et 200°C, la diffusion du carbone entraîne un appauvrissement de la martensite en carbone, qui perd sa tétragonalité. Le rejet du carbone provoque la formation de carbures de transition ϵ.
2. *Précipitation de la cémentite Fe_3C :* Pour des températures comprises entre 200°C et 350°C, les carbures métastables ϵ se décomposent et la précipitation de cémentite Fe_3C a lieu dans les interfaces entre les aiguilles de martensite.
3. *Transformation de l'austénite résiduelle :* La précipitation de carbures entraine une diminution du taux de carbone dans l'austénite résiduelle, ce qui a pour conséquence d'augmenter la température M_s (comme le montrent les équations empiriques (1.1), (1.2) et (1.3)). Ceci peut alors provoquer la transformation de l'austénite en martensite ou en bainite secondaire au cours d'un refroidissement rapide. Un second revenu peut être nécessaire pour adoucir cette martensite nouvellement créée.
4. *Formation de carbures enrichis en éléments d'alliages :* Dans les aciers alliés contenant des éléments carburigènes (Cr, Mo, etc.), la formation de carbures enrichis en éléments d'alliage débute pour des températures de revenu proches de 500°C. La formation de ces

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

carbures peut mener à un pic de durcissement secondaire. Si la température de revenu est trop haute, ces carbures coalescent ce qui entraine une baisse de la dureté.

Le recuit - Il permet d'éliminer les effets d'un traitement précédent, qu'il soit mécanique ou thermique par une mise en solution/austénitisation (c'est-à-dire un maintien isotherme à une température supérieure à Ac_3/Ac_m) qui entraine la formation d'une austénite homogène et dissout les précipités dans l'austénite. L'austénitisation est suivie d'un refroidissement lent, en général à l'air, afin de tendre vers l'état d'équilibre et d'éliminer tout phénomène de trempe [150].

Le vieillissement des aciers maraging - Également nommé traitement de durcissement structural, il consiste en un maintien en température généralement proche de 500°C qui engendre la précipitation d'intermétalliques. Ces derniers contraignent la maille de fer et durcissent l'acier. Une trempe après vieillissement n'est pas nécessaire puisque la dureté des maraging résulte du durcissement structural et non de la formation d'une martensite contrainte par des atomes de carbone ou d'azote (Section 1.1.1.1). Dans le cas du maraging 18Ni300 (18 wt% Ni ; 0,7 wt% Ti ; 0,1 wt% Al [31]), le durcissement est principalement dû la précipitation d'intermétalliques Ni_3Ti [27], alors que pour le CX (9,2 wt% Ni ; 1,6 wt% Al [151]), le durcissement provient essentiellement de la formation de précipités NiAl apparaissant dès les premiers instants du vieillissement [69][152]. Des études ont montré qu'un vieillissement prolongé peut entrainer une baisse de la dureté, comme le montre la Figure 2.1. Ce phénomène de survieillissement (*"overageing"*) est dû à un grossissement des précipités et à une réversion austénitique (voir Section 1.1.1) [27][32][153][154].

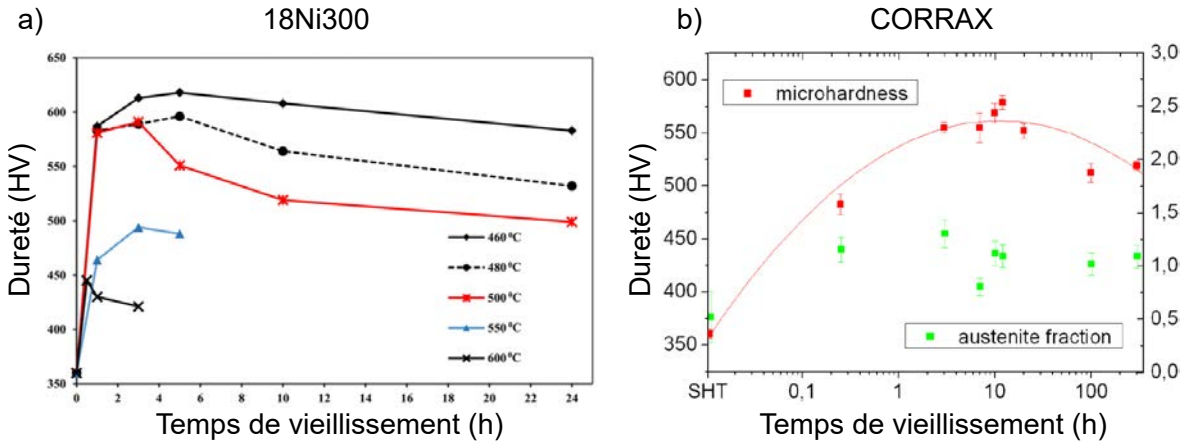


FIGURE 2.1 – Dureté de différents aciers maraging en fonction du temps de vieillissement. a) Évolution de la dureté d'un échantillon de 18Ni300 issu de l'impression LPBF après vieillissement à différentes températures [32] ; b) Évolution de la dureté et de la fraction d'austénite d'un échantillon de CORRAX conventionnel (non imprimé) dont la composition est similaire à celle du CX après un vieillissement à 525°C [154].

2.1.2 Traitements thermiques des aciers maraging après impression LPBF

La capacité d'un acier maraging à durcir lors de son vieillissement peut être amoindrie par l'austénite résiduelle qu'il contient, car les atomes constituants les précipités peuvent être plus solubles dans l'austénite que dans la martensite, ce qui inhibe la formation de précipités [63]. Il a été vu dans la Section 1.1.1.2 que la présence d'austénite résiduelle après impression LPBF

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.1 – Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et la fraction d'austénite du 18Ni300 issu de l'impression LPBF selon Elangeswaran et al. [28] et Tan et al. [70]

Aciers	État	σ_e (MPa)	R_m (MPa)	A%	Dureté (HRC)	Fraction d'austénite γ (%)	Source
18Ni300	Brut de fusion	1057 ± 18	1176 ± 13	13 ± 0,4	≈ 40,4		[28]
	Recuit 1h @ 820°C	834 ± 9	938 ± 11	15 ± 1	≈ 32,5		
	Vieillissement 3h @ 480°C	1641 ± 31	1726 ± 29	5 ± 1	≈ 57,3		
	Recuit 1h @ 820°C + Vieillissement 3h @ 480°C	1744 ± 17	1786 ± 7	5 ± 1	≈ 56,0		
	Brut de fusion	915 ± 7	1165 ± 7	12,44 ± 0,14	35-36	10,3	[70]
	Recuit 1h @ 840°C Refroidissement à l'air libre	962 ± 6	1025 ± 5	14,40 ± 0,35	28-29	0	
	Vieillissement 6h @ 490°C Refroidissement à l'air libre	1967 ± 11	2014 ± 9	3,28 ± 0,05	53-55	11,0	
	Recuit 1h @ 840°C Refroidissement à l'air libre + Vieillissement 6h @ 490°C Refroidissement à l'air libre	1882 ± 14	1943 ± 8	5,60 ± 0,08	52-54	6,5	

résulte en partie de la ségrégation locale en éléments d'alliage qui abaisse la température M_s. Ainsi, **un traitement de mise en solution (ou d'austénitisation), suivi par un refroidissement lent de l'acier,** permet d'homogénéiser la composition chimique au sein de l'acier et de réduire, voire d'éliminer, l'austénite résiduelle. Ce traitement pourrait donc, en théorie, renforcer l'aptitude au durcissement des maraging lors du vieillissement. Compte tenu de ses caractéristiques, ce traitement **sera appelé par la suite recuit**.

Ce bref état de l'art se focalisera sur des études qui ont comparé les propriétés mécaniques d'aciers directement vieillis après impression LPBF avec celles d'aciers préalablement recuits. En effet, se passer du recuit impliquerait un avantage économique certain.

En ce qui concerne le 18Ni300, l'acier maraging le plus étudié en impression LPBF, Elangeswaran et al. [28] et Tan et al. [70] ont constaté que le vieillissement des échantillons bruts de fabrication entraine une importante augmentation de sa dureté, de sa limite d'élasticité et de sa résistance mécanique en traction, au détriment de son allongement à rupture (Figure 2.2 et Tableau 2.1). En effet, Elangeswaran et al. [28] ont réalisé un vieillissement de 3h à 480°C qui a augmenté la dureté de 42%, la limite d'élasticité de 55%, la résistance mécanique en traction de 47%, et a baissé l'allongement à rupture de 62%. Quant à Tan et al. [70], ils ont effectué un vieillissement de 6h à 490°C qui a augmenté la dureté de 52%, la limite d'élasticité de 114%, la résistance mécanique en traction de 73%, et a baissé l'allongement à rupture de 74%. Les auteurs de ces études n'ont pas indiqué de quelle manière les échantillons ont été refroidis après vieillissement.

Quant à l'intérêt d'un recuit du 18Ni300 avant son vieillissement, les résultats diffèrent entre les études d'Elangeswaran et al. [28] et de Tan et al. [70] (Tableau 2.1). Les premiers constatent que les échantillons préalablement recuits avant vieillissement présentent une limite d'élasticité et une résistance mécanique à la traction supérieures à celles des échantillons uniquement vieillis

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

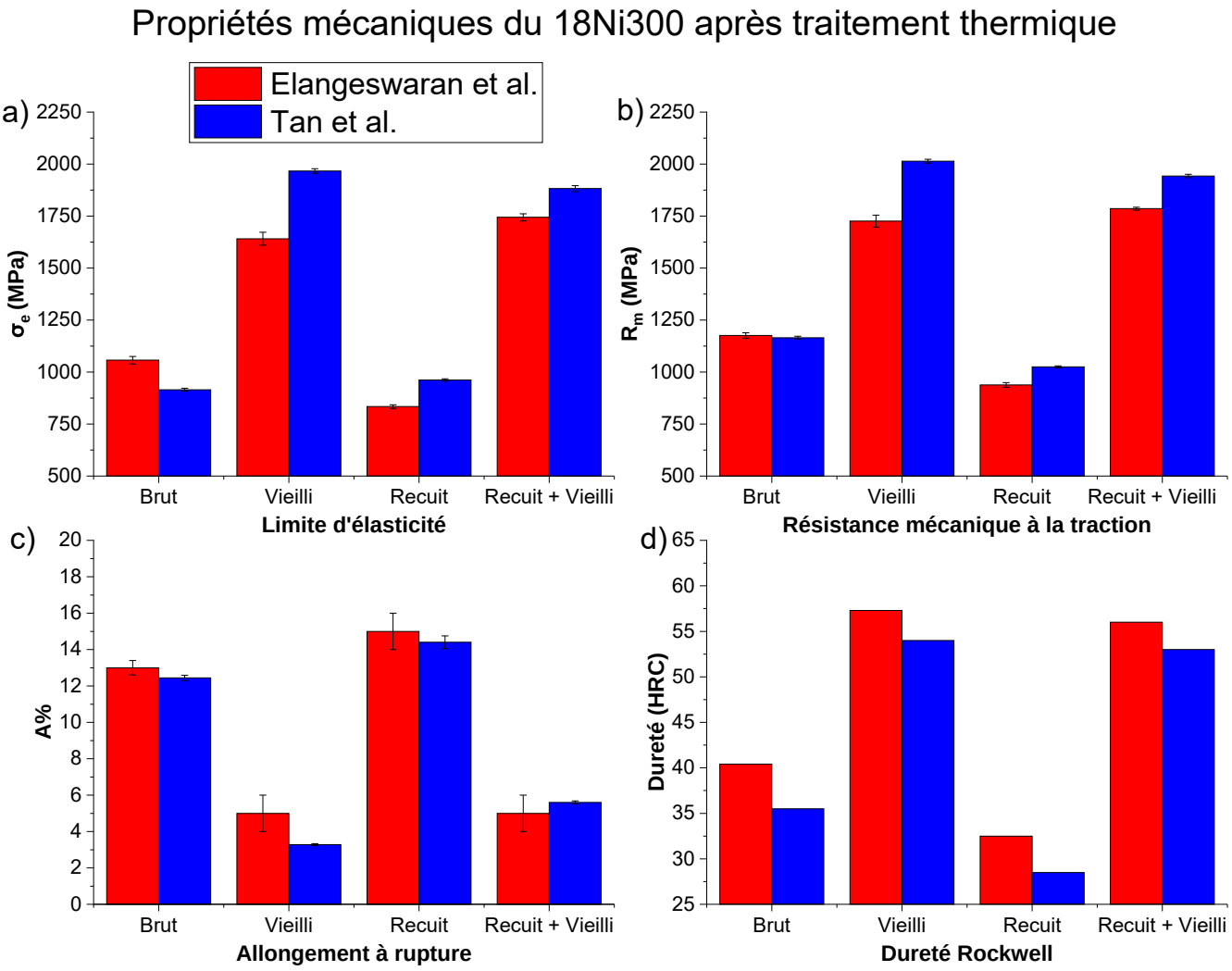


FIGURE 2.2 – Propriétés mécaniques après traitement thermique du 18Ni300 issu de l'impression LPBF selon Elangeswaran et al. [28] et Tan et al. [70] : a) limite d'élasticité ; b) résistance mécanique à la traction ; c) allongement à rupture et d) dureté. Les valeurs numériques et les détails concernant les différents traitements thermiques sont disponibles dans le Tableau 2.1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

(respectivement 1744 ± 17 et 1786 ± 7 MPa au lieu de 1641 ± 31 et 1726 ± 29 MPa), et des allongements à rupture inchangés (5 ± 1%). Les seconds observent une baisse de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique à la traction (respectivement 1882 ± 14 et 1943 ± 8 MPa au lieu de 1967 ± 11 et 2014 ± 9 MPa) et une amélioration de l'allongement à rupture (5,60 ± 0,08 au lieu de 3,28 ± 0,05%). Les vitesses de refroidissement après recuit ne sont pas indiquées, et aucune interprétation des résultats n'est avancée par les auteurs. Les résultats contradictoires de ces études ne permettent pas de conclure quant à l'intérêt d'un recuit du 18Ni300 avant son vieillissement.

Concernant l'acier maraging inoxydable CX étudié dans cette thèse, ses propriétés mécaniques après vieillissement, ainsi qu'après recuit et vieillissement ont été caractérisées par Yan et al. [69] et Zhang et al. [152] (Figure 2.4 et Tableau 2.2). Tout comme pour le 18Ni300, le vieillissement du CX entraine une augmentation de sa dureté, de sa limite d'élasticité et de sa résistance mécanique à la traction, mais engendre une baisse de son allongement à rupture (Figure 2.4 et Tableau 2.2). Yan et al. [69] ont vieilli le CX à 530°C durant 3h, suivi d'un refroidissement à l'air libre. Le vieillissement augmente la dureté de l'acier de 40%, la limite d'élasticité de 101% et la résistance mécanique à la traction de 45%, et abaisse l'allongement à rupture de 43%. Quant à Zhang et al. [152], le même vieillissement a été effectué (530°C pendant 3h), mais cette fois-ci les échantillons ont été refroidis dans l'enceinte du four. Le vieillissement a provoqué une augmentation de la dureté de 30%, de la limite d'élasticité de 52% et de la résistance mécanique à la traction de 56%, ainsi qu'une baisse de l'allongement à rupture de 37%. L'augmentation de la dureté est due à la précipitation d'intermétalliques NiAl [69][152]. À cause de leurs faibles dimensions, ces précipités sont uniquement observables au Microscope Électronique en Transmission (MET), comme l'illustre la Figure 2.3. Dans les deux études, une réversion de l'austénite lors du vieillissement des échantillons bruts de fusion a été observée.

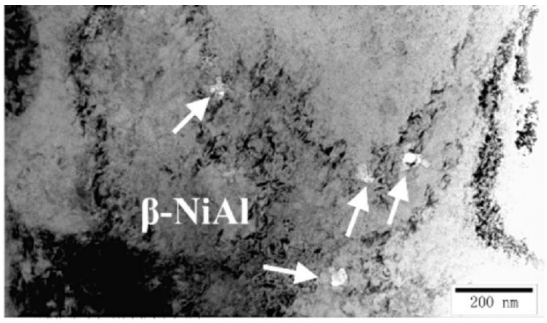


FIGURE 2.3 – Observation au Microscope Électronique en Transmission (MET) de précipités NiAl dans un échantillon de CX SLM après recuit (austénitisation à 900°C pendant 1h suivie d'un refroidissement lent à l'air libre) et vieillissement (3h à 530°C) [152].

À l'état brut de fabrication, le CX contient de l'austénite résiduelle, qui disparait après traitement thermique de recuit (austénitisation à 900°C pendant 1h suivie d'un refroidissement lent à l'air libre) [69][152]. Les fractions d'austénite quantifiées par Yan et al. [69] sont disponibles dans le Tableau 2.2. Du point de vue des propriétés mécaniques, le recuit provoque une baisse de la dureté du CX, celle-ci passant de 35,5 - 38,1 HRC à 29,7 - 33,1 HRC (Figure 2.5 et Tableau 2.2). Selon Yan et al. [69], cette baisse serait liée au refroidissement plus lent du CX après recuit que lors de son impression LPBF qui générerait une microstructure martensitique composée de blocs plus grossiers.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

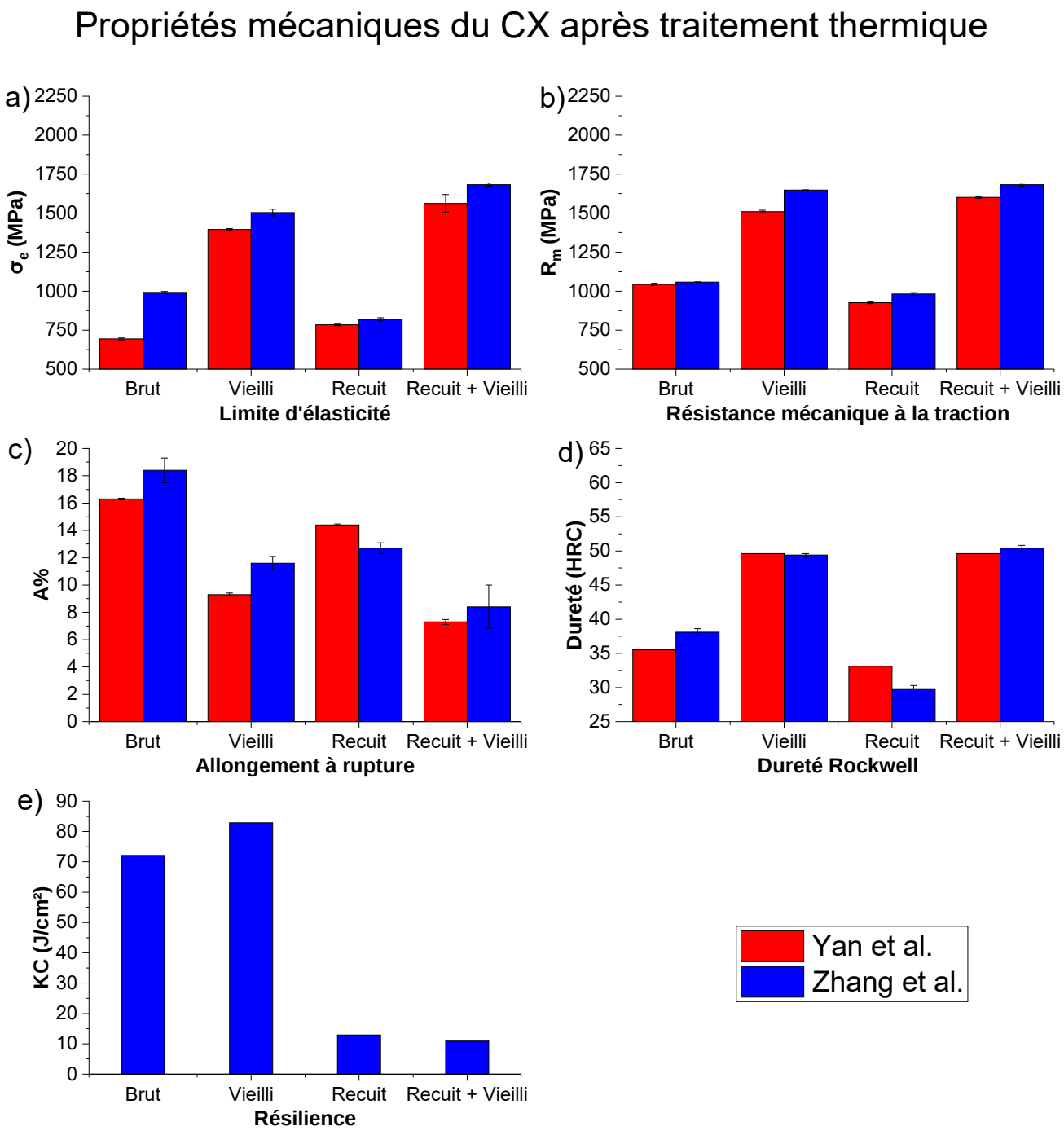


FIGURE 2.4 – Propriétés mécaniques après traitement thermique du CX issu de l'impression LPBF selon Yan et al. [69] et Zhang et al. [152] : a) limite d'élasticité ; b) résistance mécanique à la traction ; c) allongement à rupture ; d) dureté et e) résilience. Les valeurs numériques et les détails concernant les différents traitements thermiques sont disponibles dans le Tableau 2.2.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.2 – Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et la fraction d'austénite du CX issu de l'impression LPBF selon Yan et al. [69] et Zhang et al. [152]

Aciers	État	σ_e (MPa)	R_m (MPa)	A%	Résilience (J/cm^2)	Dureté (HRC)	Fraction d'austénite γ (%)	Source
CX	Brut de fusion	694 ± 6,5	1043 ± 7	16,3 ± 0,06		≈ 35,5	0,3	[69]
	Recuit 1h @ 900°C Refroidissement à l'air libre	784 ± 5,3	926 ± 5,7	14,4 ± 0,07		≈ 33,1	0	
	Vieillissement 3h @ 530°C Refroidissement à l'air libre	1395 ± 5,8	1510 ± 8,5	9,3 ± 0,11		≈ 49,6	4,5	
	Recuit 1h @ 900°C Refroidissement à l'air libre + Vieillissement 3h @ 530°C Refroidissement à l'air libre	1528 ± 8,1	1601 ± 5,2	7,3 ± 0,18		≈ 49,6	3,5	
	Brut de fusion	992 ± 6	1058 ± 2	18,4 ± 0,9	≈ 72,1	38,1 ± 0,5		[152]
	Recuit 1h @ 900°C Refroidissement à l'air	819 ± 11	982 ± 9	12,7 ± 0,4	≈ 82,9	29,7 ± 0,6		
	Vieillissement 3h @ 530°C Refroidissement dans le four	1503 ± 21	1648 ± 1	11,6 ± 0,5	≈ 12,9	49,4 ± 0,2		
	Recuit 1h @ 900°C Refroidissement à l'air + Vieillissement 3h @ 530°C Refroidissement dans le four	1563 ± 56	1683 ± 10	8,4 ± 1,6	≈ 10,9	50,4 ± 0,5		

Les échantillons recuits (austénitisation de 1h à 900°C) avant vieillissement (3h à 530°C) présentent des duretés, des limites d'élasticité et des résistances mécaniques à la traction supérieures à celles des échantillons directement vieillis après impression, mais leur allongement à rupture est plus faible (Figure 2.5 et Tableau 2.2). Selon Zhang et al. [152], cela serait dû à la plus faible fraction d'austénite dans les échantillons recuits avant vieillissement. Une réversion de l'austénite lors du vieillissement des échantillons recuits a été observée par Yan et al. [69] (Tableau 2.2).

Pour conclure, il ne fait pas de doute qu'un traitement de vieillissement après impression LPBF est nécessaire pour augmenter la dureté des aciers maraging. L'intérêt d'un recuit des échantillons avant vieillissement n'est cependant pas démontré. En ce qui concerne le 18Ni300 LPBF, des résultats contradictoires existent. L'étude menée par Elangeswaran et al. [28] montre que les échantillons préalablement recuits avant vieillissement présentent une limite d'élasticité et une résistance mécanique à la traction supérieures à celles des échantillons uniquement vieillis, alors que l'inverse est observé dans l'étude de Tan et al. [70]. Des quantifications des fractions volumiques de précipités seraient nécessaires pour déterminer la cause de ces différents résultats. Quant au CX, les études précédemment citées s'accordent sur l'intérêt d'un recuit avant vieillissement car celui-ci permet de réduire la fraction d'austénite, ce qui améliore la capacité de l'acier à durcir lors d'un vieillissement, car plus d'éléments d'alliage sont disponibles en solution solide.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

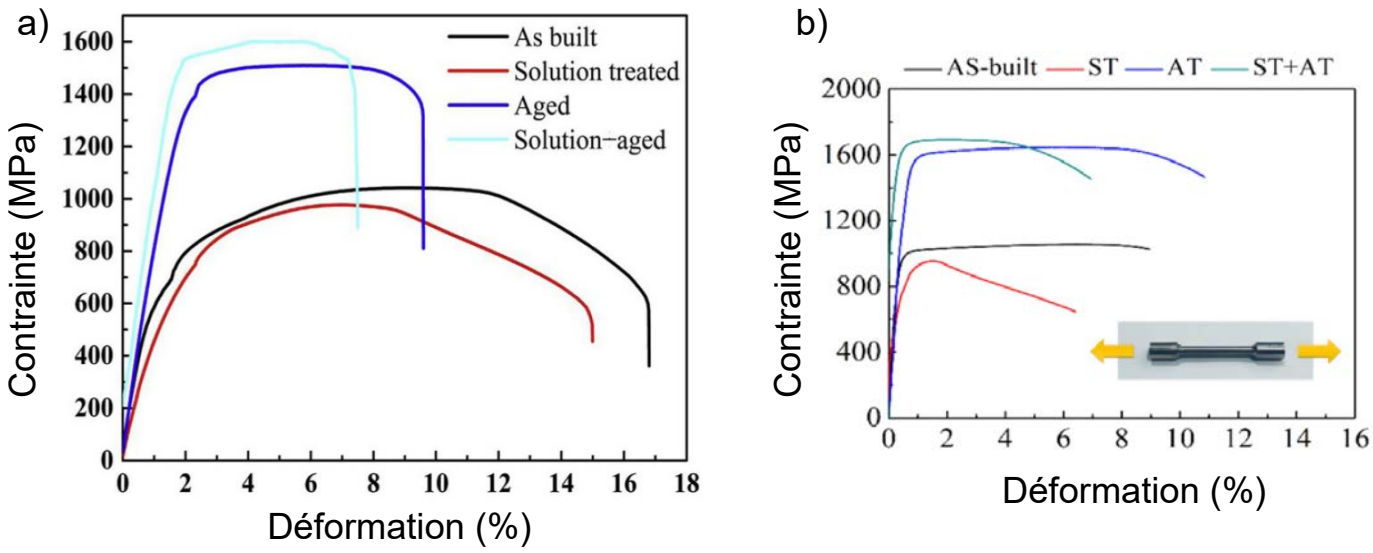


FIGURE 2.5 – Courbes de traction de l'acier CX à l'état brut de fusion et après différents traitements thermiques : a) D'après Yan et al. [69] et b) d'après Zhang et al. [152] (ST = Recuit, AT = Vieilli). Les traitements thermiques sont identiques dans les deux études.

2.1.3 Traitements thermiques des aciers martensitiques après impression LPBF

La microstructure des aciers martensitiques Fe-C après impression LPBF est métastable et généralement composée de martensite dure et d'austénite résiduelle (voir Chapitre 1). Cette microstructure résulte du refroidissement rapide du bain de fusion, de la ségrégation des éléments chimiques, ainsi que des multiples revenus de la matière lors de l'impression successive des couches de poudres.

Les aciers martensitiques Fe-C conventionnels sont généralement austénitisés, trempés puis revenus afin d'obtenir leurs propriétés mécaniques optimales. Le but d'une austénitisation/trempe est de former une microstructure martensitique dure à laquelle on fera subir un revenu jusqu'à ce que les propriétés mécaniques recherchées soient atteintes. Étant donné que les pièces issues de l'impression LPBF sont déjà composées d'une martensite dure, on peut s'interroger quant à l'intérêt d'une nouvelle austénitisation/trempe avant revenu.

C'est notamment la question à laquelle Casati et al. [155] ont souhaité répondre en étudiant l'influence d'une austénitisation/trempe avant revenu de l'acier martensitique Fe-C non-inoxydable H11 issu de l'impression LPBF (Figure 2.3). À l'état brut de fusion, la dureté du H11 est d'environ 500 HV et il est composé de fer-α (85% de martensite/ferrite) et d'austénite résiduelle (15%). Une austénitisation (entre 910°C et 1060°C) de 10 min suivie d'une trempe à l'air provoque un durcissement de l'acier (Figure 2.6.a) et réduit la fraction d'austénite résiduelle (de 15% à 6%). Un pic de dureté de 600 HV est obtenu quand la température d'austénitisation est de 1010°C. Au-delà de cette température, la dureté baisse en raison d'un probable grossissement trop conséquent des grains d'austénite lors de l'austénitisation [147][148].

Un revenu des échantillons austénitisés à 1010°C abaisse la dureté du matériau, celle-ci passant de 600 HV à 475-548 HV pour des températures de revenu comprises entre 450°C et 600°C (Figure 2.6.b.). Un pic de durcissement secondaire (550 HV) est observable pour une tempé-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.3 – Influence des traitements thermiques sur la dureté et la fraction d'austénite résiduelle du H11 issu de l'impression LPBF selon Casati et al. [155]

Acier	État	Dureté (HRC)	Fraction d'austénite γ (%)	Source
H11	Brut de fusion	$\approx$ 49,6	15	[155]
	Austénitisation 10min @ 1010°C + Trempe à l'air	$\approx$ 54,7	6	
	Austénitisation 10min @ 1010°C + Trempe à l'air + Revenu 2h @ 525°C	$\approx$ 52,1	4	
	Revenu 2h @ 525°C	$\approx$ 51,0	3	

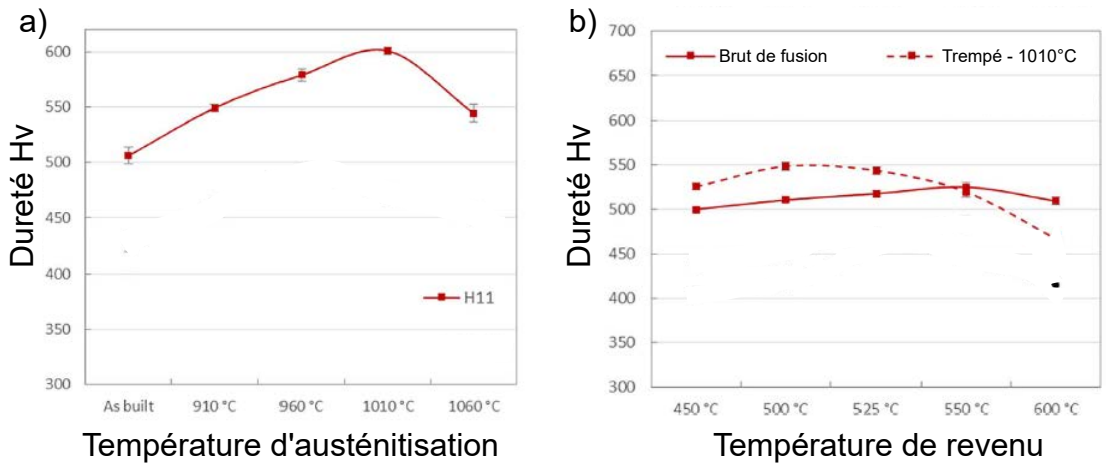


FIGURE 2.6 – Dureté du H11 LPBF après traitement thermique : a) Évolution de la dureté après austénitisation et trempe à l'air en fonction de la température d'austénitisation ; b) Évolution de la dureté après revenu d'échantillons bruts de fusion (ligne continue) et d'échantillons austénitisés à 1050°C et trempés en fonction de la température de revenu (ligne pointillée).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.4 – Influence des traitements thermiques sur la dureté du X15TN issu de l'impression LPBF selon Limousin et al. [5]

Acier	État	Dureté (HRC)	Source
X15TN	Brut de fusion	41	[5]
	Revenu 1h @ 650°C Refroidissement à l'air libre	54	
	Recuit 1h @ 900°C Refroidissement à l'air libre	53	
	Austénitisation 10min @ 1010°C + Trempe à l'air + Trempe à l'azote	62	
	Austénitisation 10min @ 1010°C + Trempe à l'air + Trempe à l'azote + Revenu 2h @ 525°C Refroidissement à l'air libre	59	

rature de revenu égale à 500°C. Quant aux échantillons revenus directement après impression, un pic de durcissement secondaire (525 HV) est également observable pour une température de revenu de 550°C (Figure 2.6.b.). Selon Casati et al. [155], le décalage entre les températures des pics de durcissement (obtenus à des températures de 500°C et 550°C) résulterait de deux phénomènes en compétition lors du revenu : la précipitation de carbures secondaires augmentant la dureté, et la perte de tétragonalité de la maille martensitique, l'abaissant.

Après revenu à 550°C, les duretés entre les échantillons austénitisés/trempés et bruts de fusion sont toutes deux égales à 525 HV. Selon les auteurs, il ne serait donc pas nécessaire de procéder à une austénitisation/trempe de l'acier H11 avant vieillissement [155].

Concernant l'acier martensitique Fe-C inoxydable X15TN, celui-ci est principalement composé d'austénite résiduelle à l'état brut de fusion, ce qui le rend relativement mou par rapport à d'autres aciers appartenant à la même famille (Section 1.2.5). Cette dureté (41 HRC) n'est pas suffisante pour une application moule (50 HRC), et un durcissement de l'acier est donc nécessaire. Ainsi Limousin [5] a étudié l'impact de plusieurs traitements thermiques sur les propriétés du X15TN (Tableau 2.4).

Les premiers types de traitement envisagés sont des revenus de 1h à 200°C, 500°C et 650°C suivis d'un refroidissement long à l'air. Un revenu à 200°C n'entraine aucune variation de la dureté ni de la fraction d'austénite résiduelle. L'austénite commence à se décomposer lors d'un revenu à 500°C (Figure 2.7) sans que cela ait d'impact sur la dureté. Quant au revenu à 650°C, celui-ci permet de décomposer la quasi-totalité de l'austénite résiduelle en ferrite et en cémentite. Le carbone étant moins soluble dans la ferrite que dans l'austénite, sa libération lors de la transformation de l'austénite engendre la précipitation de carbures (cémentite et $M_{23}C_6$) lors du refroidissement après revenu. Cette précipitation des carbures durcit le X15TN de 41 HRC à 54 HRC (Tableau 2.4).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Un traitement thermique de recuit à 900°C pendant 1h a également été considéré, afin d'assurer une transformation complète de l'austénite en ferrite/cémentite lors du refroidissement long à l'air (Figure 2.7). Une précipitation de carbures lors du refroidissement engendre, comme pour les échantillons revenus, une augmentation de la dureté du X15TN, celle-ci passant de 41 HRC à 52 HRC (Tableau 2.4).

Le dernier type de traitement thermique envisagé par Limousin [5] a été une austénitisation/trempe avant revenu. Le but de l'austénitisation/trempe est de transformer l'intégralité de l'austénite en martensite dure qui sera par la suite adoucie lors du revenu. Il a été montré qu'une austénitisation à 1050°C pendant 30 min suivie d'une trempe dans l'huile puis dans l'azote liquide permet de transformer l'austénite résiduelle en martensite (Figure 2.8), tout en évitant la fissuration des échantillons. Cette transformation de l'austénite en martensite s'accompagne d'un durcissement du X15TN de 41 HRC à 62 HRC. L'évolution de la dureté change en fonction de la température de revenu (Figure 2.9) :

— Pour des températures inférieures à 300°C, la dureté de l'acier baisse car aucune précipitation ne vient compenser la perte de dureté liée au détensionnement de la martensite ;
— Pour des températures comprises entre 300°C et 500°C, la précipitation de carbures secondaires engendre l'apparition d'un pic de durcissement secondaire qui atteint 59 HRC ;
— Pour des températures supérieures à 500°C, la coalescence des précipités engendre une baisse de la dureté.

Ainsi, selon Limousin [5], les échantillons de X15TN préalablement austénitisés/trempés avant revenu présentent un niveau de dureté plus intéressant que les échantillons directement revenus ou recuits après impression LPBF.

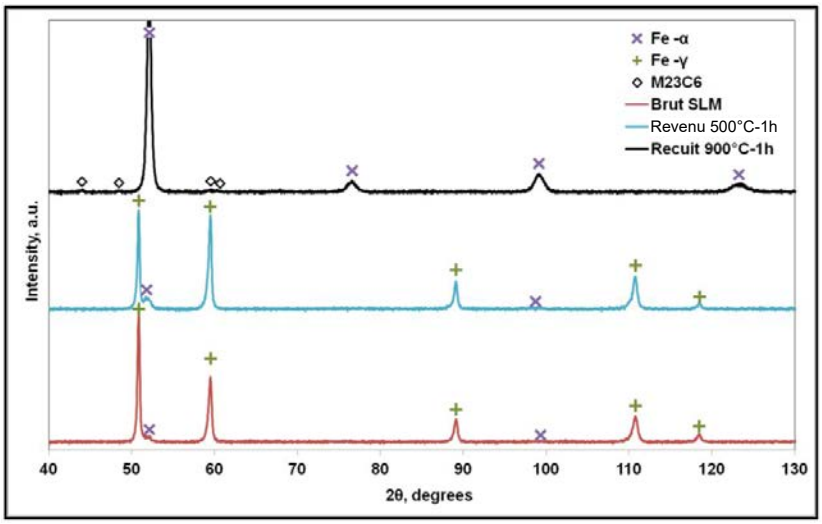


FIGURE 2.7 – Diffractogrammes en θ obtenus après analyses par DRX du X15TN brut de fusion et après revenu à 500°C et recuit à 900°C (refroidissement à l'air) [5].

Concernant l'acier martensitique Fe-C inoxydable AISI 420 - qui correspond au PM420 étudié dans cette thèse - des résultats contradictoires existent.

Nath et al. [53] ont étudié l'impact d'un revenu de 2h à 315°C suivi d'un refroidissement à l'air libre sur les propriétés mécaniques de l'acier martensitique inoxydable AISI 420 imprimé par LPBF. Le revenu provoque une augmentation de la limite d'élasticité de 36%, de la résistance

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

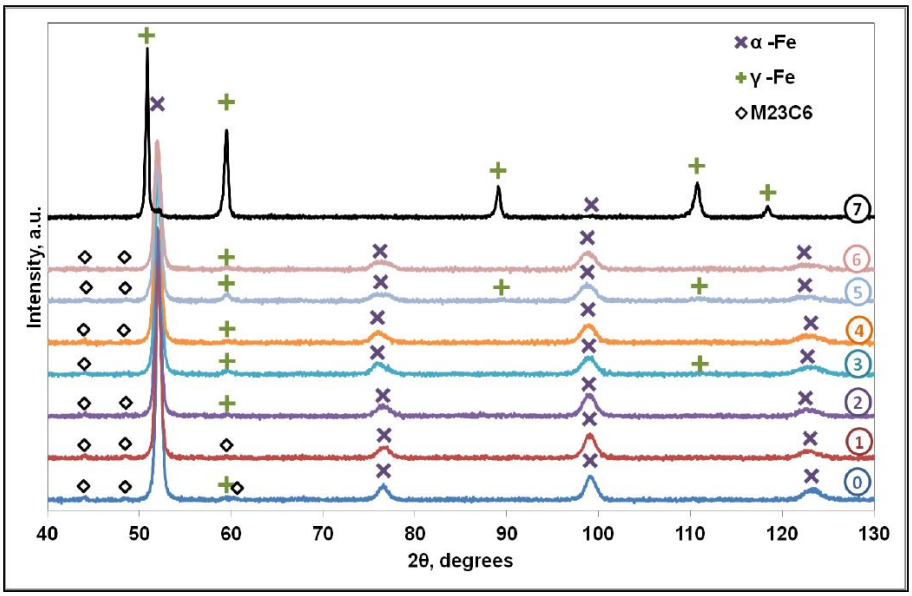


FIGURE 2.8 – Diffractogrammes en θ obtenus après analyses par DRX du X15TN brut de fusion et après différentes austénitisations/trempes [5].

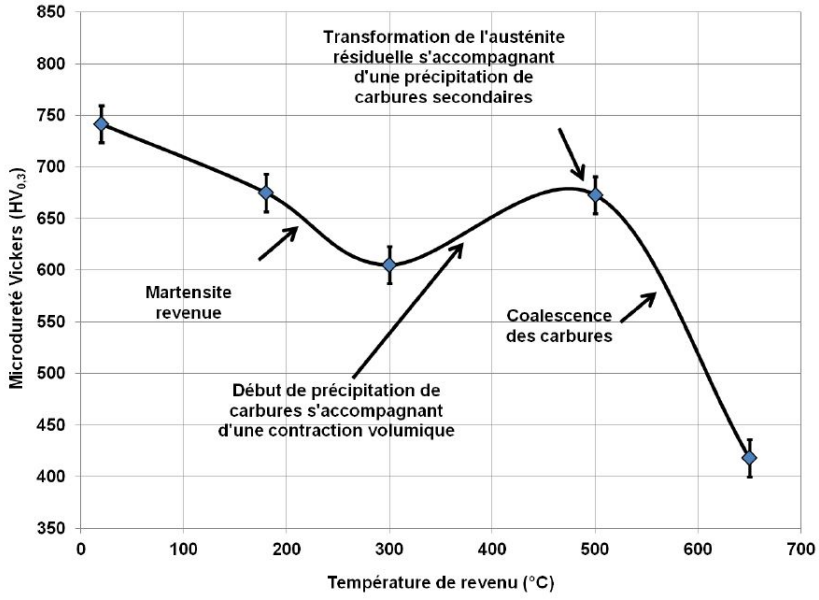


FIGURE 2.9 – Évolution de la dureté du X15TN pour différentes températures de revenu avec un temps de maintien d'une heure sous air. Les échantillons étaient préalablement austénitisés à 1050°C avant d'être trempés dans l'huile puis dans l'azote liquide. Les évolutions microstructurales responsables des variations de dureté sont indiqués [5].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.5 – Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et la fraction d'austénite résiduelle du AISI 420 selon Nath et al. [53], Saeidi et al. [54] et Tian et al. [144]. BD = Éprouvettes imprimées verticalement et TD = Éprouvettes imprimées horizontalement.

Acier	État	σ_e (MPa)	R_m (MPa)	A%	Résilience (J/cm^2)	Dureté (HRC)	Fraction d'austénite γ (%)	Source
AISI 420	Brut de fusion	700 ± 15	1050 ± 25	2,5 ± 0,2		55 ± 1	≈ 20 ± 10	[53]
	Revenu 2h @ 315°C Refroidissement à l'air libre	950 ± 20	1520 ± 30	6,3 ± 0,2		53 ± 1		
	Brut de fusion (BD)	1057 ± 15	1745 ± 27	21,7 ± 3,0	12 ± 1			[144]
	Brut de fusion (TD)	1080 ± 22	1750 ± 24	22,0 ± 3,0	11 ± 1			
	Austénitisation 1h @ 1043°C + Trempe à l'azote + 2x Revenu 3h @ 182°C (BD) Refroidissement à l'air libre	1355 ± 36	1945 ± 42	13,4 ± 2	31 ± 8			
	Austénitisation 1h @ 1043°C + Trempe à l'azote +2x Revenu 3h @ 182°C (TD) Refroidissement à l'air libre	1380 ± 38	1960 ± 41	16,2 ± 2	35 ± 5			
	Brut de fusion	600 ± 5	1670 ± 54	3,5 ± 0,3		≈ 57,6	11	[54]
	Revenu 15min @ 400°C Refroidissement dans le four	1400 ± 12	1800 ± 7	25 ± 0,6		≈ 49,1	36,5	

mécanique à la traction de 45% et de l'allongement à rupture de 2,5% à 6,3% (Figure 2.10). Selon les auteurs, ces modifications des propriétés mécaniques résulteraient du revenu de la martensite après traitement thermique. Les auteurs n'ont pas observé de carbures dans l'acier, ni détecté de pics caractéristiques par DRX.

Saeidi et al. [54] ont également étudié l'impact d'un revenu sur les propriétés mécaniques de l'acier AISI 420 issu de l'impression LPBF. Un revenu de 15 min à 400°C suivi d'un refroidissement dans le four entraine une augmentation de la limite d'élasticité de 133%, de la résistance mécanique à la traction de 7,8% et de l'allongement à rupture de 3,5% à 25% (Tableau 2.5).

Dans les aciers qui contiennent d'importantes fractions d'austénites résiduelles (comme le AISI 420), un effet TRIP ("*TRansformation Induced Plasticity*") se produit lors de la traction. Il consiste en une transformation de l'austénite résiduelle thermodynamiquement instable en martensite par déformation plastique [54][156]. L'effet TRIP apporte une amélioration de la ductilité et de la résistance des aciers (σ_e, R_m) [156]. Selon Saeidi et al. [54], l'importante amélioration des propriétés mécaniques de l'acier AISI 420 après revenu (Tableau 2.5) serait liée à l'effet TRIP. En effet, lors du revenu (15 min à 400°C), une réversion provoque l'augmentation de la fraction d'austénite de 11% à 36%. Après essais, la fraction d'austénite baisse à 22% ce qui signifie qu'une partie de l'austénite s'est transformée en martensite. L'effet TRIP a également été observé par Taha et al. [157] et par Haase et al. [158] respectivement pour des aciers au carbone et à haute teneur en manganèse après impression LPBF.

Contrairement aux études de Nath et al. [53] et de Saeidi et al. [54], Tian et al. [144] ont effectué une austénitisation avant double revenu de l'acier AISI 420 issu de l'impression LPBF. Après une austénitisation d'une heure à 1043°C et une trempe dans l'azote liquide, les échantillons ont été double revenus 2x 182°C pendant 3h.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

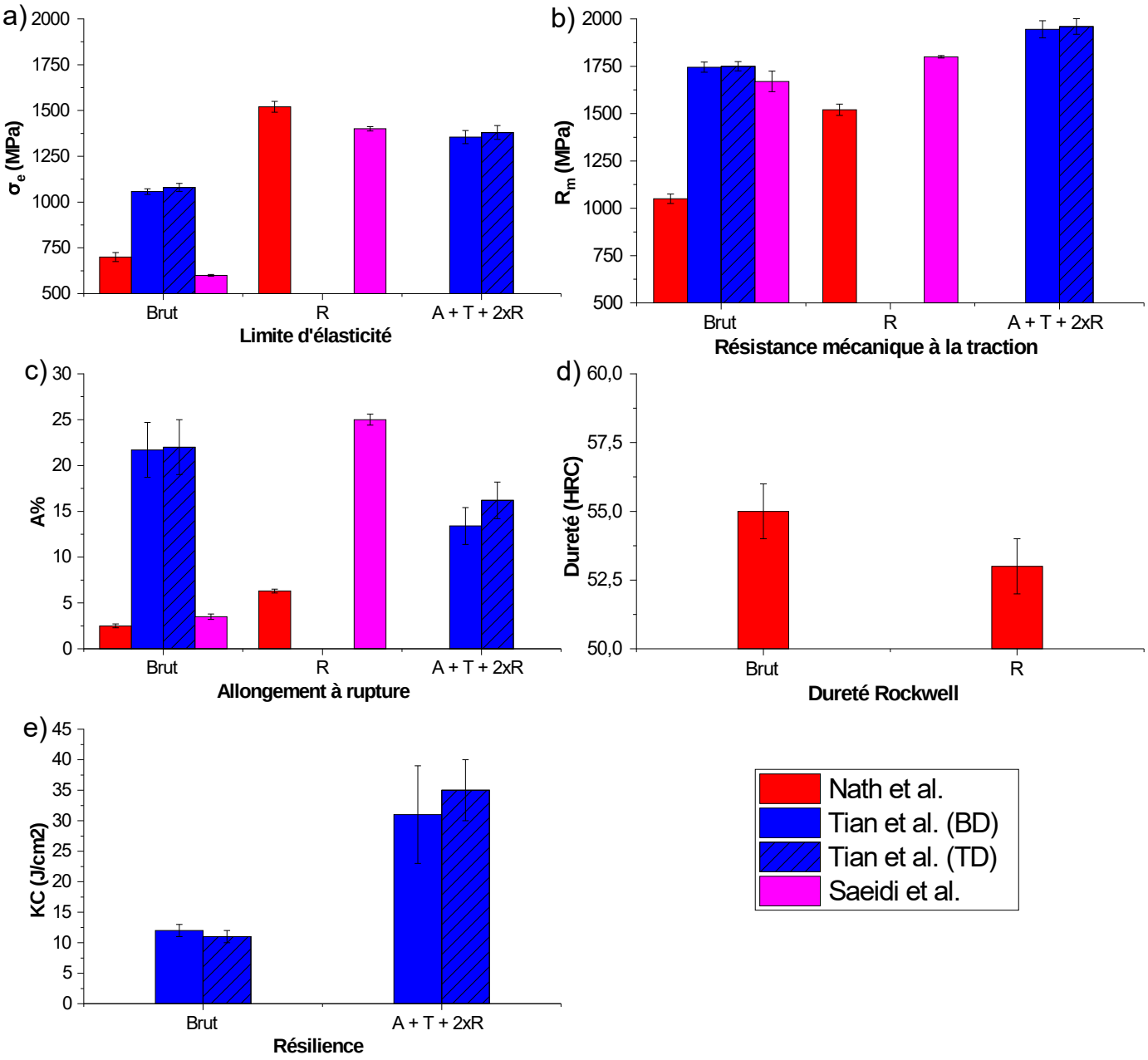


FIGURE 2.10 – Propriétés mécaniques après traitement thermique du AISI 420 issu de l'impression LPBF selon Nath et al. [53], Saeidi et al. [54] et Tian et al. [144] : a) limite d'élasticité ; b) résistance mécanique à la traction ; c) allongement à rupture ; d) dureté et e) résilience. Les valeurs numériques et les détails concernant les différents traitements thermiques sont disponibles dans le Tableau 2.5. R = Recuit ; A = Austénitisation et T = Trempe ; BD= Éprouvettes imprimées verticalement et TD = Éprouvettes imprimées horizontalement.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

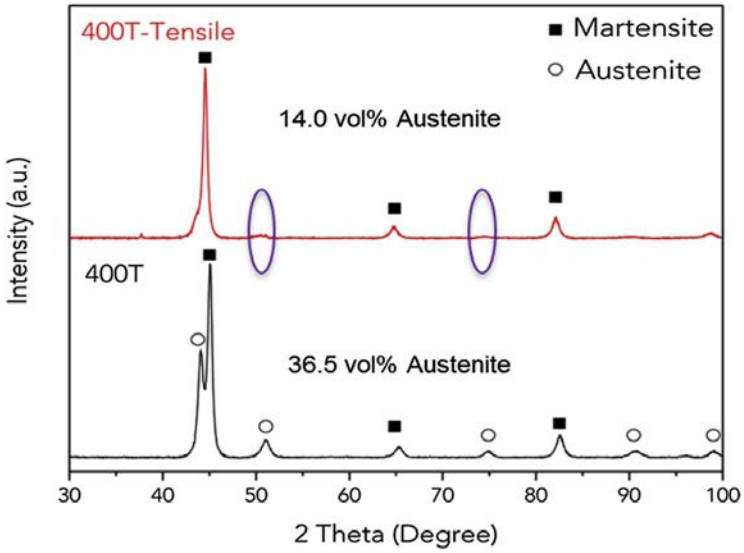


FIGURE 2.11 – Diffractogrammes en θ obtenus par DRX du AISI 420 avant et après essai de traction illustrant la transformation de l'austénite en martensitique par effet TRIP [54].

Contrairement à Saeidi et al. [54], aucune réversion de l'austénite n'a été constatée après revenu. Selon les auteurs, cette absence de réversion est due à la transformation complète de l'austénite résiduelle en martensite lors de la trempe cryogénique et à la faible température de revenu. Des essais de traction ont été effectués sur des échantillons imprimés horizontalement et verticalement (Tableau 2.5) et les résultats montrent que les propriétés mécaniques sont homogènes entre les différents échantillons. Le traitement thermique améliore les propriétés mécaniques de l'acier, dont la limite d'élasticité augmente de 28%, la résistance à la rupture de 11,7%, la résilience de 175% et a diminué l'allongement à rupture de 32% (voir Figure 2.12 et Tableau 2.5).

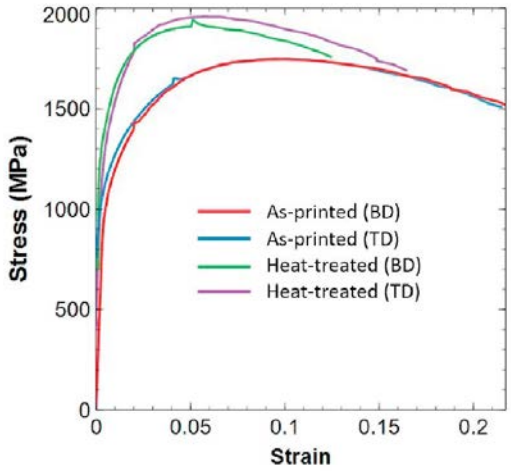


FIGURE 2.12 – Courbes de traction du AISI 420 imprimé par LPBF verticalement (BD) et horizontalement (TD) avant et après traitement thermique (austénitisation (1h à 1043°C), trempe à l'azote et revenu (2x 3h à 182°C suivi d'un refroidissement à l'air libre)) [144].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Selon les auteurs, cette amélioration des propriétés mécaniques par rapport à celles obtenues par Nath et al. [53] et Saeidi et al. [54] serait liée à la transformation complète de l'austénite en martensite lors de la trempe et à la précipitation de carbures (Figure 2.13) [144].

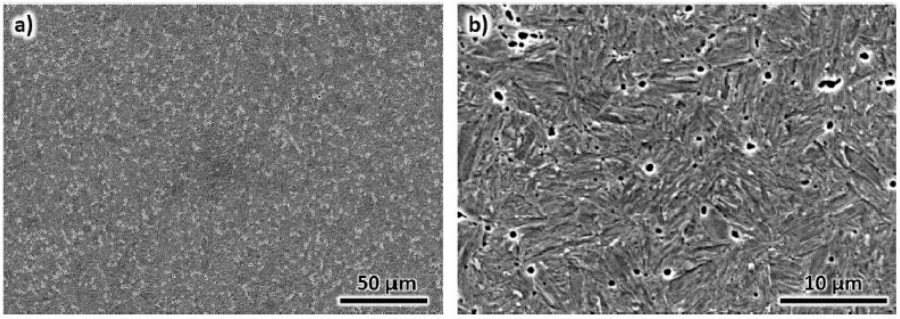


FIGURE 2.13 – Observation au MEB de précipités dans l'acier AISI 420 LPBF, austénitisé à 1043°C pendant 1h, trempé dans l'azote liquide et revenu deux fois à 182°C pendant 3h [144] : a) faible grossissement, b) fort grossissement.

En conclusion, il apparait que les traitements thermiques à appliquer aux aciers martensitiques Fe-C après impression LPBF sont matériau-dépendants, mais pas seulement, puisque pour un même acier des résultats contradictoires existent. Il a été vu par exemple que selon Casati et al. [155], il n'est pas nécessaire d'austénitiser/tremper l'acier H11, car un revenu permet un durcissement du matériau par précipitation de carbures. La dureté obtenue après revenu des échantillons bruts de fusion peut atteindre celle des échantillons austénitisés/trempés avant revenu. Néanmoins, Limousin [5] montre que pour l'acier martensitique inoxydable X15TN, une austénitisation/trempe est nécessaire pour que la dureté maximale soit atteinte par transformation de l'austénite en martensite dure, qui sera par la suite revenue. Quant à l'acier AISI 420, Saeidi et al. [54] affirment que ses bonnes propriétés mécaniques résultent de la transformation de l'austénite en martensite par effet TRIP, alors que selon Tian et al. [144], celles-ci résulteraient de la transformation complète de l'austénite après trempe et de la précipitation de carbures.

Ce bref état de l'art met en avant l'importance de l'austénite résiduelle dans l'évolution des microstructures et des propriétés mécaniques après impression LPBF. Concernant les maraging, celle-ci peut affaiblir la capacité de durcissement de l'acier lors de son vieillissement, car les éléments responsables de la précipitation d'intermétalliques sont plus solubles dans l'austénite que dans la martensite. Un recuit (austénitisation suivie d'un refroidissement lent) permettrait de réduire, voire de supprimer, l'austénite résiduelle dans les maraging, et améliorerait ainsi leur capacité à durcir lors du vieillissement. Toutefois, des résultats contradictoires existent, comme cela a été vu avec l'étude menée par Tan et al. [70] sur de l'acier 18Ni300. En ce qui concerne les martensitiques Fe-C, il a été vu que l'austénite résiduelle peut provoquer un effet TRIP qui améliore la ductilité et la résistance (σ_e, R_m) de l'acier. Néanmoins, certaines études montrent qu'il est préférable de procéder à une austénitisation/trempe afin de transformer l'austénite en martensite qui sera par la suite revenue.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.6 – Caractérisations réalisées aux différents aciers après traitements thermiques

		Dureté	Résilience	DRX	EBSD
Martensitiques Fe-C inoxydables	PM420	✓	✓	✓	✓
	X15TN	✓	✓	✓	✓
Maraging inoxydables	CX	✓	✓	✓	
	L40	✓	✓		

2.2 Microstructure, dureté et résilience après traitements thermiques des aciers CX, L40, PM420 et X15TN

Comme vu précédemment, les aciers martensitiques nécessitent des traitements thermiques après impression LPBF. Dans cette section, leur l'influence sur les microstructures et les propriétés mécaniques des aciers PM420, X15TN, CX et L40 est étudiée. Les propriétés mécaniques ont été caractérisées par l'intermédiaire des duretés et résiliences car ces deux grandeurs renseignent, plus ou moins directement, sur la limite d'élasticité et la ductilité du matériau. Réaliser des essais de traction pour chaque couple matériau/traitement thermique aurait nécessité beaucoup plus de temps et ils ont donc été réservés pour les aciers les plus prometteurs. De plus, la dureté et la résilience sont les grandeurs dont les valeurs cibles sont définies dans le cahier des charges. Le Tableau 2.6 résume les différentes caractérisations réalisées pour chaque acier. Les géométries, paramètres d'impression et compositions chimiques des échantillons ainsi que les méthodes de caractérisation sont identiques à ceux du Chapitre 1. Cette étude préliminaire sur l'influence des traitements thermiques sur les duretés, résiliences et microstructures permettra de sélectionner les aciers dont les propriétés mécaniques seront caractérisées plus finement en sollicitations monotones (Section 2.3) et cycliques (Section 2.3.2).

2.2.1 Recuit et vieillissement des maraging inoxydables L40 et CX

Les aciers L40 et CX étant des aciers maraging, des traitements de vieillissement sont nécessaires pour augmenter leur dureté par précipitation d'intermétalliques dans la maille martensitique. Les articles de Yan et al. [69] et Zhang et al. [152] concluent qu'il est intéressant d'effectuer un recuit des échantillons avant vieillissement de l'acier CX (voir Section 2.1.2). Néanmoins, comme ces articles n'étaient pas encore parus au moment où les essais ont été réalisés, le choix a donc été fait d'évaluer l'influence d'un recuit avant vieillissement. Un recuit (austénitisation à 900°C pendant 1h suivi d'un refroidissement à l'air libre) a donc été effectué. Il correspond à celui recommandé par EOS [151], fournisseur de la poudre de CX. Aucune information n'a été trouvée au sujet des traitements thermiques du L40, il a donc été décidé que le même recuit serait effectué. Les vieillissements ont été réalisés dans des bains de sel composés de nitrites et de nitrates de sodium. Le vieillissement du CX a été fait à 530°C, comme préconisé par EOS [151]. Quant à celui du L40, il a été fait à deux températures différentes : 480°C et 525°C. Les temps de vieillissement étaient de 12 min, 24 min, 4h et 12h pour les deux aciers (Figures 2.14 et 2.15).

2.2.1.1 Influence des traitements thermiques sur le CX

Les duretés et résiliences du CX en fonction du temps de vieillissement sont données sur la Figure 2.16. Un recuit après impression entraine une baisse de la dureté de 34 HRC à 27 HRC.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

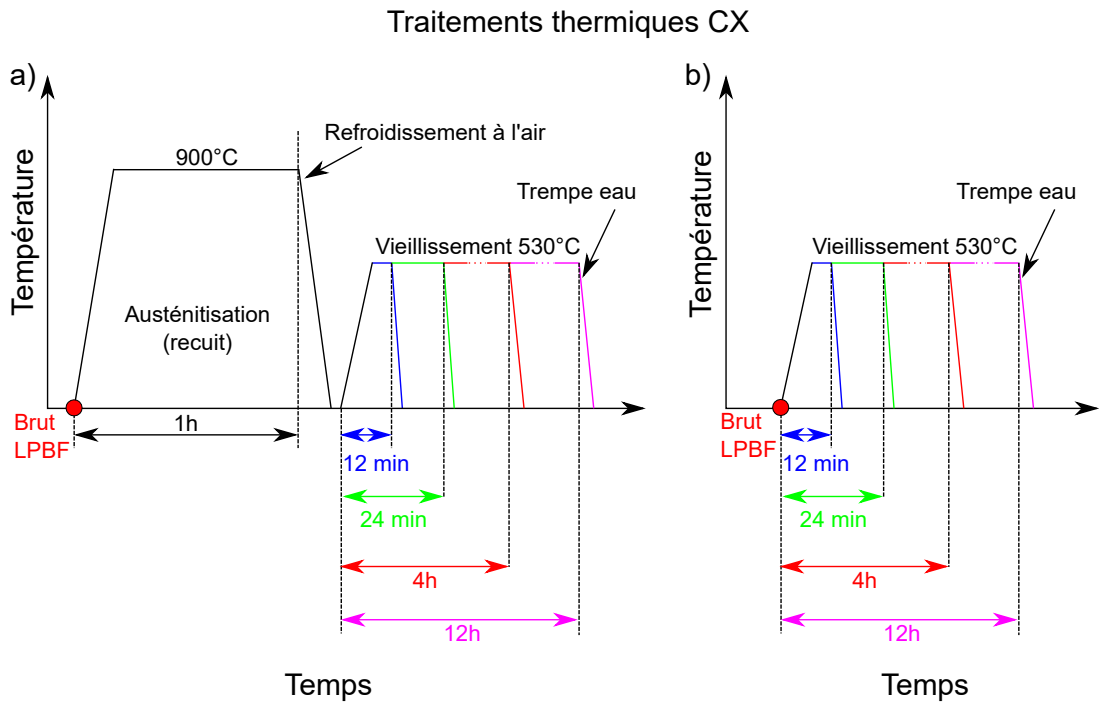


FIGURE 2.14 – Représentation schématique des traitements thermiques pour l'acier maraging inoxydable CX : a) Recuit (austénitisation + refroidissement lent à l'air) suivi d'un vieillissement et b) Vieillissement effectué après impression.

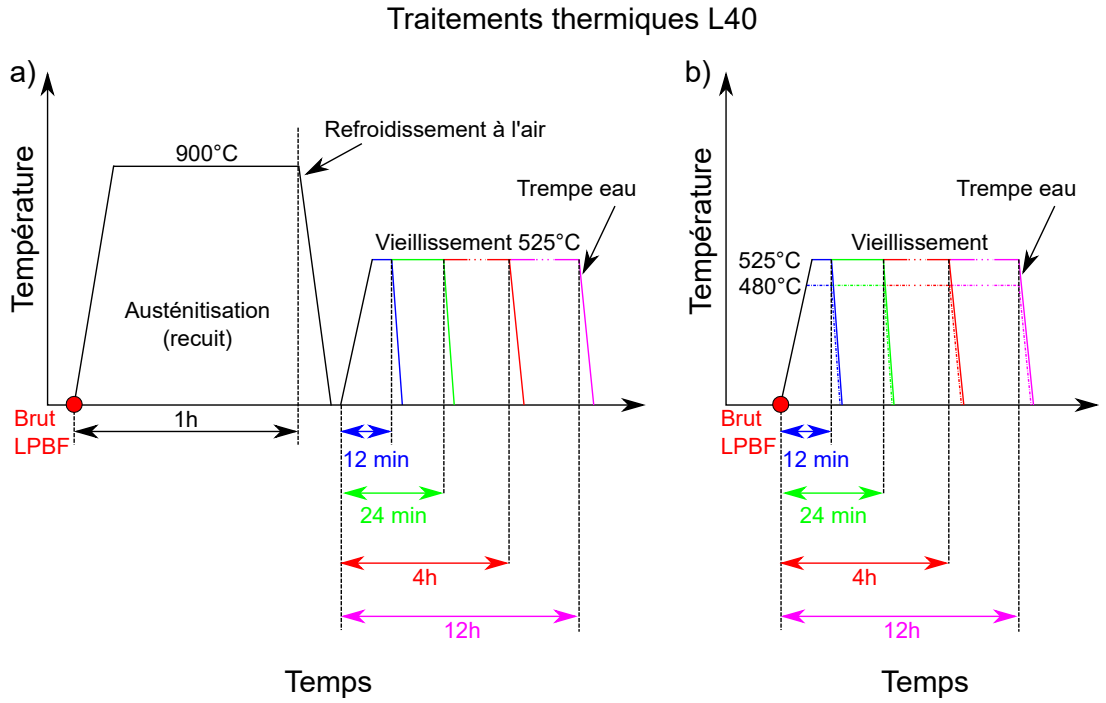


FIGURE 2.15 – Représentation schématique des traitements thermiques pour l'acier maraging inoxydable L40 : a) Recuit (austénitisation + refroidissement lent à l'air) suivi d'un vieillissement et b) Vieillissement effectué après impression.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Selon Yan et al. [69], cette baisse de la dureté serait liée au refroidissement plus lent de la matière après recuit que lors de son impression LPBF, qui aurait pour conséquence la formation d'une microstructure composée d'une martensite ayant des blocs de dimensions plus importantes qu'à l'état brut d'impression. On peut également supposer qu'une précipitation d'intermétalliques durcit l'acier lors de son impression. En effet, Zhang et al. [152] ont observé des précipités NiAl dans des échantillons de CX bruts de fusion. Il est possible que ces intermétalliques soient dissous lors du recuit, ce qui abaisserait la dureté de l'acier. En effet, Yan et al. [69] ont constaté que certains éléments d'alliages (notamment le nickel et l'aluminium responsables de la formation des précipités NiAl) sont dissous dans la maille martensitique lors de l'austénitisation, ce qui contribue à abaisser la dureté. Les analyses par diffraction des rayons X montrent une légère baisse de la fraction d'austénite après recuit (Figures 2.17 et 2.18). Contrairement aux études de Yan et al. [69] et de Zhang et al. [152], celle-ci ne s'est donc pas entièrement transformée en martensite.

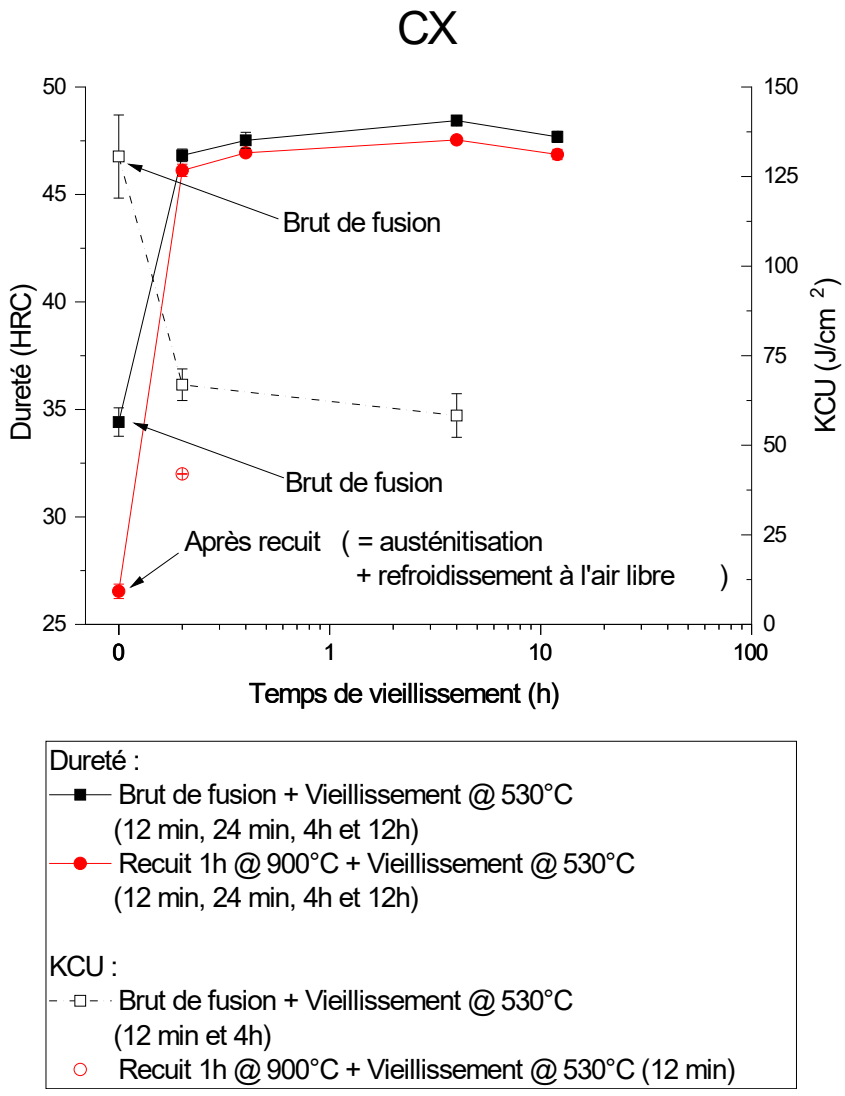


FIGURE 2.16 – Dureté et résilience du CX après traitements thermiques

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

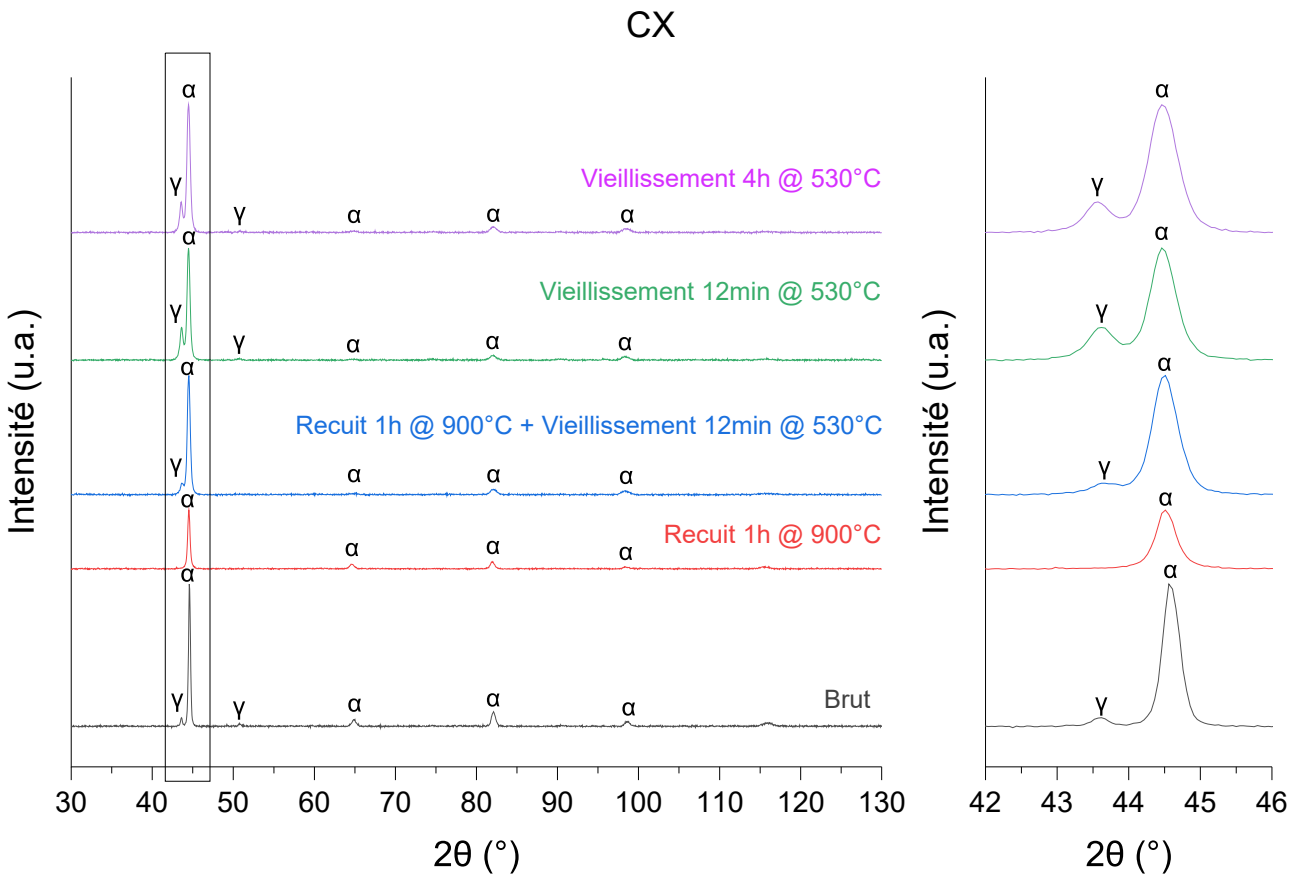


FIGURE 2.17 – Diffractogrammes en θ du CX brut de fusion et traité thermiquement. b) Agrandissement des pics $\gamma(111)$ et $\alpha(110)$. Remarque : Les spectres ne sont pas normalisés, il n'est donc pas possible de comparer la hauteur des pics de diffraction entre les différents spectres et d'en déduire les fractions de chaque phase. Le lecteur trouvera les résultats des quantifications, obtenus en utilisant la méthode de Rietveld, sur la Figure 2.18.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

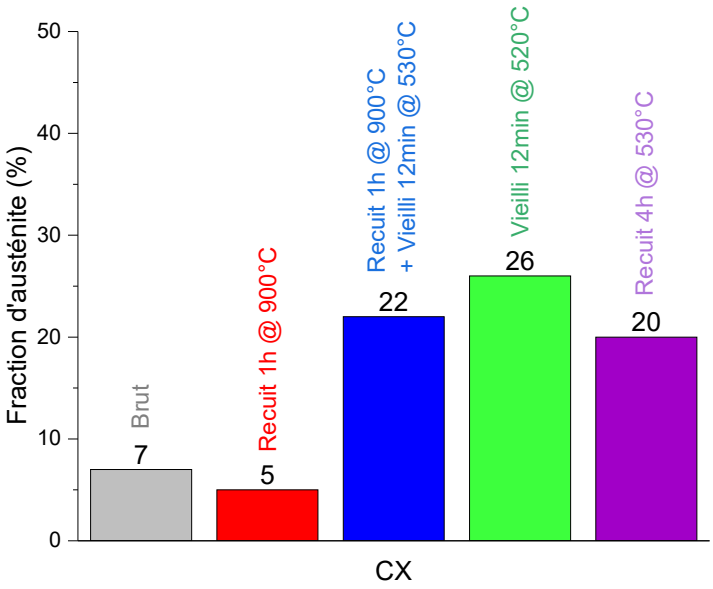


FIGURE 2.18 – Fraction d'austénite dans le CX avant et après traitement thermique déterminée à partir des diffractogrammes en θ présentés sur la Figure 2.17 et en utilisant la méthode de Rietveld sous TOPAS.

Le vieillissement des échantillons recuits et non recuits provoque un durcissement de l'acier ainsi qu'une réversion de l'austénite dès les premières minutes de traitement. En effet, la dureté augmente de 27-34 à $\approx$ 46 HRC après seulement 12 min de vieillissement, alors que la fraction d'austénite passe de 5-7% à 20-26% (Figures 2.17 et 2.18).

Le durcissement serait lié, comme vu précédemment, à la précipitation d'intermétalliques NiAl. Les duretés mesurées sont plus faibles que celles obtenues par Yan et al. [69] et par Zhang et al. [152], qui sont de l'ordre de 49-50 HRC (Tableau 2.2). Il est possible que la dureté de nos échantillons soit plus faible car ceux-ci ont des fractions d'austénite plus importantes. Les analyses par diffraction de rayons X montrent que les échantillons de CX contiennent entre 20% et 26% d'austénite après vieillissement (Figures 2.17 et 2.18), contrairement aux 0% et 3,5-4,5% détecté par Zhang et al. [152] et Yan et al. [69] respectivement. Or la présence d'austénite dans les aciers maraging affecte leur capacité à durcir car les atomes en solution peuvent être plus solubles dans l'austénite que dans la martensite, ce qui inhibe leur capacité à former des précipités lors du vieillissement [60].

Les duretés obtenues après vieillissement seul ou recuit suivi d'un vieillissement sont similaires (la différence ne dépasse jamais 1 HRC), comme dans les études de Yan et al. [69] et de Zhang et al. [152] (Figure 2.4 et Tableau 2.2).

Compte tenu du faible nombre d'éprouvettes Charpy disponibles, il n'a pas été possible d'évaluer l'influence de tous les traitements thermiques sur la résilience. Le choix a été fait d'effectuer les traitements thermiques suivants : vieillissement de 12 min et de 4h afin de déterminer si le temps de maintien a une répercussion sur la résilience, et recuit suivi d'un vieillissement de 12 min pour évaluer l'influence du recuit sur la résilience.

Les résultats des essais de résilience Charpy montrent que le durcissement de l'acier provoque, sans surprise, une baisse importante de la résilience, qui passe de 130,6 J/cm^2 à 66,9 J/cm^2 (-49%) après vieillissement de 12 min à 530°C, et baisse jusqu'à 58,3 J/cm^2 après 24 min de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

vieillissement. Cette chute de la résilience est encore plus importante quand les échantillons ont été préalablement recuits, celle-ci passant de 130,6 J/cm^2 à 47,1 J/cm^2 (-64%). Ce constat est surprenant puisque les duretés sont similaires entre les échantillons recuits et non recuits avant vieillissement. De plus amples analyses des microstructures, et notamment de l'état de précipitation, ainsi qu'une observation des faciès de rupture, seraient nécessaires pour interpréter ces résultats.

2.2.1.2 Influence des traitements thermiques sur le L40

La Figure 2.19 illustre les duretés et résiliences de l'acier maraging L40 après traitement thermique. Un vieillissement à 525°C des échantillons non recuits entraine une augmentation limitée de la dureté jusqu'à 4h de vieillissement (celle-ci passant de 44,2 HRC à l'état brut de fusion à 47,1 HRC). Au-delà de 4h de vieillissement, la dureté diminue également légèrement et passe à 45,3 HRC, en raison d'un probable survieillissement. Un vieillissement à 480°C des échantillons non recuits engendre également un durcissement de l'acier. En effet, sa dureté augmente jusqu'à 47,5 HRC après 12h de vieillissement. Aucun survieillissement n'a été constaté pour la gamme de temps de maintien examinée, car la précipitation est probablement plus lente à 480°C qu'à 525°C. Un survieillissement aurait probablement été observé pour des temps de maintien plus importants. Une étonnante baisse de la dureté est observable entre l'état brut de fusion et après vieillissement de 24 min à 480°C. Pour cette série de mesures, l'écart-type (la dispersion) s'est avéré plus important (1,6 HRC) que pour les autres pour une raison non identifiée. Il est donc possible que cette baisse de la dureté ne soit pas réelle.

Une chute de la dureté des échantillons recuits lors d'un vieillissement à 525°C est observable pour des temps de maintien compris entre 24 min et 4h. Le refroidissement lent après recuit est probablement responsable d'un vieillissement prématuré de l'acier, ce qui justifierait la dureté légèrement plus importante du L40 directement après recuit (46,2 HRC) et après recuit et vieillissement de 12 min et 24 min à 525°C (48,0 et 47,3 HRC respectivement). Ce vieillissement prématuré lors de refroidissement après recuit entrainerait un survieillissement responsable de la baisse de dureté entre 24 min et 4h de vieillissement.

Il apparaît donc que le durcissement du L40 après vieillissement est beaucoup moins significatif que celui obtenu précédemment avec le maraging CX ou encore avec le 18Ni300 (voir Tableaux 2.2 et 2.4). Aucune publication n'a été trouvée sur le L40 qui pourrait expliquer les causes du durcissement de l'acier. Néanmoins, compte tenu de sa composition chimique qui est relativement riche en carbone pour un maraging (%C = 0,16 wt.%), et en éléments carburigènes comme le chrome (%Cr = 10,64 wt.%) et le molybdène (%Mo = 1,48 wt.%), il est possible que le durcissement du L40 soit lié à la précipitation de carbures, contrairement aux autres maraging, qui durcissent par précipitation d'intermétalliques. Bien que le L40 contiennent du nickel, il ne contient ni aluminium ni titane qui provoqueraient la formation de précipités NiAl ou Ni_3Ti, comme dans les aciers CX et 18Ni300 respectivement.

Le nombre limité d'éprouvettes Charpy disponibles ne permettant pas d'évaluer la résilience obtenue après chaque traitement thermique, le choix a été fait d'évaluer la résilience après vieillissement de 24 min et 4h à 525°C afin de déterminer si le temps de maintien a une influence sur la résilience, ainsi qu'après recuit suivi d'un vieillissement de 12 min à 525°C pour déterminer si le recuit a un impact sur la résilience. Comme attendu, les résultats montrent que la résilience diminue avec l'augmentation de la dureté. Une surprenante augmentation de la résilience est observable entre les échantillons vieillis pendant 24 min et 4h, celle-ci passant de 65,2 à 77 J/cm^2

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

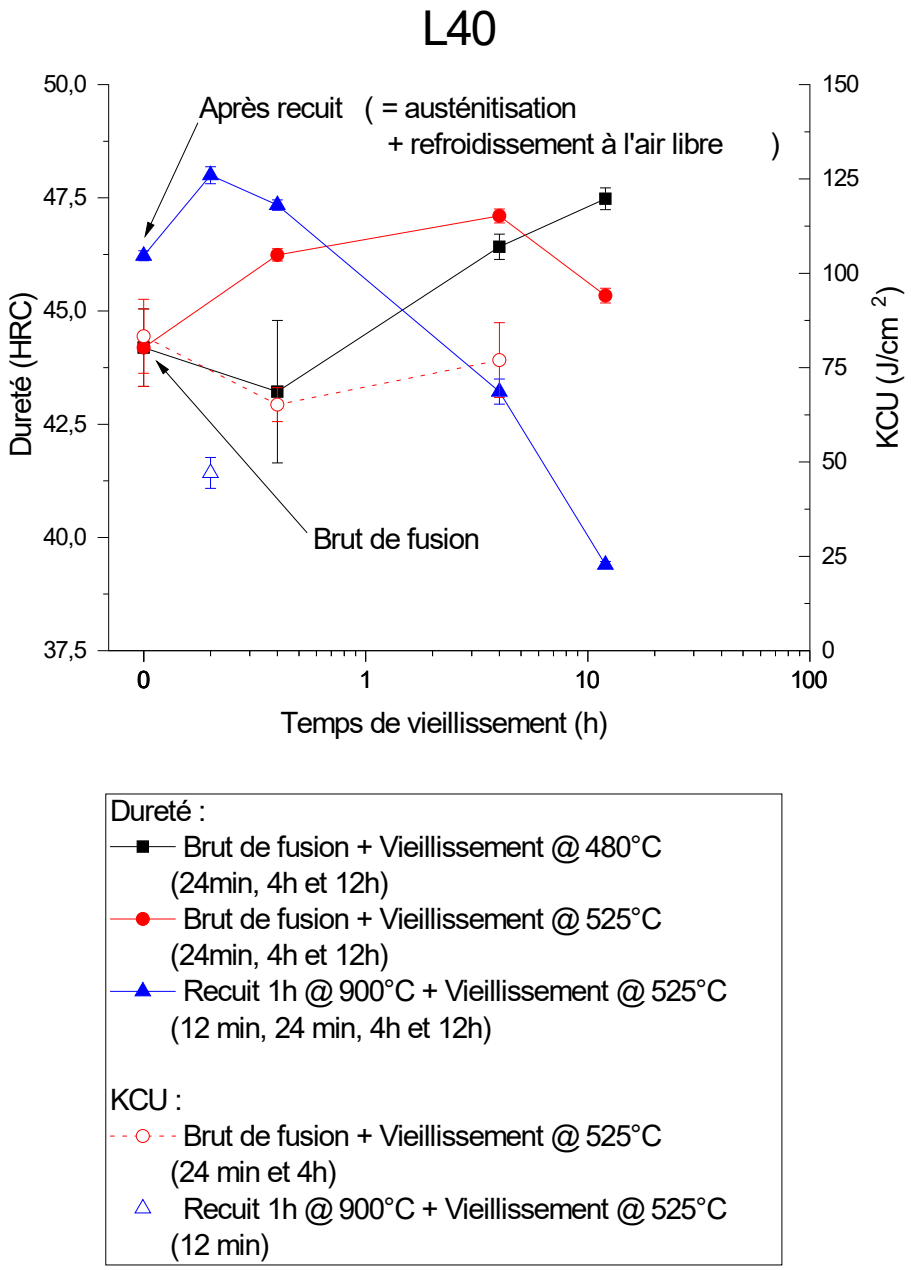


FIGURE 2.19 – Dureté et résilience du L40 après traitements thermiques

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

alors que la dureté augmente. Compte tenu des écarts-types (4,5 et 9,9 J/cm^2 respectivement) cet écart est cependant à considérer avec prudence.

2.2.2 Trempe et revenu des martensitiques inoxydables PM420 et X15TN

Le PM420 étant composé d'une martensite dure et d'austénite résiduelle, un traitement thermique de revenu est nécessaire pour abaisser la dureté du matériau et améliorer sa résilience. Les résultats disponibles dans la littérature ne permettent pas de conclure quant à l'intérêt d'une trempe avant revenu. Deux types de traitement thermique ont donc été réalisés : austénitisation/trempe et revenu (Figure 2.20.a.), ou simple revenu (Figure 2.20.b.).

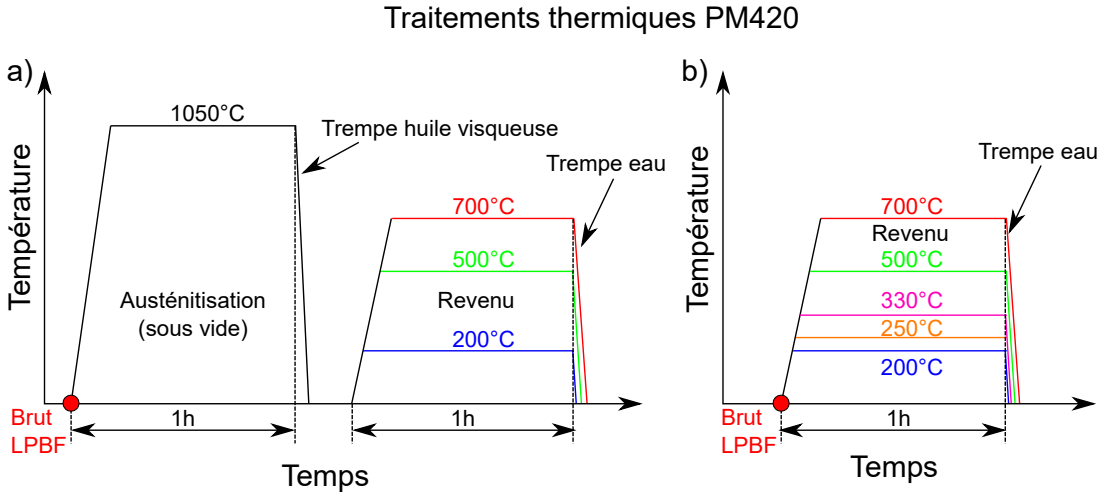


FIGURE 2.20 – Représentation schématique des traitements thermiques pour l'acier martensitique Fe-C inoxydable PM420 : a) Austénitisation sous vide et trempe dans l'huile suivies d'un revenu et b) Revenu effectué après impression.

Comme expliqué précédemment (Section 2.1.1), la température et le temps d'austénitisation ont un impact sur les microstructures et sur les propriétés mécaniques. Dans cette étude, le choix a été fait de ne faire varier que la température de revenu car celle-ci contrôle l'évolution de la martensite (Section 2.1.1). Les austénitisations ont été réalisées dans un four à moufle à 1050°C pendant 1h et les échantillons étaient placés dans des ampoules en quartz sous vide afin d'éviter leur décarburation. L'austénitisation à 1050°C pendant 1h correspond à celle effectuée par Tian et al. [144] dans leur étude citée précédemment (Tableau 2.5). De plus, Isfahany et al. [148] affirment que cette austénitisation permet d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques (dureté, résilience et l'allongement à rupture) après trempe de l'AISI 420 conventionnel. Cette austénitisation est également celle recommandée par l'entreprise AK Steel, fabricant d'AISI 420 [159]. Les trempes ont été réalisées par immersion dans l'huile, comme préconisé par AK Steel [159]. Les ampoules en quartz dans lesquelles les échantillons étaient placés sous vide ont été brisées dans un bac d'huile à l'aide d'une masse comme schématisé sur la Figure 2.21. Quant aux revenus, ceux-ci ont été effectués dans des bains de sel (composés de nitrites et de nitrates de sodium) et les échantillons ont été refroidis par immersion dans l'eau. Plusieurs revenus d'une heure ont été testés : 200°C, 250°C, 330°C, 500°C et 700°C (Figure 2.20).

Quant au X15TN, celui-ci nécessite une transformation de l'austénite en martensite [5]. Comme pour le PM420, le choix a été fait de ne faire varier que la température de revenu.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

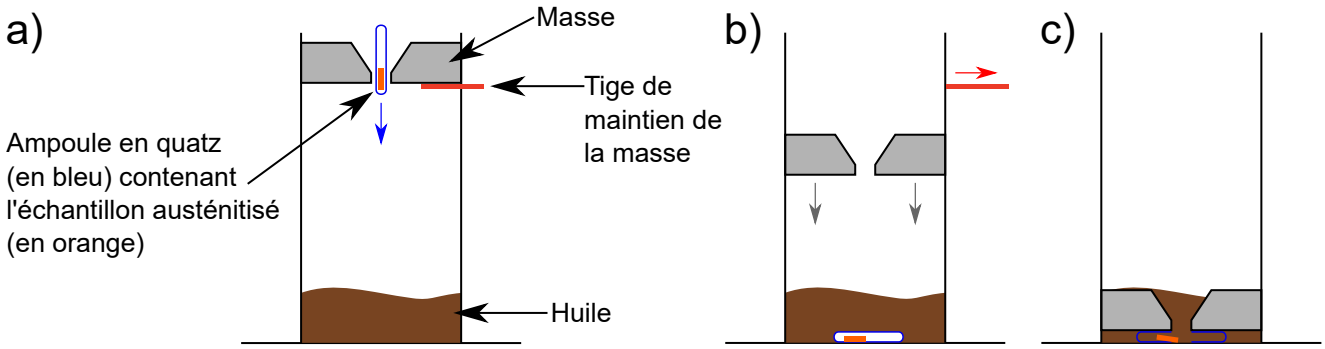


FIGURE 2.21 – Schéma représentant la technique employée pour tremper les échantillons austénitisés placés dans des ampoules en quartz : a) L'ampoule contenant l'échantillon austénitisé est immergée dans l'huile à travers un orifice se situant au centre d'une masse. Cette dernière est maintenue au-dessus d'un bain d'huile à l'aide d'une tige. Une fois l'ampoule dans l'huile, la tige est retirée pour faire tomber la masse b) et pour rompre l'ampoule dans l'huile c).

Toutes les austénitisations ont donc été réalisées à 1050°C pendant 30 min, alors que les revenus ont été effectués à 300°C, 500°C et 650°C pendant 1h (Figure 2.22). Deux trempes différentes ont été effectuées : trempe dans l'huile (Figure 2.22.a.) ou trempe dans l'huile suivie d'une trempe dans l'azote liquide (Figure 2.22.c.). Le but de la trempe cryogénique est de transformer en martensite l'austénite résiduelle restante après trempe à l'huile, la température M_f étant en dessous de l'ambiante. Ces traitements thermiques correspondent à ceux effectués par Limousin [5]. Lors des austénitisations, les échantillons étaient placés dans des ampoules en quartz sous vide pour prévenir leur décarburation. Les échantillons ont été trempés dans l'huile car la trempe dans l'eau peut provoquer leur fissuration [5]. Les revenus ont été effectués dans des fours à bain de sel.

2.2.2.1 Influence des traitements thermiques sur le PM420

La trempe provoque une forte augmentation de la dureté du PM420, qui passe de 51,7 à 58,3 HRC (Figure 2.23). Elle est accompagnée d'une transformation partielle de l'austénite résiduelle - dont la fraction passe de 34% à 8% - en martensite, comme le montrent les analyses DRX et les cartes EBSD de phases (Figures 2.24.a., 2.25, 2.26), et s'accompagne également d'une augmentation de la tétragonalité de la maille martensitique, plus contrainte, comme le montre l'élargissement du pic $\alpha(110)$ (Figure 2.24.b.).

La fraction d'austénite résiduelle est plus importante que celle mesurée par Tian et al. [144] dans un acier AISI 420 trempé et issu de l'impression LPBF. Dans leur étude, l'intégralité de l'austénite résiduelle a été transformée en martensite après une trempe cryogénique qui permet d'atteindre une température de fin de trempe T_t inférieure à la température de fin de transformation martensitique M_f.

Après trempe, les revenus à 200°C et 500°C abaissent la dureté, celle-ci passant de 58,3 à 56,0 et 54,8 HRC respectivement. Cette baisse peut être liée à un adoucissement de la martensite comme le suggère l'évolution du pic $\alpha(110)$, qui s'amincit après revenu (Figure 2.24.b.) et à une réversion de l'austénite, dont la fraction passe de 8% à 14% après revenu à 500°C, comme le montrent les analyses DRX sur les Figures 2.24 et 2.25 ainsi que les cartographies de phases sur les Figures 2.26.b et 2.26.c. Une nouvelle fois, ce résultat diffère de celui de Tian et al. [144]

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

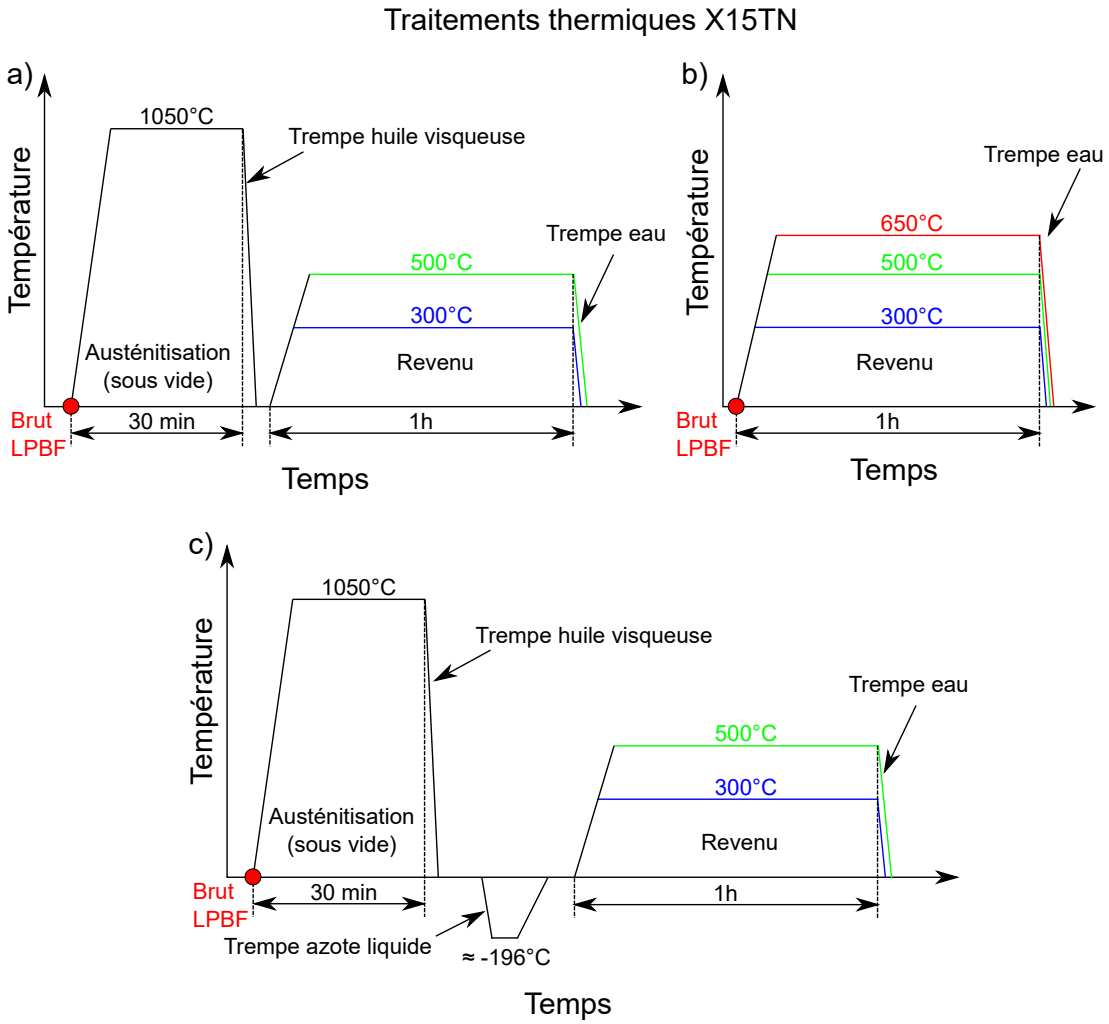


FIGURE 2.22 – Représentation schématique des traitements thermiques pour l'acier martensitique Fe-C inoxydable X15TN : a) Austénitisation sous vide et trempe dans l'huile suivies d'un revenu et b) Revenu effectué après impression.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

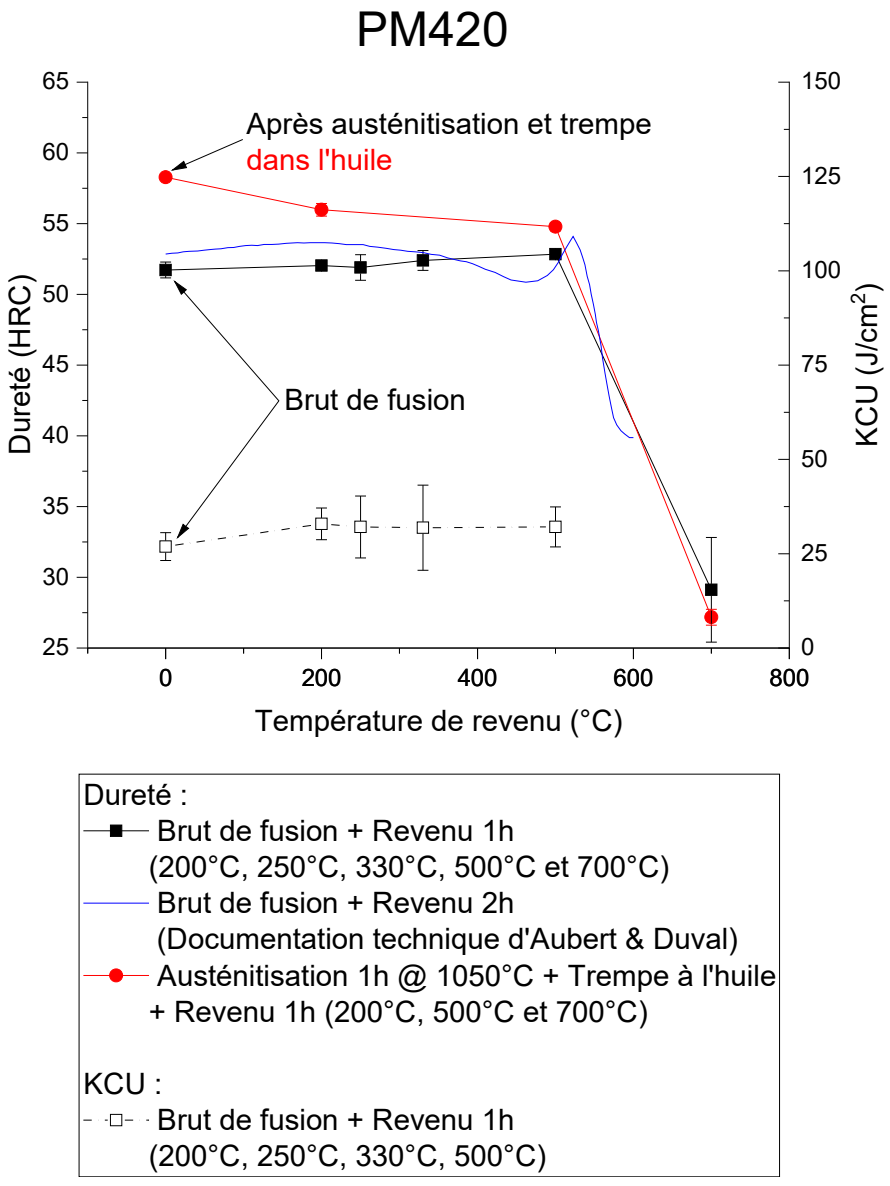


FIGURE 2.23 – Dureté et résilience du PM420 après traitements thermiques

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

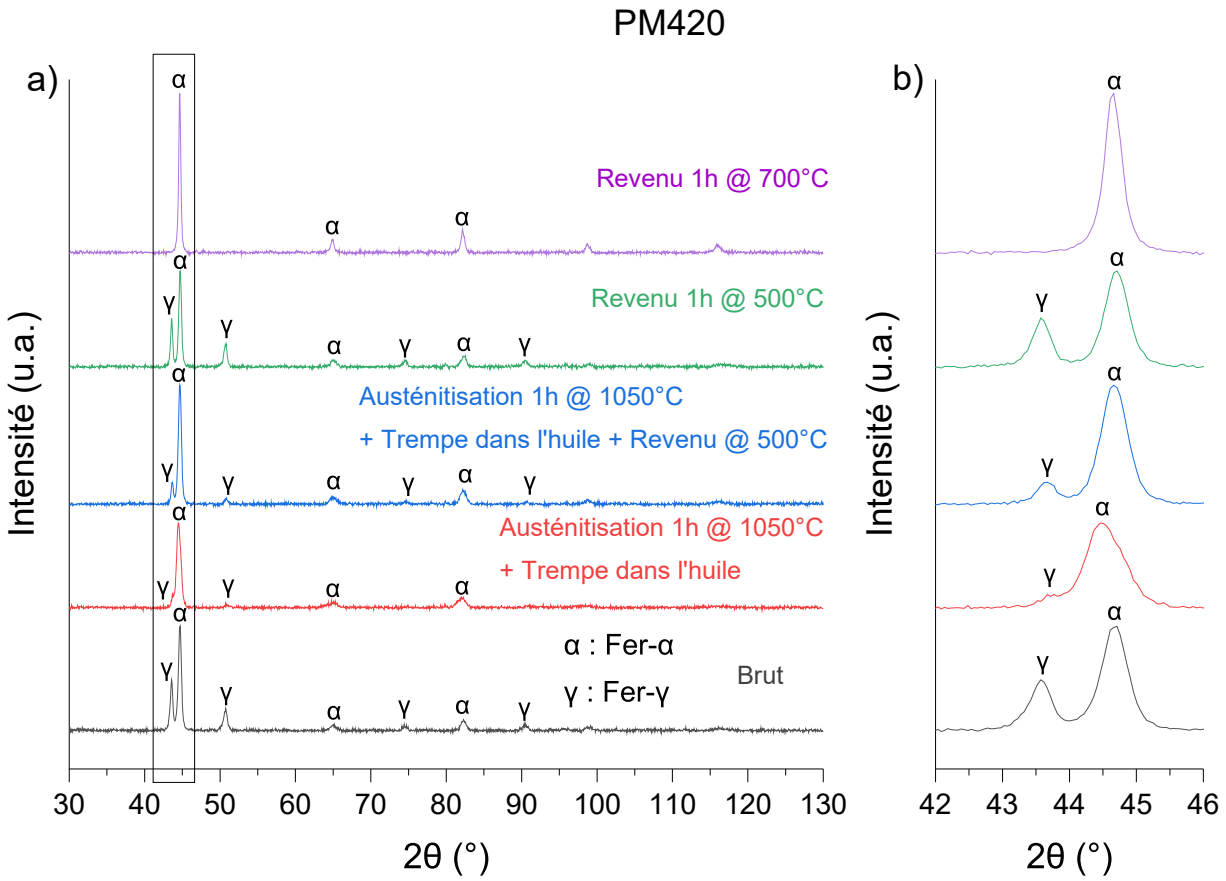


FIGURE 2.24 – Diffractogrammes en θ du PM420 brut de fusion et traité thermiquement. b) Agrandissement des pics $\gamma(111)$ et $\alpha(110)$: Après trempe, le pic $\alpha(110)$ s'élargit par rapport à l'état brut de fusion, démontrant que la martensite est plus contrainte. Le pic $\alpha(110)$ détecté après revenu à 700°C est le plus mince, démontrant que le revenu a abaissé la tétragonalité de la maille martensitique. Remarque : Les spectres ne sont pas normalisés, il n'est donc pas possible de comparer la hauteur des pics de diffraction entre les différents spectres et d'en déduire les fractions de chaque phase. Le lecteur trouvera les résultats des quantifications, obtenus en utilisant la méthode de Rietveld, sur la Figure 2.25.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

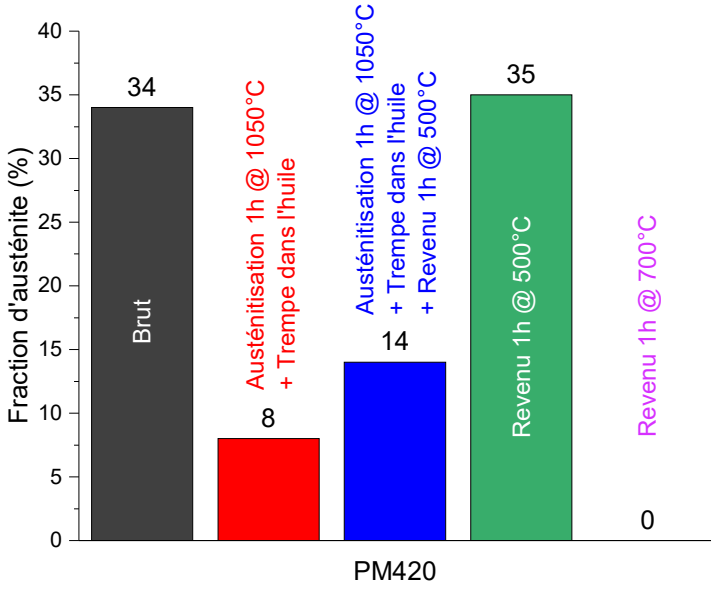


FIGURE 2.25 – Fraction d'austénite dans le PM420 avant et après traitement thermique déterminée à partir des diffractogrammes en θ présentés sur la Figure 2.24 et en utilisant la méthode de Rietveld sous TOPAS.

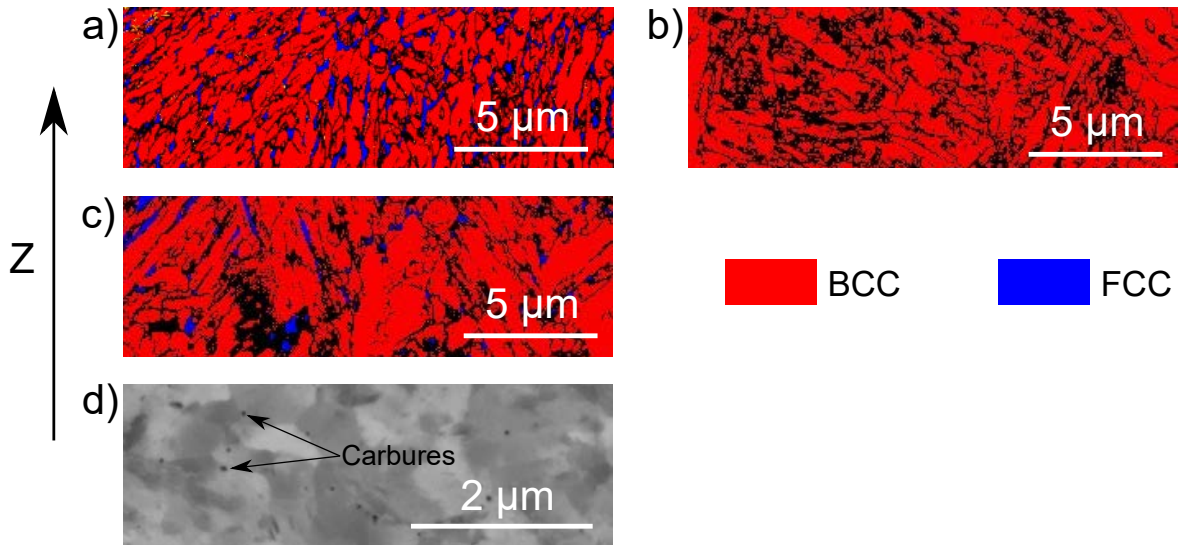


FIGURE 2.26 – Observations microstructurales du PM420 brut de fusion et après traitements thermiques : a) Cartographie EBSD à l'état brut de fusion ; b) Cartographie EBSD après austénitisation et trempe démontrant la transformation de l'austénite résiduelle ; c) Cartographie EBSD après austénitisation et trempe suivies d'un revenu à 500°C illustrant une réversion de l'austénite lors du revenu ; d) Image BSE après revenu à 700°C illustrant la présence de fins carbures dans la microstructure (sans trempe)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

qui n'avaient pas détecté de réversion austénitique après double revenu à 182°C de l'AISI 420 austénitisé et trempé, probablement car la température de revenu dans leur étude est plus faible que celle appliquée aux échantillons analysés par DRX dans notre cas (500°C). Une analyse par DRX des échantillons revenus à 200°C après austénitisation/trempe aurait permis d'évaluer cette hypothèse.

Les revenus à 200°C et 500°C des échantillons non trempés n'entrainent pas de variations significatives de la dureté, ni de réversion ou décomposition de l'austénite. Les diffractogrammes en θ sont d'ailleurs similaires entre les états bruts de fusion et revenu à 500°C. Ce résultat diffère de ceux obtenus par Nath et al. [53] et par Saeidi et al. [54], qui avaient observé une baisse de la dureté du AISI 420 après revenu (Tableau 2.5).

D'après la documentation technique d'Aubert & Duval, un revenu à $\approx$ 520°C pendant 2h provoque un durcissement secondaire de l'acier (courbe bleue sur la Figure 2.9). Ce pic n'a pas été observé lors de nos essais car cette température n'a pas été testée. Ce pic a également été observé par Isfahany et al. [148] après revenu de l'acier AISI 420 conventionnel, mais à des températures de revenu plus faibles (entre 400°C et 500°C). Selon eux, ce durcissement serait lié à la formation de carbures M_7C_3.

Après revenu à 700°C, la dureté chute drastiquement jusqu'à $\approx$ 28 HRC, que les échantillons soient trempés ou non. Cette chute de la dureté s'accompagne d'une décomposition de l'austénite (Figures 2.24 et 2.25), de la formation de carbures (Figure 2.26.d) et d'un adoucissement de la martensite (Figure 2.24.b.). Toujours selon Isfahany et al. [148], la baisse de la dureté serait liée la coalescence des carbures M_7C_3 ainsi que par leur transformation en carbures $M_{23}C_6$.

Quant aux résiliences, celles-ci ont été déterminées uniquement à partir d'éprouvettes n'ayant pas été austénitisées/trempées car cette étape provoque la fissuration de certaines éprouvettes, comme le montre la Figure 2.27. Les essais de Charpy montrent que la résilience du PM420 est d'environ 25 J/cm^2 pour des températures de revenu comprises entre 200°C et 500°C. Ces résiliences sont inférieures à celle mesurée par Tian et al. [144] qui est de $\approx$ 33 J/cm^2. Il est possible que la meilleure résilience obtenue dans leur étude soit liée au double revenu qui a probablement adouci plus fortement l'acier que le simple revenu effectué dans cette étude. Il n'est néanmoins pas possible de le vérifier car aucune mesure de dureté n'est disponible dans leur article.

2.2.2.2 Influence des traitements thermiques sur le X15TN

Les duretés et résiliences du X15TN après traitements thermiques sont données sur la Figure 2.28. Un revenu des échantillons brut de fusion n'entraine pas de variation significative de la dureté pour des températures de revenu de 300°C et de 500°C. Les analyses DRX (Figures 2.29 et 2.30) révèlent qu'après revenu à 500°C, une importante quantité d'austénite se transforme en martensite (comme le suggère la largeur du pic $\alpha(110)$), sa fraction passant de 98% à 12%. Une augmentation de la dureté est obtenue après revenu à 650°C, celle-ci passant de 42,4 à 47 HRC. Selon Limousin [5], qui a étudié ce même acier en impression LPBF, cette augmentation de la dureté serait liée à la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ riches en chrome. Toutefois, la dureté obtenue après revenu dans notre étude est inférieure à celle obtenue par Limousin [5] (47 au lieu de 54 HRC), probablement en raison du refroidissement plus rapide des échantillons (trempés dans l'eau contrairement à un refroidissement à l'air) qui n'aurait pas laissé le temps aux carbures de précipiter et donc de durcir le matériau.

Après austénitisation et trempe, une très nette augmentation de la dureté est observable,

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

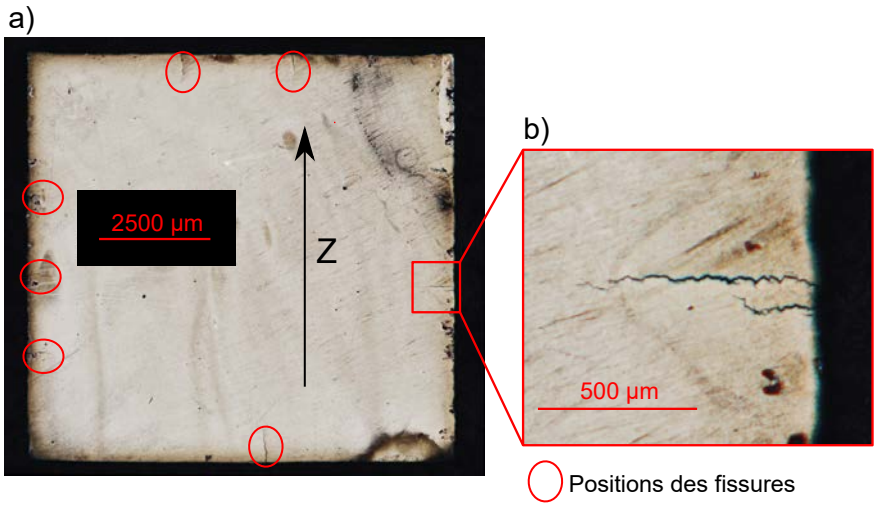


FIGURE 2.27 – Observation de fissures dans un échantillon de PM420 trempé à l'huile après austénitisation à 1050°C pendant 1h : a) Les fissures amorcent toutes à la surface de l'échantillon, où le refroidissement est le plus intense lors de la trempe et où la rugosité peut provoquer des concentrations de contraintes ; b) Agrandissement sur deux des fissures.

celle-ci passant de 40,7 à ≈ 57 HRC. Les duretés obtenues après trempe à l'huile et trempe à l'huile suivie d'une trempe cryogénique sont identiques. Les analyses DRX (Figures 2.29 et 2.30) montrent effectivement que la quantité d'austénite résiduelle après trempe à l'huile et trempe à l'huile et trempe cryogénique sont relativement proches (7 et 8 % respectivement). Les valeurs obtenues sont cohérentes avec celles obtenues par Limousin. Cette forte augmentation de la dureté est liée à une transformation de l'austénite résiduelle en martensite, comme le suggèrent les résultats obtenus par DRX (Figures 2.29 et 2.30). D'ailleurs les échantillons trempés présentent les pics $\alpha(110)$ les plus larges, ce qui est caractéristique d'une martensite contrainte (Figure 2.29.b.). Une cartographie EBSD, représentée sur la Figure 2.31, montre qu'après trempe à l'huile la microstructure du X15TN est effectivement principalement composée de martensite (indexée en CC).

Un revenu de 300°C permet d'adoucir la martensite et abaisse la dureté, celle-ci passant de ≈ 57 à ≈ 53 HRC. La dureté augmente après revenu à 500°C pour atteindre ≈ 56,5 HRC. Cette température de revenu a été identifiée par Limousin comme étant celle du pic de durcissement secondaire. Cette dureté plus importante est liée à la précipitation de carbures, de nitrures et de carbonitrures [5].

Les résiliences ont uniquement été déterminées pour des échantillons trempés, car ceux-ci disposent d'une dureté supérieure à 50 HRC, contrairement aux échantillons uniquement revenus. Seules des trempes à l'huile ont été réalisées, puisqu'il a été montré précédemment que la trempe cryogénique n'apporte pas de variation des propriétés mécaniques. La résilience du X15TN est comprise entre 2 et 3 J/cm^2 après trempe, ce qui est très proche de la résilience de l'état brut de fusion, qui est de 5 J/cm^2. Il est surprenant que la résilience soit identique entre le X15TN austénitique brut d'impression et le X15TN martensitique après austénitisation et trempe. Les raisons de cette faible résilience n'ont pas été identifiées. Des essais de résilience sur les échantillons uniquement revenus pourraient être à envisager pour déterminer si leur résilience est meilleure.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

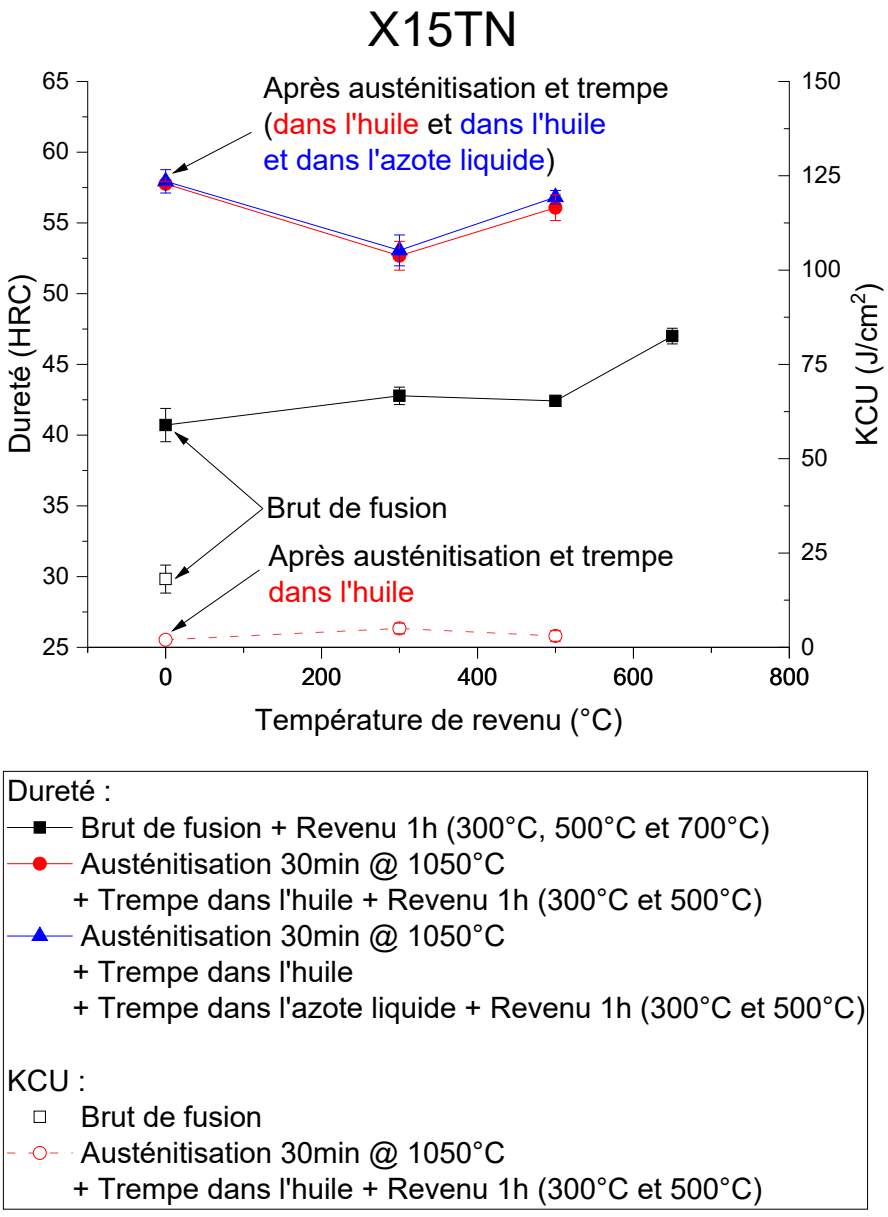


FIGURE 2.28 – Dureté et résilience du X15TN après traitements thermiques

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

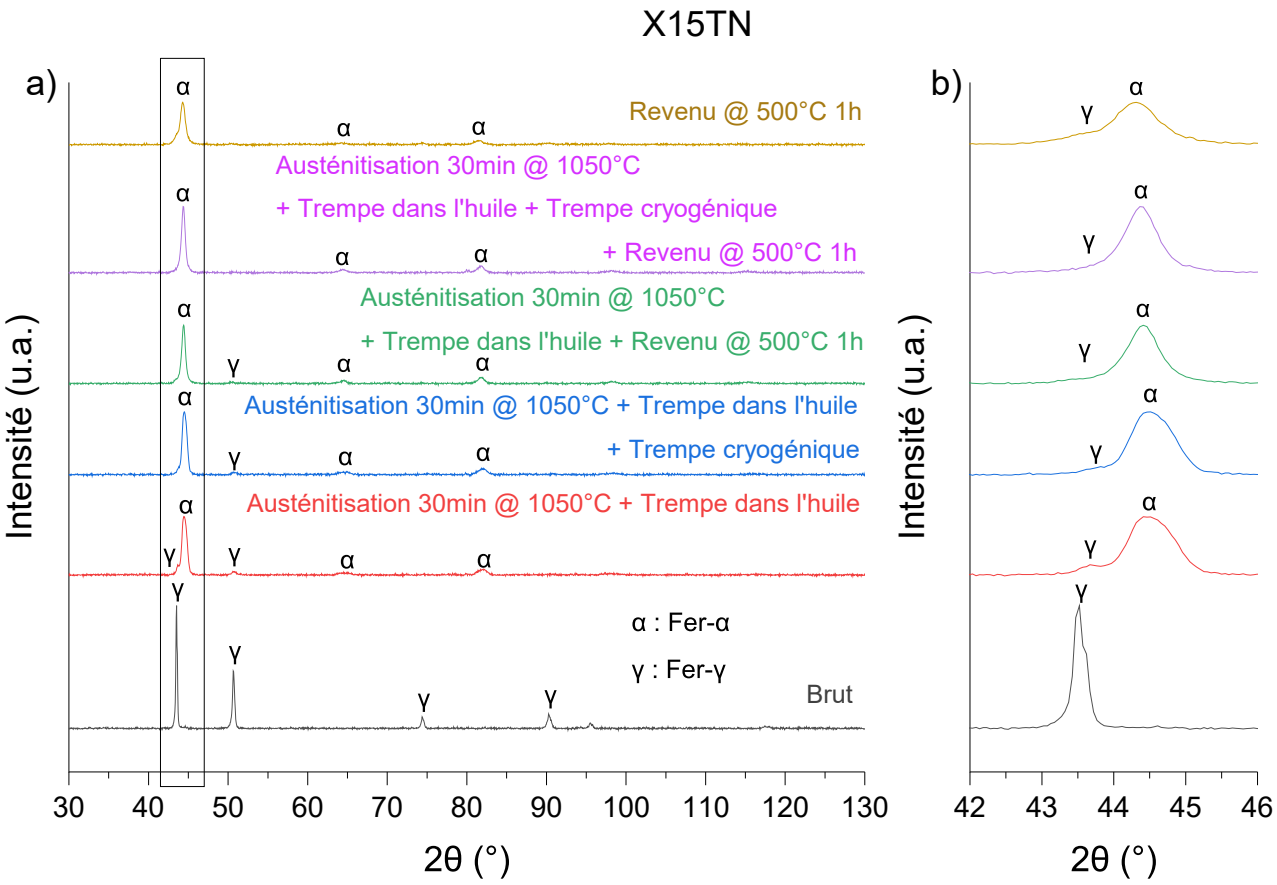


FIGURE 2.29 – Diffractogrammes en θ du X15TN brut de fusion et traité thermiquement. À l'état brut de fusion aucun pic de la ferrite n'est observable. b) Agrandissement des pics $\gamma(111)$ et $\alpha(110)$: Les pics $\alpha(110)$ les plus larges correspondent aux échantillons trempés, traduisant la présence d'une martensite contrainte. Après revenu, les pics $\alpha(110)$ deviennent plus fins, en raison d'un adoucissement de la maille martensitique. Remarque : Les spectres ne sont pas normalisés, il n'est donc pas possible de comparer la hauteur des pics de diffraction entre les différents spectres et d'en déduire les fractions de chaque phase. Le lecteur trouvera les résultats des quantifications, obtenus en utilisant la méthode de Rietveld, sur la Figure 2.30.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

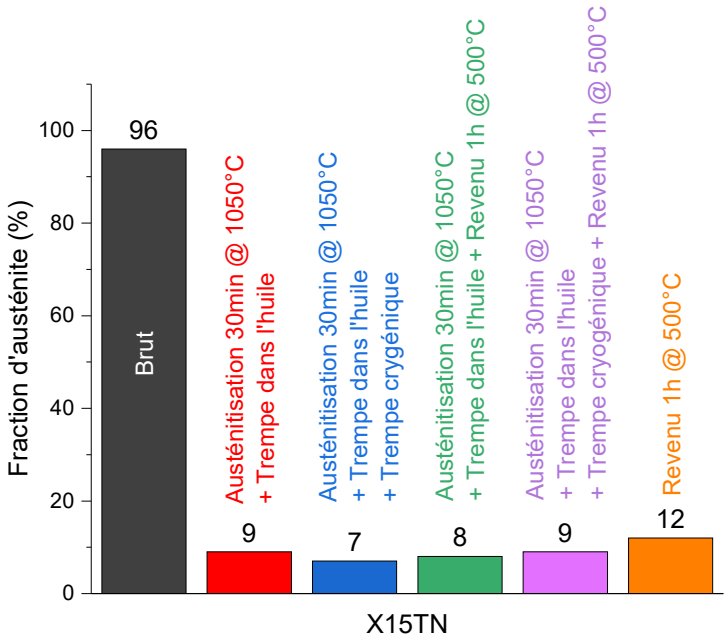


FIGURE 2.30 – Fraction d'austénite dans le X15TN avant et après traitement thermique déterminée à partir des diffractogrammes en θ présentés sur la Figure 2.29 et en utilisant la méthode de Rietveld sous TOPAS.

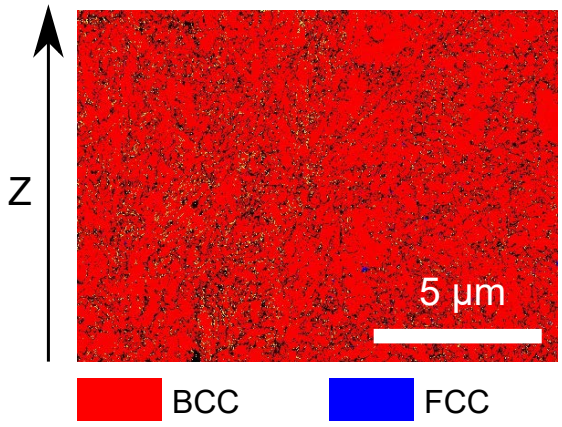


FIGURE 2.31 – Cartographie EBSD du X15TN après austénitisation et trempe dans l'huile. La microstructure est principalement composée de martensite (BCC).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.2.3 Récapitulatif et choix des aciers pour les essais de traction et de fatigue

L'ensemble des couples dureté/ductilité après traitement thermique est illustré sur la Figure 2.32. Dans le Tableau 2.7 sont donnés les meilleurs compromis entre dureté et ductilité pour chaque acier ainsi que le traitement thermique permettant de les obtenir.

L'acier maraging CX durcit considérablement dès les premières minutes de vieillissement en raison d'une précipitation d'intermétalliques nanométriques NiAl, ce qui s'accompagne d'une baisse de la résilience (Figure 2.32). Dans notre cas, un recuit ne semble pas nécessaire, puisqu'il a été montré que les duretés après vieillissement des échantillons recuits et non-recuits sont similaires. De plus, les échantillons recuits avant vieillissement présentent la résilience la plus faible (Figure 2.32.a.). **Le traitement thermique de vieillissement de 12min à 530°C donne le meilleur compromis entre dureté et résilience (46,8 HRC et 66,9 J/cm^2).**

Quant au L40, les vieillissements entrainent une augmentation de sa dureté beaucoup moins marquée que le CX. Cependant, sa dureté et sa résilience après traitement thermique sont du même ordre de grandeur que celles du CX (Figure 2.32.b.). Le mécanisme de durcissement n'a pas été identifié. Les échantillons recuits et vieillis sont moins durs que ceux uniquement vieillis, probablement en raison d'un vieillissement prématuré de l'acier lors de son refroidissement après recuit, qui provoque un survieillissement. **Un vieillissement de 4h à 525°C donne le meilleur compromis entre dureté et résilience (47,1 HRC et 77,0 J/cm^2).**

La trempe du PM420 entraine une forte augmentation de sa dureté. Elle s'accompagne d'une transformation partielle de l'austénite résiduelle en martensite ainsi que d'une augmentation de la tétragonalité de la maille martensitique. Cependant, elle provoque la fissuration des échantillons à partir de leur surface. Les revenus à 200°C et 500°C des échantillons bruts de fusion n'entrainent pas de variations significatives de la dureté ni de la résilience (Figure 2.32.b.). Un revenu à 700°C provoque une forte baisse de la dureté, la formation de carbures et détensionne la maille martensitique. Sa dureté et sa résilience le rendent compatible avec une application moule.

Le X15TN nécessite d'être trempé après impression pour obtenir une dureté compatible avec une application moule. En effet, celle-ci permet de transformer l'austénite résiduelle qu'il contient à l'état brut de fusion. Il a été montré que la trempe dans l'azote liquide n'apporte pas de variations significatives des propriétés mécaniques. Sa résilience est trop faible pour une application moule. Un double revenu des échantillons trempés et austénitisés aurait potentiellement permis un adoucissement plus important de la martensite et donc une amélioration de sa résilience. La dureté des échantillons directement revenus à 700°C après impression est proche de celle définie dans le cahier des charges (47 HRC pour 50 HRC). Il aurait pu être intéressant d'évaluer la résilience de ces échantillons. Un refroidissement à l'air des échantillons en X15TN revenus directement après impression aurait probablement entrainé une précipitation plus importante de carbures et aurait augmenté la dureté de l'acier.

Pour la suite, il a été décidé de caractériser plus finement les propriétés mécaniques des aciers PM420 et CX. En effet, le PM420 dispose d'une dureté et d'une résilience le rendant compatible avec une application moule. Quant au CX, bien que sa dureté, dans notre cas, soit légèrement plus faible que celle recherchée, celui-ci présente une excellente imprimabilité en tant qu'acier maraging et une très bonne résilience. L'acier X15TN n'a pas été étudié plus en détail car celui-ci présente une résilience beaucoup trop faible. Concernant le L40, celui-ci n'a pas fait l'objet d'études plus avancées car il n'y avait plus de poudres disponibles.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

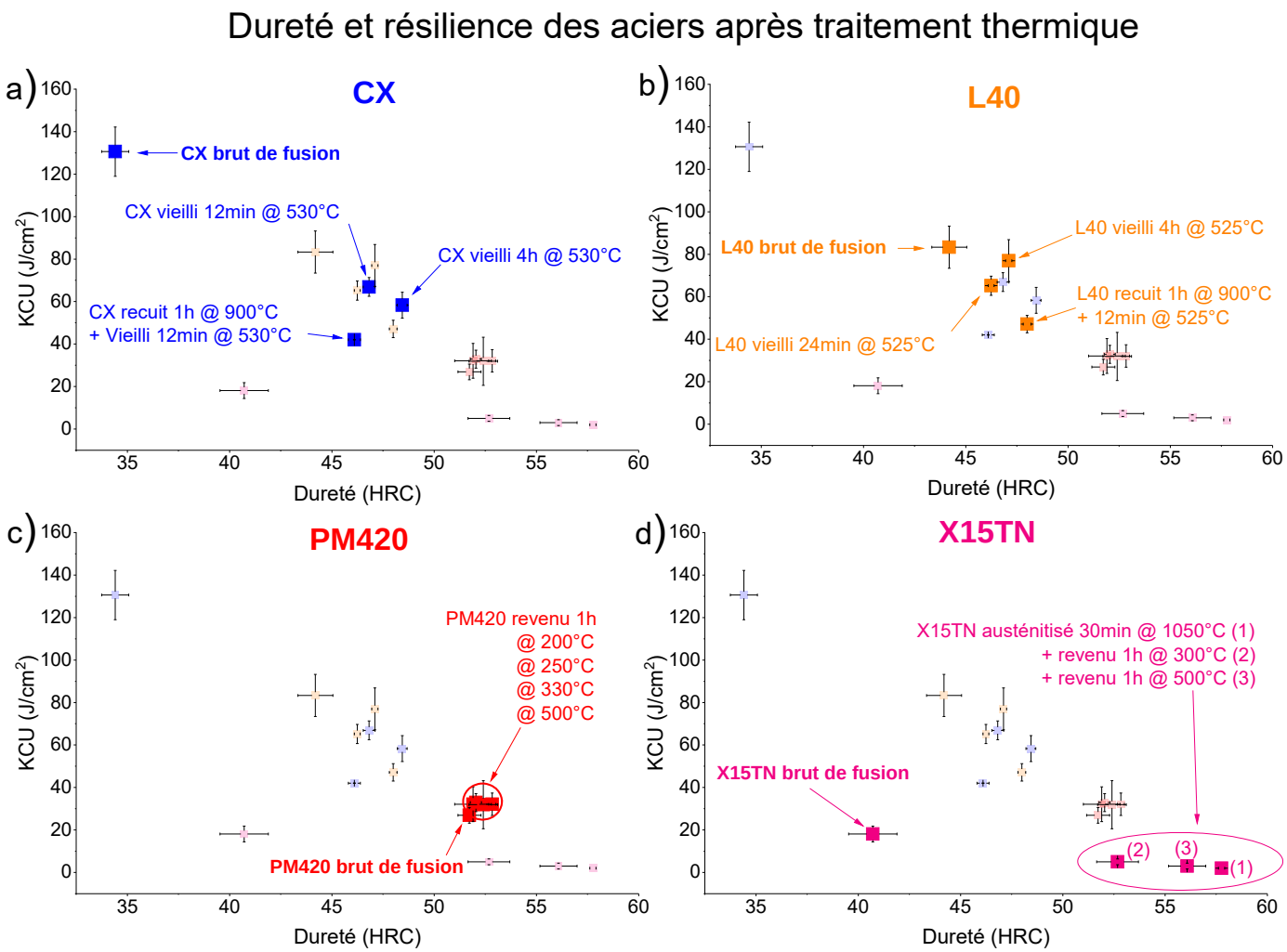


FIGURE 2.32 – Dureté et résilience des aciers CX, L40, PM420 et X15TN après traitement thermique

Tableau 2.7 – Traitements thermiques donnant les meilleurs compromis entre dureté et ductilité pour chaque acier, et valeurs de référence issues du cahier des charges

Type	Acier	Traitement thermique optimale	Dureté [HRC]	Résilience [J/cm²]]
Acier maraging inoxydable	CX	Vieillissement 12min @ 530°C	46,8 ± 0,3	66,9 ± 4,4
	L40	Vieillissement 4h @ 525°C	47,1 ± 0,1	77,0 ± 9,9
Acier martensitique Fe-C inoxydable	PM420	Revenu 1h @ 200°C	52,0 ± 0,3	32,9 ± 4,2
	X15TN	Austénitisation 30min @ 1050°C	57,8 ± 0,2	2,0 ± 0
/	Cahier des charges	/	> 50	> 25

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3 Comportement sous sollicitations monotones et cycliques des aciers CX et PM420

Il a été montré dans la section précédente que les aciers PM420 et CX pourraient être des alternatives au 18Ni300 au regard de leur dureté et de leur résilience. Néanmoins, ces deux grandeurs ne sont pas suffisantes pour valider l'aptitude à être utilisé pour l'impression d'empreintes de moule par LPBF et de plus amples caractérisations des propriétés mécaniques sont nécessaires. Dans un premier temps sera étudié l'impact de différents traitements thermiques sur les propriétés en traction afin d'identifier lesquels donnent les meilleures propriétés au regard du cahier des charges. Ces traitements thermiques seront par la suite appliqués aux éprouvettes de fatigue. Dans un deuxième temps, les propriétés mécaniques sous chargement cyclique seront étudiées et un état de l'art sur la fatigue des pièces issues de l'impression LPBF sera proposé. Les limites d'endurance à 1 million de cycles seront estimées par la méthode staircase. L'influence de l'état de surface et des traitements thermiques sur la résistance en fatigue sera analysée, et les défauts responsables de l'amorçage seront identifiés.

2.3.1 Comportement en traction des aciers PM420 et CX

Les éprouvettes de CX ont été imprimées avec les paramètres moyens présentés dans le chapitre précédent (Section 1.2), alors que les éprouvettes de PM420 ont été imprimées avec des paramètres de fusion optimisés pour l'impression de pièces massives. En effet, cet alliage a fait l'objet d'une étude détaillée d'optimisation des paramètres d'impression en vue de la fabrication d'une empreinte de moule. Cette démarche est présentée en Annexe D. Ces paramètres ne peuvent être communiqués pour des raisons de confidentialité. Les éprouvettes de CX et de PM420 testées à l'INSA ont toutes été imprimées verticalement. L'entreprise Aubert & Duval, fournisseur des poudres de PM420 et partenaire industriel, a souhaité évaluer l'influence du sens d'impression sur les propriétés en traction du PM420. Des éprouvettes de cet acier ont donc été imprimées verticalement et horizontalement avant d'être envoyées chez Aubert & Duval.

Des essais de traction ont été réalisés à l'INSA ainsi que chez Aubert & Duval. Ceux conduits à l'INSA ont été réalisés avec une Instron 5967 équipée d'une cellule de force de 30 kN. Les éprouvettes de traction ont été usinées à partir de cylindres bruts de fusion de diamètre 12 mm et de longueur 100 mm imprimés verticalement. Le plan des éprouvettes après usinage est donné sur la Figure 2.34. Les éprouvettes étaient filetées au niveau de leurs extrémités pour éviter qu'elles ne glissent entre les mors. Des repères espacés de 17,5 mm ont été utilisés pour évaluer la déformation des éprouvettes grâce à un extensomètre optique. La vitesse de déformation, calculée à partir de la vitesse de déformation imposée, était de 0,015 min^{-1}, en accord avec la norme ASTM E8/E8M - 13a. Les allongements à la rupture ont été mesurés au pied à coulisse après les essais.

Les essais de traction effectués chez Aubert & Duval ont été réalisés avec une machine Zwick 185038. La vitesse de déformation imposée était de 0,42 min^{-1}. Les essais ont été effectués en accord avec la norme NF EN ISO 6892-1. Les éprouvettes utilisées étaient de section 12x12 mm^2 et de hauteur 70 mm. L'extensomètre a été enlevé une fois la limite d'élasticité dépassée.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

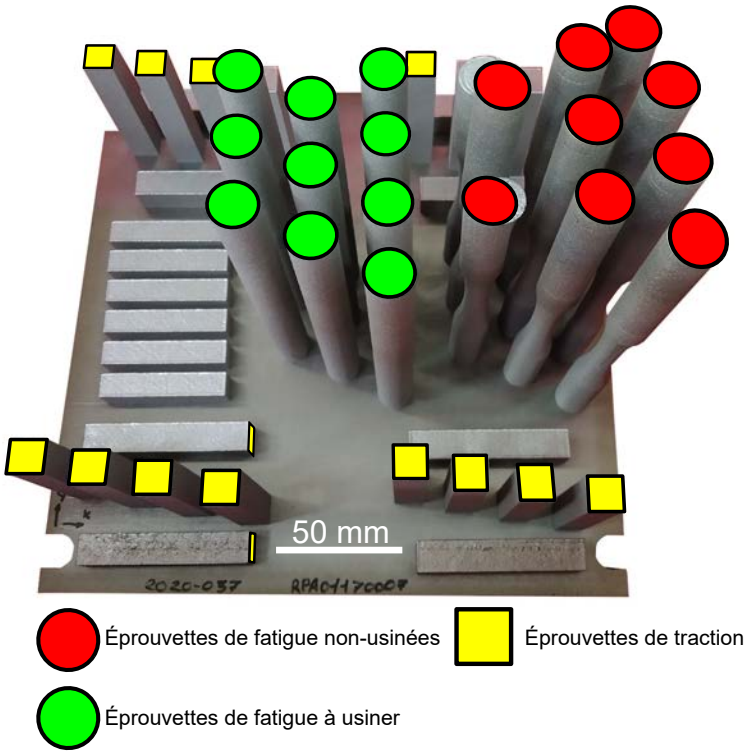


FIGURE 2.33 – Plateau de fabrication présentant des éprouvettes de fatigue et de traction en PM420. Toutes les éprouvettes de fatigue ont été imprimées verticalement. Quant aux éprouvettes de traction, ici destinées à Aubert & Duval, celles-ci ont été imprimées horizontalement et verticalement.

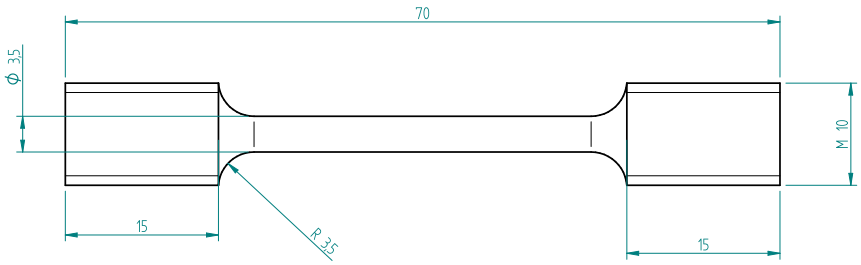


FIGURE 2.34 – Plan des éprouvettes de traction cylindriques (dimensions en mm)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3.1.1 Propriétés en traction du CX

Les éprouvettes de CX ont été testées à l'état brut de fusion et après vieillissement de 12 min, 24 min et 4h à 530°C dans des bains de sel (Figure 2.14.b.). Ces traitements sont identiques à ceux réalisés précédemment (Section 2.2.1). Aucun recuit n'a été fait car il a été vu précédemment que celui-ci n'a pas d'effet bénéfique sur la dureté et la résilience.

Les courbes obtenues sont données sur la Figure 2.35.a., et les propriétés mécaniques qui en découlent sont présentées dans le Tableau 2.8. Les allongements à la rupture de la Figure 2.35.a. sont incorrects car les échantillons ont rompu en dehors des repères. Ceux-ci ont été évalués au pied à coulisse après les essais et sont donnés dans le Tableau 2.8.

Les propriétés en traction, reportées dans le Tableau 2.8, sont du même ordre de grandeur que celles mesurées par Yan et al. [69] et par Zhang et al. [152] après vieillissement du CX issu de l'impression LPBF (Tableau 2.2). Néanmoins, comme précédemment, on constate que les duretés mesurées dans notre cas sont plus faibles, probablement en raison de la fraction d'austénite plus importante dans nos échantillons (voir Section 2.2.1.1). L'augmentation du temps de vieillissement provoque une légère hausse de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique à la traction, au détriment de l'allongement à rupture. Cela est probablement lié à une formation plus importante de précipités NiAl. Des quantifications de l'état de précipitation au MET permettraient de confirmer cette hypothèse mais n'ont pu être réalisées par faute de temps.

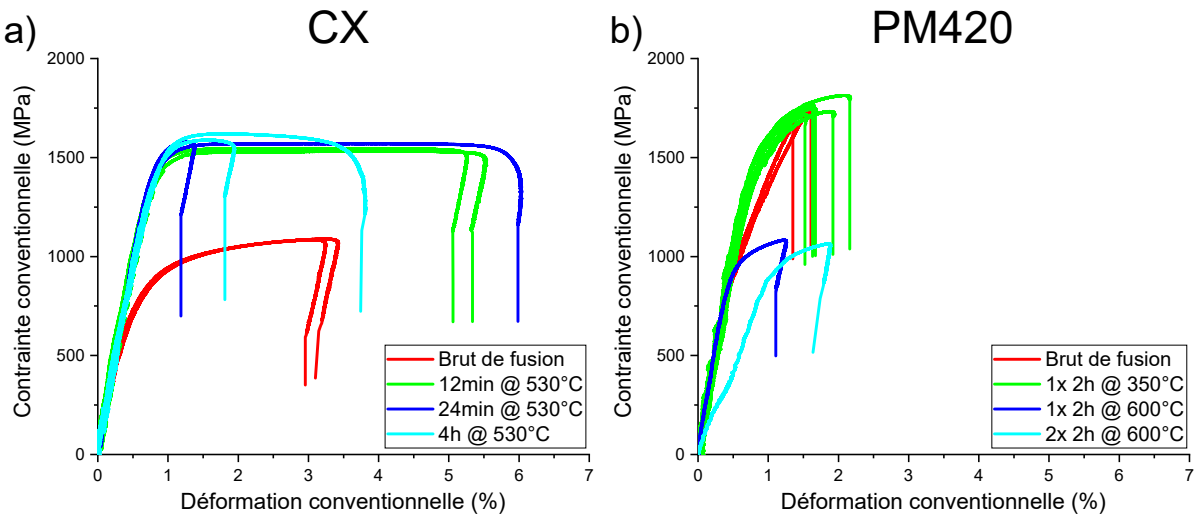


FIGURE 2.35 – Courbes de traction des aciers CX et PM420 obtenues à l'INSA. Les ruptures se sont produites en dehors des longueurs utiles, au niveau des rayons de raccordement entre les têtes filetées et la longueur utile. Les allongements à rupture ont donc été mesurés après essais au pied à coulisse et sont disponibles dans le Tableau 2.8.

Le CX brut de fusion présente une capacité à s'écrouir (R_m - σ_e) de 234,9 MPa. Celle-ci baisse après vieillissement à approximativement 37 MPa.

Étant donné que les différents traitements thermiques de vieillissement donnent des propriétés mécaniques similaires, et que le meilleur compromis entre dureté et résilience a été obtenu pour un vieillissement de 12 min à 530°C (voir Figure 2.16), ce dernier a été appliqué aux éprouvettes de fatigue.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.8 – Propriétés mécaniques du CX déterminées à partir des essais de traction : La limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ a été obtenue grâce aux données provenant de l'extensomètre optique et l'allongement à rupture A% a été mesuré au pied à coulisse après essais.

Orientation	Vieillissement	E [GPa]	$\sigma_{0,2\%}$ [MPa]	R_m [MPa]	Capacité à s'écrouire (R_m-$\sigma_{0,2\%}$) [MPa]	A%	Coefficient de striction Z%	Dureté [HRC]
Z	Brut de fusion	182 ± 4	851 ± 17	1085,9 ± 3,1	234,9	12,8	48,1 ± 0,9	30,6 ± 1,7
Z	530°C 12 min	193 ± 30	1504 ± 16	1537,4 ± 8,6	33,4	10,5	24,7 ± 1,5	44,7 ± 0,6
Z	530°C 24 min	199 ± 10	1533 ± 8	1575,0 ± 6,6	42	10,4	24,6 ± 0,6	44,8 ± 2,3
Z	530°C 4h	186 ± 8	1569 ± 38	1604,0 ± 22,6	35	6,1	23,7 ± 2,4	44,3 ± 3,9

2.3.1.2 Propriétés en traction du PM420

Les éprouvettes de PM420 ont été testées en traction à l'état brut de fabrication et après différents revenus. Aucune austénitisation suivie d'une trempe n'a été effectuée afin d'éviter leur fissuration (Figure 2.27). Les échantillons traités à l'INSA ont été revenus dans un bain de sel puis trempés dans l'eau, alors que les échantillons traités chez Aubert & Duval l'ont été dans un four à moufle puis refroidis à l'air. Les essais de traction sur le PM420 ont été effectués à l'état brut de fusion, après simple revenu (2h à 350, 500, 540 et 600°C), et après double revenu (2x 2h à 500°C, 1x 2h à 540°C + 1x 2h à 500°C et 2x 2h à 600°C). La Figure 2.36 illustre les différents traitements thermiques effectués. Des doubles revenus ont été réalisés pour déterminer si ceux-ci permettent un détentionnement de la martensite "fraiche" se formant potentiellement lors du premier revenu.

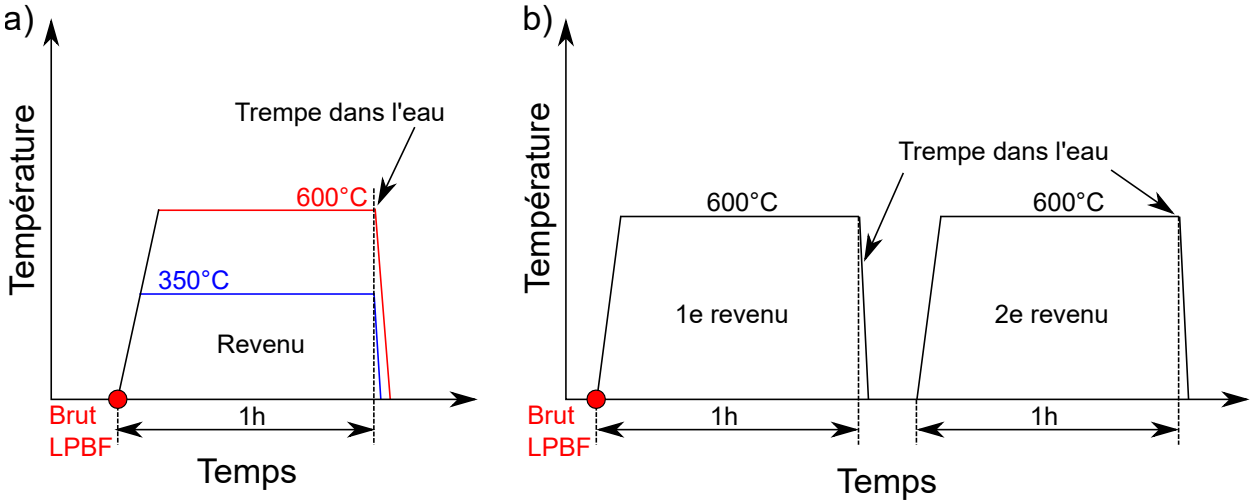
La température de revenu à 350°C correspond à un détentionnement de l'acier et est éloignée de la température du pic de durcissement secondaire (Figure 2.23). Les températures de 500°C et 540°C correspondent aux températures entourant le pic de durcissement secondaire, pour lesquelles la dureté du PM420 est toujours supérieure à 50 HRC. Et la température de 600°C correspond à une température pour laquelle la dureté de l'acier chute par coalescence des précipités. Le temps de maintien de 2h nous a été recommandé par Aubert & Duval, producteur et fournisseur des poudres de PM420. L'influence du temps de maintien n'a pas été étudiée ici.

Les résultats obtenus lors des essais de traction - dont les courbes sont disponibles sur les Figures 2.35.b. et 2.37 - sont présentés dans le Tableau 2.9. Il apparait que les éprouvettes imprimées horizontalement (XY) sont moins performantes que celles imprimées verticalement (Z). En effet, leurs limites d'élasticité ($\sigma_{0,2\%}$), leurs résistances mécaniques à la traction (R_m) et leurs allongements à rupture (A%) sont inférieurs, à l'exception des éprouvettes traitées à 600°C pendant 2h. Ce résultat est contradictoire avec tout ce qui a pu être trouvé dans la littérature [160][161][162][163] pour des aciers 17-4PH, 15-5PH, H13 et 316L respectivement.

Džugan et al. [162] ont testé en traction des éprouvettes de H13 imprimées horizontalement et verticalement, et ont constaté que les allongements à rupture et les résistances maximales à la traction des éprouvettes imprimées horizontalement sont plus importants car ces dernières ont de plus faibles concentrations en défauts internes. Wood et al. [163] ont quant à eux étudié les propriétés en traction d'éprouvettes en 316L imprimées verticalement et horizontalement, et ont constaté que les éprouvettes imprimées verticalement présentent les propriétés en traction les plus faibles (limite d'élasticité, résistance maximale à la traction et l'allongement à rupture) car les manques de fusion qu'elles contiennent sont orientés perpendiculairement au sens de sollicitation, maximisant les concentrations de contraintes autour (voir Figure 1.27). Dans les

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Traitements thermiques effectués à l'INSA :



Traitements thermiques effectués par Aubert & Duval :

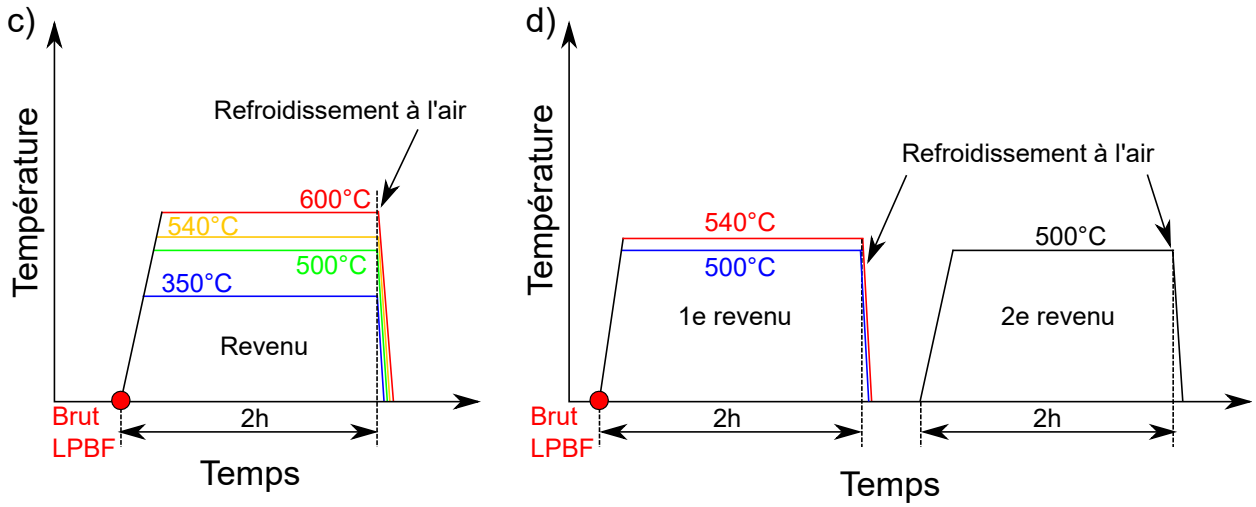


FIGURE 2.36 – Traitements thermiques des éprouvettes de traction en PM420 : a) et c) revenu des échantillons bruts de fusion et b) et d) double revenu des échantillons bruts de fusion.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

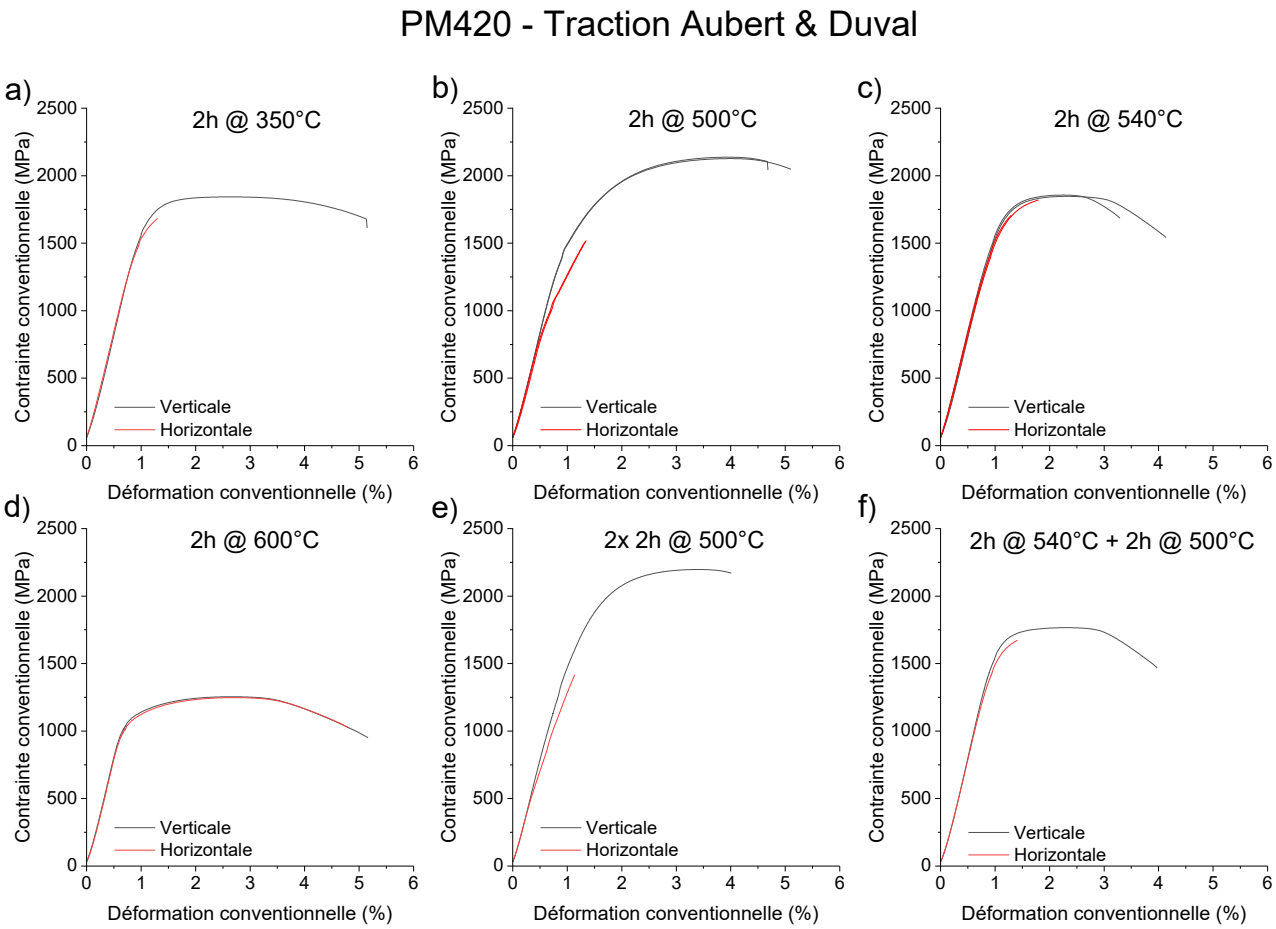


FIGURE 2.37 – Courbes de traction obtenues à partir des résultats envoyés par Aubert & Duval

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

autres articles cités précédemment ([160][161]), aucune explication n'est donnée pour justifier cette tendance.

Dans notre cas, comme ce sont les éprouvettes imprimées verticalement qui présentent les propriétés mécaniques en traction les plus importantes, l'orientation des manques de fusion ne peut donc pas être responsable de la baisse des propriétés en traction.

Aubert & Duval a observé des microfissures orientées parallèlement au sens de fabrication et se formant dans des sites interdendritiques (Figure 2.38). Compte tenu de leurs caractéristiques, ces microfissures sont vraisemblablement des fissures à chaud (voir Section 1.1.3.2). Lors de la traction des échantillons imprimés horizontalement, ces fissures se retrouvent donc orientées perpendiculairement à la sollicitation, maximisant les concentrations de contraintes autour d'elles (Figure 1.27). Ces fissures à chaud pourraient donc être responsables des propriétés en traction plus faibles des éprouvettes imprimées horizontalement. Ce résultat suggère que, pour le PM420, les fissures à chaud ont un effet plus délétère sur le comportement en traction que les manques de fusion.

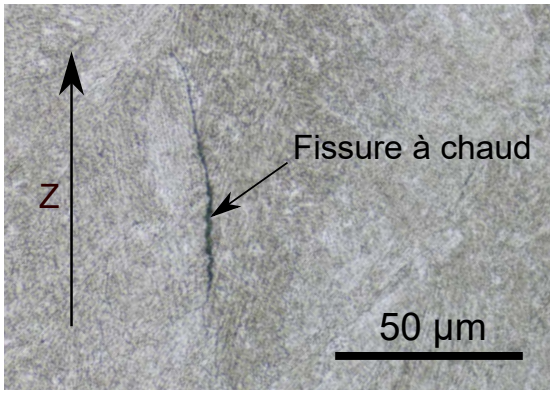


FIGURE 2.38 – Observation au microscope optique d'une fissure à chaud dans une éprouvette de traction de PM420 (Image fournie par Aubert & Duval)

Les résultats des différents essais sont résumés dans le Tableau 2.9 ; ils montrent que les revenus entrainent une baisse de la dureté, à l'exception du simple revenu à 500°C, probablement en raison de sa proximité avec le pic de durcissement secondaire. Les revenus (simples et doubles) à 600°C entrainent une forte baisse de la dureté, de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique à la traction, mais donnent les meilleurs allongements à la rupture.

Le PM420 brut de fusion dispose d'une capacité à s'écrouir deux fois supérieure à celle du CX (444 MPa au lieu de 234 MPa). Après revenu, toutes les éprouvettes imprimées verticalement (celles n'ayant pas rompu prématurément) conservent une importante capacité à s'écrouir (Tableau 2.9). Cela pourrait être lié à l'importante fraction d'austénite résiduelle contenue dans le PM420 (Figure 2.25) qui se transformerait en martensite par effet TRIP. Ce phénomène a pu être observé par Saeidi et al. [54] après essais de traction du AISI 420 issu de l'impression LPBF (Figure 2.11). Pour vérifier cette hypothèse, une analyse DRX d'un échantillon après essais de traction a été réalisée mais l'important bruit de fond résultant de la déformation plastique a empêché une mesure quantitative.

Le revenu à 540°C pendant 2h a été choisi pour le traitement thermique des éprouvettes de fatigue car celui-ci donne des propriétés mécaniques proches de celles obtenues après vieillissement du maraging CX.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.9 – Propriétés mécaniques du PM420 déterminées à partir des essais de traction et mesures des duretés. A&D signifie que les résultats nous ont été transmis par Aubert & Duval, Z que les éprouvettes ont été imprimées verticalement et XY qu'elles l'ont été horizontalement.

Orientation	Revenu	E [GPa]	$\sigma_{0,2\%}$ [MPa]	R_m [MPa]	Capacité à s'écrouire (R_m-$\sigma_{0,2\%}$) [MPa]	A%	Coefficient de striction Z%	Dureté [HRC]
Z	Brut de fusion	190 ± 12	1269 ± 90	1712,6 ± 57,3	444	0,7	3,9 ± 1,8	57,0 ± 5,1
Z	350°C 1h	204 ± 44	1444 ± 155	1755,5 ± 37,5	312	4,7 ± 0,8	11,4 ± 1,3	52,0 ± 1,8
Z	350°C 2h (A&D)	201,9	1500	1843	343	13	35	≈ 56
XY	350°C 2h (A&D)	187,7	1445	1683	238	2	7	≈ 56
Z	500°C 2h (A&D)	195,6 ± 1,1	1338,0 ± 7,1	2132,0 ± 7,1	794,0	11,3 ± 1,1	20,5 ± 3,5	≈ 58,5
XY	500°C 2h (A&D)	196,8 ± 6,4	964,0 ± 12,7	1515,5 ± 6,4	551,5	0,8 ± 1,1	2,5 ± 3,5	≈ 59
Z	500°C 2h + 500°C 2h (A&D)	202,3	1166	2197	1031	7,5	15	
XY	500°C 2h + 500°C 2h (A&D)	192,9	775	1418	643	0	0	
Z	540°C 2h (A&D)	208,9 ± 22,4	1407,5 ± 47,4	1852,0 ± 7,1	444,5	9,0 ± 1,4	30,0 ± 5,7	≈ 53,5
XY	540°C 2h (A&D)	196,1 ± 7,4	1339,5 ± 16,3	1764,0 ± 79,2	424,5	2,3 ± 1,1	5,5 ± 0,7	
Z	540°C 2h + 500°C 2h (A&D)	211,4	1501	1766	265	10	35	≈ 52
XY	540°C 2h + 500°C 2h (A&D)	204,7	1387	1673	286	1,5	5	≈ 52
Z	600°C 1h	215	1019	1083,0	64	6,8	27,8	37,7 ± 0,6
Z	600°C 2h (A&D)	207	1025	1255	230	14,5	49	
XY	600°C 2h (A&D)	198,8	1001	1248	247	13	40	≈ 39
Z	600°C 1h + 600°C 1h	97	994	1063,7	69,7	6,9	27,2	33,7 ± 0,4

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.10 – Traitements thermiques sélectionnés pour les essais de fatigue et propriétés mécaniques correspondantes

Acier	Orientation	Traitement thermique	E [GPa]	$\sigma_{0,2\%}$ [MPa]	R_m [MPa]	Capacité à s'écrouire (R_m-$\sigma_{0,2\%}$) [MPa]	A%	Coefficient de striction Z%	Dureté [HRC]
CX	Z	Brut de fusion	182 ± 4	851 ± 17	1086 ± 3	235	12,8	48,1 ± 0,9	30,6 ± 1,7
	Z	Vieillissement 530°C 12 min	193 ± 30	1504 ± 16	1537 ± 9	33	10,5	24,7 ± 1,5	44,7 ± 0,6
PM420	Z	Brut de fusion	190 ± 12	1269 ± 90	1713 ± 57	444	0,7	3,9 ± 1,8	57,0 ± 5,1
	Z	Revenu 540°C 2h	209 ± 22	1408 ± 47,	1852 ± 7	444	9,0 ± 1,4	30,0 ± 5,7	≈ 53,5

2.3.1.3 Conclusion et choix des traitements thermiques pour les essais de fatigue

L'augmentation du temps de vieillissement du CX engendre une légère augmentation de sa limite d'élasticité et de sa résistance mécanique à la traction, au détriment de l'allongement à rupture. Le choix a été fait de vieillir les éprouvettes de fatigue pendant 12 min car il apporte le meilleur allongement à rupture et parce qu'il est le plus rapide à réaliser.

Quant aux propriétés mécaniques du PM420 en traction, les revenus entrainent une hausse de l'allongement à rupture et une baisse de la dureté, à l'exception du simple revenu à 500°C dont la température est probablement trop proche de celle du pic de durcissement secondaire. Les éprouvettes de fatigue seront revenues à 540°C pendant 2h car ce traitement donne la dureté la plus proche des 50 HRC recherchés et des propriétés en traction du même ordre de grandeur que celles du CX après vieillissement, à l'exception de sa résistance mécanique à la traction qui est supérieure.

Le Tableau 2.10 résume les différents traitements sélectionnés pour les éprouvettes de fatigue ainsi que les traitements thermiques correspondants.

2.3.2 Comportement en fatigue des aciers CX et PM420

Dans les sections précédentes, les aciers CX et PM420 ont été identifiés comme étant de potentielles alternatives à l'acier 18Ni300 pour l'impression par LPBF d'empreintes de moule. Leurs propriétés en traction ont été évaluées avant et après traitement thermique. Les moules étant soumis à de nombreux cycles de compression et de traction, la caractérisation des propriétés mécaniques sous sollicitation monotone n'est pas suffisante pour définir si un acier est apte à être utilisé pour la fabrication de tels moules. Dans cette section sera donc étudié le comportement en fatigue des aciers CX et PM420.

2.3.2.1 État de l'art : Fatigue des pièces issues de l'impression LPBF

De très nombreuses données sont disponibles dans la littérature au sujet de la fatigue de pièces issues de l'impression LPBF. Après un court rappel sur le phénomène de fatigue, cet état de l'art se focalisera sur l'impact des défauts internes, de l'intégrité de surface (rugosité et contraintes résiduelles), des traitements thermiques et du type d'essai réalisé sur la résistance à la fatigue de pièces issues de l'impression LPBF. Le lecteur trouvera plus d'informations dans les revues de la littérature proposées par Afkhami et al. [24], Zerbst et al. [92], Yadollahi et al. [160], Spierings et al. [164], ainsi que par Sanaei et al. [165].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3.2.1.1 Définition de la fatigue

Philippe Lours [166] définit la fatigue comme étant "un terme générique qui traduit l'endommagement des matériaux, provoquant *in fine* leur rupture, lorsque ceux-ci sont soumis à des contraintes inférieures à celles qui provoqueraient la rupture quasi statique, mais qui sont variables dans le temps (entre σ_{min} et σ_{max})".

La tenue en fatigue d'un matériau peut être caractérisée par une courbe S-N (Stress vs Number of cycles), également connue sous le nom de courbe de Wölher, illustrée Figure 2.39. Trois domaines peuvent se distinguer sur cette courbe [166] :

- La fatigue oligocyclique : quand σ_{max} est proche ou supérieure à la limite élastique. La rupture se produit pour un nombre de cycles faible (souvent inférieur à 10^4) ;
- La fatigue longue durée : quand σ_{max} est inférieure à la limite d'élasticité. Deux cas existent :
  - Le domaine d'endurance limitée : La rupture se fait sans déformation plastique généralisée et pour un nombre de cycles élevé (entre 10^4 et 10^7) ;
  - Le domaine d'endurance "illimitée" : quand l'éprouvette ne casse pas au-dessus de 10^7 cycles.

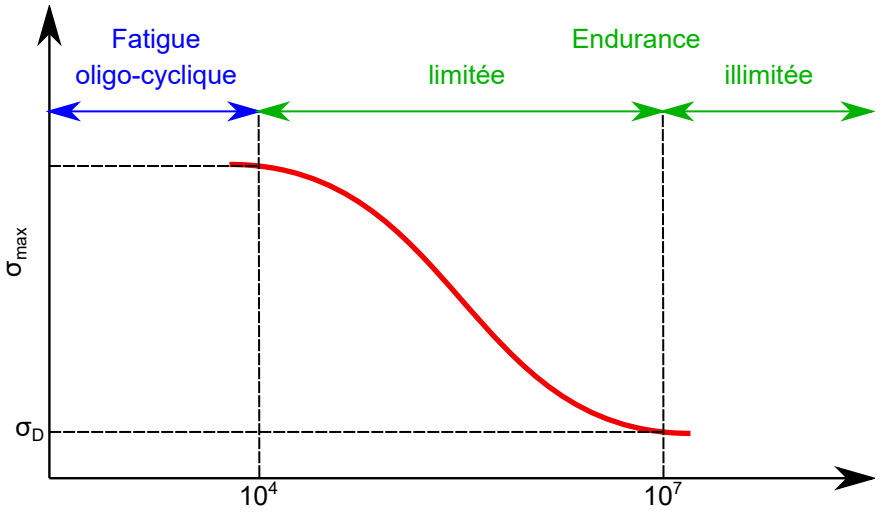


FIGURE 2.39 – Aspect général d'une courbe de Wölher (S-N) d'après Lours [166]

L'obtention des courbes de Wölher se fait par l'application de cycles de contraintes caractérisés par le rapport de charge $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$. Il est défini en fonction du type de sollicitation que l'on souhaite appliquer. Si le rapport est égal à -1, alors les contraintes de même intensité alterneront entre traction et compression. À partir des valeurs de σ_{min} et de σ_{max}, l'amplitude de contrainte $\sigma_a = \frac{\sigma_{max}-\sigma_{min}}{2}$ et la contrainte moyenne $\sigma_m = \frac{\sigma_{max}+\sigma_{min}}{2}$ peuvent être calculées.

Plusieurs facteurs influencent la tenue en fatigue [98][166] :

- L'environnement d'essai (température et taux d'humidité) ;
- La sollicitation exercée lors de l'essai (forme du chargement, valeur du rapport de charge R, valeurs de σ_{max} et σ_{min}) ;
- Les caractéristiques de l'échantillon (composition chimique, propriétés mécaniques, inten-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

sité des contraintes résiduelles, état de surface, présence de défauts comme les pores ou les particules de seconde phase).

La rupture en fatigue se décompose en 3 étapes :

1. L'amorçage : Dans les matériaux métalliques polycristallins, l'amorçage peut se produire en surface (au niveau d'une porosité ouverte, rugosité, retassure, etc.) ou à l'intérieur du matériau (joint de grain, inclusion, porosité fermée, etc.) [167]. L'amorçage de la fissure s'étend à quelques grains cristallographiques ;
2. La propagation : propagation lente et stable de la fissure ;
3. La rupture : propagation instable de la fissure lors du dernier cycle.

2.3.2.1.2 Fatigue de pièces issues de l'impression par fusion laser sur lit de poudres

Contrairement aux ruptures se produisant sous chargement statique, les ruptures en fatigue résultent de mécanismes de déformation locaux se produisant au niveau de défauts. Or il a été montré dans le chapitre précédent que les pièces issues de l'impression LPBF contiennent de nombreux défauts (pores, fissures à chaud, rugosité de surface, etc.) pouvant générer des concentrations de contraintes et donc l'amorçage de fissures. Ainsi, les pièces imprimées par LPBF présentent généralement à l'état brut de fusion des résistances à la fatigue inférieures à celles issues de procédés conventionnels [108].

2.3.2.1.2.1 Influence des défauts internes

Murakami [168] a montré que le Facteur d'Intensité des Contraintes (FIC) maximal le long du front de petites fissures peut être déterminé, avec une précision de 10%, grâce à la racine carrée de leurs surfaces projetées ($\sqrt{aire}$) perpendiculairement à l'axe de sollicitation. L'utilisation du terme $\sqrt{aire}$ n'est pas réservée aux fissures, mais peut être généralisée à tout défaut [92].

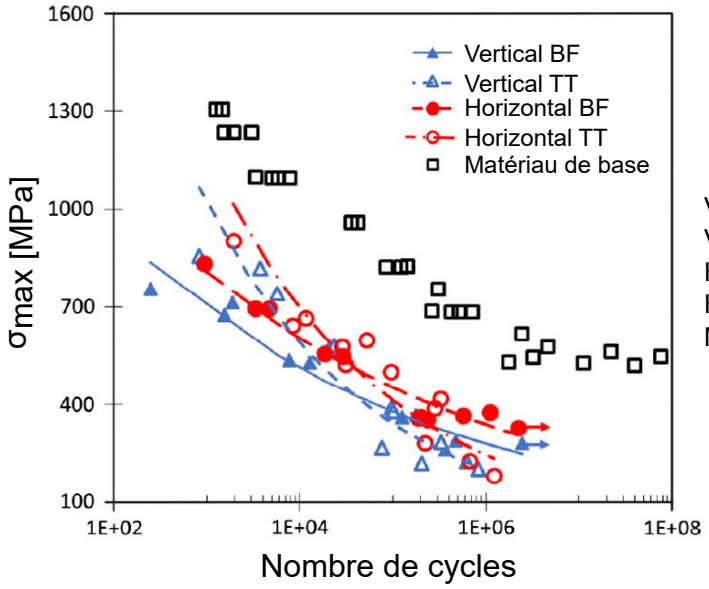
Les défauts internes les plus délétères pour la tenue en fatigue sont les manques de fusion orientés perpendiculairement par rapport à l'axe de sollicitation. En effet, c'est dans cette configuration que le FIC est maximal (c'est-à-dire que le paramètre $\sqrt{aire}$ est maximal).

Cette influence de l'orientation des manques de fusion sur la durée de vie en fatigue a été vérifiée expérimentalement notamment par Yadollahi et al. [65] et Sarkar et al. [161] avec des aciers maraging 17-4PH et 15-5PH. En effet, les éprouvettes imprimées horizontalement présentent une tenue en fatigue plus importante que celles imprimées verticalement, qu'elles soient brutes de fusion ou traitées thermiquement (Figures 2.40 et 2.41). Les éprouvettes imprimées horizontalement présentent des manques de fusion orientés parallèlement au sens de sollicitation, réduisant les concentrations de contraintes au niveau du défaut [24][65][161]. Le même phénomène a été observé par Pellizzari et al. [169] avec de l'acier martensitique H13 imprimé par LPBF (Figure 2.42).

2.3.2.1.2.2 Influence de l'intégrité de surface

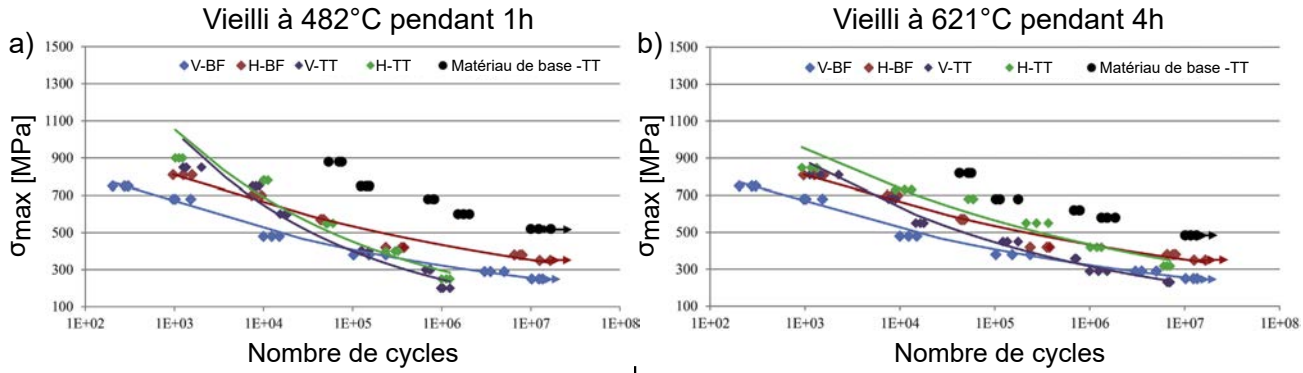
La rugosité a un rôle prépondérant sur la résistance à la fatigue des pièces métalliques [170], or les pièces issues de la fabrication additive LPBF présentent souvent une importante rugosité. Un certain nombre d'études a comparé la résistance à la fatigue de pièces brutes de fusion et usinées. La majeure partie de ces études montrent une amélioration de la tenue en fatigue avec la réduction de la rugosité [28][164][171].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés



	σ_e (MPa)	A%
Vertical BF	580	5,8
Vertical TT	1020	2,8
Horizontal BF	650	14,5
Horizontal TT	1250	11
Matériau de base	1344	5,1

FIGURE 2.40 – Durée de vie en fatigue de l'acier 17-4PH en fonction du sens d'impression et du traitement thermique [65] (BF = Brut de Fusion ; TT = Traité Thermiquement)



	σ_e (MPa)	A%
V-BF	≈ 1000	≈ 8
H-BF	≈ 1000	≈ 9
V-TT (482°C 1h)	≈ 1250	≈ 3
H-TT (482°C 1h)	≈ 1250	≈ 4,5
Matériau de base (482°C 1h)	≈ 1250	≈ 5

	σ_e (MPa)	A%
V-BF	≈ 1000	≈ 8
H-BF	≈ 1000	≈ 9
V-TT (621°C 4h)	≈ 1000	≈ 7
H-TT (621°C 4h)	≈ 1000	≈ 8
Matériau de base (621°C 4h)	≈ 1000	≈ 8

FIGURE 2.41 – Durée de vie en fatigue de l'acier 15-5PH en fonction du sens d'impression et du traitement thermique [161] : a) Comparaison entre l'acier brut de fusion et l'acier vieilli à 482°C ; b) Comparaison entre l'acier brut de fusion et l'acier survieilli à 621°C (BF = Brut de Fusion ; TT = Traité Thermiquement ; V = Vertical ; H = Horizontal)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

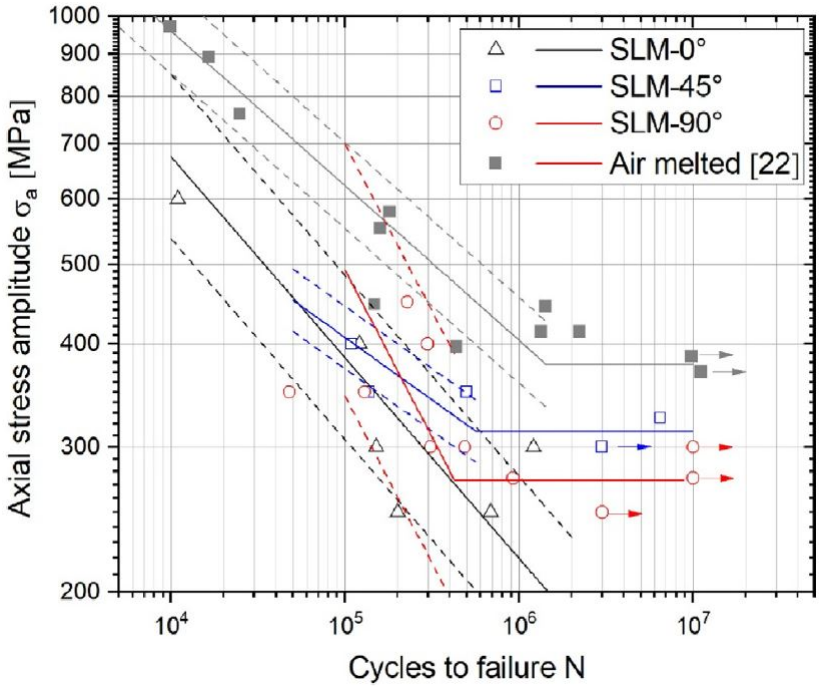


FIGURE 2.42 – Courbe S-N du H13 en fonction du sens d'impression [169] : 0° = imprimée verticalement et 90°C = imprimée horizontalement.

Par exemple, Shrestha et al. [171] ont étudié l'impact de l'état de surface sur la tenue en fatigue de l'acier 316L issu de l'impression LPBF. Les résultats montrent que la réduction de la rugosité, après usinage et polissage, conduit à une augmentation de la tenue en fatigue du matériau (Figure 2.43). Spiering et al. [164] ont étudié l'impact du facteur R_a sur la tenue en fatigue du 316L imprimé par LPBF. Ils montrent que les échantillons usinés ($R_a \approx 0,4$ μm) et polis ($R_a \approx 0,1$ μm) présentent une meilleure résistance à la fatigue que les échantillons bruts de fusion ($R_a \approx 10$ μm). Néanmoins, peu de différences ont été remarquées en fatigue oligocyclique (Figure 2.44).

Elangeswaran et al. [28] ont étudié l'influence de l'état de surface sur la tenue en fatigue du maraging 18Ni300. Les courbes de Wöhler obtenues sont présentées sur la Figure 2.45. Les résultats montrent que la résistance à la fatigue est significativement améliorée après un traitement de surface (polissage vibratoire ou sablage). En effet, les échantillons dont les surfaces sont laissées brutes de fusion sont les moins performants, qu'ils aient été traités thermiquement ou non. Selon les auteurs, cette amélioration de la résistance à la fatigue après traitement de surface serait liée à la suppression d'entailles pouvant générer l'amorçage de fissures en surface. Cependant, l'amélioration de la résistance à la fatigue ne résulte pas seulement de la baisse de la rugosité. En effet, les auteurs ont constaté que les échantillons vieillis et sablés présentent une meilleure résistance en fatigue que les échantillons vieillis et polis, alors que ces derniers ont une rugosité plus faible (R_a de 0,28 ± 0,02 μm au lieu de 2,73 ± 0,73 μm). D'après les auteurs, cela serait dû à un effet plus bénéfique des contraintes résiduelles de compression sur la résistance à la fatigue par rapport à la diminution de la rugosité. Les éprouvettes vieillies et sablées présentent effectivement des contraintes résiduelles de compression d'intensité supérieure à celle des échantillons vieillis et polis (-696 ± 52 et -481 ± 46 MPa respectivement). Quant

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

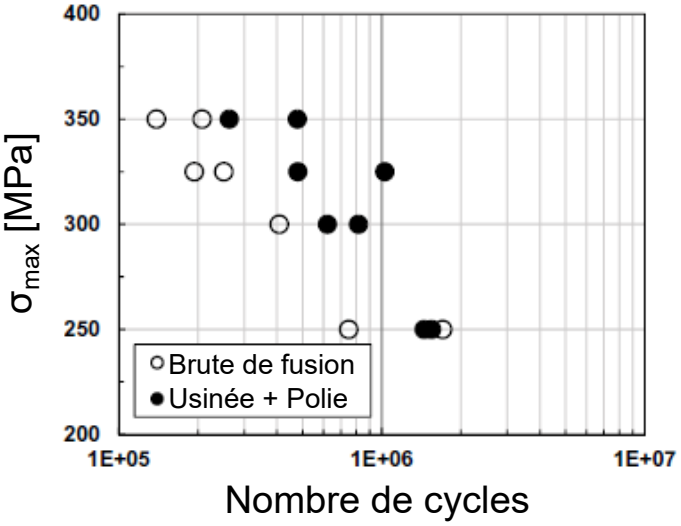


FIGURE 2.43 – Durée de vie en fatigue en flexion rotative de l'acier 316L en fonction de l'état de surface [171]. Les paramètres R_a et R_z des surfaces brutes de fusion sont respectivement égaux à 10 μm et 44 μm, et ceux des surfaces usinées et polies ne sont pas disponibles.

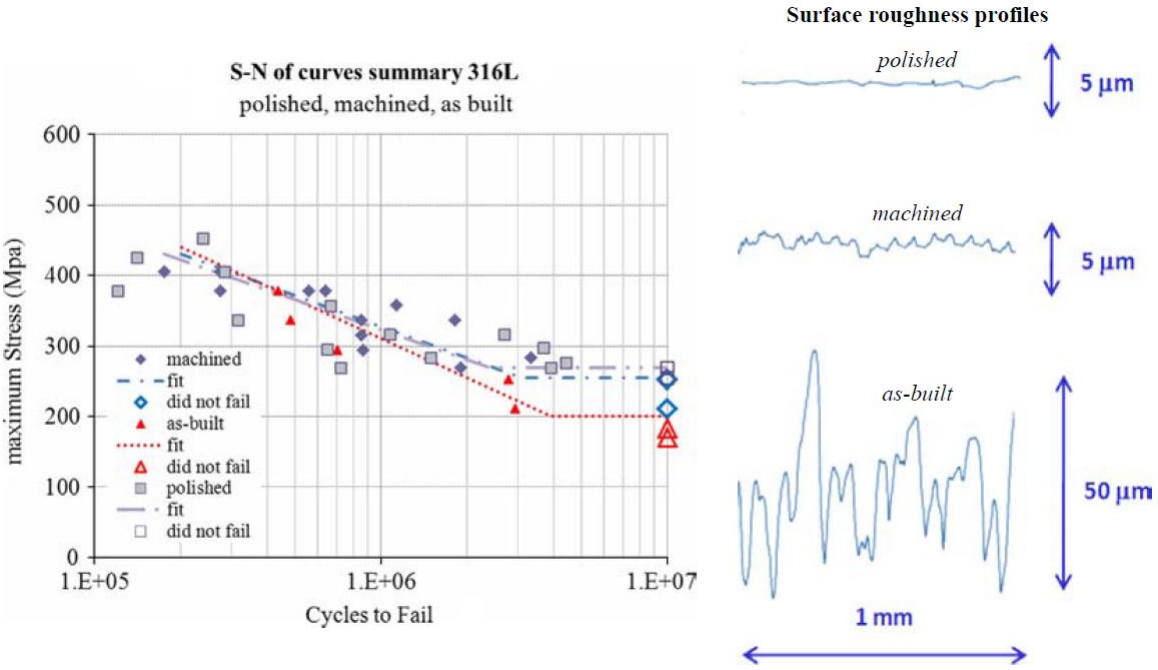
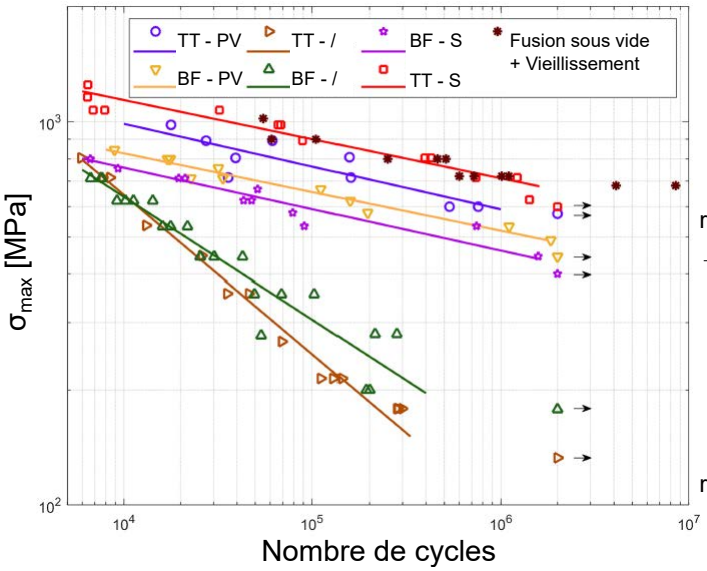


FIGURE 2.44 – Courbe S-N obtenu par flexion rotative du 316L en fonction de la rugosité de surface [164]. R_a est égal à 10,0 μm, 0,4 μm et 0,1 μm à l'état brut de fusion, après usinage et après polissage respectivement.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

aux éprouvettes qui n'ont pas été vieillies, l'inverse se produit, puisque celles polies présentent une meilleure résistance à la fatigue que celles sablées, alors que ces dernières présentent des contraintes résiduelles de compression supérieures (-555 ± 76 MPa au lieu de -383 ± 27 MPa). Selon les auteurs, les éprouvettes qui n'ont pas été vieillies présentent des contraintes résiduelles de compression après traitement de surface plus faible que les éprouvettes vieillies. Leur effet sur la résistance à la fatigue ne serait donc pas aussi bénéfique que celui engendré par la baisse de la rugosité (R_a est de 0,25 ± 0,02 μm pour les éprouvettes vieillies et de 2,84 ± 0,10 μm pour les éprouvettes sablées).



Etat	BF-/	BF-PV	BF-S
R_a (µm)	7,95 ± 0,90	0,25 ± 0,02	2,84 ± 0,10
Intensité des contraintes résiduelles (MPa)	+106 ± 30	-383 ± 27	-555 ± 76

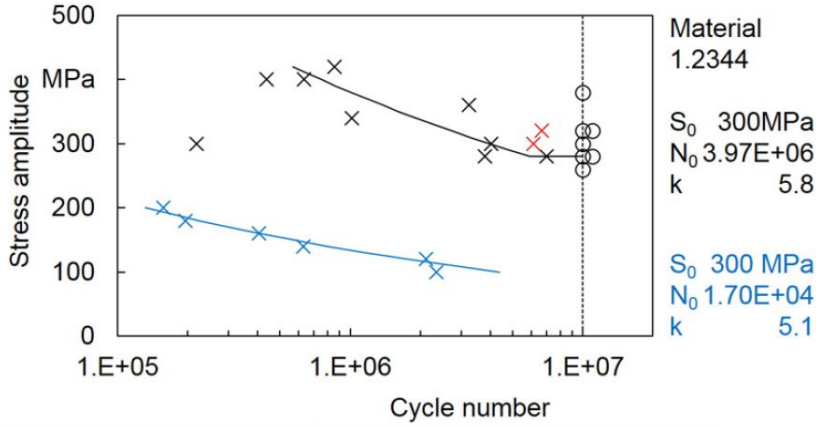
Etat	TT-/	TT-PV	TT-S
R_a (µm)	8,21 ± 0,60	0,28 ± 0,02	2,73 ± 0,73
Intensité des contraintes résiduelles (MPa)	+63 ± 24	-481 ± 46	-696 ± 52

FIGURE 2.45 – Durée de vie en fatigue de l'acier 18Ni300 en fonction de l'état de surface et du traitement thermique [28] (BF = Brut de Fusion ; TT = Traité Thermiquement (vieilli) ; PV = Polissage Vibratoire ; S = Sablage ; / = Aucun traitement de surface)

L'influence de la rugosité de surface sur la tenue en fatigue des aciers Fe-C est beaucoup moins documentée que celle des aciers maraging. Néanmoins, Dörfert et al. [172] l'a étudié pour l'acier martensitique Fe-C H13 issu de l'impression LPBF. Les échantillons n'étaient pas traités thermiquement. De même que pour les études citées précédemment, la résistance à la fatigue du H13 s'améliore avec l'usinage, comme le montre la Figure 2.46. Les auteurs ont remarqué que les défauts responsables de la rupture des éprouvettes se situent en dessous de la surface pour les échantillons usinés, et en surface pour les échantillons non usinés. Selon les auteurs, la rupture en surface des échantillons non usinés serait provoquée par la présence en surface de contraintes résiduelles de traction apparaissant lors de l'impression, ainsi que par la présence de défauts de surface générant des concentrations de contraintes. Quant à la rupture sous la surface des échantillons usinés, celle-ci serait liée à des contraintes résiduelles de compression en surface, résultantes de l'usinage, qui s'opposeraient à l'amorçage de fissures en surface [172].

Bien que la plupart des études aient montré une amélioration de la résistance à la fatigue avec celle de l'état de surface, certaines n'en constatent pas [108][173]. C'est le cas d'Aboulkhair et al. [173] qui ont étudié la résistance à la fatigue du AlSi10Mg issu de la fabrication LPBF avant et après usinage. Les résistances en fatigue sont similaires pour des contraintes maximales de fatigue supérieures à 157 MPa, mais en dessous, les pièces usinées présentent une

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés



Surface	Rel. density	Polar angle	Fractue type	Frac.	Run out	Sa (µm)
Turned	> 99 %	0°	Pore/Cavity	X	O	3 ± 1
Turned	> 99 %	0°	Matrix	X		3 ± 1
PBF	> 99 %	0°	Surface	X		32 ± 7

FIGURE 2.46 – Courbe S-N du H13 avec surface brute de fusion (points bleus) et usinée (points noirs et rouges) [172]. La position des défauts ayant entrainé la rupture est donnée dans le tableau en dessous.

meilleure résistance (Figure 2.47). La durée de vie en fatigue à haut niveau de contrainte étant dominée par la propagation des fissures [170], il est possible que pour ce matériau l'amélioration de l'état de surface (et donc la réduction du nombre de potentielles zones d'amorçage) n'ait pas d'impact sur la tenue en fatigue quand la contrainte est supérieure à 157 MPa [173].

Yadollahi et al. [108] n'ont constaté aucune différence entre les résistances à la fatigue d'éprouvettes en Inconel 718 usinées et non usinées, que ce soit à faible ou à haut niveau de contrainte (Figure 2.48). Leur étude met en évidence que la position des pores au sein de l'échantillon, ainsi que l'épaisseur de matière enlevée lors de l'usinage, influent cependant sur la résistance à la fatigue. En effet, l'usinage a pour conséquence d'amener en surface des pores qui se trouvaient initialement au cœur des échantillons. Toutes les éprouvettes ont rompu au niveau de la surface. En fonction de leur taille et de leur forme, ces pores peuvent générer des concentrations de contraintes plus importantes que la rugosité de surface initiale (avant usinage) [108]. De plus, il a été montré que les fissures s'amorçant en surface se propagent généralement plus rapidement que celles s'initiant au cœur des pièces [108][174].

Il apparait donc qu'en fonction du matériau imprimé, de la position des pores qu'il contient et du niveau de contrainte, l'amélioration de l'état de surface par usinage ne s'accompagne pas toujours d'une augmentation de la résistance à la fatigue.

2.3.2.1.2.3 Influence des traitements thermiques

Yadollahi et al. [65] et de Sarkar et al. [161] ont étudié l'influence de traitements thermiques de vieillissement sur la résistance à la fatigue des aciers maraging 17-4PH et 15-5PH. Leurs résultats sont identiques : en fatigue oligocyclique, les éprouvettes vieillies résistent mieux que celles non vieillies, alors qu'en fatigue longue durée, l'inverse se produit (Figures 2.40 et 2.41). L'hypothèse de Yadollahi et al. [65] et de Sarkar et al. [161] pour justifier ces résultats est que le procédé LPBF induit des défauts suffisamment importants pour générer de fortes concentrations

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

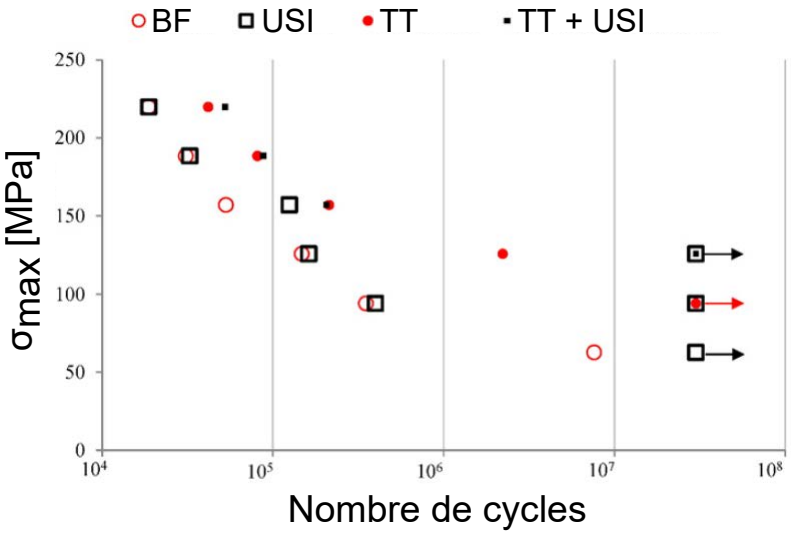


FIGURE 2.47 – Durée de vie en fatigue du AlSi10Mg en fonction de l'état de surface et du traitement thermique [173] (BF = Surface brute de fusion ; USI = Surface usinée ; TT = Surface brute de fusion + traitement thermique ; TT + USI = Surface usinée + traitement thermique)

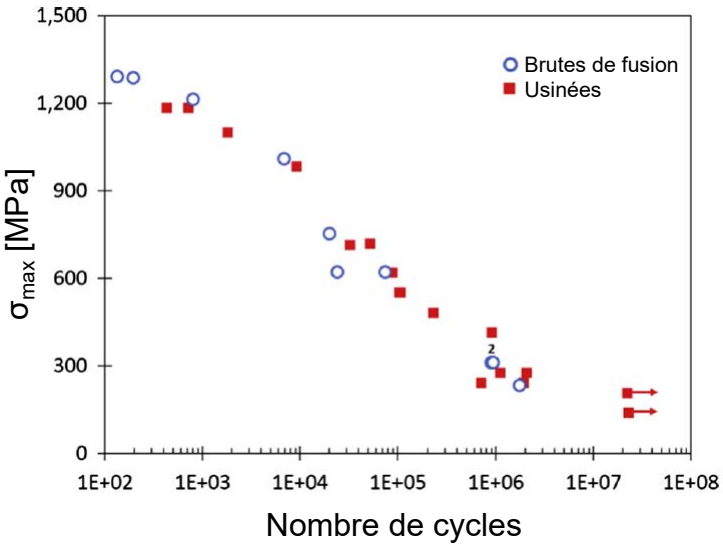


FIGURE 2.48 – Durée de vie en fatigue de l'Inconel 718 en fonction de l'état de surface [108])

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.11 – Paramètres étudiés lors des essais de fatigue

	Influence du traitement thermique	Influence de l'état de surface
Acier martensitique Fe-C inoxydable PM420	✓ Sans traitement thermique / revenu	✓ Surface brute de fusion / Usinée et toilée
Acier maraging inoxydable CX	✓ Sans traitement thermique / vieilli	

de contraintes. Les aciers les plus ductiles, c'est-à-dire les aciers non vieillis, toléreraient mieux les contraintes se formant autour des défauts (par plastification) et s'opposeraient donc à l'amorçage de fissures.

2.3.2.2 Limites d'endurance à un million de cycles des aciers PM420 et CX : Utilisation de la méthode staircase

Dans cette section, les limites d'endurance à un million de cycles des aciers CX et PM420 avant et après traitement thermique ont été évaluées. Des éprouvettes de fatigue en PM420 dont les surfaces ont été laissées brutes d'impression ont été testées afin de caractériser la tenue en fatigue au niveau des canaux de refroidissement "conformal cooling" non usinés. La limite d'endurance de ces éprouvettes a été comparée à celle d'éprouvettes usinées et toilées. Les différents paramètres étudiés lors des essais sont récapitulés dans le Tableau 2.11.

25 éprouvettes de PM420 et 20 éprouvettes de CX ont été imprimées verticalement et avec les mêmes paramètres que les éprouvettes de traction.

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine de flexion rotative Walter+Bai UBM 200 Nm, avec un facteur de charge de R=-1 et une fréquence de rotation de 50 Hz. Le plan des éprouvettes est représenté sur la Figure 2.49.

Le nombre d'éprouvettes de fatigue n'étant pas suffisant pour construire une courbe de Wöhler, la méthode staircase a donc été utilisée pour déterminer les limites d'endurance. Cette méthode itérative consiste à définir le niveau de contrainte appliqué à l'échantillon en fonction du résultat de l'essai précédent [175]. La contrainte de départ des essais staircase a été prise égale à la moitié de la limite d'élasticité. Le pas de contrainte entre chaque essai était égal à 15% de la contrainte initiale.

La méthode staircase est une méthode statistique développée par Dixon et Mood [176] qui permet d'évaluer la limite d'endurance d'un acier pour un nombre de cycles donné, en testant successivement des éprouvettes à des niveaux de contraintes régulièrement espacés [175][177]. Si l'éprouvette rompt lors de l'essai, la suivante est testée à un niveau de contrainte inférieur ; si elle ne rompt pas, la suivante est testée à un niveau de contrainte supérieur, et ainsi de suite jusqu'à l'épuisement du lot. À la fin des essais, le type d'événement le moins fréquent (entre la rupture et la non-rupture) est identifié. Les différents niveaux de contrainte pour lesquels l'événement a eu lieu sont numérotés en attribuant la valeur $i = 0$ au niveau le plus faible. Pour chaque niveau i, le nombre de fois où l'événement s'est produit n_i est déterminé. La limite d'endurance peut ensuite être calculée en utilisant la formule suivante :

$$\sigma_D = S_0 + d(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2}) \tag{2.1}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

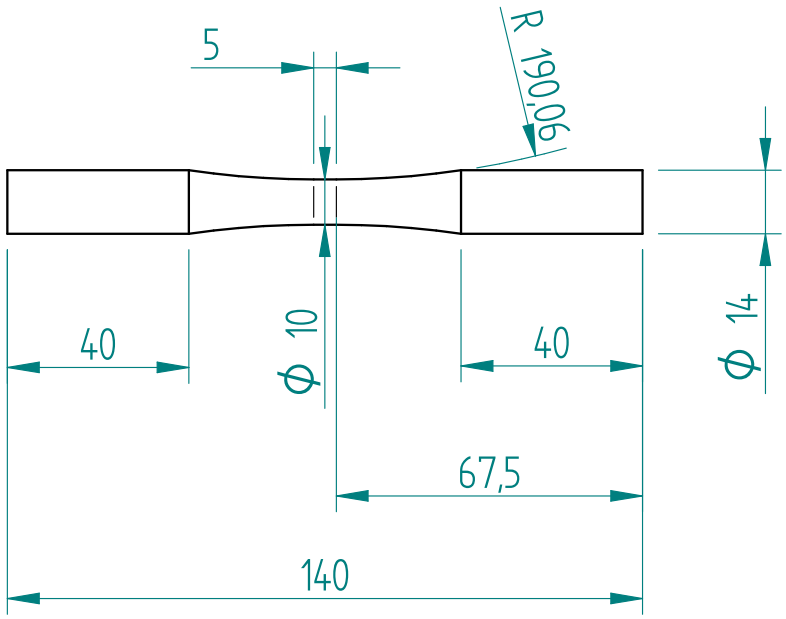


FIGURE 2.49 – Plan des éprouvettes de fatigue (dimensions en mm)

Tableau 2.12 – Répartition des éprouvettes de fatigue

Acier	Traitement thermique	Usinage et toilage	Nombre d'éprouvettes
CX	Non	Oui	10
	Vieilli 12min @ 530°C	Oui	10
PM420	Non	Oui	9
	Revenu 2h @ 540°C	Oui	9
	Non	Non	7

(le signe "+" est utilisé si la non-rupture est l'événement le moins fréquent et le signe "-" le cas contraire) et l'estimation de l'écart-type s peut être calculé avec

$$s = 1,62d(\frac{NB - A^2}{N^2} + 0,029) \tag{2.2}$$

avec S_0 le niveau de contrainte à $i = 0$, d le pas (constant) entre deux niveaux successifs, $N = \Sigma n_i$, $A = \Sigma i.n_i$, et $B = \Sigma i^2.n_i$. L'estimation de l'écart-type n'est valable que si $[(NB - A^2)/N^2] > 0,3$ [175][176].

Les résultats des essais staircase sont donnés dans les Tableaux 2.14 et 2.15. L'écart-type n'a jamais pu être calculé car le quotient $[(NB - A^2)/N^2]$ était toujours < 0,3, ce qui est souvent le cas lors de l'utilisation de la méthode staircase, puisqu'elle est généralement utilisée quand peu d'échantillons sont disponibles.

2.3.2.2.1 Contrôle des états de surface à l'aide d'un capteur confocal

Précédemment, il a été vu que la rugosité de surface peut influencer la tenue en fatigue (Section 2.3.2.1.2). Celle-ci a donc été caractérisée, mais contrairement à ce qui a été fait dans le Chapitre 1, cela n'a pas été fait à partir d'images 3D car la section des éprouvettes de fatigue

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.13 – Rugosités des éprouvettes de fatigue mesurées à l'aide d'un capteur confocal JYFEL NP1

	CX Usinée et toilée	PM420 Usinée et toilée	PM420 Non usinée
R_a (μm)	0,52 ± 0,05	0,77 ± 0,04	13,55 ± 0,49
R_t (μm)	7,55 ± 1,32	6,81 ± 0,70	113,05 ± 27,30
Longueur analysée (mm)	14,7	19,9	16,5

Tableau 2.14 – Résultats des essais staircase du CX (détaillés en E)

Matériau	CX	
Usinage	Oui	Oui
Traitement thermique	Non	Vieillissement 530°C 12min
$\sigma_{0,2}$ [MPa]	851 ± 17	1504 ± 16
σ_D [MPa]	489	667
$\frac{\sigma_D}{\sigma_{0,2}}$ [%]	57	44
Capacité à écrouir (R_m-$\sigma_{0,2}$) [MPa]	234,9	33,4

était trop importante pour être scannée au tomographe. La rugosité a donc été mesurée à l'aide d'un microscope JYFEL Hirox RH-2000 équipé d'un capteur confocal JYFEL NP1 de résolution latérale 1 μm. Le pas utilisé lors des mesures était de 1 μm, et un filtre gaussien de 0,8 mm a été utilisé. Les mesures ont été effectuées parallèlement au sens d'impression, comme dans le Chapitre 1. Le logiciel MountainsMap a été utilisé pour déterminer les paramètres R_a et R_t.

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 2.13. Ils montrent que l'usinage et le toilage apportent une nette amélioration de l'état de surface brut d'impression, le R_a passant de 13,6 μm à $\approx$ 0,6 μm, et le R_t de 113 μm à $\approx$ 7 μm.

2.3.2.2.2 Endurance du maraging inoxydable CX

Les limites d'endurance à 1 million de cycles du CX sont disponibles dans le Tableau 2.14. Les résultats détaillés des essais staircase, c'est-à-dire le nombre de cycles atteint par chaque éprouvette et les différents niveaux de contrainte appliqués, sont donnés en Annexe E. Après vieillissement, la limite d'endurance augmente de 36%, et passe de 489 MPa à 667 MPa, probablement en raison de l'augmentation de la limite d'élasticité et de la dureté après traitement thermique [178] (Tableau 2.8). Le ratio entre limite d'endurance et limite d'élasticité a été calculé. Il est égal à 57% pour les éprouvettes brutes de fusion et à 44% pour les éprouvettes vieillies.

La limite d'endurance après vieillissement est similaire à celles d'autres aciers maraging inoxydables vieillis et issus de procédés conventionnels. En effet, Leybold et al. [179] ont déterminé une limite d'endurance du 17-7PH après vieillissement à 565°C (condition TH1050) à $\approx$ 700 MPa par traction/compression, avec un rapport de charge R=-1 (voir courbe noire sur la Figure 2.40). Sarkar et al. [161] ont quant à eux déterminé des limites d'endurances du 15-5PH à $\approx$ 600 et $\approx$ 650 MPa par flexion rotative après vieillissement à 482°C pendant 1h ou à 621°C pendant 4h respectivement (voir courbes noires sur la Figure 2.41).

L'analyse des faciès de rupture révèle que les défauts qui ont provoqué l'amorçage des fissures se situent à la surface des éprouvettes (voir Tableau 2.16), zone où la contrainte est maximale

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

lors d'un essai de flexion rotative. Deux types de défauts ont été identifiés. Le premier (6 cas sur 10), correspond aux manques de fusion ramenés en surface lors de l'usinage (Figure 2.50). Le second (1 cas sur 10) correspond à une strie d'usinage (Figure 2.51). La nature des autres défauts n'a pas été identifiée. Quand cela a été possible, les paramètres $\sqrt{aire}$ des défauts identifiés ont été calculés et sont donnés dans le Tableau 2.16. Ils sont compris entre 53 et 215 μm. L'ensemble des faciès est disponible en Annexe E.

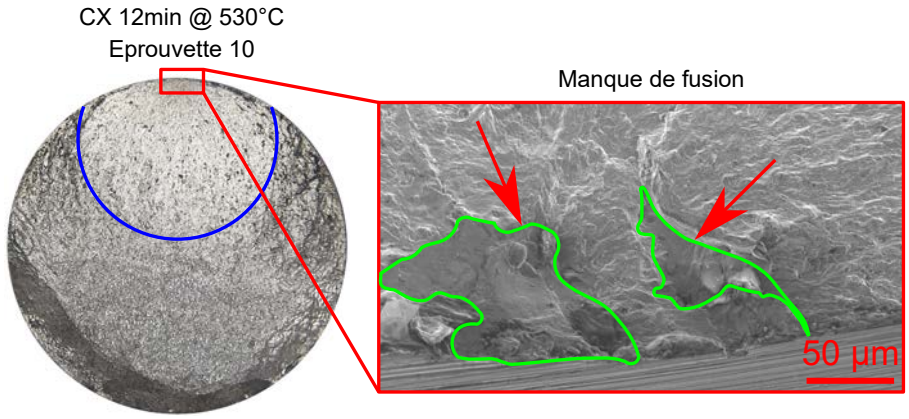


FIGURE 2.50 – Manque de fusion ayant entrainé l'amorçage, ramené en surface après usinage

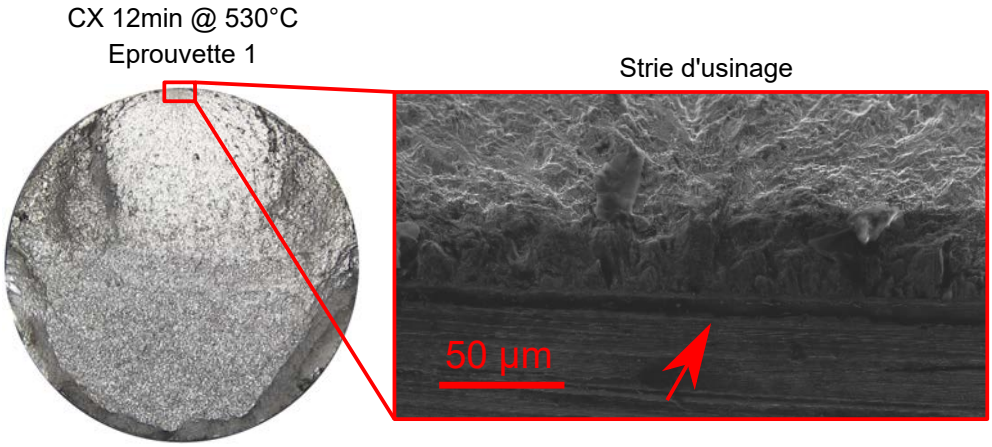


FIGURE 2.51 – Strie d'usinage ayant entrainé l'amorçage

L'augmentation de la limite d'endurance après vieillissement de CX est contradictoire avec les résultats obtenus par Yadollahi et al. [65] et par Sarkar et al. [161]. En effet, les auteurs de ces études ont constaté une baisse de la résistance à la fatigue après vieillissement des aciers maraging 17-4PH et 15-5PH imprimés par LPBF, bien que leur dureté ait augmenté. Selon eux, cette baisse de la résistance à la fatigue longue durée est liée à une baisse de la ductilité du matériau après vieillissement, le rendant plus vulnérable à l'amorçage de fissures au niveau de ses défauts.

Les défauts visibles sur les fractographies de Yadollahi et al. [65] et Sarkar et al. [161] permettent d'estimer des tailles de défauts menant à la rupture de l'ordre de ≈ 30 à ≈ 200 μm, ce qui est comparable aux tailles de défauts observables dans le CX.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.15 – Résultats des essais staircase du PM420 (détaillés en Annexe E)

Matériau	PM420		
Usinage	Oui	Oui	Non
Traitement thermique	Non	Revenu 540°C 2h	Non
$\sigma_{0,2}$ [MPa]	1269 ± 90	1408 ± 47	/
σ_D [MPa]	753	573	397
$\frac{\sigma_D}{\sigma_{0,2}}$ [%]	59	41	/
Capacité à écrouir (R_m-$\sigma_{0,2}$) [MPa]	443,6	444,5	/

Si l'hypothèse retenue par Yadollahi et al. [65] et Sarkar et al. [161] est correcte (la résistance à la fatigue à grand nombre de cycles est contrôlée par la sensibilité à l'entaille), il est possible que les meilleures caractéristiques en fatigue du CX après vieillissement soient liées à sa bonne ductilité (allongement à rupture de 10,5%) par rapport à celle des aciers 17-4PH et 15-5PH (comprise entre 3 et 7%).

2.3.2.2.3 Endurance du martensitique Fe-C inoxydable PM420

Les limites d'endurance du PM420 à 1 million de cycles sont disponibles dans le Tableau 2.15. Les résultats détaillés des essais staircase sont donnés en Annexe E. Si on ne considère que les échantillons usinés et toilés, le traitement thermique de revenu de 2h à 540°C entraine une baisse de la limite d'endurance de 24%, celle-ci passant de 753 à 573 MPa. Contrairement au CX, l'augmentation de la limite d'élasticité s'accompagne donc d'une baisse de la limite d'endurance. Le ratio entre limite d'endurance et limite d'élasticité a été calculé. Il est de 59% à l'état brut d'impression et de 41% après revenu. Ces ratios sont identiques à ceux du CX (57% et 44%).

L'observation des faciès de rupture montre que les défauts critiques se trouvent sous la surface quand les éprouvettes n'ont pas été revenues, alors qu'ils se trouvent au niveau de la surface quand elles l'ont été.

Un phénomène similaire a été observé par Dörfert et al. [172], qui ont constaté que des éprouvettes en H13 imprimées par LPBF, usinées et non revenues, avaient toutes des défauts critiques se situant sous la surface (Figure 2.46). Selon les auteurs, cela pourrait être lié à la présence de contraintes résiduelles de compression en surface, engendrées par l'usinage, qui s'opposeraient à l'amorçage de fissures, et qui décaleraient la position de la contrainte maximale due à l'effort de flexion vers l'intérieur de l'échantillon. Il est donc possible que l'usinage des éprouvettes de PM420 ait également provoqué l'apparition de contraintes résiduelles de compression en surface, qui amélioreraient la résistance à la fatigue des éprouvettes non revenues, et entraineraient l'amorçage sous la surface.

Contrairement au PM420, aucun amorçage sous la surface n'a été observé avec les éprouvettes de CX non vieillies, bien qu'elles aient été usinées dans les mêmes conditions. Nasr et al. [180] ont étudié expérimentalement et numériquement l'impact de l'écrouissage sur la formation des contraintes résiduelles lors de l'usinage. Pour cela, les auteurs ont utilisé la loi de Johnson-Cook [181] et ont réalisé plusieurs simulations dans lesquelles les paramètres relatifs à l'écrouissage variaient [1]. Leurs résultats montrent qu'il existe un lien entre l'écrouissage des matériaux

1. C'est-à-dire les paramètres B et n de la loi de Johnson-Cook (voir [181]).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.16 – Positions et natures des défauts critiques

Acier	État	Numéro éprouvette	Usinée + Toilée	Position du défaut	Type de défaut	Aire [μm^2]	$\sqrt{aire}$ [μm]
CX	Brut de fusion	3	Oui	En surface	Manque de fusion	5629	75
		4			Manque de fusion	12049	110
		7			Non identifié	/	/
		8			Manque de fusion	4337	66
	Vieilli 12min @ 530°C	1	Oui	En surface	Strie d'usinage	/	/
		3			Manque de fusion	2842	53
		5			Non identifié	/	/
		7			Non identifié	/	/
		8			Manque de fusion	46098	215
		10			Manque de fusion	7511	87
PM420	Brut de fusion	2	Oui	**Sous la surface**	Inclusion de gaz	3960	63
		5			Fissure à chaud	1824	43
		7			Fissure à chaud	963	31
		9			Fissure à chaud	993	32
	Revenu 2h @ 540°C	1	Oui	En surface	Strie d'usinage	/	/
		2			Strie d'usinage	/	/
		4			Manque de fusion	32480	180
		6			Strie d'usinage	/	/
		9			Non identifié	/	/
	Brut de fusion	1	Non	En surface	Manque de fusion	4808	69
		2			Manque de fusion	1032	32
		3			Manque de fusion	4060	64
		5			Manque de fusion	12496	112
		7			Non identifié	/	/

et la formation des contraintes résiduelles.

Étant donné que les aciers PM420 et CX bruts de fusion ne disposent pas de la même capacité à s'écrouir (444 MPa et 235 MPa respectivement à l'état brut de fusion), il est donc possible que les contraintes résiduelles induites par l'usinage diffèrent entre ces deux aciers. Ainsi, il est probable que l'usinage du CX, contrairement à celui du PM420, n'entraine pas la formation de contraintes résiduelles de compression d'intensité suffisante pour que les fissures amorcent sous la surface.

Afin de révéler l'existence d'un écrouissage sous la surface, et donc la présence de potentielles contraintes résiduelles, un profil de dureté a été effectué avec un microduromètre dans une section d'éprouvette de PM420 usinée, toilée et non revenue. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 2.52, et montrent que la dureté au niveau de la surface est bien supérieure à celle se trouvant à cœur. Le microduromètre n'étant pas calibré au moment des essais, les résultats sont donc à considérer qualitativement et non quantitativement. Lors du revenu, il est possible qu'un détentionnement des contraintes résiduelles de compression s'opposant à l'amorçage de fissure se produise, et donc que les éprouvettes revenues soient moins performantes que celles non revenues. Afin de quantifier l'intensité des contraintes résiduelles, des analyses par diffraction de rayons X sont à envisager.

En fonction de la position du défaut (en surface ou sous la surface), deux types de propagations sont observables. Quand l'amorçage se produit sous la surface (Figure 2.53.a), des yeux de poisson ("*fish eye*") sont observables. Ces derniers se voient clairement à l'œil nu ou au microscope optique, car ils sont beaucoup plus brillants que le reste du faciès (Figures 2.54 et 2.55). Cette différence est due à des mécanismes de propagation différents [182]. En effet, le caractère

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

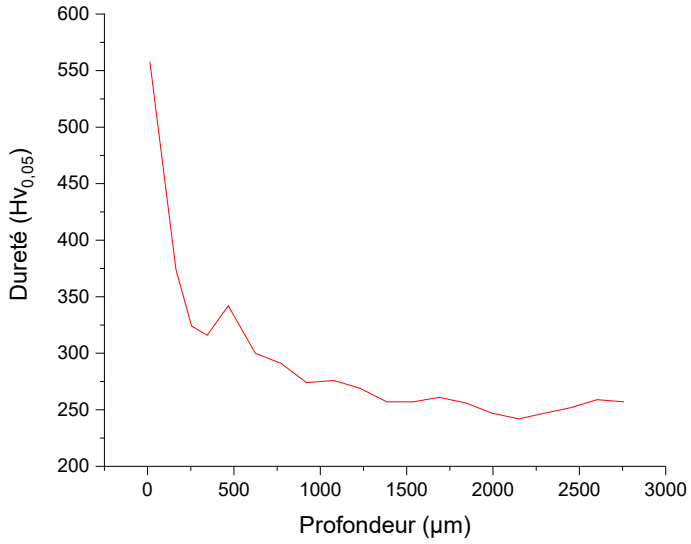


FIGURE 2.52 – Dureté en fonction de la profondeur dans une section d'éprouvette de fatigue en PM420 usinée, toilée et non revenue. Microduromètre non calibré pour les faibles charges (dureté absolue sous-estimée).

brillant des yeux de poisson est lié au matage cyclique des surfaces fissurées sous vide. Lorsque la fissure attend la surface de l'échantillon, l'air ambiant pénètre dans la fissure et change le mécanisme de propagation qui devient assisté par l'environnement, augmentant la rugosité et rendant plus mate la surface de rupture. Quand l'amorçage se produit en surface, il n'y a pas de formation d'œil de poisson et la propagation est directement assistée par l'environnement (Figure 2.53.b.). Slámečka et al. [182] ont également observé des yeux de poisson après rupture de l'acier 37CrAlMo6 nitruré par flexion rotative.

Lorsque l'amorçage s'est produit sous la surface des échantillons non revenus, celui-ci a eu lieu au niveau de fissures à chaud (3 cas sur 4) et au niveau d'une inclusion de gaz (1 cas sur 4). Les Figures 2.54 et 2.55 illustrent ces défauts. Les fissures à chaud sont identifiables car elles présentent des dendrites à leur surface et sont orientées suivant le sens d'impression (c'est-à-dire parallèlement à la longueur des éprouvettes). Ces fissures sont similaires à celles observées par Platl et al. [25] après impression LPBF d'un acier pour travail à froid (voir Section 1.1.3.2).

Quant aux éprouvettes revenues, comme pour les échantillons de CX, l'amorçage s'est produit en surface au niveau d'un manque de fusion ramené en surface (1 cas sur 5) ou au niveau de stries d'usinages (3 cas sur 5). L'ensemble des faciès est disponible en Annexe E.

La nature des défauts change donc entre les éprouvettes non revenues (inclusion de gaz et fissures à chaud) et revenues (manques de fusion et stries d'usinage). Il est surprenant que les éprouvettes non-revenues n'aient jamais pour défaut critique un manque de fusion, alors que, selon la littérature, ces défauts sont les plus nocifs pour la tenue en fatigue. D'autant plus que les éprouvettes ont été imprimées verticalement, et que les manques de fusion sont donc orientés perpendiculairement à la sollicitation, maximisant leur facteur de concentration de contraintes.

Une hypothèse pour expliquer ce phénomène est que les contraintes résiduelles de compression

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

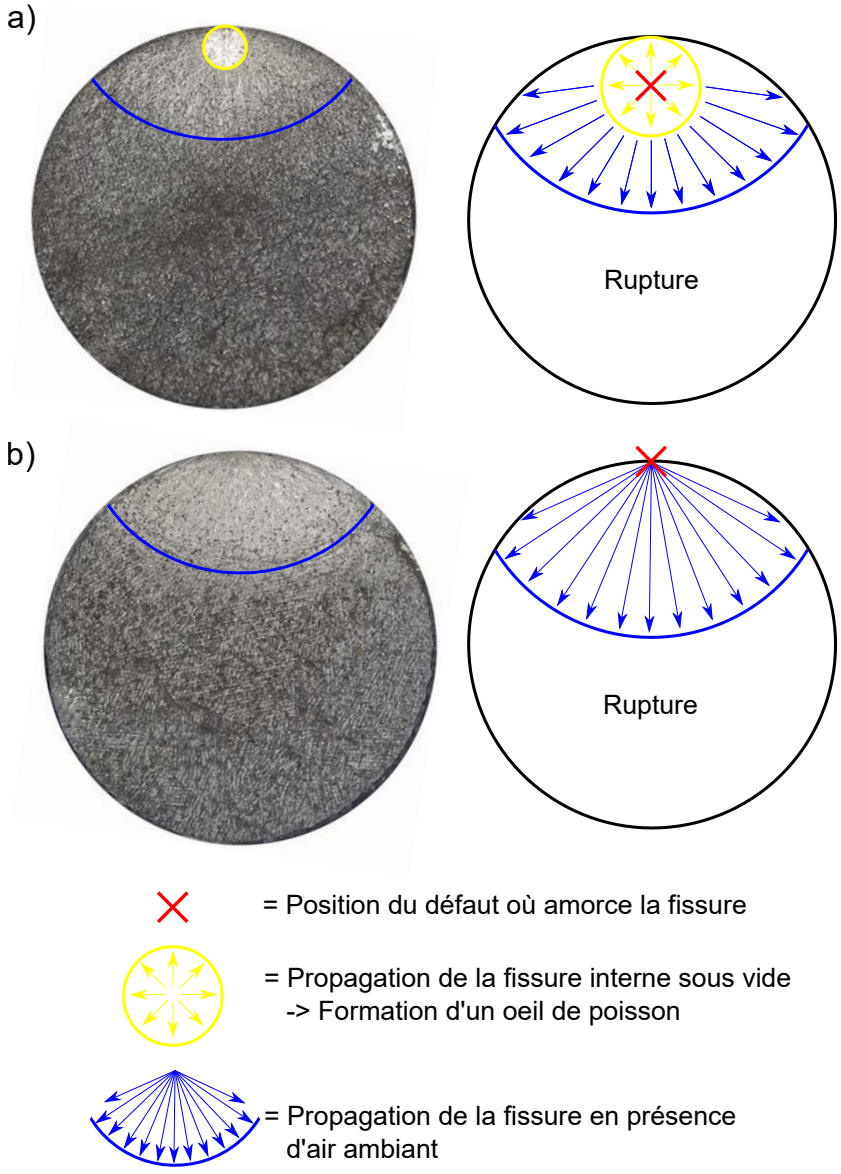


FIGURE 2.53 – Les deux types de propagations observés sur les faciès : a) Amorçage sous la surface et formation d'un œil de poisson ; b) Amorçage au niveau d'un défaut se trouvant à la surface de l'échantillon

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

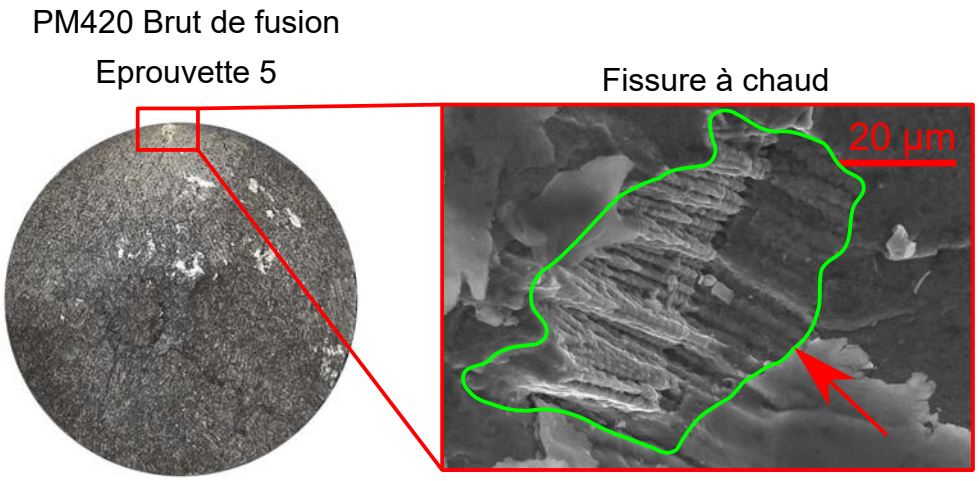


FIGURE 2.54 – Fissure à chaud reconnaissable à la présence de dendrite à sa surface ayant entrainé l'amorçage et la formation d'un œil de poisson

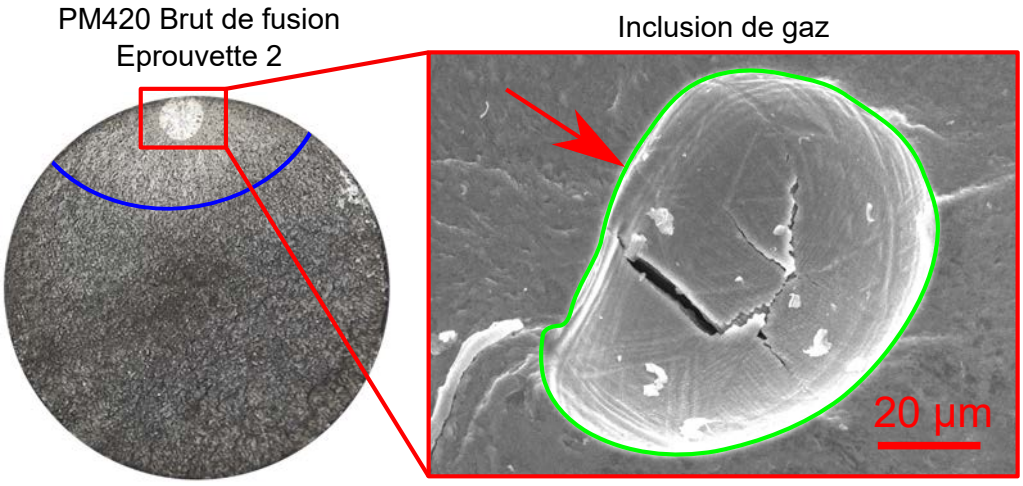


FIGURE 2.55 – Inclusion de gaz ayant entrainé l'amorçage et la formation d'un œil de poisson

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

entraînent certainement une baisse de l'intensité du chargement au voisinage des défauts et diminue donc la probabilité d'un amorçage de fissures de fatigue.

Afin d'estimer l'intensité des contraintes résiduelles dans les éprouvettes usinées et non revenues au niveau des défauts critiques $\sigma_{Défaut}$ et aux centres des yeux de poisson $\sigma_{CentreOeil}$, celles-ci ont été calculées par interpolation linéaire entre la contrainte maximale σ_{Max} en surface appliquée et la contrainte nulle à la fibre neutre (c'est-à-dire au centre le l'éprouvette). Les diamètres des yeux de poisson, les profondeurs des défauts critiques ainsi que les intensités des contraintes résiduelles calculées sont disponibles dans le Tableau 2.17.

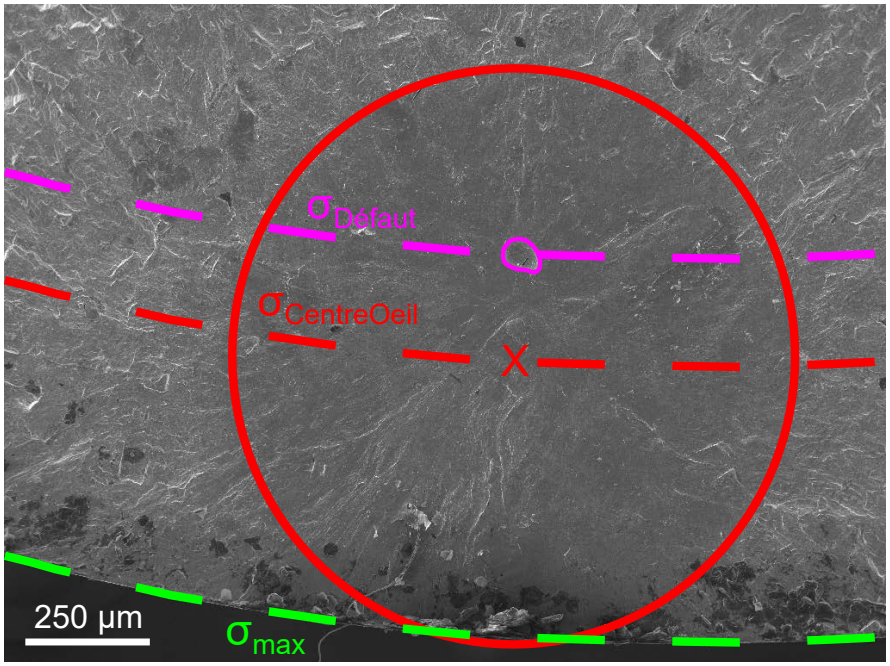


FIGURE 2.56 – Schéma illustrant la position de la contrainte maximale en surface σ_{Max}, de la contrainte au centre de l'œil de poisson $\sigma_{CentreOeil}$ et au niveau du défaut critique $\sigma_{Défaut}$ dans l'éprouvette n°2 de PM420.

Tableau 2.17 – Diamètres des yeux de poisson, profondeur des défauts et contraintes au niveau du centre des yeux de poisson/défauts

Numéro de l'éprouvette	Diamètre de l'œil de poisson [μm]	Profondeur du défaut [μm]	σ_{max} [MPa]	$\sigma_{CentreOeil}$ [MPa]	$\sigma_{Défaut}$ [MPa]	Nature du défaut critique
2	1162	764	729	644 (-12%)	618 (-15%)	Inclusion de gaz
5	379	242	824	791 (-4%)	782 (-5%)	Manque de fusion
7	540	237	824	777 (-6%)	783 (-5%)	Manque de fusion
9	291	148	824	800 (-3%)	800 (-3%)	Manque de fusion

Les résultats montrent que les diamètres des yeux de poisson ainsi que la profondeur des défauts critiques augmentent quand la contrainte appliquée en surface σ_{Max} diminue. Le même constat a été fait par Slámečka et al. [182]. Ces résultats suggèrent qu'une augmentation de la contrainte σ_{Max} permet de compenser plus fortement les contraintes résiduelles, provoquant un amorçage à un défaut moins profond.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.18 – Récapitulatif des résultats obtenus après les essais de fatigue

Acier	Usinage + toilage	Traitement thermique	$\sigma_{0,2}$ [MPa]	σ_D [MPa]	$\frac{\sigma_D}{\sigma_{0,2}}$ [%]
CX	Oui	Aucun	851 ± 17	489	57
	Oui	Vieillissement 12min @ 530°C	1504 ± 16	667	44
PM420	Oui	Aucun	1269 ± 90	753	59
	Oui	Revenu 2h @ 540°C	1407 ± 47,4	573	41
	Non	Aucun	/	397	/
Cahier de charges	/	/	/	500	/

Les échantillons non usinés présentent la limite d'endurance la plus faible (397 MPa). Il est possible que les contraintes résiduelles de traction en surface induites par l'impression LPBF (Figure 1.17), ainsi que l'importante rugosité des échantillons non usinés par rapport à ceux usinés et toilés (R_a = 13,55 ± 0,49 μm et 0,77 ± 0,04 μm respectivement) soient tous deux responsables de ces mauvaises propriétés.

L'observation des faciès de rupture des échantillons non usinés montre que tous les défauts critiques des éprouvettes se trouvent au niveau de la surface (Tableau 2.16 et Annexe E).

2.3.2.3 Récapitulatif des essais de fatigue

Les aciers PM420 et CX présentent d'excellentes limites d'endurance à 1 million de cycles. En effet, à l'exception du CX non vieilli et du PM420 non usiné, celles-ci sont toutes supérieures aux 500 MPa du cahier des charges. Le Tableau 2.18 résume l'ensemble des résultats obtenus dans cette section.

L'étude du comportement en fatigue du CX montre que son vieillissement entraine une augmentation de sa limite d'endurance. Cela est probablement dû à l'augmentation de sa limite d'élasticité et de sa dureté. Contrairement aux aciers 17-4PH et 15-5PH, la limite d'endurance du CX augmente après vieillissement probablement car sa ductilité est plus importante et le rend donc moins sensible à l'effet d'entaille. L'observation des faciès de rupture montre que les défauts menant à rupture se trouvent tous en surface et correspondent à des manques de fusion ou à des stries d'usinage.

Concernant le PM420, les échantillons usinés, toilés et non revenus présentent une limite d'endurance supérieure à celle des échantillons revenus. Il est possible que cela soit lié à l'apparition de contraintes résiduelles de compression lors de l'usinage qui s'opposeraient à l'amorçage. Ces contraintes disparaitraient lors du revenu. A priori, il semblerait donc intéressant d'usiner (quand c'est possible) les pièces après traitement thermique, afin de conserver les contraintes résiduelles de compression. Des analyses par diffraction des rayons X seront à effectuer pour prouver l'existence de ces contraintes et les quantifier. Sans surprise, les échantillons non usinés et non revenus présentent les limites d'endurance les plus faibles, en raison de leur importante rugosité qui génère des concentrations de contraintes et en raison de la présence probable de contraintes résiduelles de traction issues de l'impression LPBF.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

2.4 Conclusion

Dans un premier temps, une étude sur l'influence des traitements thermiques sur les duretés, résiliences et microstructures des aciers CX, L40, PM420 et X15TN a été conduite. Il a été montré que le recuit avant vieillissement des aciers maraging inoxydables CX et L40 n'est pas nécessaire. Concernant le X15TN, une austénitisation suivie d'une trempe est nécessaire pour transformer l'austénite résiduelle en martensite et augmenter sa dureté. L'austénitisation et la trempe du PM420 entrainent également son durcissement, mais provoquent la fissuration des échantillons.

À la suite de cette étude, les aciers CX et PM420 ont été choisis pour être caractérisés plus finement sous sollicitations monotones et cycliques. Le L40 n'a pas été sélectionné car, bien qu'il présente des duretés et résiliences intéressantes, la production sous forme de poudre de cet alliage s'est arrêtée. Quant au X15TN, sa résilience est trop faible pour une application moule. L'origine de cette faible résilience reste cependant à déterminer.

La caractérisation en traction des aciers CX et PM420 a permis de sélectionner quels traitements thermiques seront effectués sur les éprouvettes de fatigue. Les propriétés en traction du CX après vieillissement de 12, 24 min et 4h à 530°C sont similaires. Néanmoins, l'allongement à rupture baisse légèrement avec l'augmentation du temps de vieillissement et l'augmentation de la limite d'élasticité. Il a donc été décidé que les éprouvettes de fatigue en CX seraient vieillies 12 min à 530°C. Concernant le PM420, des éprouvettes de traction ont été imprimées verticalement et horizontalement. La présence de fissures à chaud orientées parallèlement au sens de fabrication a entrainé la rupture précoce des éprouvettes imprimées horizontalement. Dans celles-ci, les fissures à chaud se retrouvent orientées perpendiculairement à la sollicitation lors de la traction, ce qui favorise la formation de concentrations de contraintes. Un revenu de 2h à 540°C, donnant des propriétés mécaniques proches de celles obtenues après vieillissement du CX, a été choisi pour le traitement des éprouvettes de fatigue.

Les moules étant soumis à de nombreux cycles de compression et de traction, il était nécessaire de caractériser la tenue en fatigue des aciers PM420 et CX. La limite d'endurance du CX augmente après vieillissement, probablement en raison de l'augmentation de sa limite d'élasticité. Quant au PM420, l'usinage des éprouvettes de fatigue provoquerait la formation de contraintes résiduelles de compression à sa surface s'opposant à l'amorçage des fissures, et augmenterait donc la limite d'endurance du PM420. Ces contraintes résiduelles de compression disparaitraient après revenu, ce qui provoquerait la baisse de la limite d'endurance.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Les travaux de recherche présentés dans ce manuscrit ont porté sur l'imprimabilité par fusion laser sur lit de poudres d'aciers martensitiques ainsi que sur leurs propriétés mécaniques après traitement thermique. Leur objectif a été d'identifier des aciers alternatifs au 18Ni300 pour l'impression d'empreintes de moule disposant de canaux de refroidissement "*conformal cooling*" impossibles à obtenir par usinage conventionnel. Ces travaux ont été conduits en deux étapes : la première, qui fait l'objet du Chapitre 1, s'est focalisée sur l'imprimabilité de poudres d'aciers martensitiques commercialisées et la seconde, qui fait l'objet du Chapitre 2, s'est concentrée sur l'impact de traitements thermiques post-LPBF sur leurs propriétés mécaniques.

Imprimabilité d'aciers martensitiques

L'imprimabilité a été définie comme étant l'aptitude d'un acier à s'imprimer sans rompre ni fissurer. Dans la bibliographie du Chapitre 1, plusieurs facteurs ont été identifiés comme ayant un impact sur l'imprimabilité :

— les contraintes résiduelles ;
— les défauts (internes ou de surface) qui génèrent des concentrations de contrainte ;
— une faible ductilité.

Dans le chapitre 1, l'imprimabilité de 8 aciers a été évaluée au regard de leurs défauts (tomographie aux rayons X), de leur dureté (Rockwell HRC), de leur résilience (mouton de Charpy) et de leur microstructure (microscopie optique et électronique, EBSD et DRX). Les contraintes résiduelles n'ont pas été analysées. Les aciers étudiés appartiennent à trois catégories : les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables (42CD4, H11, H13 et PM2012), les aciers martensitiques Fe-C inoxydables (PM420 et X15TN) et les aciers maraging inoxydables (CX, L40). Deux jeux de paramètres d'impression ont été utilisés : un pour les aciers inoxydables (densité d'énergie de 93 J/mm^3) et l'autre pour les aciers non-inoxydables (densité d'énergie de 60 J/mm^3).

Lors de leur impression, les aciers maraging ainsi que les aciers martensitiques Fe-C inoxydables n'ont pas fissuré (PM420, X15TN, CX et L40), alors que tous les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables ont fissuré (42CD4, H11, H13 et PM2012). Les fissures sont principalement localisées au niveau de la liaison avec le plateau de fabrication, là où les contraintes résiduelles sont a priori (non mesurées) les plus importantes.

Les analyses des défauts internes et de surface ont montré que les aciers inoxydables sont légèrement plus denses que les non-inoxydables, probablement car la densité d'énergie utilisée pour les imprimer est plus importante. Toutes les densités relatives sont supérieures à 99,8% à l'exception de celle du 42CD4 (99,7%). Aucune évolution de la densité relative en fonction de la

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

hauteur de fabrication n'a été observée. Par contre, radialement, les pores sont plus nombreux au niveau de la surface. Deux hypothèses ont été proposées pour expliquer ce phénomène. La première est que l'apparition de ces pores peut être causée par une accélération et une décélération du faisceau laser aux bords de la pièce en cours d'impression, ayant pour conséquence une augmentation locale de la densité d'énergie entrainant la formation de pores par keyhole. Cette hypothèse est toutefois peu probable car la machine utilisée dispose d'un mode "Sky-writing" qui permet aux miroirs de la tête scanner d'atteindre la vitesse de balayage avant que le faisceau laser ne soit activé. La seconde hypothèse est qu'au début et à la fin de l'impression d'une couche circulaire, comme la longueur des cordons est plus faible, ceux-ci ont moins de temps pour refroidir entre chaque passe du faisceau laser comparés aux cordons se situant au centre de la pièce, ce qui favorise la formation de pores par keyhole.

Concernant la sphéricité des pores, il a été montré que des sphéricités inférieures à 0,7 correspondent à des manques de fusion ou à des fissures à chaud, alors que des sphéricités supérieures ou égales à 0,9 correspondent à des inclusions de gaz. Les valeurs médianes des sphéricités des pores dans les aciers sont comprises entre 0,67 et 0,87. Cela signifie que la moitié du volume total des pores correspond à des pores non sphériques et qu'ils résultent donc très probablement de manques de fusion ou de fissures à chaud. Concernant la taille des pores, les médianes des diamètres équivalents sont toutes comprises entre 18 μm et 39 μm.

L'analyse des défauts internes a donc montré que pour les paramètres d'impression utilisés, les densités relatives et les morphologies des pores sont similaires entre les différents aciers, à l'exception du 42CD4 qui présente une densité relative plus faible.

Quant aux états de surface, ceux-ci ont été caractérisés à l'aide des indices R_a et R_t, en se basant sur des profils de surface extraits des images 3D obtenues par tomographie. Les résultats ont montré que les valeurs de R_a et de R_t sont constantes, quelque soit l'acier fusionné (Ra $\simeq$ 14 μm et Rt $\simeq$ 120 μm).

Les microstructures ont été caractérisées par DRX, microscopie optique et EBSD. La quantification des fractions de phase par la méthode Rietveld à partir des spectres obtenus par DRX montre que tous les aciers sont composés d'austénite résiduelle après impression (entre 7% et 96%). Les deux aciers ayant les fractions d'austénite les plus importantes sont les aciers PM420 et X15TN avec respectivement 34% et 96% d'austénite. Ces deux aciers sont les seuls martensitiques Fe-C à n'avoir pas fissuré, probablement en raison de leur importante fraction d'austénite résiduelle ductile. La fraction d'austénite résiduelle plus importante dans les aciers PM420 et X15TN par rapport aux autres aciers martensitiques Fe-C est probablement liée à deux facteurs. Le premier est que les aciers inoxydables contiennent plus d'éléments d'alliage pouvant abaisser les températures M_s et M_f, et le second est que la densité d'énergie utilisée pour les imprimer est plus importante, ce qui a pu entrainer une réversion de l'austénite plus conséquente lors de l'impression (par effet de revenu lors de l'ajout de nouvelles couches).

Des observations métallographiques des échantillons n'ayant pas fissuré (c.-à-d. des maraging inoxydables et des martensitiques Fe-C inoxydables) ont ensuite été réalisées. Elles montrent que les géométries des cordons sont similaires et comprises entre 50 et 100 μm. L'observation de la microstructure à l'échelle du MEB du PM420 n'a révélé la présence d'aucun carbure. L'austénite résiduelle a principalement été observée au fond des bains de fusion et entre les lattes de martensite, probablement en raison d'une concentration en éléments d'alliage plus importante au fond des cordons et/ou du fait de la plus faible taille des grains qui s'y trouvent. Concernant le X15TN, sa microstructure est, sans surprise, principalement composée d'austénite

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

résiduelle, et contient également des lattes de martensite. Quant aux maraging CX et L40, leur microstructure est principalement composée de lattes de martensite.

Enfin, les propriétés mécaniques statiques ont été évaluées au regard de la dureté et de la résilience. Les aciers maraging sont, sans surprise, les aciers les plus mous et les plus résilients, en raison de la martensite non contrainte qu'ils forment lors de leur impression. Les aciers martensitiques Fe-C sont les plus durs et également les moins résilients à cause de la martensite dure qu'ils forment lors de leur impression. Le X15TN est le moins dur de ces aciers, en raison de la forte fraction d'austénite résiduelle qu'il contient.

Ces premiers résultats suggèrent que la formation d'austénite résiduelle plus ductile que la martensite lors de l'impression permet de réduire les risques de fissuration des aciers martensitiques Fe-C lors de leur impression. Afin d'isoler le rôle de l'austénite résiduelle, des cordons ont été fusionnés dans un matériau possédant un gradient de concentration en carbone. Ce gradient a été obtenu par diffusion au SPS de carbone contenu dans du graphite vers des plaques de fer pur. Des cordons de fusion LPBF ont ensuite été réalisés perpendiculairement au gradient, dans des zones de teneurs en carbone différentes. Des analyses EBSD ont mis en évidence que la fraction d'austénite résiduelle augmente dans les cordons quand la concentration en carbone dans la zone où le cordon a été fusionné augmente. Des essais de dureté mettent en évidence un pic de dureté pour une concentration en carbone de 0,55%. Ces résultats montrent que l'augmentation du taux de carbone entraine deux phénomènes en compétition : d'une part, l'augmentation de la dureté en raison d'un durcissement de la martensite ; d'autre part, la réduction de la dureté due à l'augmentation de la fraction d'austénite.

Il ressort de ce premier chapitre que les aciers maraging présentent une très bonne imprimabilité en raison de la martensite ductile qu'ils forment lors de leur impression. Quant aux aciers martensitiques Fe-C, les résultats suggèrent que leur imprimabilité peut être améliorée en optimisant leur fraction d'austénite résiduelle. Une approche du type soudabilité et carbone équivalent ne parait pas adaptée et il semble particulièrement intéressant de développer des outils de prédiction de la fraction d'austénite résiduelle dans les aciers.

Influence des traitements thermiques post-LPBF sur les propriétés mécaniques

Dans le Chapitre 2, l'impact de traitements thermiques post-LPBF sur les propriétés des aciers martensitiques n'ayant pas fissuré lors de leur impression a été étudié. Pour rappel, ces aciers sont les maraging inoxydables CX et L40 ainsi que les martensitiques Fe-C inoxydables PM420 et X15TN. Ces derniers nécessitent des traitements thermiques pour rendre leurs propriétés mécaniques compatibles avec une application moule. Les maraging CX et L40 ont besoin d'un vieillissement les durcissant par précipitation. Le PM420, bien que sa dureté et sa résilience soient compatibles avec une application moule à l'état brut de fusion, peut nécessiter un traitement de relaxation (ou de détensionnement) des contraintes. Quant au X15TN, des traitements thermiques sont nécessaires car l'importante fraction d'austénite résiduelle qu'il contient le rend trop mou pour une application moule.

Ce deuxième chapitre a débuté par une étude de l'influence de traitements thermiques sur les duretés (Rockwell HRC), résiliences (mouton de Charpy) et microstructures (DRX, microscopie et EBSD) des aciers CX, L40, PM420 et X15TN. L'objectif a été de déterminer quels sont les traitements thermiques apportant les meilleurs couples dureté/résilience pour chaque acier.

À propos du maraging inoxydable CX, il a été montré qu'un vieillissement permet d'augmenter la dureté de l'acier, celle-ci passant de 34 à 46 HRC. Cette augmentation de la dureté

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

s'accompagne d'une baisse de la résilience, passant de 130,6 à 66,9 J/cm^2. Un recuit avant vieillissement ne semble pas nécessaire. En effet, les échantillons recuits présentent des duretés après vieillissement similaires à celles des échantillons uniquement vieillis. De plus, le recuit amoindrit la résilience de l'acier. Concernant le maraging inoxydable L40, son vieillissement entraine également son durcissement (de 44 à 47 HRC). Bien que l'augmentation de sa dureté soit plus faible que pour celle du CX, ses propriétés mécaniques après vieillissement sont similaires à celles de ce dernier. Le mécanisme de durcissement du L40 n'a pas été identifié, mais au regard sa composition chimique, on peut supposer que son durcissement résulte de la formation de carbures et non d'intermétalliques. Un recuit n'est pas nécessaire car celui-ci semble provoquer un survieillissement.

Au sujet de l'acier PM420, son austénitisation suivie d'une trempe dans l'huile provoque son durcissement, de 51,7 à 58,3 HRC, car l'austénite résiduelle qu'il contient se transforme en martensite. Néanmoins, celle-ci entraine la fissuration en surface des échantillons. Un revenu des échantillons trempés abaisse la dureté de l'acier car celui-ci adoucit la martensite et engendre une réversion de l'austénite. Les revenus à 200°C et 500°C des échantillons non trempés n'entrainent aucune variation des propriétés mécaniques, ni variation de la fraction d'austénite. Après revenu à 700°C des échantillons trempés et non trempés, la dureté baisse considérablement (jusqu'à approximativement 28 HRC) en raison du détensionnement de la martensite et de la précipitation de carbures.

Quant au X15TN, une austénitisation/trempe est nécessaire pour transformer l'austénite résiduelle qu'il contient en martensite. Une trempe dans l'azote liquide n'est pas nécessaire car elle n'influe ni sur la fraction d'austénite résiduelle ni sur la dureté. Un revenu après trempe à 300°C entraine un adoucissement de l'acier, alors qu'un revenu à 500°C provoque son durcissement par précipitation de carbures secondaires.

Suite à cette première étude, les aciers PM420 et CX ont été caractérisés plus finement sous sollicitation monotone et cyclique. Le L40 n'a pas été retenu car il n'était plus disponible. Quant au X15TN, sa résilience après traitement thermique est trop faible pour une application moule.

Les comportements sous sollicitation monotone des aciers CX et PM420 ont été caractérisés par des essais de traction. Toutes les éprouvettes de traction en CX ont été imprimées verticalement. Le vieillissement du CX entraine une augmentation de sa limite d'élasticité, de sa résistance mécanique à la traction et une baisse de son allongement à rupture. Les propriétés mécaniques obtenues sont similaires après vieillissement de 12 min, 24 min et 4h à 530°C.

Concernant le PM420, des éprouvettes de traction ont été imprimées verticalement et horizontalement. Les éprouvettes imprimées horizontalement rompent prématurément par rapport à celles imprimées verticalement. Cela est probablement dû à la présence de fissures à chaud orientées parallèlement à l'axe d'impression. Lors de la traction des éprouvettes imprimées horizontalement, ces fissures se retrouvent donc orientées perpendiculairement à la sollicitation et génèrent des concentrations de contraintes détériorant les propriétés mécaniques. Ces résultats suggèrent que les fissures à chaud dans le PM420 ont un effet plus délétère que les manques de fusion, puisque ces derniers n'ont pas eu d'effets aussi néfastes sur les propriétés des éprouvettes imprimées verticalement. Les revenus du PM420 entrainent une hausse de l'allongement à rupture, à l'exception du simple revenu à 500°C car cette température est proche du pic de durcissement secondaire. Les doubles revenus n'apportent pas d'amélioration significative des propriétés mécaniques.

À la suite des caractérisations sous chargement monotone, le comportement en fatigue à

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

un million de cycles des aciers CX et PM420 a été caractérisé par flexion/rotative. La limite d'endurance du CX a été évaluée avant et après traitement de vieillissement de 12 min à 530°C. Toutes les éprouvettes de CX ont été usinées et toilées. Pour le PM420, la limite d'endurance a été évaluée avant et après usinage, ainsi qu'avant et après revenu à 540°C pendant 2h.

Les résultats obtenus avec le CX montrent que l'augmentation de sa limite d'endurance par vieillissement s'accompagne d'une amélioration de sa limite d'endurance (celle-ci passant de 489 à 667 MPa). Les défauts critiques ayant entrainé la rupture se situent tous à la surface des échantillons. La résistance à la fatigue du CX après impression est similaire à celle d'autres aciers martensitiques inoxydables issus de procédés conventionnels.

Concernant le PM420, les échantillons usinés, toilés et non revenus présentent une limite d'élasticité plus importante que ceux revenus (753 au lieu de 573 MPa). Cela est probablement lié à l'apparition de contraintes résiduelles de compression en surface lors de l'usinage qui s'opposeraient à l'amorçage. Ces contraintes résiduelles disparaitraient après revenu, réduisant la limite d'endurance de l'acier. Les échantillons non usinés présentent, sans surprise, les limites d'endurances les plus faibles (397 MPa), à cause de leur importante rugosité et de probables contraintes résiduelles de traction induites par le procédé LPBF.

Possibles alternatives au maraging 18Ni300

Ces travaux de recherche révèlent le potentiel des aciers PM420 et CX pour l'impression d'empreintes de moule par LPBF. En effet, le CX présente une excellente imprimabilité en raison de la martensite ductile qu'il forme lors de son impression. Pour le PM420, sa bonne imprimabilité provient de l'importante fraction d'austénite résiduelle qu'il forme lors de son impression. Les principaux résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 2.19. Les essais mécaniques sous chargement monotone et cyclique ont également mis en évidence que ces aciers présentent d'intéressantes propriétés après traitement thermique.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Tableau 2.19 – Récapitulatif des principaux résultats obtenus

Astreintes du cahier des charges	Paramètre matériau	CX Vieilli 12min @ 530°C	PM420[a] Revenu 2h @ 540°C)	Valeur cible
Soudabilité Imprimabilité	Plusieurs facteurs (Voir Chapitre 1)	Aucune fissure observée	Fissuration à chaud	Aucune fissure
Compacité	Densité relative (%)	99,998	99,987	100
Résistance à la fatigue	Endurance à 1 million de cycles (MPa)	667	573	≥ 500
Résistance à l'usure et à l'abrasion	Dureté (HRC)	$44{,}7 \pm 0{,}6$	$\approx 53{,}5$	≥ 50
Résistance aux chocs	Résilience (J/cm^2)	$66{,}9 \pm 4{,}4$	$32{,}9 \pm 4{,}2$	≥ 25
Résistance à la corrosion	wt.% Cr	11-13	13,7	≥ 5
Impact sur la santé	wt.% Co	0	0	0
/	Limite d'élasticité[c] (MPa)	1504 ± 16	1408 ± 47	/
/	R_m[c] (MPa)	1537 ± 9	1852 ± 7	/
/	Allongement à la rupture[c] (%)	10,5	$9{,}0 \pm 1{,}4$	/

[a] PM420 imprimé avec les paramètres optimisés (jeu de paramètres F, voir Annexe D) ;
[b] Résultats des essais de résilience obtenus avec les éprouvettes de PM420 imprimées avec les paramètres utilisés dans le chapitre 1 ;
[c] Éprouvettes de traction imprimées verticalement.

Perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit proposent des éléments de réponse quant à l'imprimabilité d'aciers martensitiques par LPBF et quant à leurs propriétés mécaniques après traitement thermique. Dans cette section, des suggestions de nouvelles expérimentations, et des suggestions d'amélioration de certains protocoles, sont présentées.

Suivi et quantification de l'état de précipitation dans les aciers maraging

La précipitation d'intermétalliques par vieillissement est nécessaire pour augmenter la dureté des aciers maraging. Néanmoins, un vieillissement trop long entrainera la coalescence des précipités et une baisse de la dureté. Dans les travaux présentés dans cette thèse, l'étude de l'état de précipitation n'a pas été faite par manque de temps. Néanmoins, son suivi et sa quantification permettraient d'expliquer pour quelle raison les échantillons de CX sont plus durs après impression qu'après recuit, et pour quelle raison l'inverse s'observe avec les échantillons de L40.

L'état de précipitation pourrait être analysé à l'état brut de fusion, après recuit, et après

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

vieillissement (à différents temps de maintien) des échantillons bruts de fusion ou recuits. Des observations au MET permettraient de vérifier la présence de nanoprécipités, notamment dans le CX, comme cela a été fait dans les études de Yan et al. [69] et de Zhang et al. [152]. Une Sonde Atomique Tomographique (SAT) permettrait également de mettre en avant les précipités, ainsi que leur coalescence avec l'augmentation du temps de maintien, comme l'ont fait Jägle et al. [183] et Simm et al. [184] avec plusieurs maraging. Par ailleurs, la SAT permettrait d'avoir accès à la composition de la solution solide avant et après recuit, afin de conclure sur l'intérêt de ce traitement à maximiser le durcissement structural des maraging. Le suivi du Pouvoir ThermoElectrique (PTE) des aciers lors de leur vieillissement permettrait également de suivre la cinétique de précipitation [185].

Augmentation de la fraction d'austénite résiduelle après l'impression LPBF d'aciers martensitiques Fe-C

Dans le Chapitre 1, tous les aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables (H11, H13, PM2012, 42CD4) ont rompu lors de leur impression, alors que les martensitiques Fe-C inoxydables (X15TN, PM420) ne présentaient aucune fissure. Il a été constaté que les aciers Fe-C qui ne fissurent pas sont également ceux disposant des fractions d'austénite résiduelle les plus importantes après impression. L'austénite étant une phase plus ductile que la martensite, les aciers X15TN et PM420 n'ont probablement pas fissuré en raison des importantes fractions d'austénite résiduelle qu'ils contiennent (96% et 34% respectivement).

Pour vérifier cette hypothèse, il serait intéressant de réimprimer les aciers H11, H13, PM2012 et 42CD4, tout en contrôlant leur fraction d'austénite résiduelle. Pour cela, il est possible d'influer sur la réversion de l'austénite en utilisant différentes densités d'énergie, et d'agir sur la température de trempe en chauffant le plateau de fabrication à différentes températures. Ainsi, des échantillons contenant différentes fractions d'austénite résiduelle seraient obtenus, et une fraction seuil au-delà de laquelle les échantillons ne fissurent plus pourrait être déterminée.

Néanmoins, l'augmentation de la température du plateau de fabrication et/ou de la densité d'énergie peut réduire l'intensité des contraintes résiduelles et entrainer l'apparition d'inclusions de gaz par keyholing. Il sera donc difficile d'isoler le rôle de l'austénite résiduelle sur l'imprimabilité.

Obtention, atomisation et impression de poudres d'aciers Fe-C modèles

Une solution est de modifier le protocole expérimental présenté dans la Section 1.3. Pour rappel, celui-ci consistait en l'impression de cordons LPBF dans un gradient de concentration en carbone de manière à ce que les cordons contiennent différentes teneurs en carbone, et donc différentes fractions d'austénite résiduelle. Il s'est révélé difficile de quantifier avec exactitude la fraction de carbone dans les gradients, que ce soit expérimentalement ou numériquement. Aussi, il n'était pas simple de contrôler avec précision les positions des cordons dans les gradients. De plus, il n'était pas possible de quantifier par DRX la fraction d'austénite résiduelle dans les cordons, ces derniers étant trop petits.

Le protocole pourrait donc être amélioré. À l'aide d'un four à arc (disponible au laboratoire MATEIS), il serait possible de produire des lingots d'aciers Fe-C dont la concentration en carbone serait maitrisée. Ces lingots pourraient par la suite être atomisés en poudre dans une tour d'atomisation (également bientôt disponible à MATEIS). Celles-ci permettraient d'impri-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

mer des échantillons ayant des teneurs en carbone différentes (et donc des fractions d'austénite différentes) tout en utilisant des paramètres d'impression identiques entre les différents échantillons. Des analyses DRX permettraient de quantifier la fraction d'austénite dans les poudres ainsi que dans les échantillons imprimés. De plus, les échantillons obtenus seraient bien plus représentatifs de pièces produites par LPBF que de simples cordons LPBF.

Si le four à arc et la tour d'atomisation utilisés permettent l'obtention d'importantes quantités de poudres, des cantilevers, des éprouvettes de traction et de fatigue pourraient être imprimés. Les cantilevers permettraient de déterminer qualitativement l'impact de l'austénite résiduelle sur les contraintes résiduelles. Quant aux éprouvettes de traction et de fatigue, celles-ci permettraient d'évaluer l'influence de l'effet TRIP sur les propriétés mécaniques.

Influence des contraintes résiduelles sur la tenue en fatigue du PM420

Dans la Section 2.3.2, les essais de fatigue par flexion rotative du PM420 ont montré que la position des défauts critiques change après traitement thermique de revenu. En effet, ceux-ci se trouvent sous la surface quand les éprouvettes sont usinées et non revenues, alors qu'ils se trouvent à la surface quand elles sont usinées et revenues. L'hypothèse proposée pour justifier ce résultat est que l'usinage introduit des contraintes résiduelles de compression en surface qui s'opposent à l'amorçage des fissures, et améliorent donc la résistance à la fatigue. Ces contraintes résiduelles disparaitraient après revenu.

Il serait intéressant d'usiner de nouvelles éprouvettes en PM420 et de quantifier par DRX l'intensité des contraintes résiduelles dans différents cas :

— directement après usinage ;
— après usinage puis revenu ;
— après revenu puis usinage.

Une fois les contraintes résiduelles caractérisées, les éprouvettes pourraient être testées en fatigue. De cette manière, il serait possible de confirmer ou non le rôle des contraintes résiduelles de compression sur la tenue en fatigue des éprouvettes de PM420. S'il s'avère que des contraintes résiduelles de compression améliorent effectivement la tenue en fatigue, ces mêmes essais permettraient de déterminer s'il est plus intéressant d'usiner le PM420 avant ou après revenu, voire s'il est nécessaire d'effectuer un revenu. L'intérêt est cependant limité pour une application moule à canaux de refroidissement internes dont les surfaces ne peuvent être usinées de façon conventionnelle.

Impression de démonstrateurs industriels

Les résultats obtenus dans cette thèse ont montré que l'acier PM420 pourrait se substituer à l'acier maraging 18Ni300 pour l'impression LPBF d'empreintes de moules d'injection. Ainsi, deux empreintes en PM420 ont été imprimées. La première, de dimensions $\approx 100\times100\times53$ mm^3 (celle à gauche sur la Figure 2.57), a été imprimée en utilisant les paramètres d'impressions optimisés (Annexe D), et sans préchauffage du plateau de fabrication. Cette première empreinte a rompu lors de son impression. Une seconde empreinte a par la suite été imprimée, mais avec des dimensions plus faibles ($\approx 70\times70\times37$ mm^3) et avec un préchauffage du plateau de fabrication à 200°C.

Comme le montre la Figure 2.57, les empreintes ont été découpées par électroérosion après impression. Le but de ces découpes a été d'évaluer la dureté et la fraction d'austénite résiduelle

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

à différentes positions dans les empreintes, afin d'évaluer si elles diffèrent entre les deux moules et à différentes positions d'un même moule. Ces expérimentations n'ont pas pu été terminées par manque de temps, mais sont à envisager.

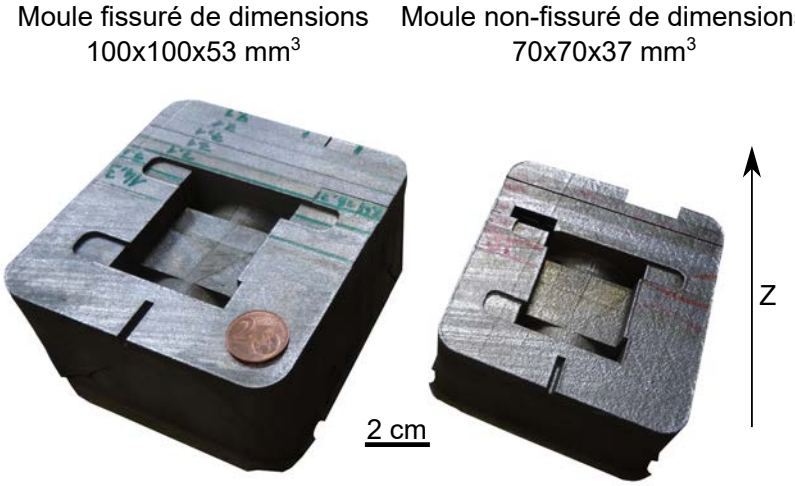


FIGURE 2.57 – Les deux démonstrateurs en PM420 : à gauche celui de dimensions ≈ 100×100×53 mm^3 ayant fissuré et à droite celui de dimensions ≈ 70×70×37 mm^3 n'ayant pas fissuré.

L'observation des fissures dans l'empreinte de dimensions ≈ 100×100×53 mm^3 révèle que celles-ci s'amorcent au niveau des canaux de refroidissement et des structures lattices, comme le montrent les Figures 2.58 et 2.59. En effet, ceux-ci génèrent des concentrations de contraintes.

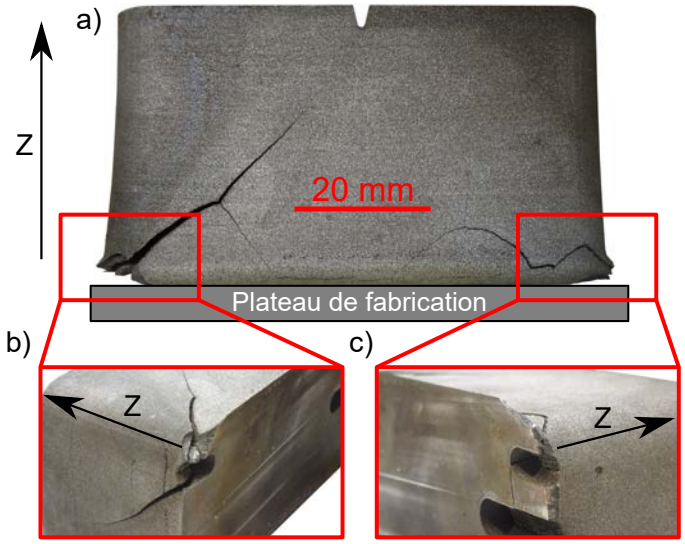


FIGURE 2.58 – Observation de fissure à la base d'une empreinte (au niveau de la liaison avec le plateau de fabrication) amorçant au niveau de canaux "*conformal cooling*".

Les fissures sont semblables à celles observées par Platl et al. [25] (voir Figure 1.33) : elles amorcent principalement à la base de l'empreinte, là où les contraintes résiduelles sont les plus intenses (voir Section 1.1.2.3). Les fissures ne propagent cependant pas vers le centre de l'empreinte, comme cela a pu être observé par Narvan et al. [23] (voir Figure 1.34), en raison de

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

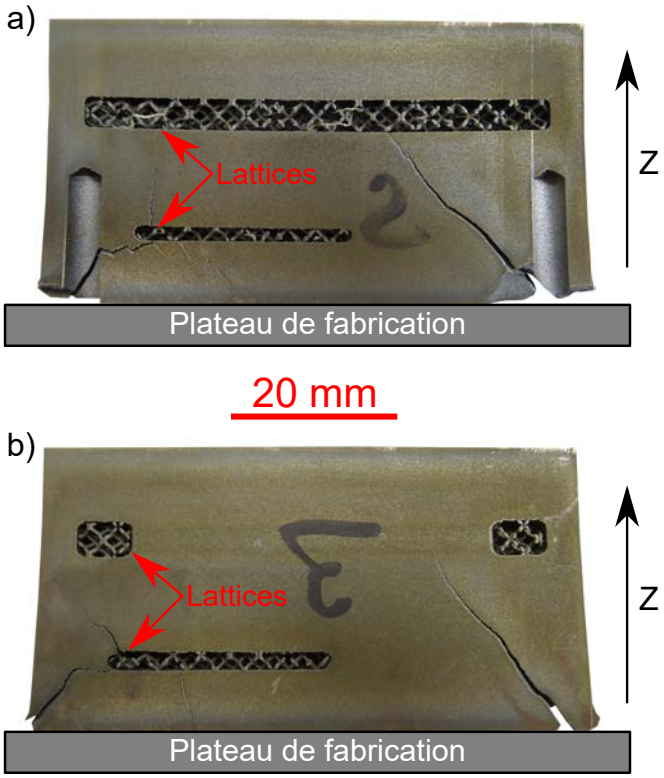


FIGURE 2.59 – Observation après découpe de l'empreinte de fissures amorçant au niveau de canaux "*conformal cooling*" et des structures lattices.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

probables contraintes résiduelles de compression (Figure 1.17) qui s'opposent à leur propagation. De plus amples analyses seraient nécessaires pour déterminer quels sont les chemins préférentiels de la propagation (interdendritique, intercordon, etc.), et pour évaluer la répartition des contraintes résiduelles dans l'empreinte.

L'impression de ces "démonstrateurs" montre qu'il est possible d'imprimer une empreinte de faibles dimensions en PM420 sans que celle-ci ne fissure. Il serait intéressant de réimprimer le moule de dimensions $\approx 100\times100\times53$ mm^3 avec un préchauffage du plateau de fabrication, afin de déterminer si la non-rupture du moule de dimensions $\approx 70\times70\times37$ mm^3 est liée au préchauffage du plateau et/ou à ses plus faibles dimensions.

Il a également été montré dans cette thèse que le maraging CX pourrait être une alternative au 18Ni300. Celui-ci étant un maraging, il est donc moins complexe à imprimer que le PM420. Il serait donc intéressant de comparer les performances en conditions industrielles d'empreintes similaires en CX et en PM420.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe A

Résultats détaillés des analyses par tomographie aux rayons X

Dans cette annexe sont présentés les résultats détaillés des analyses par tomographie aux rayons X effectuées dans le Chapitre 1.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Densité relative en fonction de la hauteur des échantillons

Les densités relatives des différents aciers en fonction de la hauteur de fabrication sont représentées sur la Figure A.1. Les résultats montrent que la hauteur de fabrication n'a aucun impact sur la densité relative des pièces et confirment que la densité relative des aciers inoxydables est plus importante que celle des aciers non-inoxydables.

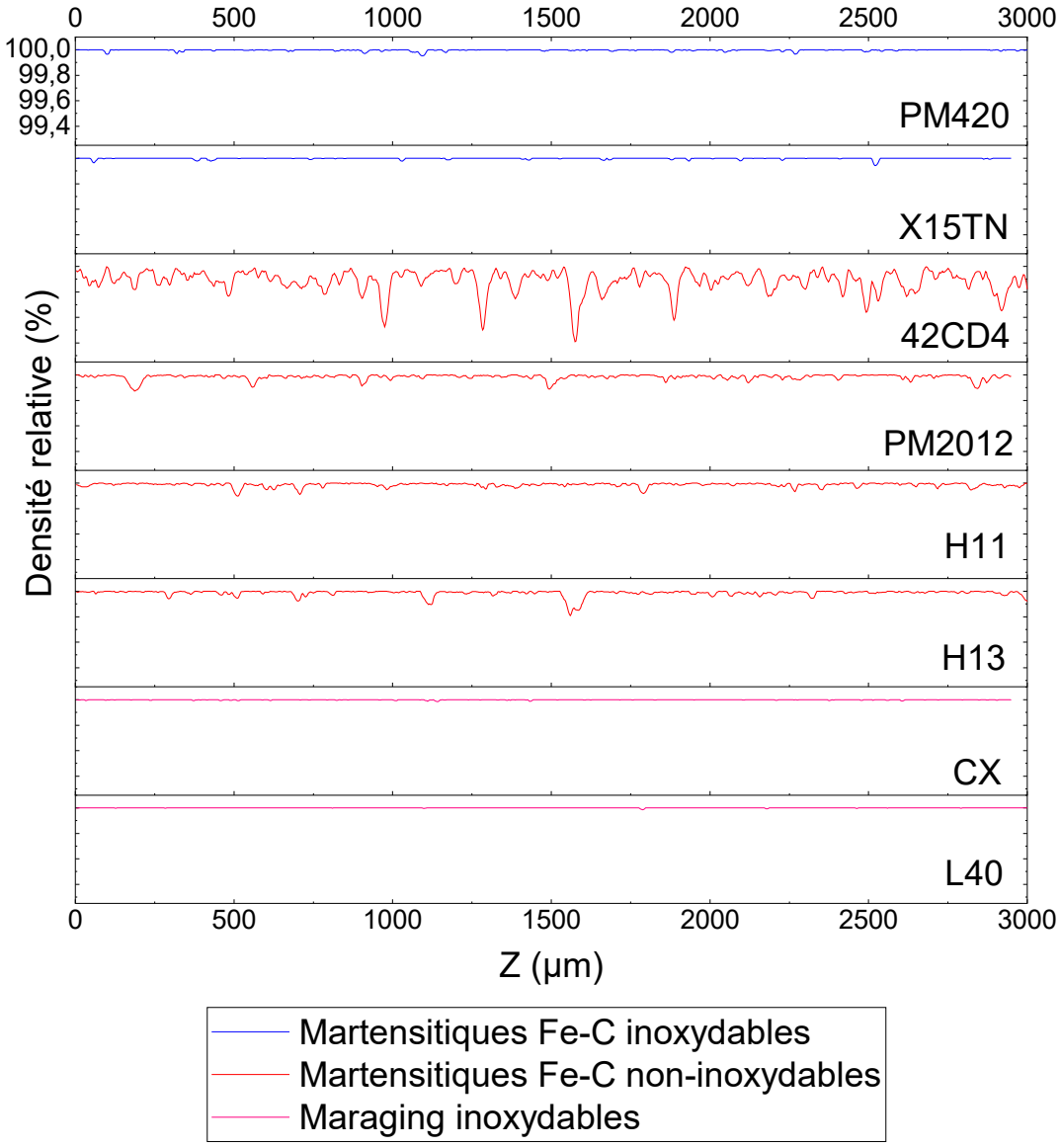


FIGURE A.1 – Densité relative des différents aciers en fonction de la hauteur de fabrication. Les ordonnées sont identiques entre les différents graphiques.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Fraction volumique des sphéricités et des diamètres équivalents des pores

Les distributions des sphéricités et des diamètres équivalents en fractions volumiques sont représentées sur les Figures A.2 et A.3 respectivement.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

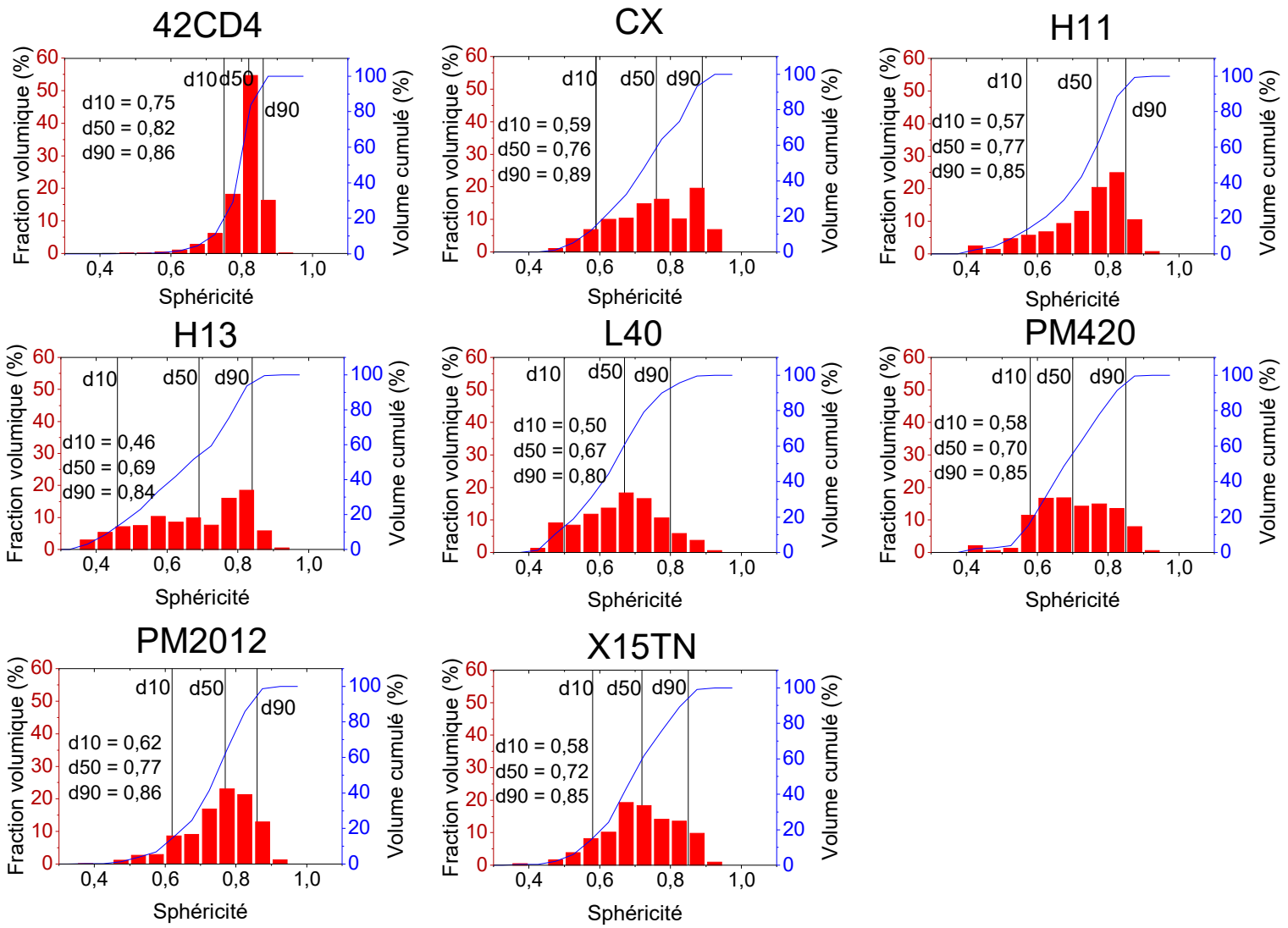


FIGURE A.2 – Distributions des sphéricités des pores en fraction volumique

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

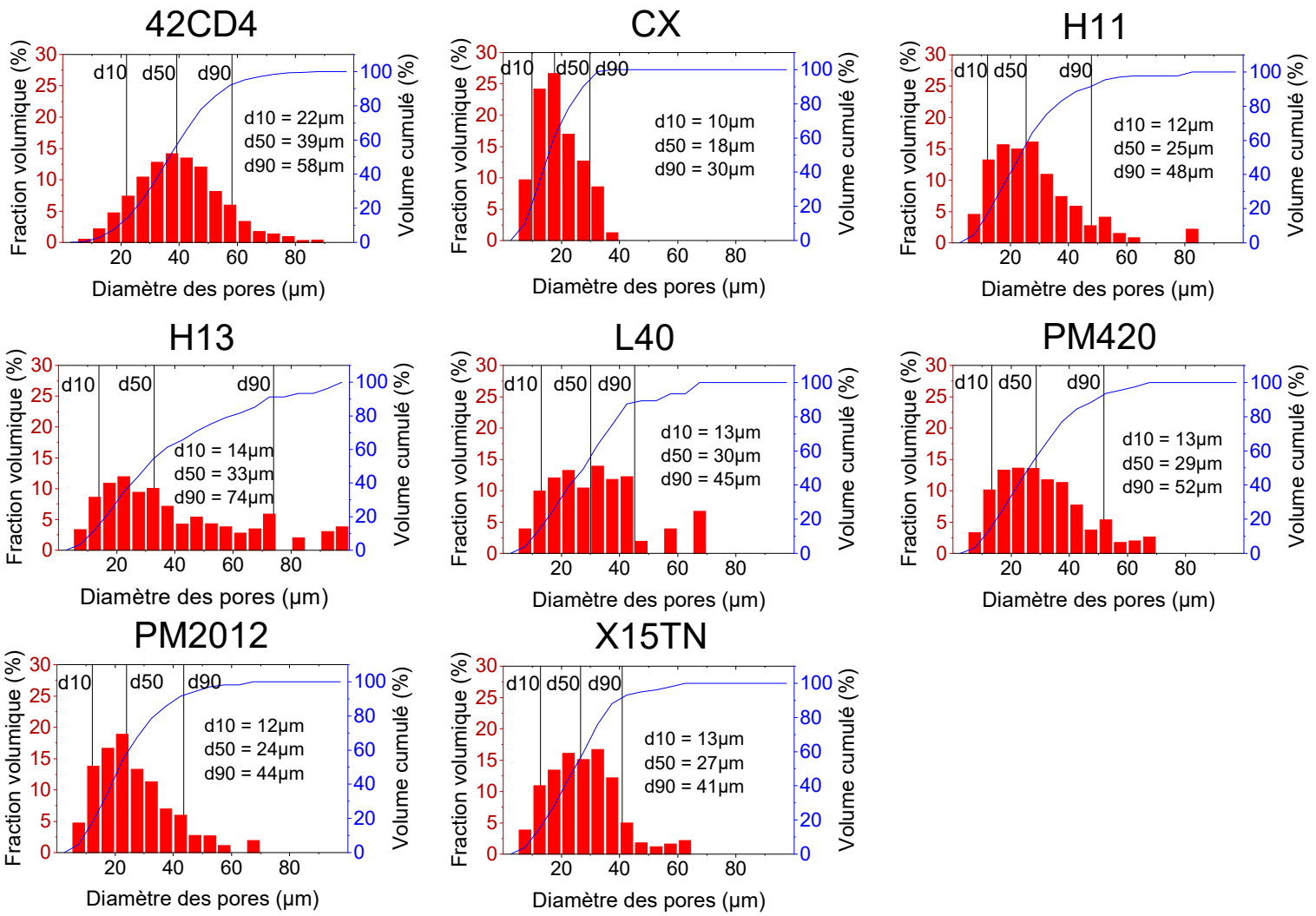


FIGURE A.3 – Distributions des diamètres équivalents des pores en fraction volumique

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe B

Observation des faciès de résilience des aciers à l'état brut de fabrication

Les faciès de rupture après essai de résilience des aciers à l'état brut de fusion sont disponibles sur la Figure B.1. Leur observation montre que les maraging, qui sont les aciers les plus résilients, sont également ceux se déformant le plus plastiquement avant de rompre. Ils sont ensuite suivis des aciers martensitiques Fe-C inoxydables et des aciers martensitiques Fe-C non-inoxydables.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

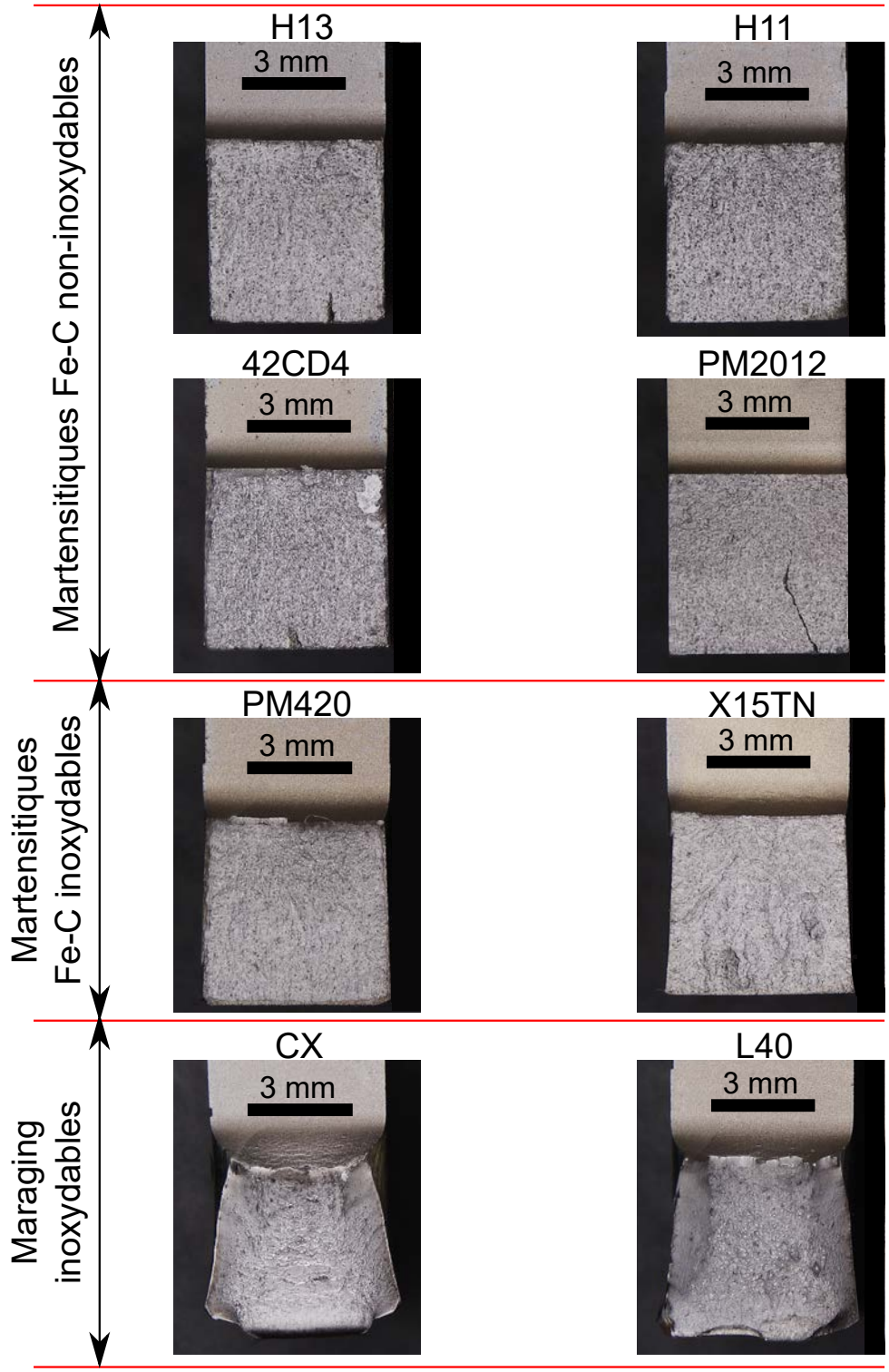


FIGURE B.1 – Observation au microscope optique (Hirox RH-2000) des différents faciès de rupture des aciers martensitiques à l'état brut de fusion

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe C

Obtention de gradients de concentration en carbone par diffusion au SPS

Avant la réalisation du gradient de concentration en carbone présenté dans la Section 1.3, plusieurs autres gradients avaient été réalisés pour déterminer si la procédure expérimentale fonctionne. Ces gradients sont présentés dans cette annexe.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Diffusion pendant 30 min à 950°C dans 2 mm de fer pur

Lors du premier essai, la diffusion a été effectuée dans 2 mm de fer pur (superposition de deux plaques de 1 mm). Le profil de température obtenu avec le thermocouple du SPS est donné sur la Figure C.1. Le gradient de concentration obtenu est représenté sur la Figure C.2 et la quantification du taux de carbone est représentée sur la Figure C.3.

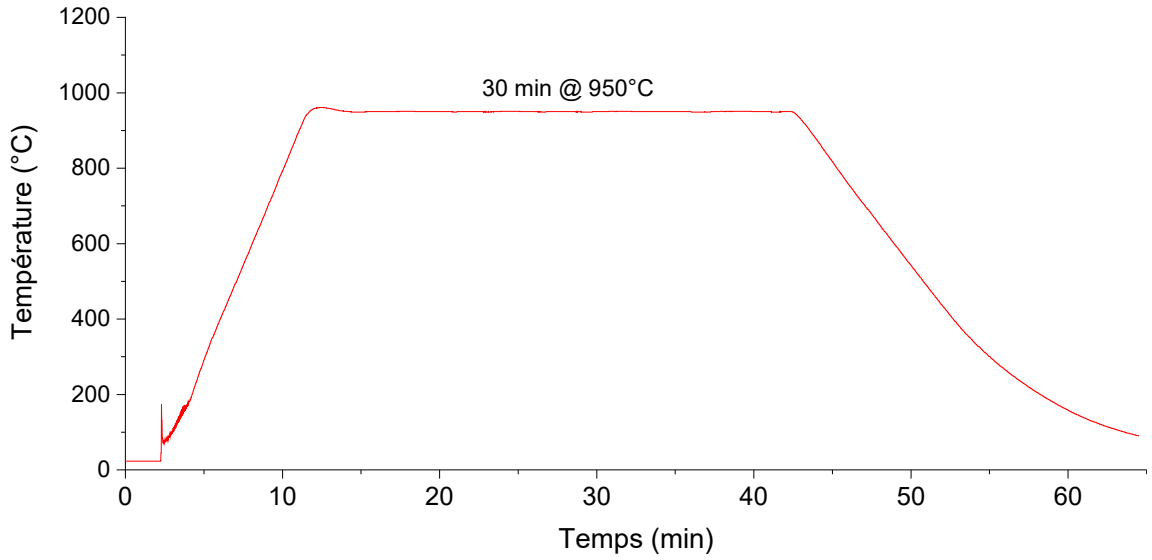


FIGURE C.1 – Variation de température

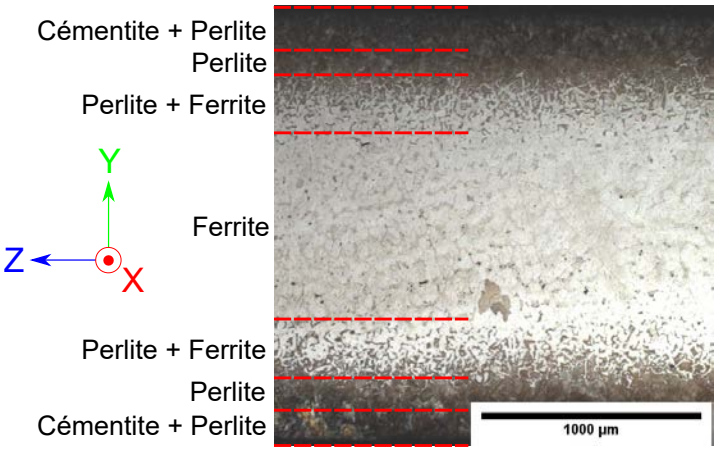


FIGURE C.2 – Gradient de concentration obtenu après diffusion à 950°C pendant 30 min dans 2 mm de fer pur révélé par une attaque chimique au Nital 2%

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

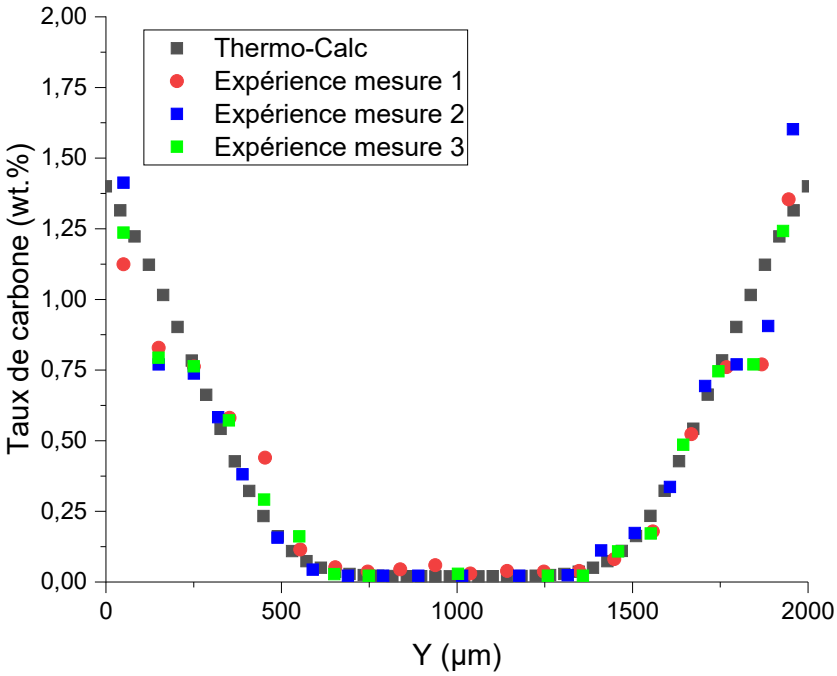


FIGURE C.3 – Taux de carbone en fonction de la profondeur de diffusion

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Diffusion pendant 10 min à 1050°C dans 3 mm de fer pur

Lors du deuxième essai, la diffusion a été effectuée dans 3 mm de fer pur (superposition de trois plaques de 1 mm). Le profil de température théorique est donné sur la Figure C.4. Le gradient de concentration obtenu est représenté sur la Figure C.5 et la quantification du taux de carbone est représentée sur la Figure C.6.

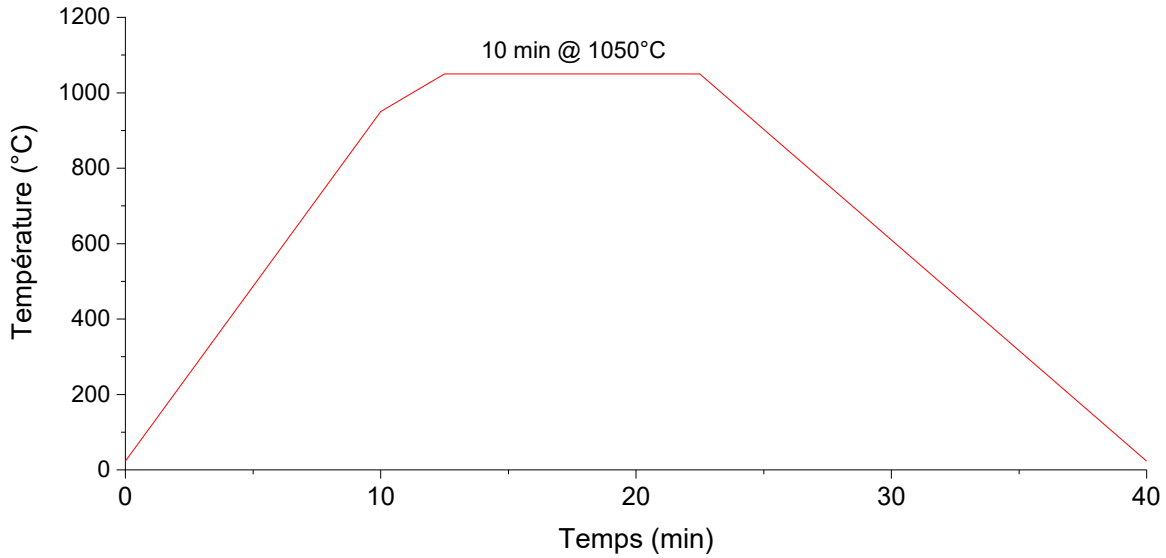


FIGURE C.4 – Variation de température

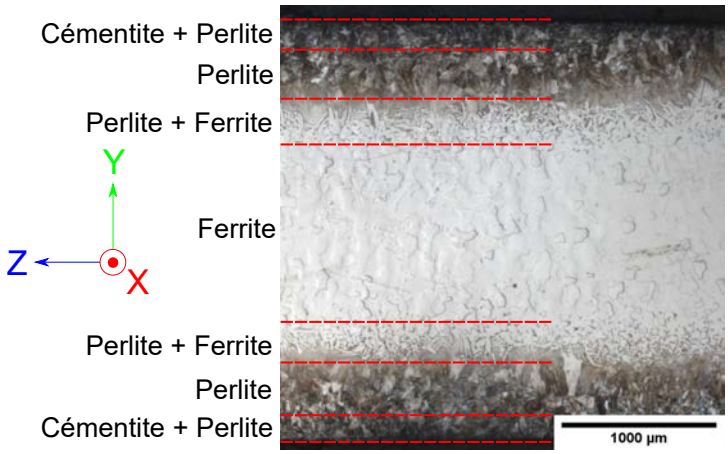


FIGURE C.5 – Gradient de concentration obtenu après diffusion à 1050°C pendant 10 min dans 3 mm de fer pur révélé par une attaque chimique au Nital 2%

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

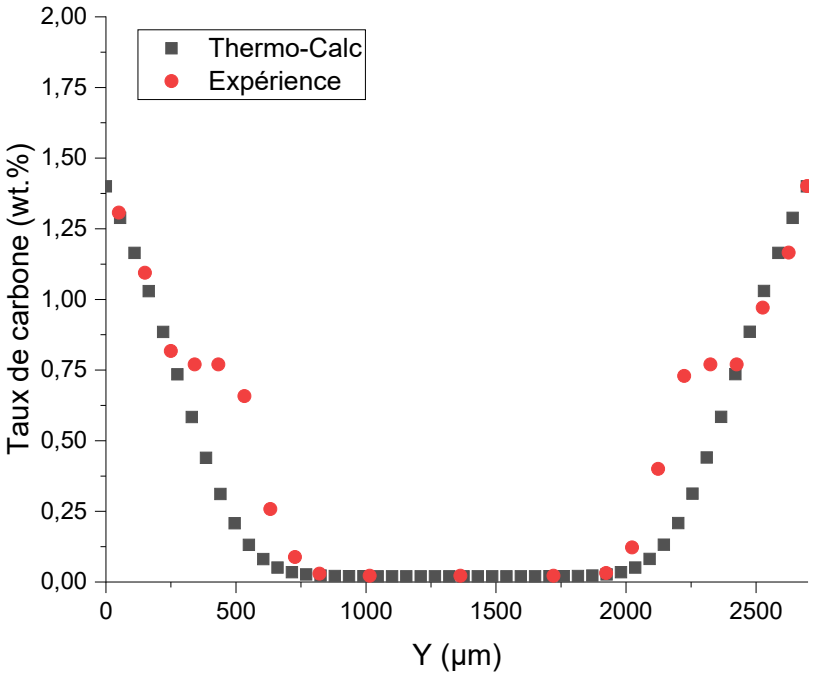


FIGURE C.6 – Taux de carbone en fonction de la profondeur de diffusion

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Diffusion pendant 10 min à 1100°C dans 2 mm de fer pur

Lors du troisième essai, la diffusion a été effectuée dans 3 mm de fer pur (superposition de trois plaques de 1 mm). Le profil de température obtenu avec le thermocouple du SPS est donné sur la Figure C.7. Le gradient de concentration obtenu est représenté sur la Figure C.8 et la quantification du taux de carbone est représentée sur la Figure C.9. Les résultats montrent que si les deux gradients se rejoignent, les résultats des quantifications DICTRA et expérimentaux diffèrent. De la ferrite de Widmanstätten semble se former à l'interface entre les deux gradients de concentration (Figure C.8).

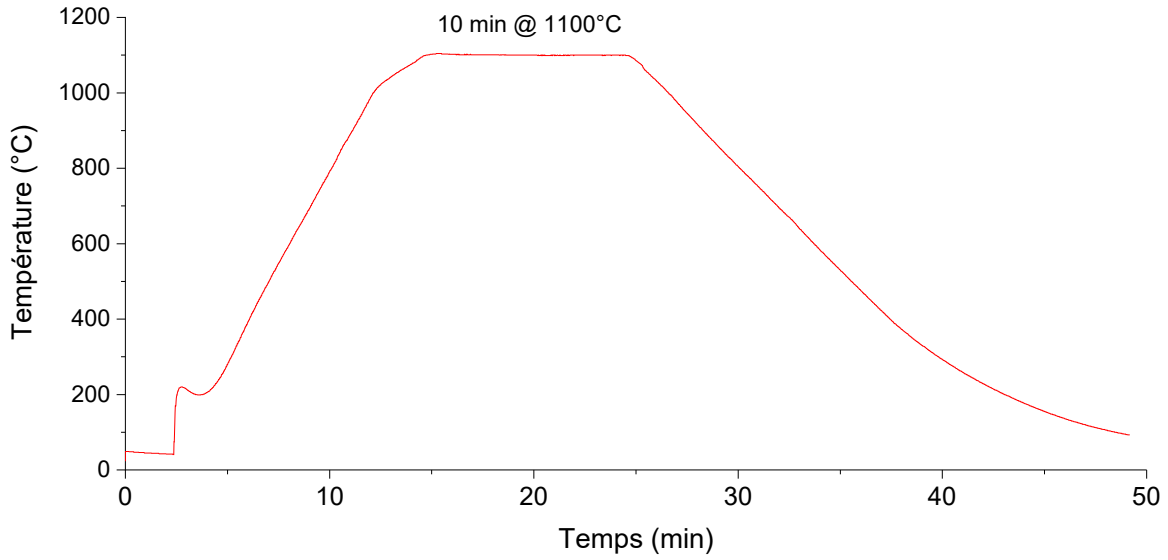


FIGURE C.7 – Variation de température

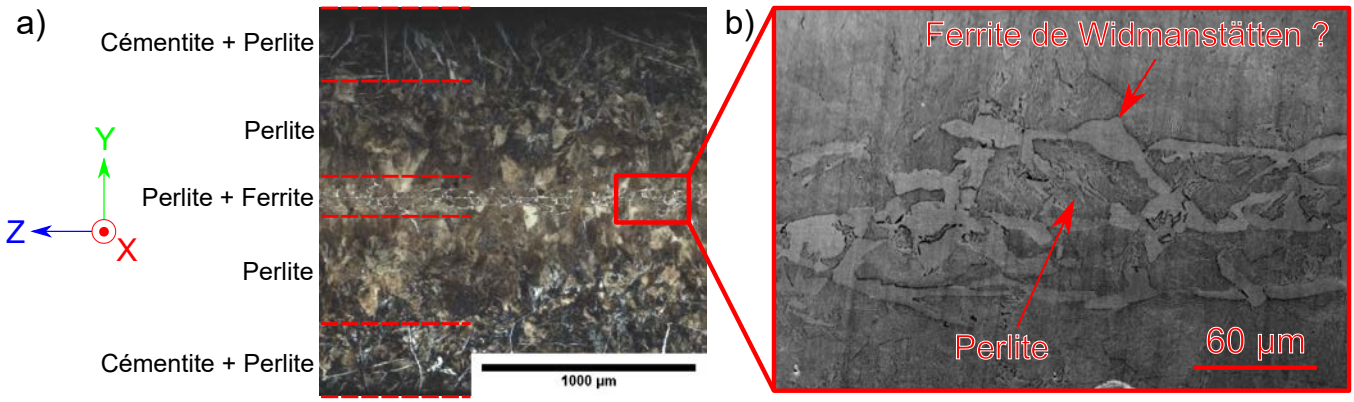


FIGURE C.8 – Gradient de concentration obtenu après diffusion à 1100°C pendant 10 min dans 2 mm de fer pur révélé par une attaque chimique au Nital 2% : a) Observation au microscope optique et b) Observation au microscope électronique à balayage.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

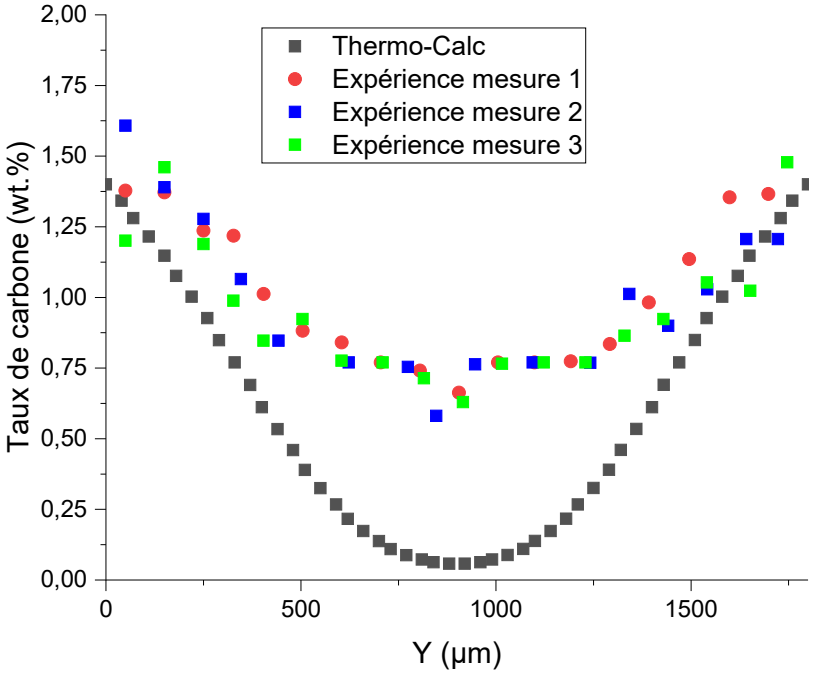


FIGURE C.9 – Taux de carbone en fonction de la profondeur de diffusion

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe D

Optimisation des paramètres d'impression pour le PM420

Les résultats obtenus dans ce manuscrit montrent que l'acier PM420 pourrait être une alternative au maraging 18Ni300 pour l'impression LPBF d'empreintes de moule d'injection. Avant l'impression des éprouvettes de traction, de fatigue et des démonstrateurs, l'influence de la densité d'énergie sur l'imprimabilité de l'acier a été étudiée afin de déterminer un jeu de paramètres d'impression optimal. Afin d'y parvenir, les propriétés mécaniques statiques (dureté Rockwell HRC, résilience Charpy), les fractions d'austénite résiduelle (DRX), l'intensité des contraintes résiduelles (cantilevers), ainsi que les défauts internes (tomographie X) ont été caractérisés à partir de 7 ensembles d'échantillons imprimés avec autant de densités d'énergie différentes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Pour des raisons de confidentialité, les densités d'énergie utilisées ne peuvent être communiquées. Ces dernières seront désignées par des lettres allant de A à G. La densité d'énergie correspondant à la lettre A est la plus faible alors que la densité G est la plus importante. La vitesse de balayage est le seul paramètre qui change entre les différentes densités d'énergie : l'augmentation de celle-ci entraine une baisse de la densité d'énergie et inversement (voir Équation 1). L'impression a été effectuée sous argon avec une machine EOS INT M290.

Poudre utilisée et impression des échantillons

Les poudres de PM420 sont les mêmes que celles utilisées précédemment. Pour chaque jeu de paramètres, les échantillons suivants ont été imprimés :

- 2 cylindres de diamètre 3 mm pour effectuer les tomographies aux rayons X. Ces cylindres sont identiques à ceux utilisés dans le Chapitre 1 ;
- 2 cubes de côté 20 mm pour mesurer les duretés et effectuer les analyses DRX . Ils sont de taille plus importante que les échantillons imprimés précédemment pour faciliter leur prise en main lors du polissage ;
- 1 cantilever pour évaluer les contraintes résiduelles, dont la géométrie est identique à celle de Buchbinder et al. [78] ;
- 3 éprouvettes de résilience de dimensions 57×12×7 mm.

La répartition des échantillons sur le plateau de fabrication est illustrée sur la Figure D.1.

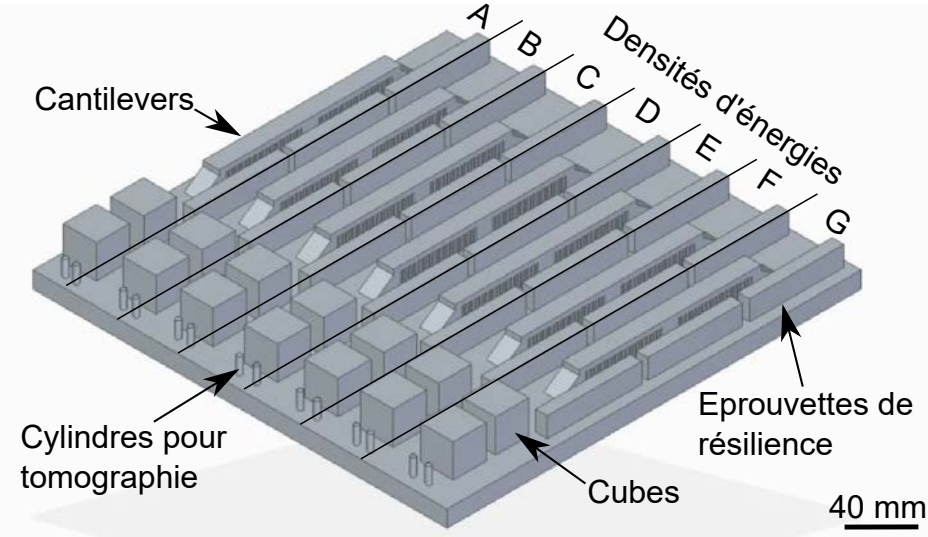


FIGURE D.1 – Illustration du plateau de fabrication avec les différents échantillons

Caractérisation des densités relatives et des défauts internes par tomographie aux rayons X

Les caractérisations par tomographie aux rayons X ont été réalisées en suivant la même méthodologie que précédemment (Section 1.1.3). La densité relative en fonction de la densité d'énergie est représentée sur la Figure D.2. Les résultats montrent que la densité relative augmente

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

quand la densité d'énergie augmente. Les densités relatives sont toutes très bonnes ($> 99{,}97\%$) à l'exception des échantillons imprimés avec la densité d'énergie A (la plus faible). La tendance observée est similaire à celles représentées sur les Figures 1.21 et 1.23. Il a été vu précédemment (Section 1.1.3) qu'une densité d'énergie trop faible génère des manques de fusion, alors qu'une densité d'énergie trop importante provoque la formation d'inclusions de gaz par keyhole. On peut supposer que la forte augmentation de la densité relative entre les densités d'énergie A et B est liée à une forte réduction des manques de fusion. Pour appuyer cette hypothèse, l'analyse de la sphéricité des pores en fonction de la densité d'énergie montre que la sphéricité augmente quand la densité d'énergie augmente (Figure D.3). Par contre, celle-ci n'influe pas sur le diamètre des pores (Figure D.4). Les résultats détaillés, en fraction volumique, sont disponibles sur les Figures D.5 et D.6.

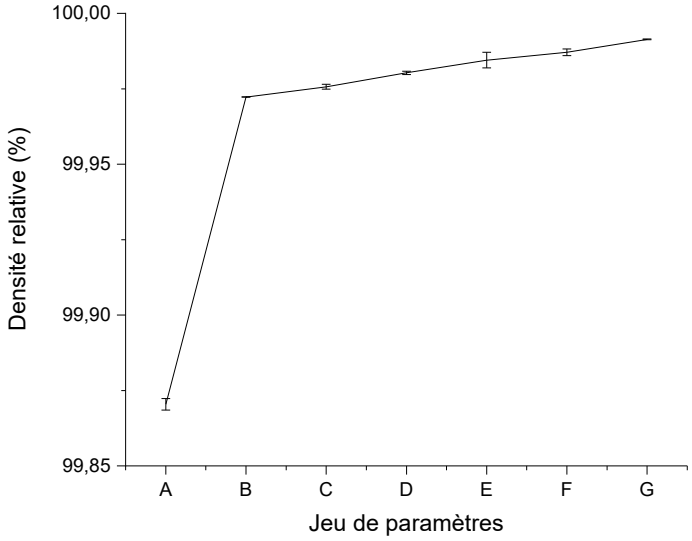


FIGURE D.2 – Densité relative des cylindres en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

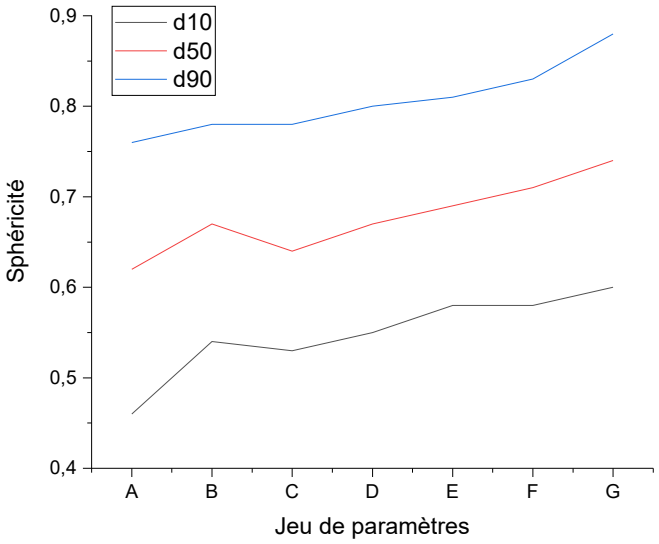


FIGURE D.3 – Sphéricités des pores en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

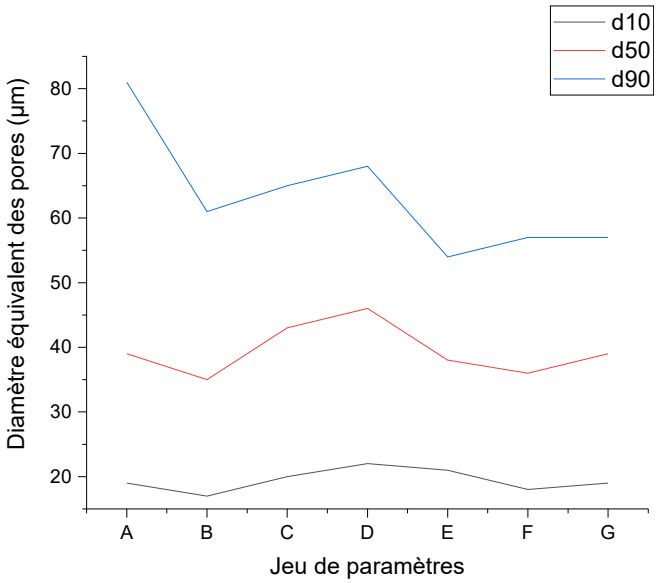


FIGURE D.4 – Diamètres équivalents des pores en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

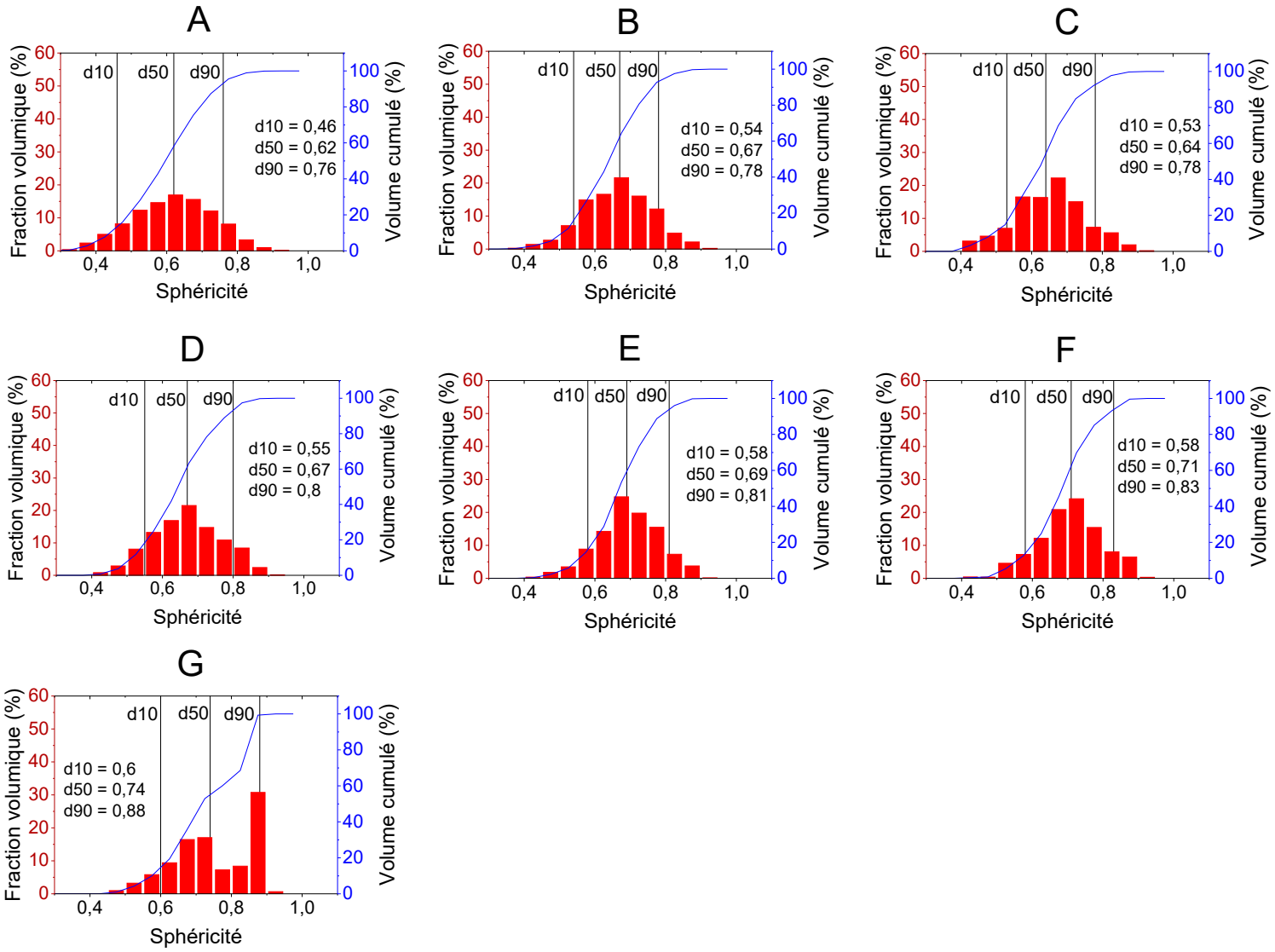


FIGURE D.5 – Sphéricités des pores en fraction volumique dans les échantillons de PM420 (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite et de bas en haut).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

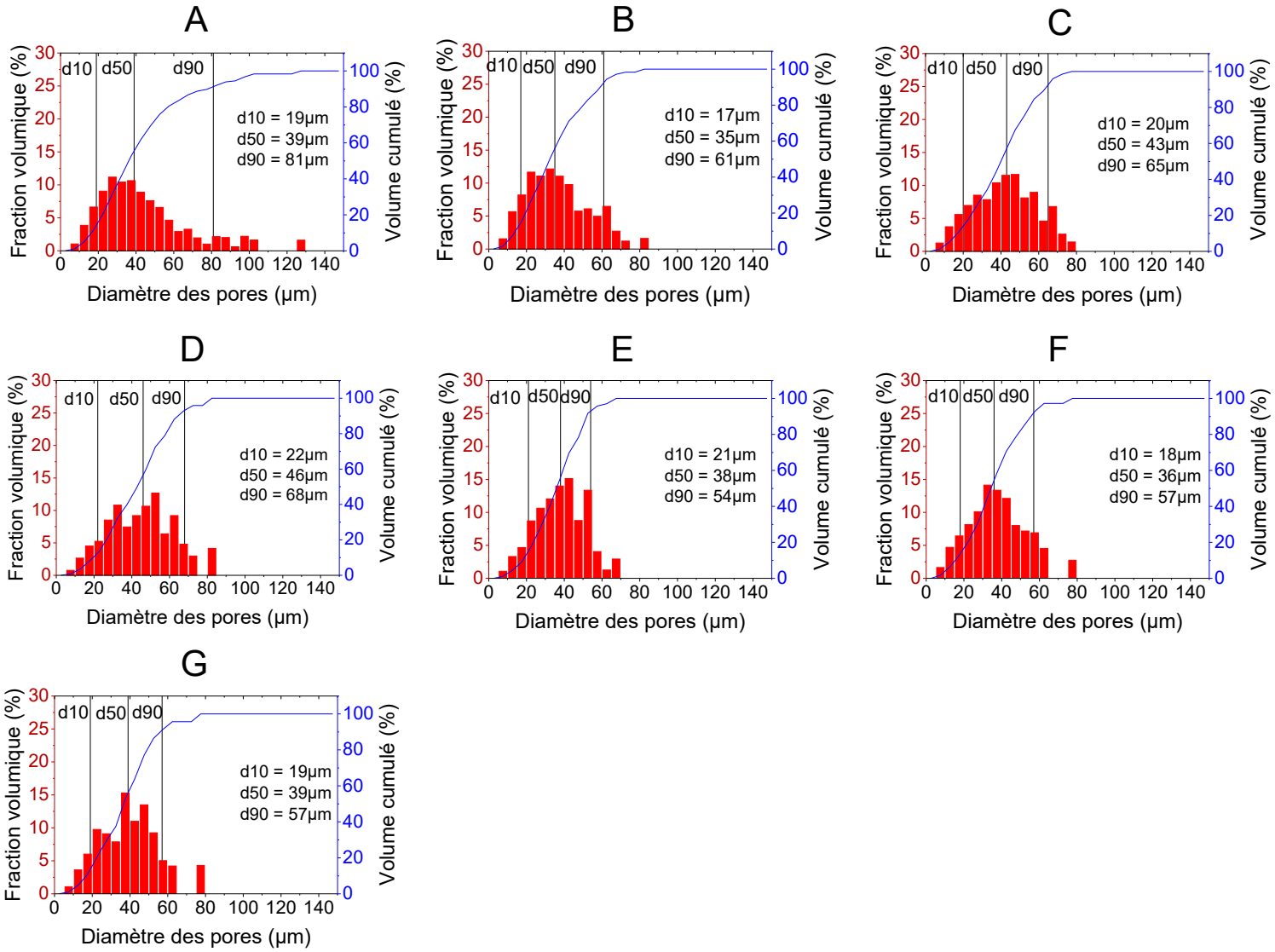


FIGURE D.6 – Diamètres équivalents des pores en fraction volumique dans les échantillons de PM420 (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite et de bas en haut).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Contraintes résiduelles - Impression de cantilevers

L'intensité des contraintes résiduelles a été évaluée qualitativement à l'aide de cantilevers. Pour chaque densité d'énergie, un cantilever a été imprimé. Le plan des cantilevers est illustré sur la Figure D.7 et est issu de Buchbinder et al. [78]. Il est possible de comparer qualitativement l'intensité des contraintes résiduelles en mesurant la flèche des éprouvettes de résilience après leur désolidarisation du plateau de fabrication. Dans notre cas, deux mesures ont été effectuées par cantilevers : une sur sa partie supérieure et l'autre sur sa partie inférieure. Ces mesures ont été réalisées par le CT-IPC avec un bras FARO-EDGE muni d'un scanneur de précision ($\pm$ 25 μm). Plus la flèche est importante et plus l'intensité des contraintes l'est également [78][87].

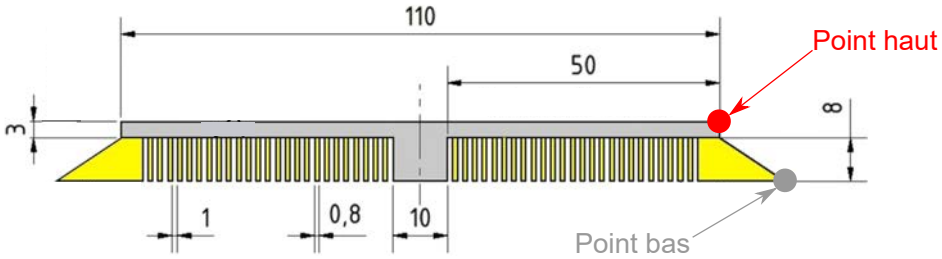


FIGURE D.7 – Plan des cantilevers d'après Buchbinder et al. [78]

Les résultats sont représentés sur la Figure D.8. L'intensité des contraintes résiduelles diminue avec l'augmentation de la densité d'énergie. On peut supposer que l'augmentation de la densité d'énergie par la réduction de la vitesse de balayage ait provoqué une réduction du gradient de température et donc une baisse des contraintes résiduelles, comme cela a été montré par Vrancken [81], Salem et al. [82] et Manvatkar et al. [83].

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

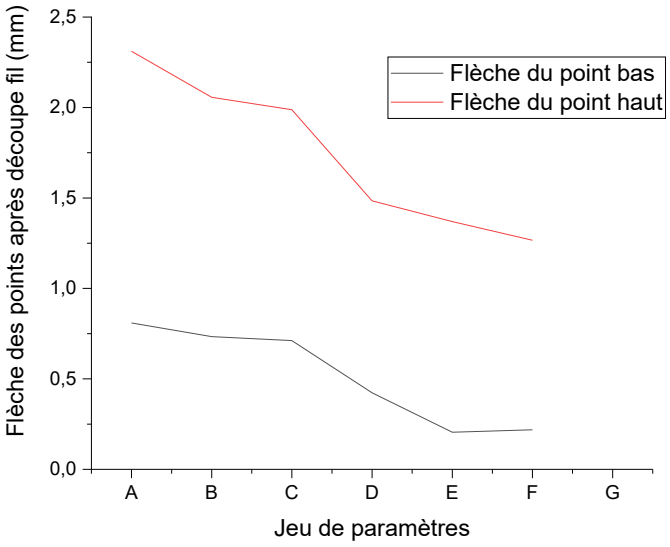


FIGURE D.8 – Flèche (élévation des cantilevers) en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

Quantification de la fraction d'austénite résiduelle par diffraction des rayons X

Les diffractogrammes en θ obtenus par DRX sont disponibles sur la Figure D.9, et la fraction d'austénite résiduelle en fonction de la densité d'énergie est représentée sur la Figure D.10. Une augmentation de la fraction d'austénite est observable quand la densité d'énergie augmente. Ce phénomène est vraisemblablement lié à une réversion plus importante de l'austénite. En effet, il est possible que l'augmentation de la densité d'énergie ait pour conséquence un revenu plus important des couches. Comme vu précédemment (Section 1.1.1.2), Krakhmalev et al. [55] ont observé une réversion de l'austénite lors de l'impression LPBF de l'acier AISI 420 en raison d'un revenu des couches inférieures lors de la fusion des couches supérieures.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

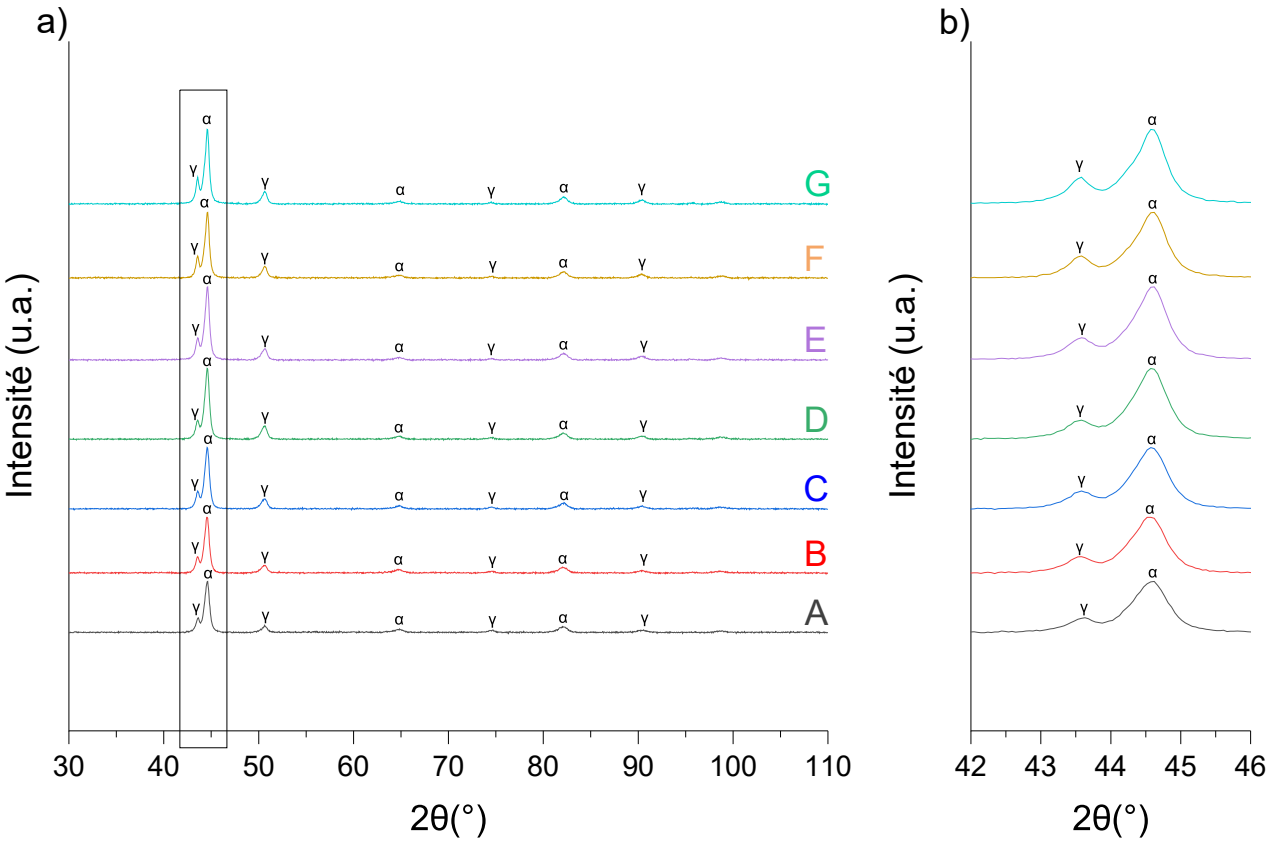


FIGURE D.9 – Diffractogrammes en θ des échantillons de PM420 bruts d'impression obtenus avec différentes densités d'énergie (densité d'énergie croissante du bas vers le haut). Remarque : Les spectres ne sont pas normalisés, il n'est donc pas possible de comparer la hauteur des pics de diffraction entre les différents spectres et d'en déduire les fractions de chaque phase. Le lecteur trouvera les résultats des quantifications, obtenus en utilisant la méthode Rietveld, sur la Figure D.10.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

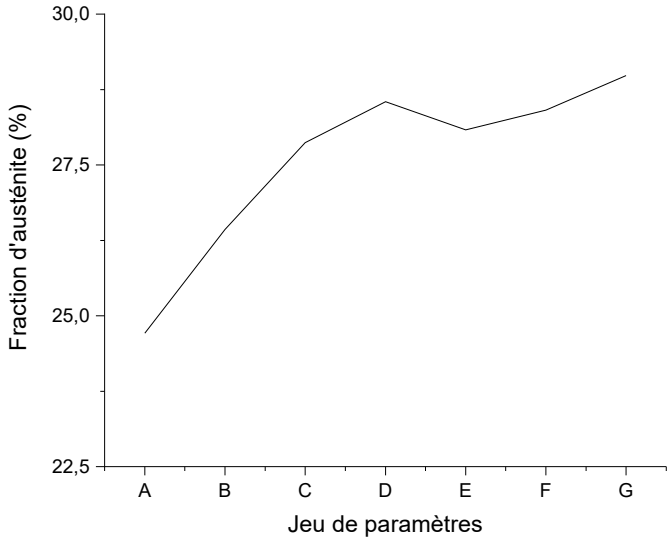


FIGURE D.10 – Fraction d'austénite résiduelle en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite). Celles-ci ont été déterminées à partir des diffractogrammes en θ présentés sur la Figure D.9.

Dureté et résilience

Les mesures de dureté HRC ont été effectuées à l'INSA en suivant la même méthodologie que précédemment (Section 1.2.5). Quant aux essais de résilience, ceux-ci ont été réalisés par l'entreprise Aubert & Duval. Les éprouvettes étaient de section 10×7 mm^2 et ne disposaient pas d'encoche. Aubert & Duval ont traité thermiquement les éprouvettes de résilience à 250°C pendant 2h avant les essais. Les résiliences et duretés en fonction de la densité d'énergie sont représentées sur les Figures D.11 et D.12.

La Figure D.11 montre que la résilience croît quand la densité d'énergie augmente, à l'exception de celle obtenue avec le jeu de paramètres G. Cette amélioration de la résilience est probablement liée à l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle dans les éprouvettes quand la densité d'énergie utilisée pour les imprimer croît. En effet, Zhang et al. [186] ont montré que l'augmentation de la fraction d'austénite résiduelle peut améliorer la résilience car la transformation de l'austénite en martensite fraiche (c.-à-d. l'effet TRIP) dissipe de l'énergie lors de l'essai. Cependant la formation de martensite fraiche peut réduire l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure est donc abaisser la résilience. L'effet TRIP a un effet bénéfique sur la résilience uniquement quand l'énergie dissipée par la transformation de l'austénite en martensite est plus importante que la réduction de l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure [187]. Wu et al. [188], Gao et al. [189] et Chen et al. [190] ont également constaté une amélioration de la résilience quand la fraction d'austénite augmente.

Bien que la fraction d'austénite résiduelle dans les éprouvettes de résilience ne soit pas connue (car celles-ci ont été traitées thermiquement avant les essais) on peut supposer qu'elle est identique à celles mesurées précédemment (Figure D.10). En effet, il a été montré précédemment que des revenus de températures inférieures à 500°C n'entrainent aucune décomposition de l'austé-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

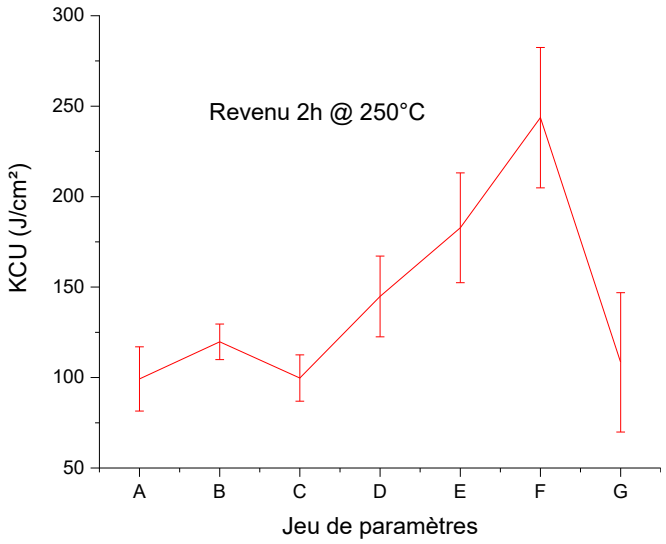


FIGURE D.11 – Résilience en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

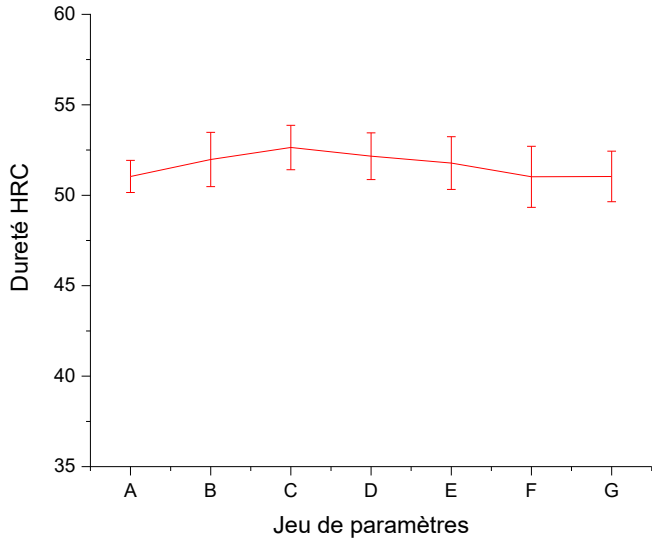


FIGURE D.12 – Dureté en fonction de la densité d'énergie (densité d'énergie croissante de la gauche vers la droite).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

nite résiduelle (Section 2.2.2.1).

Concernant la résilience des échantillons imprimés avec le jeu de paramètres G (c.-à-d. la plus forte densité d'énergie), des observations au microscope électronique à balayage des faciès ont été réalisées par Aubert & Duval, et révèlent la présence de pores non sphériques dont les dimensions sont supérieures à plusieurs centaines de microns. La Figure D.13 représente un de ces pores. Des poudres non fusionnées sont présentes à l'intérieur suggérant que ces pores sont des manques de fusion. De tels pores n'ont pas été détectés dans les cylindres scannés aux rayons X. Leur présence dans les éprouvettes de résilience n'est pas connue.

Quant à la dureté, celle-ci n'évolue pas en fonction de la densité d'énergie (Figure D.12).

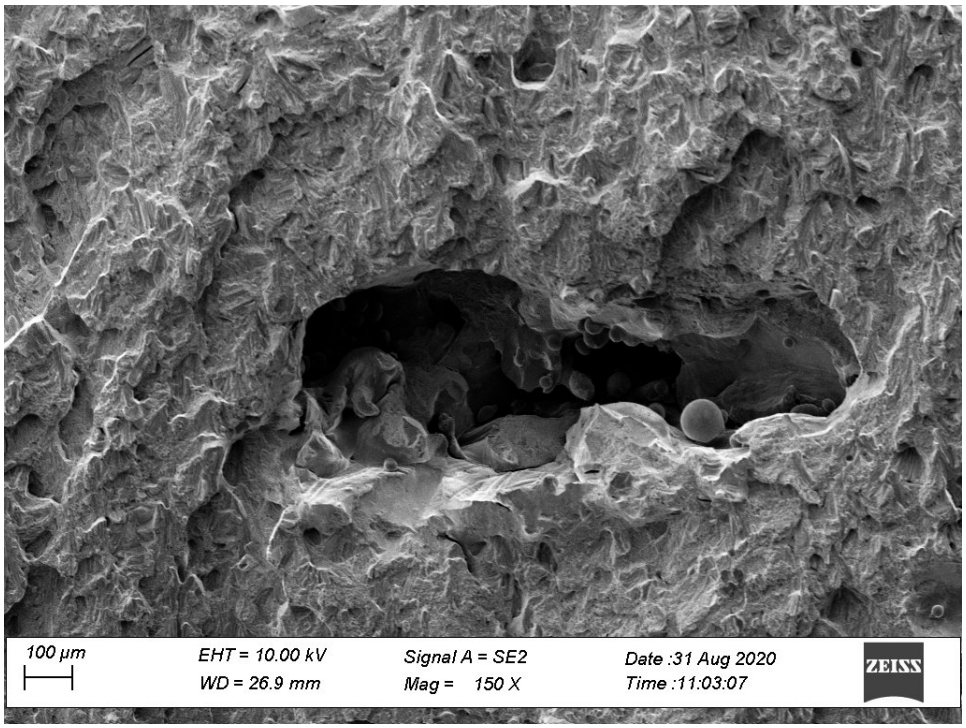


FIGURE D.13 – Pore observé sur un faciès de rupture d'une des éprouvettes de résilience imprimée avec la densité d'énergie G (image transmise par Aubert & Duval)

Conclusion

Le jeu de paramètres F a été choisi pour l'impression des éprouvettes de traction, de fatigue et des démonstrateurs. C'est en effet avec celui-ci que le compromis dureté/résilience est le plus intéressant (52 HRC / 244 J/cm^2), tout en assurant une très bonne densité relative des pièces.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexe E

Résultats des essais staircase et observation des défauts critiques

Dans cette annexe sont donnés les résultats détaillés des essais staircase, et sont représentés les faciès de rupture en fatigue ainsi que les défauts critiques ayant entrainé la rupture.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Résultats des essais staircase

Dans cette section, les résultats obtenus avec la méthode staircase sont donnés. Dans les tableaux suivants, les valeurs entre parenthèses représentent le nombre de cycles atteint avant la rupture, les "0" désignent les éprouvettes qui ont rompu et les "X" celles qui ont atteint le million de cycles.

Staircase du CX brut de fusion

Tableau E.1 – Résultats des essais staircase du CX brut de fusion (σ_e=851 ± 17 MPa ; R_a=0,52 ± 0,05 μm ; R_t=7,55 ± 1,32 μm).

	Numéro de l'éprouvette									
σ_{max} [MPa]	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
553			0 (87100 cycles)				0 (207300 cycles)			
489		X		0 (243900 cycles)		X		0 (495000 cycles)		X
425	X				X				X	

Staircase du CX vieilli à 530°C pendant 12min

Tableau E.2 – Résultats des essais staircase du CX vieilli à 530°C pendant 12min (σ_e = 1504 ± 16 MPa ; R_a = 0,52 ± 0,05 μm ; R_t = 7,55 ± 1,32 μm).

	Numéro de l'éprouvette									
σ_{max} [MPa]	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
752	0 (300500 cycles)		0 (224000 cycles)		0 (173000 cycles)		0 (126500 cycles)			
639		X		X		X		0 (38800 cycles)		0 (116300 cycles)
526									X	

Staircase du PM420 brut de fusion

Tableau E.3 – Résultats des essais staircase du PM420 brut de fusion (σ_e = 1269 ± 90 MPa ; R_a = 0,77 ± 0,04 μm ; R_t = 6,81 ± 0,70 μm).

	Numéro de l'éprouvette								
σ_{max} [MPa]	1	2	3	4	5	6	7	8	9
824					0 (519100 cycles)		0 (374000 cycles)		0 (394600cycles)
729		0 (527900 cycles)		X		X		X	
634	X		X						

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Staircase du PM420 revenu à 540°C pendant 2h

Tableau E.4 – Résultats des essais staircase du PM420 revenu à 540°C pendant 2h (σ_e = 1407 ± 47 MPa ; R_a = 0,77 ± 0,04 μm ; R_t = 6,81 ± 0,70 μm).

	Numéro de l'éprouvette								
σ_{max} [MPa]	1	2	3	4	5	6	7	8	9
704	0 (64500 cycles)								0 (47500 cycles)
598		0 (104600 cycles)		0 (59300 cycles)		0 (80700 cycles)		X	
493			X		X		X		

Staircase du PM420 brut de fusion et non usiné

Tableau E.5 – Résultats des essais staircase du PM420 brut de fusion et non usiné (σ_e = 1269 ± 90 MPa ; R_a = 13,6 ± 0,49 μm ; R_t = 113,05 ± 27,30 μm).

	Numéro de l'éprouvette						
σ_{max} [MPa]	1	2	3	4	5	6	7
634	0 (55300 cycles)						
539		0 (98400 cycles)					
444			0 (216200 cycles)		0 (419200 cycles)		0 (249700 cycles)
349				X		X	

Observation des défauts critiques

Dans cette section est représenté l'ensemble des faciès de rupture ainsi que les défauts critiques ayant engendré l'amorçage de la fissure.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

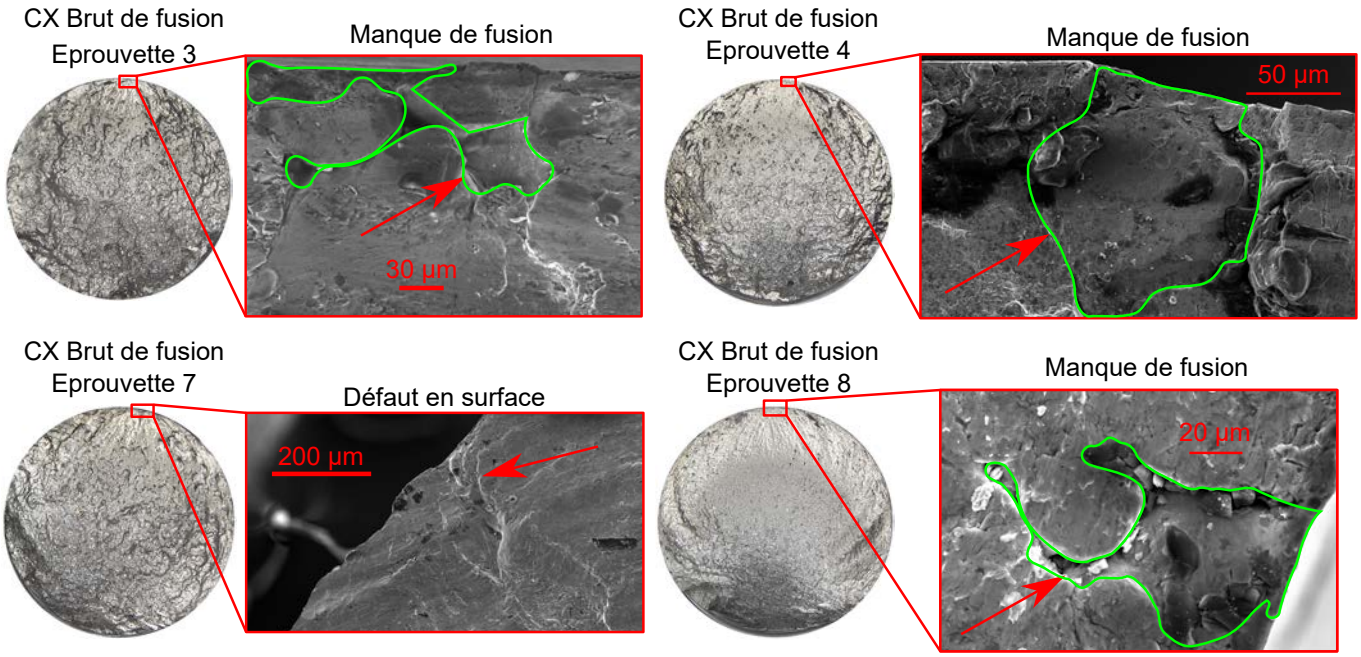


FIGURE E.1 – Faciès de rupture et défauts critiques observés sur les éprouvettes de CX brutes de fusion

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

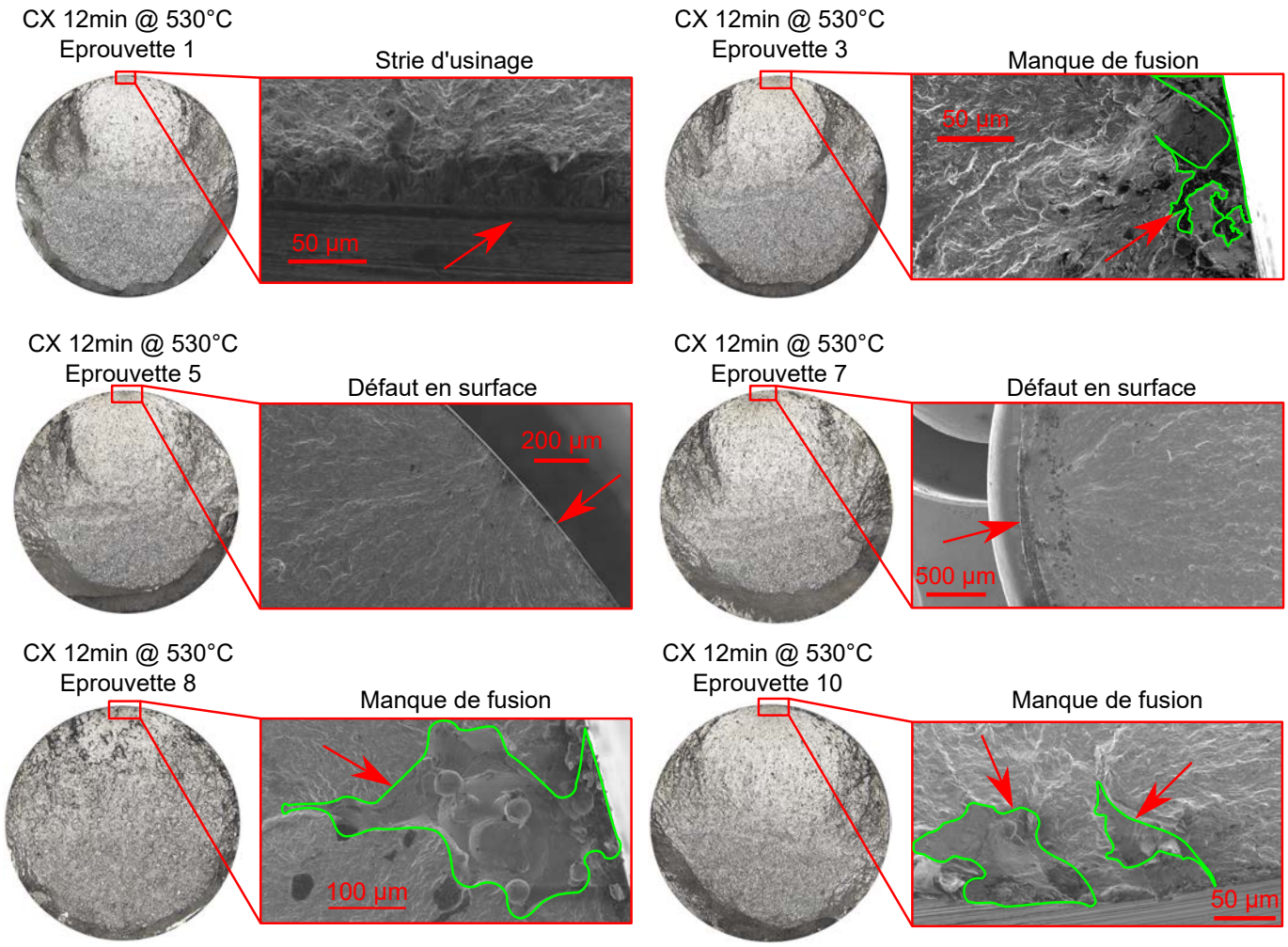


FIGURE E.2 – Faciès de rupture et défauts critiques observés sur les éprouvettes de CX vieillies à 530°C pendant 12 min

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

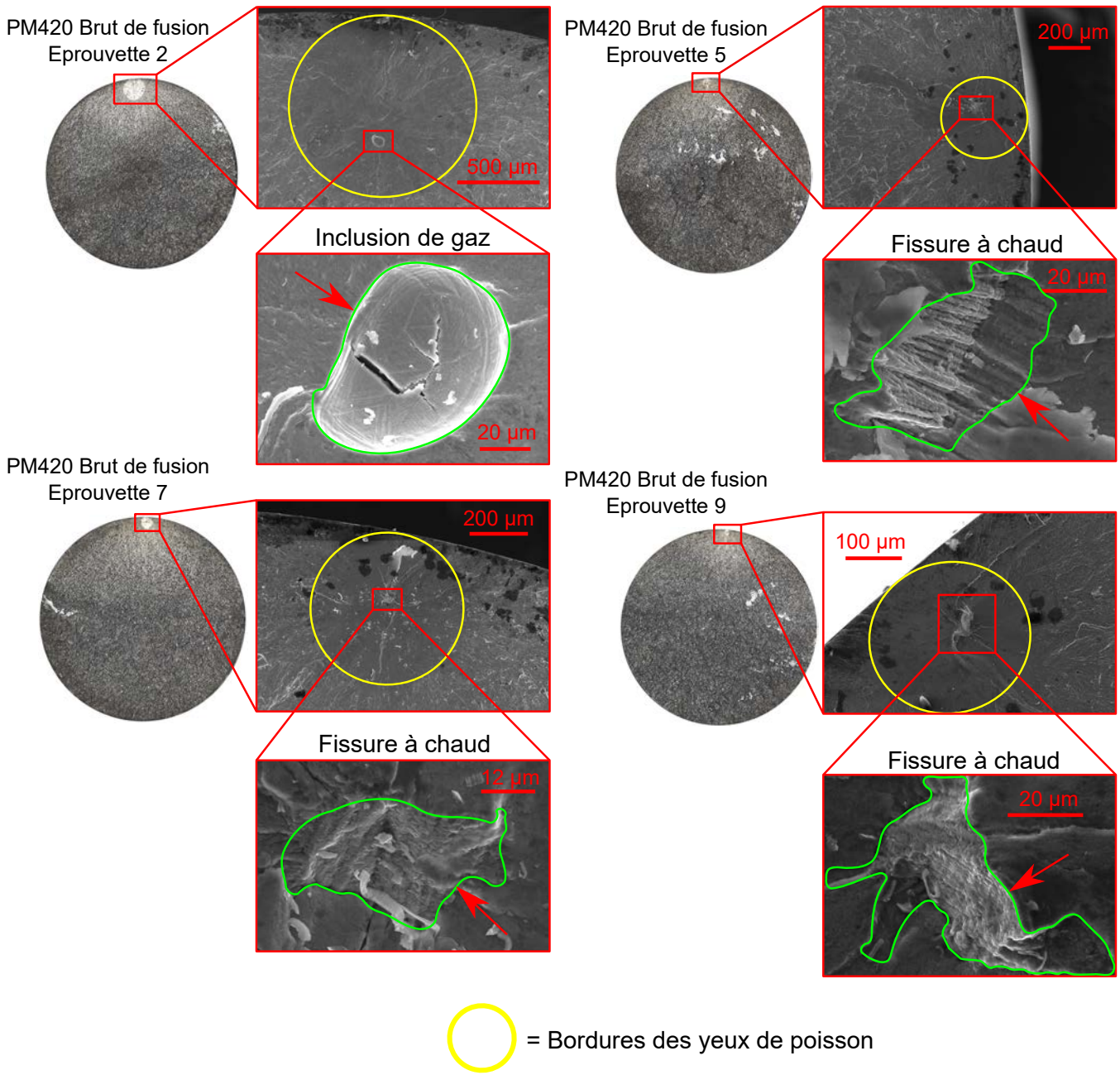


FIGURE E.3 – Faciès de rupture et défauts critiques observés sur les éprouvettes de PM420 usinées, toilées et non revenues

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

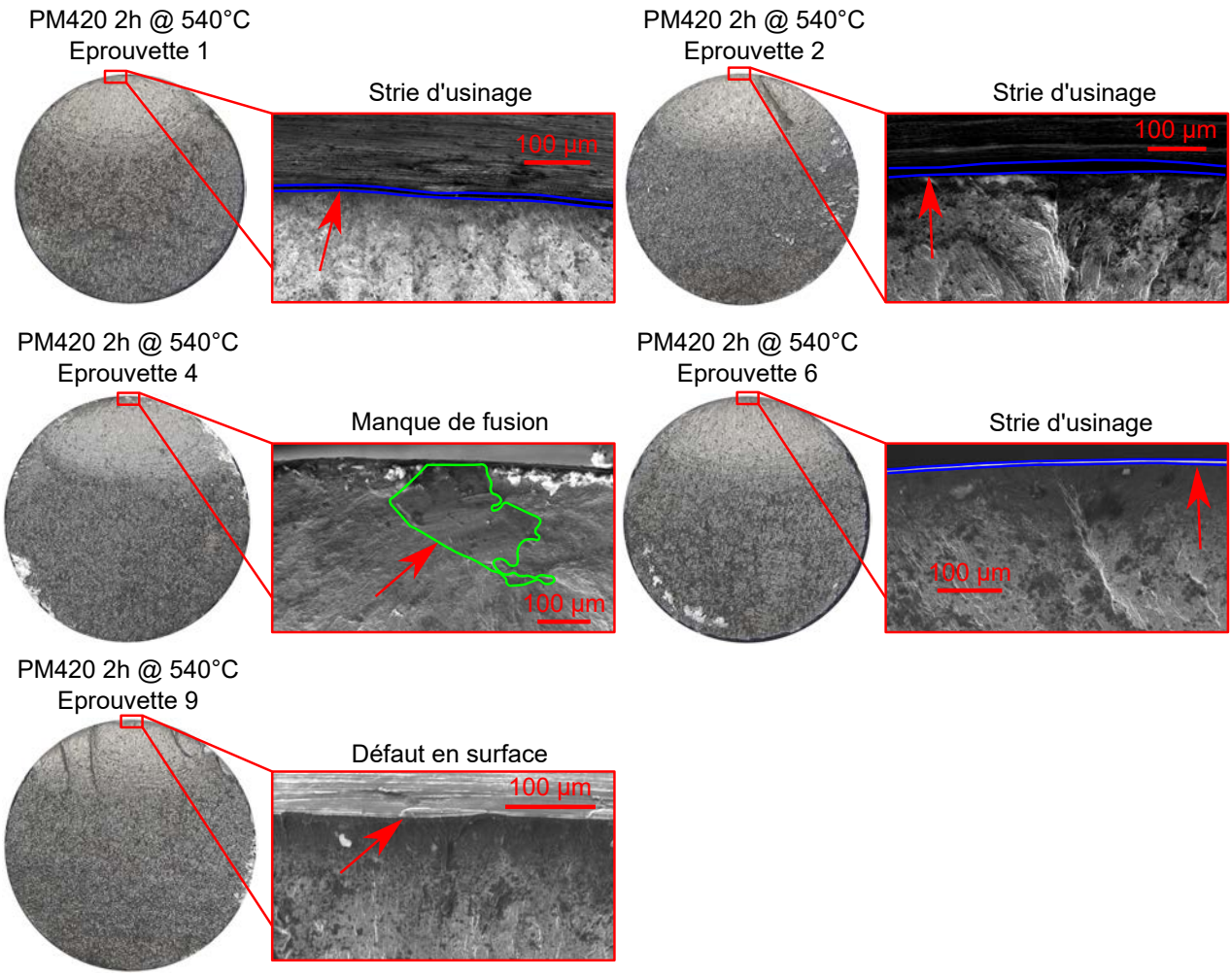


FIGURE E.4 – Faciès de rupture et défauts critiques observés sur les éprouvettes de PM420 usinées, toilées et revenues à 540°C pendant 2h

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

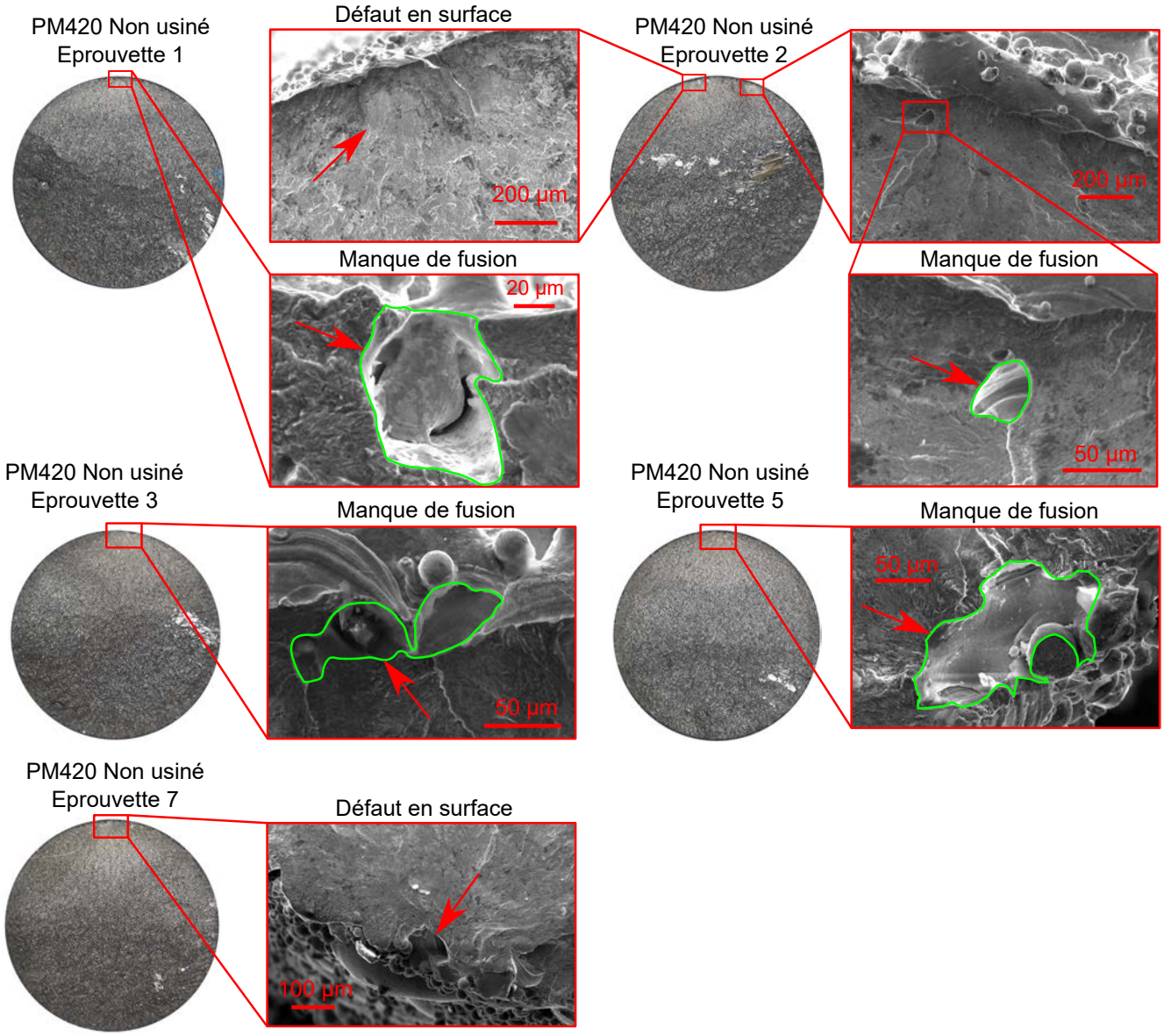


FIGURE E.5 – Faciès de rupture et défauts critiques observés sur les éprouvettes de PM420 non usinées, non toilées et non revenues

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

Références bibliographiques

[1] M. Mazur, M. Leary, M. McMillan, J. Elambasseril, and M. Brandt, "SLM additive manufacture of H13 tool steel with conformal cooling and structural lattices," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 22, pp. 504–518, Apr. 2016.

[2] R. Lauwerys and D. Lison, "Health risks associated with cobalt exposure — an overview," *Science of The Total Environment*, vol. 150, pp. 1–6, June 1994.

[3] M. De Boeck, M. Kirsch-Volders, and D. Lison, "Cobalt and antimony : genotoxicity and carcinogenicity," *Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis*, vol. 533, pp. 135–152, Dec. 2003.

[4] M. Chatain and A. Dobraczynski, "Injection des thermoplastiques : les moules," p. 67, 1995.

[5] M. Limousin, *Développement d'inserts de moule pour l'injection plastique en acier inoxydable martensitique et en verre métallique massif produits par Laser Beam Melting (LBF).* PhD thesis, Université de Lyon, Mar. 2018.

[6] S. Feng, A. M. Kamat, and Y. Pei, "Design and fabrication of conformal cooling channels in molds : Review and progress updates," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 171, p. 121082, June 2021.

[7] A. Saifullah and S. H. Masood, "Finite Element Thermal Analysis of Conformal Cooling Channels in Injection Moulding," 2007. Archive Location : world.

[8] D. V. Rosato and M. G. Rosato, *Injection Molding Handbook*. Springer US, 3 ed., 2000.

[9] F. Chenou and L. Cadiou, "Les aciers pour moules d'injection plastique : une évolution permanente," *Revue de Métallurgie*, vol. 95, pp. 833–843, June 1998. Number : 6 Publisher : EDP Sciences.

[10] B. He, "Reseach on the Failure and Material Selection of Plastic Mold," *Procedia Engineering*, vol. 23, pp. 46–52, 2011.

[11] J. He, "21 Chemical Elements and Effects on Steel Mechanical Properties."

[12] T. Munch, "Moules pour l'injection des thermoplastiques. Choix des aciers," p. 21, 2013.

[13] S. Jhavar, "Causes of failure and repairing options for dies and molds : A review," *Engineering Failure Analysis*, p. 17, 2013.

[14] S. Han, F. Salvatore, J. Rech, and J. Bajolet, "Abrasive flow machining (AFM) finishing of conformal cooling channels created by selective laser melting (SLM)," *Precision Engineering*, vol. 64, pp. 20–33, July 2020.

[15] M. C. Le, S. Belhabib, C. Nicolazo, P. Vachot, and A. Sarda, "Identification de la conductivité thermique d'un polymère semi-cristallin en exploitant la mesure de température au cœur d'une pièce moulée par injection," p. 6, 2011.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[16] A. Haddout, M. Benhadou, and M. Mazouzi, "Etude de la conductivité thermique des polymères dans les conditions industrielles de mise en forme," p. 5.

[17] H.-S. Park and X.-P. Dang, "Optimization of conformal cooling channels with array of baffles for plastic injection mold," *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, vol. 11, pp. 879–890, Dec. 2010.

[18] C. Y. Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Z. H. Liu, D. Q. Zhang, L. E. Loh, and S. L. Sing, "Review of selective laser melting : Materials and applications," *Applied Physics Reviews*, vol. 2, p. 041101, Dec. 2015.

[19] S. Pillot, "Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques," Feb. 2016.

[20] "Additive Manufacturing solutions & industrial 3D printer by EOS."

[21] L. Van Belle, J.-C. Boyer, and G. Vansteenkiste, "Investigation of residual stresses induced during the selective laser melting process," *Key Engineering Materials*, vol. 554-557, pp. 1828–2834, May 2013.

[22] L. V. Belle, *Analyse, modélisation et simulation de l'apparition de contraintes en fusion laser métallique*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, Nov. 2013.

[23] M. Narvan, K. S. Al-Rubaie, and M. Elbestawi, "Process-Structure-Property Relationships of AISI H13 Tool Steel Processed with Selective Laser Melting," *Materials*, vol. 12, p. 2284, Jan. 2019.

[24] S. Afkhami, M. Dabiri, S. H. Alavi, T. Björk, and A. Salminen, "Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting," *International Journal of Fatigue*, vol. 122, pp. 72–83, May 2019.

[25] J. Platl, H. Leitner, C. Turk, A. G. Demir, B. Previtali, and R. Schnitzer, "Defects in a Laser Powder Bed Fused Tool Steel," *Advanced Engineering Materials*, vol. n/a, no. n/a, p. 2000833. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.202000833.

[26] B. Zhang, Y. Li, and Q. Bai, "Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting : A Review," *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, vol. 30, pp. 515–527, May 2017.

[27] W. Sha, A. Cerezo, and G. D. W. Smith, "Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels : Part I. Introduction and study of Co-containing C-300 steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 24, pp. 1221–1232, June 1993.

[28] C. Elangeswaran, K. Gurung, R. Koch, A. Cutolo, and B. V. Hooreweder, "Post-treatment selection for tailored fatigue performance of 18Ni300 maraging steel manufactured by laser powder bed fusion," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 43, no. 10, pp. 2359–2375, 2020. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/ffe.13304.

[29] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J. P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel," *Physics Procedia*, vol. 12, pp. 255–263, Jan. 2011.

[30] Y. Guanghua, H. Xinmin, W. Yanqing, Q. Xingguo, Y. Ming, C. Zuoming, and J. Kang, "Effects of heat treatment on mechanical properties of h13 steel," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 52, pp. 393–395, Dec. 2010.

[31] EOS, "EOS Material data sheet MS1."

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[32] J. Mutua, S. Nakata, T. Onda, and Z.-C. Chen, "Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel," *Materials & Design*, vol. 139, pp. 486–497, Feb. 2018.

[33] Q. Saby, J.-Y. Buffière, E. Maire, T. Joffre, J. Bajolet, S. Garabédian, P. Vikner, and X. Boulnat, "Laser Powder Bed Fusion printability of cobalt-free steel powders for manufacturing injection molds," *Additive Manufacturing*, vol. 44, p. 102031, Aug. 2021.

[34] T. Debroy, H. L. Wei, J. S. Zuback, T. Mukherjee, J. W. Elmer, J. O. Milewski, A. M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, and W. Zhang, "Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties," *Progress in Materials Science*, vol. 92, pp. 112–224, Mar. 2018.

[35] "Uddeholm STAVAX® ESR Data Sheet."

[36] H. Bhadeshia and R. Honeycombe, "Chapter 5 - Formation of Martensite," in *Steels : Microstructure and Properties (Fourth Edition)* (H. Bhadeshia and R. Honeycombe, eds.), pp. 135–177, Butterworth-Heinemann, Jan. 2017.

[37] A. Nehrenberg, "The temperature range of martensite formation," *Transactions AIME*, vol. 167, pp. 494–498, 1946.

[38] W. Steven and A. Haynes, "The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-Alloy Steels," *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 183, no. 8, pp. 349–359, 1956.

[39] K. Andrews, "Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures," *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 203, pp. 721–727, 1965.

[40] A. Litwinchuk, F. X. Kayser, H. H. Baker, and A. Henkin, "The Rockwell C hardness of quenched high-purity iron-carbon alloys containing 0.09 to 1.91% carbon," *Journal of Materials Science*, vol. 11, pp. 1200–1206, July 1976.

[41] R. A. Grange, C. R. Hribal, and L. F. Porter, "Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 8, pp. 1775–1785, Nov. 1977.

[42] E. I. Galindo-Nava, W. M. Rainforth, and P. E. J. Rivera-Díaz-del Castillo, "Predicting microstructure and strength of maraging steels : Elemental optimisation," *Acta Materialia*, vol. 117, pp. 270–285, Sept. 2016.

[43] M. Hantcherli, *Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Apr. 2010.

[44] T. Tsuchiyama, K. Inoue, K. Hyodo, D. Akama, N. Nakada, S. Takaki, and T. Koyano, "Comparison of Microstructure and Hardness between High-carbon and High-nitrogen Martensites," *ISIJ International*, vol. 59, pp. 161–168, Jan. 2019.

[45] S. Cheruvathur, E. A. Lass, and C. E. Campbell, "Additive Manufacturing of 17-4 PH Stainless Steel : Post-processing Heat Treatment to Achieve Uniform Reproducible Microstructure," *JOM*, vol. 68, pp. 930–942, Mar. 2016.

[46] M. Ackermann, J. Šafka, L. Voleský, J. Bobek, and J. R. Kondapally, "Impact Testing of H13 Tool Steel Processed with Use of Selective Laser Melting Technology," *Materials Science Forum*, vol. 919, pp. 43–51, Apr. 2018.

[47] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. V. Humbeeck, and J.-P. Kruth, "A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V," *Acta Materialia*, vol. 58, pp. 3303–3312, May 2010.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[48] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann, "Additive manufacturing of metals," *Acta Materialia*, vol. 117, pp. 371–392, Sept. 2016.

[49] H. Fayazfar, M. Salarian, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, and E. Toyserkani, "A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys : Process parameters, microstructure and mechanical properties," *Materials & Design*, vol. 144, pp. 98–128, Apr. 2018.

[50] N. Haghdadi, M. Laleh, M. Moyle, and S. Primig, "Additive manufacturing of steels : a review of achievements and challenges," *Journal of Materials Science*, vol. 56, pp. 64–107, Jan. 2021.

[51] F. Deirmina, N. Peghini, B. AlMangour, D. Grzesiak, and M. Pellizzari, "Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 753, pp. 109–121, Apr. 2019.

[52] J. Krell, A. Röttger, K. Geenen, and W. Theisen, "General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 255, pp. 679–688, May 2018.

[53] S. D. Nath, H. Irrinki, G. Gupta, M. Kearns, O. Gulsoy, and S. Atre, "Microstructure-property relationships of 420 stainless steel fabricated by laser-powder bed fusion," *Powder Technology*, vol. 343, pp. 738–746, Feb. 2019.

[54] K. Saeidi, D. L. Zapata, F. Lofaj, L. Kvetkova, J. Olsen, Z. Shen, and F. Akhtar, "Ultra-high strength martensitic 420 stainless steel with high ductility," *Additive Manufacturing*, vol. 29, p. 100803, Oct. 2019.

[55] P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, G. Fredriksson, and I. Yadroitsev, "In situ heat treatment in selective laser melted martensitic AISI 420 stainless steels," *Materials & Design*, vol. 87, pp. 380–385, Dec. 2015.

[56] L. Yuan, D. Ponge, J. Wittig, P. Choi, J. A. Jiménez, and D. Raabe, "Nanoscale austenite reversion through partitioning, segregation and kinetic freezing : Example of a ductile 2GPa Fe–Cr–C steel," *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 2790–2804, Apr. 2012.

[57] R. H. Espy, "Weldability of Nitrogen-Strengthened Stainless Steels," *Welding Research Supplement*, p. 8, 1982.

[58] J. Boes, A. Röttger, W. Theisen, C. Cui, V. Uhlenwinkel, A. Schulz, H. W. Zoch, F. Stern, J. Tenkamp, and F. Walther, "Gas atomization and laser additive manufacturing of nitrogen-alloyed martensitic stainless steel," *Additive Manufacturing*, vol. 34, p. 101379, Aug. 2020.

[59] P. Bajaj, A. Hariharan, A. Kini, P. Kürnsteiner, D. Raabe, and E. A. Jägle, "Steels in additive manufacturing : A review of their microstructure and properties," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 772, p. 138633, Jan. 2020.

[60] L. Facchini, N. Vicente, I. Lonardelli, E. Magalini, P. Robotti, and A. Molinari, "Metastable Austenite in 17–4 Precipitation-Hardening Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting," *Advanced Engineering Materials*, vol. 12, no. 3, pp. 184–188, 2010. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.200900259.

[61] A. Kudzal, B. McWilliams, C. Hofmeister, F. Kellogg, J. Yu, J. Taggart-Scarff, and J. Liang, "Effect of scan pattern on the microstructure and mechanical properties of Powder Bed Fusion additive manufactured 17-4 stainless steel," *Materials & Design*, vol. 133, pp. 205–215, Nov. 2017.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[62] L. E. Murr, E. Martinez, J. Hernandez, S. Collins, K. N. Amato, S. M. Gaytan, and P. W. Shindo, "Microstructures and Properties of 17-4 PH Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 1, pp. 167–177, Oct. 2012.

[63] T. LeBrun, T. Nakamoto, K. Horikawa, and H. Kobayashi, "Effect of retained austenite on subsequent thermal processing and resultant mechanical properties of selective laser melted 17–4 PH stainless steel," *Materials & Design*, vol. 81, pp. 44–53, Sept. 2015.

[64] C. N. Hsiao, C. S. Chiou, and J. R. Yang, "Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 74, pp. 134–142, Mar. 2002.

[65] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S. M. Thompson, A. Elwany, and L. Bian, "Effects of building orientation and heat treatment on fatigue behavior of selective laser melted 17-4 PH stainless steel," *International Journal of Fatigue*, vol. 94, pp. 218–235, Jan. 2017.

[66] E. A. Jägle, Z. Sheng, P. Kürnsteiner, S. Ocylok, A. Weisheit, and D. Raabe, "Comparison of Maraging Steel Micro- and Nanostructure Produced Conventionally and by Laser Additive Manufacturing," *Materials*, vol. 10, p. 8, Jan. 2017.

[67] R. Casati, J. N. Lemke, A. Tuissi, and M. Vedani, "Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting," *Metals*, vol. 6, p. 218, Sept. 2016.

[68] H. Asgari and M. Mohammadi, "Microstructure and mechanical properties of stainless steel CX manufactured by Direct Metal Laser Sintering," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 709, pp. 82–89, Jan. 2018.

[69] X. Yan, C. Chen, C. Chang, D. Dong, R. Zhao, R. Jenkins, J. Wang, Z. Ren, M. Liu, H. Liao, R. Lupoi, and S. Yin, "Study of the microstructure and mechanical performance of C-X stainless steel processed by selective laser melting (SLM)," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 781, p. 139227, Apr. 2020.

[70] C. Tan, K. Zhou, W. Ma, P. Zhang, M. Liu, and T. Kuang, "Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel," *Materials & Design*, vol. 134, pp. 23–34, Nov. 2017.

[71] P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia, "Residual stress. Part 1 – Measurement techniques," *Materials Science and Technology*, vol. 17, pp. 355–365, Apr. 2001.

[72] J. L. Bartlett and X. Li, "An overview of residual stresses in metal powder bed fusion," *Additive Manufacturing*, vol. 27, pp. 131–149, May 2019.

[73] J. P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, "Selective laser melting of iron-based powder," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 149, pp. 616–622, June 2004.

[74] Z. Hu, H. Zhu, H. Zhang, and X. Zeng, "Experimental investigation on selective laser melting of 17-4PH stainless steel," *Optics & Laser Technology*, vol. 87, pp. 17–25, Jan. 2017.

[75] P. Mercelis and J.-P. Kruth, "Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting," *Rapid Prototyping Journal*, Oct. 2006.

[76] R. Mertens, B. Vrancken, N. Holmstock, Y. Kinds, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Influence of Powder Bed Preheating on Microstructure and Mechanical Properties of H13 Tool Steel SLM Parts," *Physics Procedia*, vol. 83, pp. 882–890, 2016.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[77] L. Mugwagwa, D. Dimitrov, S. Matope, and I. Yadroitsev, "Evaluation of the impact of scanning strategies on residual stresses in selective laser melting," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 102, pp. 2441–2450, June 2019.

[78] D. Buchbinder, W. Meiners, N. Pirch, K. Wissenbach, and J. Schrage, "Investigation on reducing distortion by preheating during manufacture of aluminum components using selective laser melting," *Journal of Laser Applications*, vol. 26, p. 012004, Feb. 2014.

[79] M. Shiomi, K. Osakada, K. Nakamura, T. Yamashita, and F. Abe, "Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process," *CIRP Annals*, vol. 53, no. 1, pp. 195–198, 2004.

[80] N. E. Hodge, R. M. Ferencz, and R. M. Vignes, "Experimental comparison of residual stresses for a thermomechanical model for the simulation of selective laser melting," *Additive Manufacturing*, vol. 12, pp. 159–168, Oct. 2016.

[81] B. Vrancken, "Study of Residual Stresses in Selective Laser Melting," June 2016.

[82] M. Salem, S. Le Roux, A. Hor, and G. Dour, "A new insight on the analysis of residual stresses related distortions in selective laser melting of Ti-6Al-4V using the improved bridge curvature method," *Additive Manufacturing*, vol. 36, p. 101586, Dec. 2020.

[83] V. Manvatkar, A. De, and T. DebRoy, "Spatial variation of melt pool geometry, peak temperature and solidification parameters during laser assisted additive manufacturing process," *Materials Science and Technology*, vol. 31, pp. 924–930, June 2015. Publisher : Taylor & Francis _eprint : https ://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000701.

[84] A. S. Wu, D. W. Brown, M. Kumar, G. F. Gallegos, and W. E. King, "An Experimental Investigation into Additive Manufacturing-Induced Residual Stresses in 316L Stainless Steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, pp. 6260–6270, Dec. 2014.

[85] M. F. Zaeh and G. Branner, "Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting," *Production Engineering*, vol. 4, pp. 35–45, Feb. 2010.

[86] L. van Belle, G. Vansteenkiste, and J.-C. Boyer, "Comparisons of numerical modelling of the Selective Laser Melting," vol. 504-506, p. 8, Key Engineering Materials, 2012.

[87] B. Ahmad, S. O. van der Veen, M. E. Fitzpatrick, and H. Guo, "Residual stress evaluation in selective-laser-melting additively manufactured titanium (Ti-6Al-4V) and inconel 718 using the contour method and numerical simulation," *Additive Manufacturing*, vol. 22, pp. 571–582, Aug. 2018.

[88] T. Mukherjee, W. Zhang, and T. DebRoy, "An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing," *Computational Materials Science*, vol. 126, pp. 360–372, Jan. 2017.

[89] A. K. Syed, B. Ahmad, H. Guo, T. Machry, D. Eatock, J. Meyer, M. E. Fitzpatrick, and X. Zhang, "An experimental study of residual stress and direction-dependence of fatigue crack growth behaviour in as-built and stress-relieved selective-laser-melted Ti6Al4V," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 755, pp. 246–257, May 2019.

[90] C. Li, Z. Y. Liu, X. Y. Fang, and Y. B. Guo, "Residual Stress in Metal Additive Manufacturing," *Procedia CIRP*, vol. 71, pp. 348–353, Jan. 2018.

[91] B. Vrancken and M. Strantza, "Origin and implications of Residual Stress in Additive Manufacturing," (Louvain), 2018.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[92] U. Zerbst, G. Bruno, J.-Y. Buffiere, T. Wegener, T. Niendorf, T. Wu, X. Zhang, N. Kashaev, G. Meneghetti, N. Hrabe, M. Madia, T. Werner, K. Hilgenberg, M. Koukolíková, R. Procházka, J. Džugan, B. Möller, S. Beretta, A. Evans, R. Wagener, and K. Schnabel, "Damage tolerant design of additively manufactured metallic components subjected to cyclic loading : State of the art and challenges," *Progress in Materials Science*, p. 100786, Mar. 2021.

[93] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, T. Starr, and B. Stucker, "Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes," *Additive Manufacturing*, vol. 1-4, pp. 87–98, Oct. 2014.

[94] W. M. Tucho, V. H. Lysne, H. Austbø, A. Sjolyst-Kverneland, and V. Hansen, "Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 740, pp. 910–925, Apr. 2018.

[95] R. Cunningham, C. Zhao, N. Parab, C. Kantzos, J. Pauza, K. Fezzaa, T. Sun, and A. D. Rollett, "Keyhole threshold and morphology in laser melting revealed by ultrahigh-speed x-ray imaging," *Science*, vol. 363, pp. 849–852, Feb. 2019.

[96] S. Katayama, *Handbook of Laser Welding Technologies*. Elsevier, June 2013.

[97] J. C. Sobotka, M. P. Enright, and R. C. McClung, "Application of critical distances to fatigue at pores," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 42, no. 8, pp. 1646–1661, 2019. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/ffe.13004.

[98] O. Andreau, *Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive*. thesis, Paris, ENSAM, Nov. 2019.

[99] T. Boellinghaus and H. Herold, eds., *Hot Cracking Phenomena in Welds*. Berlin Heidelberg : Springer-Verlag, 2005.

[100] M. Cloots, P. J. Uggowitzer, and K. Wegener, "Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles," *Materials & Design*, vol. 89, pp. 770–784, Jan. 2016.

[101] Q. Han, R. Mertens, M. L. Montero-Sistiaga, S. Yang, R. Setchi, K. Vanmeensel, B. Van Hooreweder, S. L. Evans, and H. Fan, "Laser powder bed fusion of Hastelloy X : Effects of hot isostatic pressing and the hot cracking mechanism," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 732, pp. 228–239, Aug. 2018.

[102] Q. Han, Y. Gu, R. Setchi, F. Lacan, R. Johnston, S. L. Evans, and S. Yang, "Additive manufacturing of high-strength crack-free Ni-based Hastelloy X superalloy," *Additive Manufacturing*, vol. 30, p. 100919, Dec. 2019.

[103] Q. Han, Y. Gu, S. Soe, F. Lacan, and R. Setchi, "Effect of hot cracking on the mechanical properties of Hastelloy X superalloy fabricated by laser powder bed fusion additive manufacturing," *Optics & Laser Technology*, vol. 124, p. 105984, Apr. 2020.

[104] P. Kontis, E. Chauvet, Z. Peng, J. He, A. K. da Silva, D. Raabe, C. Tassin, J.-J. Blandin, S. Abed, R. Dendievel, B. Gault, and G. Martin, "Atomic-scale grain boundary engineering to overcome hot-cracking in additively-manufactured superalloys," *Acta Materialia*, vol. 177, pp. 209–221, Sept. 2019.

[105] K. Riener, N. Albrecht, S. Ziegelmeier, R. Ramakrishnan, L. Haferkamp, A. B. Spierings, and G. J. Leichtfried, "Influence of particle size distribution and morphology on the pro-

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

perties of the powder feedstock as well as of AlSi10Mg parts produced by laser powder bed fusion (LPBF)," *Additive Manufacturing*, vol. 34, p. 101286, Aug. 2020.

[106] A. Spierings, N. Herres, and G. Levy, "Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 17, pp. 195–202, Jan. 2011. Publisher : Emerald Group Publishing Limited.

[107] M. Badrossamay, E. Yasa, J. Van Vaerenbergh, and J.-P. Kruth, "Improving Productivity Rate in SLM of Commercial Steel Powders," in *Technical Paper - Society of Manufacturing Engineers*, vol. TP09PUB17, pp. 1–13.

[108] A. Yadollahi and N. Shamsaei, "Additive manufacturing of fatigue resistant materials : Challenges and opportunities," *International Journal of Fatigue*, vol. 98, pp. 14–31, May 2017.

[109] G. Strano, L. Hao, R. M. Everson, and K. E. Evans, "Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, pp. 589–597, Apr. 2013.

[110] M. S. Duval-Chaneac, S. Han, C. Claudin, F. Salvatore, J. Bajolet, and J. Rech, "Experimental study on finishing of internal laser melting (SLM) surface with abrasive flow machining (AFM)," *Precision Engineering*, vol. 54, pp. 1–6, Oct. 2018.

[111] J. Boulanger, "Tolérances et écarts dimensionnels, géométriques et d'états de surface," *Techniques de l'Ingénieur*, p. 28, 1991.

[112] A. Thompson, I. Maskery, and R. Leach, "X-ray computed tomography for additive manufacturing : A review," *Measurement Science and Technology*, vol. 27, p. 072001, June 2016.

[113] A. du Plessis, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, and S. G. Le Roux, "X-Ray Microcomputed Tomography in Additive Manufacturing : A Review of the Current Technology and Applications," *3D Printing and Additive Manufacturing*, vol. 5, pp. 227–247, July 2018. Publisher : Mary Ann Liebert, Inc., publishers.

[114] T. Persenot, A. Burr, G. Martin, J.-Y. Buffiere, R. Dendievel, and E. Maire, "Effect of build orientation on the fatigue properties of as-built Electron Beam Melted Ti-6Al-4V alloy," *International Journal of Fatigue*, vol. 118, pp. 65–76, Jan. 2019.

[115] T. Persenot, *Fatigue of Ti-6Al-4V thin parts made by electron beam melting*. PhD thesis, 2018.

[116] "La soudabilité des aciers," *Techniques de l'Ingénieur*, Dec. 2004.

[117] S. Cooke, K. Ahmadi, S. Willerth, and R. Herring, "Metal additive manufacturing : Technology, metallurgy and modelling," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 57, pp. 978–1003, Sept. 2020.

[118] Y. He, M. Zhong, J. Beuth, and B. Webler, "A study of microstructure and cracking behavior of H13 tool steel produced by laser powder bed fusion using single-tracks, multi-track pads, and 3D cubes," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 286, p. 116802, Dec. 2020.

[119] L. D. Barlow and M. Du Toit, "Effect of Austenitizing Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of Martensitic Stainless Steel AISI 420," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 21, pp. 1327–1336, July 2012.

[120] A. . Duval, "Fiche technique du X15TN d'Aubert & Duval."

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[121] T. M. Mower and M. J. Long, "Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 651, pp. 198–213, Jan. 2016.

[122] M. Mazur, P. Brincat, M. Leary, and M. Brandt, "Numerical and experimental evaluation of a conformally cooled H13 steel injection mould manufactured with selective laser melting," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 93, pp. 881–900, Oct. 2017.

[123] J. Brnic, S. Krscanski, D. Lanc, M. Brcic, G. Turkalj, M. Canadija, and J. Niu, "Analysis of the Mechanical Behavior, Creep Resistance and Uniaxial Fatigue Strength of Martensitic Steel X46Cr13," *Materials*, vol. 10, p. 388, Apr. 2017. Number : 4 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

[124] J. Brnic, G. Turkalj, M. Canadija, D. Lanc, and S. Krscanski, "Martensitic stainless steel AISI 420—mechanical properties, creep and fracture toughness," *Mechanics of Time-Dependent Materials*, vol. 15, pp. 341–352, Nov. 2011.

[125] C. D. Tuffile and H. Lemke, "3d printable hard ferrous metallic alloys for powder bed fusion," Aug. 2019.

[126] P. Wils, "Analyses non destructives par tomographie à rayons X," *Les nouvelles de l'archéologie*, pp. 13–19, July 2020. ISBN : 9782735126620 Number : 159 Publisher : Editions de la Maison des Sciences de l'Homme.

[127] "Documentation en ligne du logiciel ImageJ relative au seuillage automatique "Auto Threshold"."

[128] Y. Tian, D. Tomus, P. Rometsch, and X. Wu, "Influences of processing parameters on surface roughness of Hastelloy X produced by selective laser melting," *Additive Manufacturing*, vol. 13, pp. 103–112, Jan. 2017.

[129] V.-P. Matilainen, H. Piili, A. Salminen, and O. Nyrhilä, "Preliminary Investigation of Keyhole Phenomena during Single Layer Fabrication in Laser Additive Manufacturing of Stainless Steel," *Physics Procedia*, vol. 78, pp. 377–387, 2015.

[130] F. Yi, Q. Zhou, C. Wang, Z. Yan, and B. Liu, "Effect of powder reuse on powder characteristics and properties of Inconel 718 parts produced by selective laser melting," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 13, pp. 524–533, July 2021.

[131] T. Persenot, A. Burr, R. Dendievel, J.-Y. Buffière, E. Maire, J. Lachambre, and G. Martin, "Fatigue performances of chemically etched thin struts built by selective electron beam melting : Experiments and predictions," *Materialia*, vol. 9, p. 100589, Mar. 2020.

[132] E. Yasa, K. Kempen, and J. P. Kruth, "Microstructure and mechanical properties of maraging steel 300 after selective laser melting,"

[133] C. Qiu, C. Panwisawas, M. Ward, H. C. Basoalto, J. W. Brooks, and M. M. Attallah, "On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting," *Acta Materialia*, vol. 96, pp. 72–79, Sept. 2015.

[134] Z. Cong, N. Jia, X. Sun, Y. Ren, J. Almer, and Y. Wang, "Stress and Strain Partitioning of Ferrite and Martensite during Deformation," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, pp. 1383–1387, June 2009.

[135] C. Y. Kung and J. J. Rayment, "An examination of the validity of existing empirical formulae for the calculation of ms temperature," *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, pp. 328–331, Feb. 1982.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[136] P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, G. Fredriksson, and I. Yadroitsev, "In situ heat treatment in selective laser melted martensitic AISI 420 stainless steels," *Materials & Design*, vol. 87, pp. 380–385, Dec. 2015.

[137] S. Kou, "Basic Solidification Concepts," in *Welding Metallurgy*, pp. 143–169, John Wiley & Sons, Ltd, 2002. Section : 6 _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/0471434027.ch6.

[138] R. Colaço and R. Vilar, "Stabilisation of retained austenite in laser surface melted tool steels," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 385, pp. 123–127, Nov. 2004.

[139] H. K. Rafi, D. Pal, N. Patil, T. L. Starr, and B. E. Stucker, "Microstructure and Mechanical Behavior of 17-4 Precipitation Hardenable Steel Processed by Selective Laser Melting," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, pp. 4421–4428, Dec. 2014.

[140] B. H. Jiang, J. Bohong, L. Sun, R. Li, T. Y. Hsu, and X. Zuyao, "Influence of austenite grain size on γ-ε martensitic transformation temperature in Fe-Mn-Si-Cr alloys," *Scripta Metallurgica et Materialia*, p. 6, 1995.

[141] A. Hadadzadeh, B. S. Amirkhiz, J. Li, and M. Mohammadi, "Microstructure Evolution in Direct Metal Laser Sintered Corrax Maraging Stainless Steel," in *TMS 2019 148th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings*, The Minerals, Metals & Materials Series, pp. 455–462, Springer International Publishing, 2019.

[142] J. Damon, R. Koch, D. Kaiser, G. Graf, S. Dietrich, and V. Schulze, "Process development and impact of intrinsic heat treatment on the mechanical performance of selective laser melted AISI 4140," *Additive Manufacturing*, vol. 28, pp. 275–284, Aug. 2019.

[143] B. Ren, D. Lu, R. Zhou, Z. Li, and J. Guan, "Preparation and mechanical properties of selective laser melted H13 steel," *Journal of Materials Research*, pp. 1–11, Feb. 2019.

[144] Y. Tian, K. Chadha, and C. Aranas, "Laser powder bed fusion of ultra-high-strength 420 stainless steel : Microstructure characterization, texture evolution and mechanical properties," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 805, p. 140790, Feb. 2021.

[145] M. Pellizzari, A. Fedrizzi, and M. Zadra, "Influence of processing parameters and particle size on the properties of hot work and high speed tool steels by Spark Plasma Sintering," *Materials & Design*, vol. 32, pp. 1796–1805, Apr. 2011.

[146] E. I. Galindo-Nava and P. E. J. Rivera-Díaz-del Castillo, "Understanding the factors controlling the hardness in martensitic steels," *Scripta Materialia*, vol. 110, pp. 96–100, Jan. 2016.

[147] T. Furuhara, K. Kikumoto, H. Saito, T. Sekine, T. Ogawa, S. Morito, and T. Maki, "Phase Transformation from Fine-grained Austenite," *ISIJ International*, vol. 48, no. 8, pp. 1038–1045, 2008.

[148] A. N. Isfahany, H. Saghafian, and G. Borhani, "The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 3931–3936, Mar. 2011.

[149] R. Lévêque, "Aciers à outils - Composition chimique et structure," *Techniques de l'Ingénieur*, p. 19, 2013.

[150] "Les traitements thermiques des aciers," *Techniques de l'Ingénieur*, Dec. 2004.

[151] EOS, "EOS Material data sheet CX."

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[152] J. Zhang, M. Wang, L. Niu, J. Liu, J. Wang, Y. Liu, and Z. Shi, "Effect of process parameters and heat treatment on the properties of stainless steel CX fabricated by selective laser melting," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 877, p. 160062, Oct. 2021.

[153] U. K. Viswanathan, G. K. Dey, and V. Sethumadhavan, "Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18 Ni (350) maraging steel," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 398, pp. 367–372, May 2005.

[154] S. Höring, D. Abou-Ras, N. Wanderka, H. Leitner, H. Clemens, and J. Banhart, "Characterization of Reverted Austenite during Prolonged Ageing of Maraging Steel CORRAX," *steel research international*, vol. 80, no. 1, 2009.

[155] R. Casati, M. Coduri, N. Lecis, C. Andrianopoli, and M. Vedani, "Microstructure and mechanical behavior of hot-work tool steels processed by Selective Laser Melting," *Materials Characterization*, vol. 137, pp. 50–57, Mar. 2018.

[156] G. B. Olson and M. Azrin, "Transformation behavior of TRIP steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, pp. 713–721, May 1978.

[157] M. A. Taha, A. F. Yousef, K. A. Gany, and H. A. Sabour, "On selective laser melting of ultra high carbon steel : Effect of scan speed and post heat treatment," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 43, no. 11, pp. 913–923, 2012. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/mawe.201200030.

[158] C. Haase, J. Bültmann, J. Hof, S. Ziegler, S. Bremen, C. Hinke, A. Schwedt, U. Prahl, and W. Bleck, "Exploiting Process-Related Advantages of Selective Laser Melting for the Production of High-Manganese Steel," *Materials*, vol. 10, p. 56, Jan. 2017. Number : 1 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

[159] A. Steel, "AK Steel 420 Stainless Steel data sheet."

[160] A. Yadollahi, M. Mahmoudi, A. Elwany, H. Doude, L. Bian, and J. C. Newman, "Fatigue-life prediction of additively manufactured material : Effects of heat treatment and build orientation," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 43, no. 4, pp. 831–844, 2020. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/ffe.13200.

[161] S. Sarkar, C. S. Kumar, and A. K. Nath, "Effects of heat treatment and build orientations on the fatigue life of selective laser melted 15-5 PH stainless steel," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 755, pp. 235–245, May 2019.

[162] J. Džugan, K. Halmešová, M. Ackermann, M. Koukolíková, and Z. Trojanová, "Thermophysical properties investigation in relation to deposition orientation for SLM deposited H13 steel," *Thermochimica Acta*, vol. 683, p. 178479, Jan. 2020.

[163] P. Wood, T. Libura, Z. L. Kowalewski, G. Williams, and A. Serjouei, "Influences of Horizontal and Vertical Build Orientations and Post-Fabrication Processes on the Fatigue Behavior of Stainless Steel 316L Produced by Selective Laser Melting," *Materials*, vol. 12, p. 4203, Jan. 2019. Number : 24 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

[164] A. Spierings, T. Starr, and K. Wegener, "Fatigue performance of additive manufactured metallic parts," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 19, Mar. 2013.

[165] N. Sanaei and A. Fatemi, "Defects in additive manufactured metals and their effect on fatigue performance : A state-of-the-art review," *Progress in Materials Science*, p. 100724, Aug. 2020.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[166] P. Lours, *Au coeur des matériaux cristallins*. Science de la matière, presses des mines ed., 2016.

[167] G. Hénaff and F. Morel, *Fatigue des structures - Gilbert Hénaff , Franck Morel - Librairie Eyrolles*.

[168] Y. Murakami, *Metal Fatigue : Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. Academic Press, June 2019.

[169] M. Pellizzari, B. AlMangour, M. Benedetti, S. Furlani, D. Grzesiak, and F. Deirmina, "Effects of building direction and defect sensitivity on the fatigue behavior of additively manufactured H13 tool steel," *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 108, p. 102634, Aug. 2020.

[170] R. I. Stephens, A. Fatemi, R. R. Stephens, and H. O. Fuchs, *Metal Fatigue in Engineering, 2nd Edition | Wiley*.

[171] R. Shrestha, J. Simsiriwong, and N. Shamsaei, "Fatigue behavior of additive manufactured 316L stainless steel under axial versus rotating-bending loading : Synergistic effects of stress gradient, surface roughness, and volumetric defects," *International Journal of Fatigue*, vol. 144, p. 106063, Mar. 2021.

[172] R. Dörfert, J. Zhang, B. Clausen, H. Freiße, J. Schumacher, and F. Vollertsen, "Comparison of the fatigue strength between additively and conventionally fabricated tool steel 1.2344," *Additive Manufacturing*, vol. 27, pp. 217–223, May 2019.

[173] N. T. Aboulkhair, I. Maskery, C. Tuck, I. Ashcroft, and N. M. Everitt, "Improving the fatigue behaviour of a selectively laser melted aluminium alloy : Influence of heat treatment and surface quality," *Materials & Design*, vol. 104, pp. 174–182, Aug. 2016.

[174] W. Xie, H. Yang, X. Su, and Q. Huang, "Numerical simulation of fatigue crack growth of surface crack," *ISMME*, pp. 56–61, 2014.

[175] A. Galtier, R. Munier, A. Philippot, and B. Weber, "Essais de fatigue - Domaine des grands nombres de cycles," *Techniques de l'Ingénieur*, p. 30, 2019.

[176] W. J. Dixon and A. M. Mood, "A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data," *Journal of the American Statistical Association*, vol. 43, pp. 109–126, Mar. 1948. Publisher : Taylor & Francis _eprint : https ://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1080/01621459.1948.10483254.

[177] V. Chomienne, *Etude de l'influence de l'intégrité de surface en tournage de l'acier 15-5PH sur la tenue en fatigue en flexion rotative*. thesis, Lyon, INSA, Nov. 2014.

[178] N. Shamsaei and A. Fatemi, "Effect of hardness on multiaxial fatigue behaviour and some simple approximations for steels," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 32, no. 8, pp. 631–646, 2009. _eprint : https ://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1460-2695.2009.01369.x.

[179] H. A. Leybold, *Axial-Load Fatigue Tests on 17-7 PH Stainless Steel Under Constant-Amplitude Loading*. Oct. 1960.

[180] M. N. Nasr, E.-G. Ng, and M. A. Elbestawi, "Effects of Strain Hardening and Initial Yield Strength on Machining-Induced Residual Stresses," *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 129, pp. 567–579, Oct. 2007.

[181] G. R. Johnson and W. H. Cook, "A Constitutive Model And Data For Metals," *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*, pp. 541–547, 1983.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

[182] K. Slámečka, J. Pokluda, M. Kianicová, Š. Major, and I. Dvořák, "Quantitative fractography of fish-eye crack formation under bending–torsion fatigue," *International Journal of Fatigue*, vol. 32, pp. 921–928, June 2010.

[183] E. Jägle, P.-P. Choi, J. Humbeeck, and D. Raabe, "Precipitation and austenite reversion behavior of a maraging steel produced by selective laser melting," *Journal of Materials Research*, vol. 29, Aug. 2014.

[184] T. H. Simm, L. Sun, D. R. Galvin, E. P. Gilbert, D. Alba Venero, Y. Li, T. L. Martin, P. A. J. Bagot, M. P. Moody, P. Hill, H. K. D. H. Bhadeshia, S. Birosca, M. J. Rawson, and K. M. Perkins, "A SANS and APT study of precipitate evolution and strengthening in a maraging steel," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 702, pp. 414–424, Aug. 2017.

[185] M. Perez, V. Massardier, and X. Kleber, "Thermoelectric power applied to metallurgy : Principle and recent applications," *International Journal of Materials Research*, vol. 100, pp. 1461–1466, Oct. 2009.

[186] M. X. Zhang and P. M. Kelly, "Stress-induced martensitic transformation and impact toughness of cast irons and high-carbon Fe-Ni-C steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, pp. 2695–2708, Nov. 2001.

[187] B. Deng, D. Yang, G. Wang, Z. Hou, and H. Yi, "Effects of Austenitizing Temperature on Tensile and Impact Properties of a Martensitic Stainless Steel Containing Metastable Retained Austenite," *Materials*, vol. 14, p. 1000, Jan. 2021. Number : 4 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.

[188] R. Wu, W. Li, S. Zhou, Y. Zhong, L. Wang, and X. Jin, "Effect of Retained Austenite on the Fracture Toughness of Quenching and Partitioning (Q&P)-Treated Sheet Steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, pp. 1892–1902, Apr. 2014.

[189] G. Gao, H. Zhang, X. Gui, P. Luo, Z. Tan, and B. Bai, "Enhanced ductility and toughness in an ultrahigh-strength Mn–Si–Cr–C steel : The great potential of ultrafine filmy retained austenite," *Acta Materialia*, vol. 76, pp. 425–433, Sept. 2014.

[190] J. Chen, W.-n. Zhang, Z.-y. Liu, and G.-d. Wang, "The Role of Retained Austenite on the Mechanical Properties of a Low Carbon 3Mn-1.5Ni Steel," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, pp. 5849–5859, Dec. 2017.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : SABY DATE de SOUTENANCE : 18/01/2022

Prénoms : Quentin

TITRE : Fusion laser sur lit de poudres et optimisation par traitements thermiques d'aciers martensitiques – Application aux moules d'injection plastique

NATURE : Doctorat Numéro d'ordre : 2022LYSEI004

École doctorale : ED 34 Matériaux de Lyon

Spécialité : Matériaux

RÉSUMÉ : L'impression 3D par fusion laser sur lit de poudres (LPBF) permet d'obtenir des empreintes de moule d'injection plastique disposant de canaux de refroidissement « conformal cooling ». Ces derniers, impossibles à obtenir avec des procédés conventionnels à cause de leur géométrie trop complexe, assurent un refroidissement rapide et homogène de la pièce injectée.

Actuellement, l'acier de référence pour l'impression d'empreintes de moules est le maraging 18Ni300, réputé pour sa bonne imprimabilité et pour sa capacité à durcir après traitement thermique de vieillissement. Cet acier présente toutefois quelques inconvénients : sa forte teneur en nickel le rend coûteux ; le cobalt qu'il contient peut avoir un effet délétère sur la santé en cas d'inhalation ; et il n'est pas inoxydable. Ainsi, l'objectif de cette thèse a été d'identifier de potentielles alternatives au maraging 18Ni300.

Pour cela, dans un premier temps, l'imprimabilité en LPBF de huit poudres d'aciers (deux maraging inoxydables, deux martensitiques Fe-C non-inoxydables et quatre martensitiques inoxydables) a été évaluée au regard de leurs défauts internes et de surface (par tomographie aux rayons X), de leur microstructure (microscopie optique, électronique et diffraction des rayons X), et de leurs propriétés mécaniques statiques (résilience Charpy, dureté HRC). L'influence du carbone sur l'imprimabilité a également été mise en évidence grâce à la réalisation de cordons de fusion sur un échantillon à gradient de teneur en carbone. Cette étude illustre le rôle majeur de l'austénite résiduelle pour l'obtention de pièces sans fissures.

Dans un deuxième temps, une fois les aciers les plus intéressants sélectionnés, l'influence de traitements thermiques après fabrication LPBF sur les microstructures et sur les propriétés mécaniques monotones (dureté, résilience, traction) et cycliques (fatigue par flexion rotative) a été évaluée.

MOTS-CLÉS : Fabrication additive, fusion laser sur lit de poudres, injection plastique, conformal cooling, aciers martensitiques, maraging, imprimabilité, austénite résiduelle, traitements thermiques, propriétés mécaniques, fatigue, défauts critiques

Laboratoire de recherche : MATEIS – UMR CNRS 5510

Directeurs de thèse : Xavier BOULNAT (Maître de conférences), Jean-Yves BUFFIÈRE (Professeur des Universités)

Composition du jury :

Salima BOUVIER	(Professeure des Universités)
Stéphane GODET	(Professeur des Universités)
Roland LOGÉ	(Professeur des Universités)
Éric MAIRE	(Directeur de recherche)
Thomas JOFFRE	(Docteur)

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2022LYSEI004/these.pdf
© [Q. Saby], [2022], INSA Lyon, tous droits réservés